

UNIVERSITE DE NDJAMENA

\*\*\*\*\*

ECOLE DOCTORALE  
SCIENCES, TECHNIQUE ET  
ENVIRONNEMENT

\*\*\*\*\*



جامعة انجمينا

\*\*\*\*\*

مدرسة الدكتوراة للعلوم  
والتقنيات والبيئة

\*\*\*\*\*

N° attribué par le Secreteriat Scientifique de l'ED-STE (ou la bibliotheque centrale)

| T | D | 2 | 0 | 2 | 2 | U | N | D | J | 0 | 9 | 0 | 7 |

## THÈSE DE DOCTORAT

Mention : **Sciences de l'Ingénieur**

Spécialité : **Génie des Procédés**

**Titre** : Modélisation et optimisation de l'extraction et de fermentation de jus de datte  
(*Phoenix dactylifera* L) « Bournow » par la méthodologie des surfaces de réponses.

### Thèse de Doctorat

Présentée par M. **KADLEZIR Fiacre**

Sous la direction de M. AHMED MOHAMMED Mohagir, Maitre de Conférences/

M. DESOBGO ZANGUE Steve Carly, Maitre de Conférences

### Composition du jury :

M. MAHMOUT YAYA, Professeur titulaire, Université de N'Djamena (Tchad), President

M. GUILLAUME KOFA, Maitre de Conférences, Université N'Gaoundere (Cameroun), Rapporteur

M. NDI KOUNGOU Sylvère, Maitre de Conférences, Université N'Gaoundere (Cameroun), Rapporteur

M. ABDELSALAM TIDJANI, Professeur titulaire, Université de N'Djamena (Tchad), Rapporteur

M. HIMEDA MAKHLOUF, Maitre de Conférences, Université de N'Djamena (Tchad), Examineur

M. AHMED MOHAMMED Mohagir, Maitre de Conférences, Université de N'Djamena (Tchad), Directeur

M. DESOBGO ZANGUE Steve Carly, Maitre de Conférences, Université N'Gaoundere (Cameroun), Co Directeur

**Année universitaire : 2022**

UNIVERSITE DE NDJAMENA

\*\*\*\*\*

ECOLE DOCTORALE  
SCIENCES, TECHNIQUE ET  
ENVIRONNEMENT

\*\*\*\*\*



جامعة انجمينا

\*\*\*\*\*

مدرسة الدكتوراة للعلوم  
والتقنيات والبيئة

\*\*\*\*\*

N° attribué par le Secreteriat Scientifique de l'ED-STE (ou la bibliotheque centrale)

T	D	2	0	2	2	U	N	D	J	0	9	0	7
---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

## THÈSE DE DOCTORAT

Mention : **Sciences de l'Ingénieur**

Spécialité : **Génie des Procédés**

**Titre :** Modélisation et optimisation de l'extraction et de fermentation de jus de datte (*Phoenix dactylifera* L) « Bournow » par la méthodologie des surfaces de réponses.

### Thèse de Doctorat

Présentée par M. **KADLEZIR Fiacre (Master en Genie des Procédés)**

Sous la direction de M. AHMED MOHAMMED Mohagir, Maitre de Conférence /

M. DESOBGO ZANGUE Steve Carly, Maitre de Conférences

### Composition du jury :

M. MAHMOUT YAYA, Professeur titulaire, Université de N'Djamena (Tchad), President

M. GUILLAUME KOFA, Maitre de Conférences, Université N'Gaoundere (Cameroun), Rapporteur

M. NDI KOUNGOU Sylvère, Maitre de Conférences, Université N'Gaoundere (Cameroun), Rapporteur

M. ABDELSALAM TIDJANI, Professeur titulaire, Université de N'Djamena (Tchad), Rapporteur

M. HIMEDA MAKHLOUF, Maitre de Conférences, Université de N'Djamena (Tchad), Examineur

M. AHMED MOHAMMED Mohagir, Maitre de Conférences, Université de N'Djamena (Tchad), Directeur

M. DESOBGO ZANGUE Steve Carly, Maitre de Conférences, Université N'Gaoundere (Cameroun), Co Directeur

**Laboratoire de Recherche des Substance Naturelles**

**Année univerritaire : 2022**

# TABLE DE MATIÈRES

PAGE DE TITRE	<i>i</i>
<b>TABLE DE MATIÈRES</b>	<b><i>ii</i></b>
<b>CERTIFICATION</b>	<b><i>vi</i></b>
<b>DÉDICACE</b>	<b><i>viii</i></b>
<b>REMERCIEMENTS</b>	<b><i>ix</i></b>
<i>Liste des publications et communications</i>	<i>xii</i>
<i>Liste des tableaux</i>	<i>xiii</i>
<i>Liste des figures</i>	<i>xiv</i>
<i>Liste des annexes</i>	<i>xvii</i>
<i>Nomenclature et abréviations</i>	<i>xviii</i>
<i>Résumé</i>	<i>xxii</i>
<i>الخلاصة</i>	<i>xxiv</i>
<i>Abstract</i>	<i>xxvi</i>
<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	<b>1</b>
<i>Introduction générale</i>	<i>2</i>
<b>CHAPITRE I Revue de la bibliographie</b>	<b>6</b>
<b>I.1 Généralités sur les palmiers dattiers</b>	<b>6</b>
I.1.1 Botanique du palmier dattier	6
I.1.1.1 Origine botanique	6
I.1.1.2 Taxonomie	8
I.1.2 Ecologie et répartition dans le monde	9
I.1.2.1 Ecologie	9
I.1.2.1 Application du palmier dattier	9
I.1.2.2 Production des dattes dans le monde	10
I.1.3 Aperçu succinct des palmiers-dattiers.	10
I.1.3.1 Palmiers dattiers	11
I.1.3.2 Etapes impliquées dans la maturation des dattes	11
I.1.3.3 Apports nutritifs des dattes	13

I.1.3.4	La valeur ajoutée, les pertes et la production	15
I.1.3.5	Composition des dattes	15
I.1.3.5.a	Les glucides	15
I.1.3.5.b	Acides aminés et protéines	16
I.1.3.5.c	Fibres Alimentaires	17
I.1.3.5.d	Vitamines	20
I.1.3.5.e	Minéraux	20
I.1.3.5.f	Analyse des acides gras et de la matière grasse totale	21
I.1.3.5.g	Profil olfactif et phytochimie	23
I.1.3.5.h	Caroténoïdes	23
I.1.3.5.i	Pigments.	23
I.1.3.5.j	Substances phénoliques	24
I.1.3.5.k	Antioxydants	24
I.1.3.5.l	Aromates et substances volatiles	25
I.1.3.6	Traitement des dattes	25
I.1.3.6.a	Produits à base de dattes partiellement transformés	25
I.1.3.6.b	Produits à base de dattes préparés pour l'utilisation	27
I.1.3.6.c	Les produits à base de dattes recuperées	28
I.1.3.6.d	Le jus de datte	28
I.1.3.6.e	L'ébullition et l'évaporation du liquide de datte.	30
I.1.3.6.f	Produits de la datte fermentée	31
I.1.3.6.g	Divers aliments à base de dattes	32
I.1.3.6.h	Sous-produits des dattes transformées	33
I.1.3.6.i	Application thérapeutique des dattes	36
I.1.3.6.j	Index glycémique des dattes	37
<b>I.2</b>	<b>Un bref aperçu des probiotiques et des prébiotiques</b>	<b>37</b>
I.2.1	Définition et souches	37
I.2.2	Mécanismes d'action	38
<b>I.3</b>	<b>La modélisation mathématique.</b>	<b>39</b>
I.3.1	Théorie des surfaces de réponse.	39
I.3.1.1	Définition des facteurs et des niveaux	40
I.3.1.2	Définition d'une réponse	41
I.3.1.3	Caractérisation du domaine expérimental	41
I.3.1.4	Modèle empirique	44
I.3.1.5	Plans composites centrés	45
I.3.1.5.a	Plan composite centré circonscrit	46
I.3.1.5.b	Plan composite centré inscrit (CCI)	52

I.3.1.5.c	Plan composite à faces centrées (CCF)	54
I.3.1.5.d	Transition d'un domaine sphérique à un domaine cubique	55
I.3.1.6	Plans de Box-Behnken	57
I.3.1.6.a	Structure des plans de Box-Behnken	58
I.3.1.7	Analyse statistique	59

**CHAPITRE II Effet des paramètres d'extraction sur les composés majeurs du jus de datte (Bournow). 64**

<b>II.1</b>	<b>Introduction partielle</b>	<b>65</b>
<b>II.2</b>	<b>Matériel et méthodes</b>	<b>67</b>
II.2.1	Matériel biologique	67
II.2.2	Cadre de l'étude	67
II.2.3	Caractérisation physique des fruits de la datte	68
II.2.4	Détermination de la teneur en eau de la pulpe de datte entière.	68
II.2.5	Méthodologie de la surface de réponse (RSM)	68
II.2.6	Validation et optimisation	70
II.2.7	Extraction du jus de dattes	71
II.2.8	Détermination du degré Brix du jus de dattes	72
II.2.9	Mesure de l'acidité titrable des jus de dattes	72
II.2.10	Détermination de la couleur du jus	73
II.2.11	Détermination du rapport sucre/acide	73
<b>II.3</b>	<b>Résultats et discussion</b>	<b>74</b>
II.3.1	Caractérisation morphologique et détermination de l'humidité de la datte.	74
II.3.2	Modélisation et optimisation du Brix, de la couleur et du rapport sucre/acide	75
II.3.2.1	Impact des facteurs singuliers sur les réponses	77
II.3.2.1.a	Impact de la température et du temps	77
II.3.2.1.b	Impact du rapport eau/pulpe	81
II.3.2.1.c	Impact du volume de pectinase	81
II.3.2.2	Impact des interactions sur les réponses	83
II.3.3	Optimisation	86
<b>II.4</b>	<b>Conclusion partielle</b>	<b>87</b>

**CHAPITRE III : Effet des paramètres d'extraction sur les composés mineurs du jus de datte (Bournow). 89**

<b>III.1</b>	<b>Introduction partielle</b>	<b>90</b>
<b>III.2</b>	<b>Matériel et méthodes</b>	<b>91</b>

III.2.1	Matériel biologique	91
III.2.2	Cadre d'étude	91
III.2.3	Etablissement des modèles mathématiques	91
III.2.4	Validation des modèles mathématiques.	94
III.2.5	Optimisation	96
III.2.6	Détermination de la teneur en acides aminés libres des jus	96
III.2.7	Mesure du pH du jus de dattes	96
III.2.8	Détermination de la teneur en vitamine C du jus de dattes.	96
III.2.9	Détermination du contenu phénolique total dans le jus de dattes.	97
<b>III.3</b>	<b>Résultats et discussion</b>	<b>98</b>
III.3.1	Modélisation du pH, vitamine C, acides aminés libres et polyphénols	98
III.3.1.1	Impact des facteurs singuliers sur les réponses	100
III.3.1.1.a	Impact de la température	100
III.3.1.1.b	Impact du temps d'extraction	102
III.3.1.1.c	Impact du ratio eau/pulpe	104
III.3.1.1.d	Impact du volume d'enzymes	104
III.3.1.2	Impact des interactions sur les réponses	107
III.3.2	Optimisation des constituants mineurs (pH, vitamine C, polyphénols et FAN)	114
<b>III.4</b>	<b>Conclusion partielle</b>	<b>115</b>
<b>CHAPITRE IV Fermentation du jus de datte (Bournow) par des souches à potentiels probiotiques.</b>		<b>117</b>
<b>IV.1</b>	<b>Résumé</b>	<b>117</b>
<b>IV.2</b>	<b>Introduction partielle</b>	<b>118</b>
<b>IV.3</b>	<b>Matériel et méthodes</b>	<b>120</b>
IV.3.1	Matériel biologique	120
IV.3.2	Cadre d'étude et Préparation de l'extrait de datte	120
IV.3.3	Préparation de l'inoculum	120
IV.3.4	Modélisation et validation des modèles	121
IV.3.5	Détermination de la turbidité	122
<b>IV.4</b>	<b>Résultats et discussion</b>	<b>123</b>
IV.4.1	Modélisation de la fermentation du jus de datte	123
IV.4.1.1	Effets singuliers et quadratiques sur les réponses	126
IV.4.1.1.a	Effet du temps de fermentation ( $X_1$ )	126
IV.4.1.1.b	Effet de la dose de ferments ( $X_2$ )	129

IV.4.1.1.c	Effet du Brix initial ( $X_3$ )	130
IV.4.1.2	Effets des interactions sur les réponses	132
IV.4.1.2.a	Effet de l'interaction temps de fermentation/dose de ferments ( $X_1X_2$ )	132
IV.4.1.2.b	Effet de l'interaction temps de fermentation/Brix initial ( $X_1X_3$ )	133
IV.4.2	Détermination du degré Brix, acidité titrable, couleur, rapport sucre/acide, et pH.	135
IV.4.3	Optimisation des conditions de fermentation	135
<b>IV.5</b>	<b>Conclusion partielle</b>	<b>137</b>
	<b><i>Conclusion générale</i></b>	<b>139</b>
	<b><i>Références bibliographiques</i></b>	<b>141</b>
	<b><i>Annexes</i></b>	<b>163</b>

## CERTIFICATION

Nous soussignons, Professeurs AHMED MOHAMMED Mohagir et DESOBGO ZANGUE Steve Carly, attestons que la présente thèse intitulée : «Modélisation et optimisation de l'extraction et de fermentation de jus de datte (*Phoenix dactylifera* L)

« Bournow » par la méthodologie des surfaces de réponses» est le fruit des travaux effectués dans les laboratoires spécialisés de : l'Ecole Doctorale Sciences Technique Environnement de l'Université de N'djamena et l'Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro-Industrielles (ENSAI) de l'Université de Ngaoundéré par Monsieur KADLEZIR Fiacre (Matricule : 0188012012328422290620) en vue de l'obtention du titre de Docteur/Ph.D en Sciences de l'Ingénieur de l'Université de Ndjamen.

### **Directeurs**

**AHMED MOHAMMED Mohagir**

*Maître de Conférences  
Université de Ndjamen  
Tchad*

**DESOBGO ZANGUE Steve Carly**

*Maître de Conférences  
Université de Ngaoundéré  
Cameroun*

## DÉDICACE

Je dédie ce travail à :

Mon feu père NGARBAYE NGUENADJI Michel-Ange ;

Ma mère NODJIMGOTO DOLO Rebecca ;

A la grande famille NGUENADJI.

## REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail effectué au sein de l'Ecole Doctorale : Sciences-Techniques-Environnement (ED-STE) à l'Université de Ndjama au Tchad, au Laboratoire de Recherche des Substances Naturelles et au Laboratoire de génie et technologie alimentaire (LAGETA) de l'ENSAI de l'université de N'Gaoundéré au Cameroun, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers tous ceux qui, de près ou de loin ont contribué à sa réalisation.

Nos remerciements vont particulièrement à :

- Au Président de l'Université de Ndjama, Professeur Mahamat Saleh Daoussa Haggar (MC) qui n'a cessé de donner du sien pour réunir les conditions adéquates à notre formation ;
- Au Vice-Président Chargé de la formation Doctorale Professeur Abakar Mahamat Tahir (MC) pour sa motivation et dévouement à la réussite de notre formation ;
- Au directeur de l'Ecole Doctorale Sciences Technique Environnement Abdelhakim Boukar (MC) pour sa motivation et dévouement à la réussite de notre formation ;
- Au responsable d'Unité de la Formation Doctorale PSI, Professeur Youssouf Khayal (PT) pour la qualité de la formation ;
- Aux responsables du Laboratoire de Recherche des Substances Naturelles de l'Université de Ndjama au Tchad
- Aux responsables du Laboratoire de Génie et Technologie Alimentaire (LAGETA) de l'ENSAI de l'université de N'Gaoundéré au Cameroun
- Au Professeur Ahmed Mohammed Mohagir (MC) qui a eu l'idée de me conseiller et m'orienter puis accepter de diriger ce travail, qui n'a cessé de donner du sien pour réunir les conditions adéquates à réaliser ce travail. Votre aide scientifique inestimable, votre collaboration durant les moments difficiles, votre compréhension, votre gentillesse et votre disponibilité m'ont marqué ;
- Au Professeur Desobgo Zangue Carly Steve (MC) qui a eu la volonté de me guider depuis le master, m'avoir fait aimer la méthodologie de surface des réponses, de travailler avec moi de tout son effort pour mon encadrement, dans

la rédaction de ma thèse et tous les conseils et orientations. Votre aide scientifique inestimable, votre collaboration durant les moments difficiles, votre compréhension, votre gentillesse et votre disponibilité pour vos étudiants m'ont beaucoup marqué ;

- Aux professeurs Abdelsalam Tidjani (PT), Mbailao Mbaiguinam (PT), Mahamat Seid Ali Malloum (MC), Hamdan Annadif (MC), Nadjitonon Ngarmaim (MC), Ngarkodji Ngarasta (MC) pour leurs conseils, disponibilités et orientations scientifiques ;
- Au professeur Virgile Ahyi (PT) de m'avoir fait aimer le process ;
- A tous les enseignants de l'Université de Ndjamen en particulier ceux de la Formation Doctorale : Physique et Sciences de l'Ingénieur (PSI) ;
- A tous les enseignants de l'ENSAI pour l'ensemble des connaissances reçues pendant ma formation sans oublier : Pr Kayem (MC), Pr Nso (PT), Pr Kapseu (PT), Pr Jiokap (MC), Pr Ndi (MC), Pr Mbougueng (MC), Pr Kofa (MC), Dr Agonandé (MA), Dr Annick, Dr Nodem... et les Responsables des différents laboratoires pour leurs conseils, soutiens et leurs disponibilités ;
- Au chef du département d'usine de la CST M. Ibrahim Isseini et son staff, pour les formations théoriques et pratiques en sucreries ;
- A monsieur Djon Li Manguelle pour la qualité technologique et scientifique de nos échanges ;
- Au Drs Guideng Kertemar Aubin et Gamar Mahamat Gamar (MA) pour leurs soutiens et conseils ;
- A tous les promotionnels des écoles doctorales au Tchad ;
- A tous mes camarades et mes amis, Allarasem Amine, Alnassour Aouzou Kankreo, Djimasra Bonheur, Ramda Bonheur, Togde Théophile, Rabe Gossambaye, Alo Médard, Agoussoum Nathan, Allamda Isaac, Belemdara Hilaire, Ihemekeme Uguchuku Emmanuel, Kalambaye Cyrill, Kelly Yannick, Nodjiadoum Olivier Mahamat, Dana Christian, Altolnan Eric, Mahamat Zene Adam, Tikoula Joseph, Djerambete Gabin, Mocktar Bechir, Djekadjim et tous les camarades pour vos soutiens de toutes natures.

- A tous les thésards de l'ENSAI particulièrement Messieurs Kolwa Elie, Zena Christian, Letcha Arnaud, Mbailao Ngoussou, Tchuidjang Tchamba, pour leurs disponibilités et soutiens inestimables pour la réalisation de ce travail ;
- A tous les promotionnels master de l'ENSAI 2016 ;
- A ma femme Naissem Rolande et mes enfants Mbainaissem Nguenadji Markus, Loubasra Ngarbaye Guitry et Madjihornom Goita Maureen ;
- A Mes frères : Ndjilbaye Toloum, Djimasbaye Klahingar, Miandjim Firmin, Ndakom Aristide, Moise, Nodjiadoum Joseph ;
- A mes sœurs Congarbaye Christiane, Kountom Dembadje, Radin Pulcherie, Amronel Jacqueline, Nodjiwabé bienvenue, Solkem Honorine ;
- A mes nièces et neveux sans oublier Nekingam Eveline, Mbairamadji Michael, Jean Roland Goudou...
- A Toute la famille Mbaiti ;
- A l'ambassade de France au Tchad à travers son soutien aux ecoles doctorales de l'université de Ndjamenas ;
- Au rectorat de l'academie Nord-Ouest pour son accompagnement aux activités de cette these ;
- A l'Université de Ndjamenas et au Ministère de l'Enseignement Supérieur puis, à l'Etat tchadien pour la formation qui m'a été offerte.

## Liste des publications et communications

**Kadlezir, F., Mohagir, A.M.& Desobgo, Z.S.C. (2023).** Application of response surface methodology in date (*Phoenix dactylifera* L.) juice extraction: Effect of process parameters on Brix, color and sugar/acid ratio. *Journal of Food Stability*, 6 (2), 66-83.

DOI: [10.36400/J.Food.Stab.6.2.2023-005](https://doi.org/10.36400/J.Food.Stab.6.2.2023-005).

**Kadlezir, F., Mohagir, A.M.& Desobgo, Z.S.C. (2023).** Extracting juice from dates (*Phoenix dactylifera* L.) using response surface methodology: Effect on pH, vitamin c, titratable acidity, free amino nitrogen (FAN) and polyphenols. *Applied Food Research* 4

(2024) 100375. journal homepage: [www.elsevier.com/locate/afres](http://www.elsevier.com/locate/afres)

## Liste des tableaux

Tableau I.1: Analyse proximale de dattes fraîches et séchées	14
Tableau I.2: Gamme d'acides aminés dans les dattes fraîches et séchées	18
Tableau I.3: Propriétés physico-chimiques des sirops de dattes préparés à partir de trois variétés de dattes en utilisant l'extraction traditionnelle (TE) et l'extraction enzymatique (EE).	22
Tableau I.4: Matrice d'expériences d'un plan composite centré CCC pour k = 2 facteurs	47
Tableau I.5: Pseudo-orthogonalité et isovariance par rotation	52
Tableau I.6: Matrice d'expériences d'un plan composite centré CCI pour k = 2 facteurs	53
Tableau I.7: Matrice d'expériences pour un plan CCF pour k = 2 facteurs	54
Tableau I.8: Tableau ANOVA (analyse de régression)	61
Tableau II.1: Matrice des variables codées et réelles dans le plan composite centré	69
Tableau II.2: Teneur en eau et caractérisation morphologique des dattes Bournow.	74
Tableau II.3: Résumé de l'analyse physicochimique du jus de datte Bournow	75
Tableau II.4: Critères de validation des différents modèles à partir des attributs du jus	76
Tableau II.5: ANOVA pour la signification des facteurs utilisés lors de l'extraction de certains constituants du jus de datte Bournow ( <i>Phoenix dactylifera</i> L.)	77
Tableau III.1: Matrice d'expérience et caractéristiques physicochimiques du jus de datte Bournow	98
Tableau III.2: Critères de validation des différents modèles à partir des attributs du jus	99
Tableau III.3: ANOVA pour la signification des facteurs utilisés lors de l'extraction de certains constituants du jus de datte Bournow ( <i>Phoenix dactylifera</i> L.)	100
Tableau IV.1: Matrice de variables codées et réelles du plan composite centré	121
Tableau IV.2: Matrices et Paramètres physicochimiques de la boisson fermentée de Datte ( <i>Phoenix dactylifera</i> L.)	123
Tableau IV.3: ANOVA pour la signification des facteurs utilisés lors de la fermentation des jus de datte Bournow ( <i>Phoenix dactylifera</i> L.)	125
Tableau IV.4: Validation de critères des différents modèles attribués à la boisson fermentée	126
Tableau IV.5: Cahier de charge pour l'optimisation des conditions de fermentation	135
Tableau IV.6: Solution et caractéristiques physicochimiques de la boisson fermentée dans les conditions optimales.	136

## Liste des figures

Figure I.1: Répartition des dattiers dans le monde	6
Figure I.2: palmier dattier	8
Figure I.3: domaine expérimental continu avec contraintes	42
Figure I.4: Domaine expérimental cubique	43
Figure I.5: Domaine expérimental sphérique	44
Figure I.6: Points expérimentaux d'un plan CCC pour $k = 2$ facteurs	47
Figure I.7: Points expérimentaux d'un plan CCI pour $k = 2$ facteurs	53
Figure I.8: Points expérimentaux d'un plan CCF pour $k = 2$ facteurs	54
Figure I.9: Passage d'un domaine sphérique à un domaine cubique	56
Figure I.10: Passage d'un domaine sphérique à un domaine cubique en diminuant le domaine	57
Figure I.11: Plan de Box-Behnken pour trois facteurs	58
Figure II.1: Cultivar de datte à l'état brut (a,b); cultivar de dattes broyées à différentes granulométries (c,d).	67
Figure II.2: Schéma de procédés d'extraction de jus de datte	72
Figure II.3: Evolution de la couleur et du rapport sucre/acide en fonction de la température (temps, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixé respectivement à 65 min, 3,5 et 0,25 mL).	79
Figure II.4: Evolution de la couleur et du rapport sucre/acide en fonction du temps (température, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixés respectivement à 60 °C, 3,5 et 0,25 mL).	80
Figure II.5: Evolution du Brix, de la couleur et du rapport sucre/acide en fonction du rapport eau/pulpe (température, temps et volume de pectinase fixés respectivement à 60°C, 65 min et 0,25 mL).	82
Figure II.6: Évolution du Brix et du rapport sucre/acide en fonction du volume de pectinase (température, temps et rapport eau/pulpe fixés respectivement à 60°C, 65 min et 3,5).	82
Figure II.7: Évolution du rapport sucre/acide en fonction de l'interaction température/ratio (eau/pulpe). Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine.	84

- Figure II.8: Évolution de la couleur en fonction de l'interaction temps/ ratio (eau/pulpe).  
Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine. 85
- Figure II.9: Évolution de la couleur en fonction de l'interaction temps/volume de pectinase. Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine. 85
- Figure II.10: Évolution de la couleur en fonction de l'interaction ratio eau-pulpe/volume de pectinase. Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine. 86
- Figure III.1: Evolution de la vitamine C, du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction de la température (temps, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixés respectivement à 65 min, 3,5 et 0,25 mL). 101
- Figure III.2: Evolution de la vitamine C, du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction du temps (température, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixés respectivement à 60 °C, 3,5 et 0,25 mL). 103
- Figure III.3: Evolution de la vitamine C, du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction du rapport eau/pulpe (température, temps et volume de pectinase fixés respectivement à 60°C, 65 min et 0,25 mL). 105
- Figure III.4: Évolution de la vitamine C, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction du volume de pectinase (température, temps et rapport eau/pulpe fixés respectivement à 60°C, 65 min et 3,5). 107
- Figure III.5: Évolution du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction de l'interaction température/temps. Le ratio pulpe/eau et le volume de pectinase sont fixés respectivement fixés à 3,5 et 0,25 mL. 108
- Figure III.6: Évolution du pH, de la vitamine C et des acides aminés libres en fonction de l'interaction température/ratio eau/pulpe. Le temps et le volume de pectinase sont fixés respectivement fixés à 65 min et 0,25 mL. 109
- Figure III.7: Évolution des polyphénols et des acides aminés libres en fonction de l'interaction température/volume de pectinase. Le ratio pulpe/eau et le temps sont fixés respectivement à 3,5 et 65 min. 110
- Figure III.8: Évolution de la vitamine C et des polyphénols en fonction de l'interaction temps/ratio eau/pulpe. La température et volume de pectinase sont fixés respectivement à 60°C et 0,25 mL. 111

- Figure III.9: Évolution du pH et de la vitamine C en fonction de l'interaction temps/volume de pectinase. La température et le ratio eau/pulpe sont fixés respectivement à 60°C et 3,5. 113
- Figure III.10: Évolution du pH, de la vitamine C et des acides aminés libres en fonction de l'interaction ratio eau/pulpe / volume de pectinase. La température et le temps sont fixés respectivement à 60°C et 65 min. 113
- Figure IV.1: Schéma de procédé de fermentation de jus de datte 122
- Figure IV.2: Evolution de la turbidité, du pH, du Brix, de la couleur, de l'acidité titrable et du rapport sucre/acide en fonction du temps de fermentation (la dose de ferments et le Brix initial étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 0,015 UI et 14°B respectivement) 127
- Figure IV.3: Evolution de la couleur en fonction de la dose de ferments (le temps de fermentation et le Brix initial étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 15 h et 14 °B respectivement) 129
- Figure IV.4: Evolution de la turbidité, du pH, du Brix, de la couleur, de l'acidité titrable et du rapport sucre/acide en fonction du Brix initial (le temps de fermentation et la dose de ferments étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 15 h et 0,015 UI respectivement) 131
- Figure IV.5: Evolution de la turbidité et de la couleur en fonction de l'interaction temps de fermentation/dose de ferments (le Brix initial étant fixé à 14 °B). 133
- Figure IV.6: Evolution du pH, de la couleur, de l'acidité titrable et de la turbidité en fonction de l'interaction temps de fermentation/Brix initial (la dose de ferments étant fixée à 0,015 UI). 134

## Liste des annexes

Annexe 1: Dattes Bournow après triage	157
Annexe 2: Datte Bournow après dénoyautage	157
Annexe 3: polarimetre pour la caracterisation de la matiere premiere	158
Annexe 4: Preparation à la caracterisation	159
Annexe 5: Echantillons	159
Annexe 6: filtration de l'extrait pour la determination de quelques parametres	160
Annexe 7: Pésage des reactifs	160
Annexe 8: traitement des echantillons	161
Annexe 9: Préparation à la caractérisation des échantillons pour les analyses	161
Annexe 10: Echantillons à analyser	162

## **Nomenclature et abréviations**

A1 : Absorbance de la solution test à 570 nm

A2 : Absorbance moyenne des solutions standard.

AADM : Analyse absolue de déviation moyenne.

AAL : Acides aminés libres.

A<sub>fl</sub> : Facteur polarisé d'exactitude

AJR : Apport Journalier Recommandé

ANOVA : Analyse Of Variance

a<sub>w</sub> : Constante cinétique de la dégradation des β-glucanes.

B<sub>f</sub> : Facteurs polarisés

C : matrice carrée

C : Matrice carrée.

CCF : composite à faces centrées

CCI : Composite Centré Inscrit

CST : Compagnie Sucrière du Tchad

d : Facteur de dilution.

DCPIP : dichlorophénolindophénol

E : Concentration en éthanol.

ED-STE : Ecole Doctorale : Sciences-Techniques-Environnement

EE : Extraction enzymatique

ENSAI : Ecole Nationale Supérieure des Sciences Agro-Industrielles

FAN : Free Amino Nitrogen

GA : Acide gallique

H : Teneur en eau % (m/m)

H<sub>0</sub> : hypothèse nulle

ITRAD : Institut Tchadien de recherche agricole pour le développement.

LAGETA : Laboratoire de Génie et Technologie Alimentaire

M : Masse (g).

$M_0$  : Masse avant passage à l'étuve.

$M_1$  : Masse après passage à l'étuve.

MC : Mauvais caractère,

MMC : Méthode des moindres carrés.

N : Concentration en azote.

n : Nombre d'expériences.

NT = Teneur en azote total % (m/m).

NTU : Nephelometric Turbidity Unit.

P : Teneur en protéines (%)

PSI : Physique et sciences d'ingénieur

R : Raisonnable

$R^2$  : Coefficient de détermination.

RSM : Méthodologie de la surface de réponse

S : Concentration en substrat.

SCE : Sommes des carrés des erreurs

SCM : Sommes des carrés moyennes

SCT : Somme Totale des Carrés

SSE : Somme des erreurs au carré.

t : Temps (min) de la réaction.

T : Transposée

T(t) : Température au temps t.

TA : taux acidité

TE : Extraction traditionnelle

TSS : teneur en substances solubles

UI : Unité Internationale

$U_j$  : Valeur de la variable naturelle  $j$ .

$U_{j0}$  : Valeur de la variable naturelle  $j$  au centre du domaine.

$V$  = Volume (ml).

$W_r$  : Matrice d'expérimentale.

$x_1$  : facteur température d'extraction

$X_1$  : facteur temps de fermentation

$X_2$  : facteur ferment de fermentation

$x_2$  : facteur temps d'extraction

$x_3$  : facteur ratio eau/pulpe d'extraction

$X_3$  : facteur Brix du moût pour la fermentation

$x_4$  : facteur volume d'enzyme d'extraction

$x_j$  : Valeur de la variable codée  $j$ .

$y$  : Modèle mathématique

$YAAL$  : Modèle mathématique dont la réponse est la teneur en acides aminés libres (AAL).

$YBx$  : modèle mathématique dont la réponse est la teneur en Brix

$Ycol$  : Modèle mathématique dont la réponse est la teneur en Couleur

$\hat{y}_i$  : Valeur adaptée pour la  $i$ ème observation

$y_{i,cal}$  : Réponses calculées.

$y_{i,exp}$  : Réponses expérimentales.

$YpH$  : Modèle mathématique dont la réponse est le pH ;

$Ypp$  : Modèle mathématique dont la réponse est la teneur en polyphénols totaux

$YS/A$  : Modèle mathématique dont la réponse est le Rapport sucre/acide ;

$YvitC$  : Modèle mathématique dont la réponse est la teneur en Vitamine C ;

$\beta_0$  : constante,

$\beta_j$   $\beta_{jj}$  et  $\beta_{ij}$  ont été les coefficients du modèle.

$\Delta U_j$  : « pas » de variation.

$\varepsilon$  : Résidu

$\varepsilon_i$  : Résidu correspondant à la  $i$ ème observation

$\bar{y}$  : Moyenne des réponses expérimentales

## Résumé

Dans l'optique de valoriser la datte « *Bournow* », variété majoritaire des palmeraies de Borkou, au nord du Tchad dans le domaine de la boisson, une caractérisation morphologique suivie de la détermination de l'humidité ont été effectuées sur celle-ci. L'analyse physicochimiques a été réalisée sur les produits pour obtenir un jus fermentescible. Des techniques d'extraction et de fermentation ont été appliquées suivant la méthodologie de surfaces de réponses (MSR) pour modéliser et optimiser les procédés. Afin d'atteindre cet objectif, le plan composite centré à quatre facteurs a été utilisé pour étudier l'effet des paramètres opératoires d'extraction (température, temps, ratio volume/masse et volume d'enzyme) sur les composés majeurs (Brix, couleur et rapport sucre/acide) et mineurs (pH, acidité titrable, vitamine Polyphénols totaux et acides aminés libres) de la datte. La fermentation de l'extrait a été réalisée avec un ferment à potentiel probiotique suivant, le plan de Box-Benhken à trois facteurs afin d'étudier l'effet des paramètres opératoires (temps, dose de ferment et Brix initial) sur le Brix final, le pH, la turbidité, la couleur, l'acidité titrable et le rapport sucre/acide. Des modèles polynomiaux multivariés tous du second degré avec interactions ont été obtenus et validés suivant les critères de validation (ANOVA). Suite à l'analyse des données et l'effet des paramètres opératoires d'extraction et de fermentation sur les différentes réponses mesurées, il est ressorti que la teneur en eau (12%) et les caractéristiques morphologiques de *Bournow* présentent globalement une qualité médiocre pour l'ensemble des caractères mesurés nécessitant sa valorisation. La variation des facteurs à différents niveaux a entraîné au cours de l'extraction, une augmentation ou une diminution des composés majeurs et mineurs. La zone optimale de température, temps, ratio eau/pulpe et volume d'enzyme obtenue a été : Température 95°C ; Temps 10 min ; Ratio Eau/pulpe 2/0 et Volume d'enzyme 0,5 ml. Cette combinaison a permis d'obtenir pour les composés majeurs : un Brix de 21,89°B, un rapport sucre/acide de 13,99 et une couleur de 197,49ASBC. Les désidérabilités individuelles pour le degré Brix, la couleur et le rapport sucre/acide ont été respectivement de 0,683, 0,917 et 0,768. La désirabilité composite a été de 0,784, proche de 1, ce qui a montré que les paramètres ont présenté des résultats favorables pour toutes les réponses dans leur ensemble. La désirabilité individuelle en revanche, a indiqué que les paramètres ont été plus efficaces pour maximiser la couleur (0,91718) que pour le rapport sucre/acide (0,76893), et enfin pour le Brix (0,68336). La même combinaison a permis d'obtenir pour les composés mineurs : des acides aminés

libres de 587,88mg/L, des polyphénols de 6,25g EAG/100g MS, les vitamines C de 116,5 mg/l et un pH de 4,13. Les désidérabilités individuelles des acides aminés libres, des polyphénols et des vitamines C ont été respectivement de 0,841; 0,852 et 0,875. La désirabilité composite a été de 0,856. Cette désirabilité (0,856) étant proche de 1, montre également que les paramètres ont impacté positivement sur toutes les réponses mesurées. Les données de la désirabilité individuelle ont montré également que les paramètres ont été plus efficaces pour maximiser la vitamine C (0,875) que les polyphénols (0,852) et les FAN (Free Amino Nitrogen) 0,841. Au niveau de la fermentation, l'optimisation a donné pour les valeurs des facteurs x1, x2 et x3, le triplet : Temps de fermentation 72h ; dose de ferments 0,05UI et Brix initial 18,12°B. Le respect du cahier de charge a permis d'obtenir comme combinaison optimale de la fermentation, les caractéristiques physicochimiques suivantes : Acidité titrable 2,98g/L ; Rapport sucre/acide 5,85 ; couleur 42,23 ASBC ; pH 4,16 et Brix 17,23°B.

**Mots Clés :** Datte, MSR, extraction, optimisation, jus, probiotique, fermentation, caractéristiques, physico-chimique.

## الخلاصة

لتعزيز قيمة تمر بورنو "Bournow" باعتباره الصنف الرئيسي لبساتين النخيل في مقاطعة بوركو (شمال تشاد) في قطاع المشروبات، تم إجراء دراسة مورفولوجية للتمر وتحديد نسبة الرطوبة فيه ومن ثم التحليل الفيزيائي الكيميائي لعصيره. تم تطبيق تقنيات الاستخلاص والتخمير باستخدام منهجية سطح الاستجابة (RSM) من أجل نمذجة وتحسين عمليات الاستخلاص والتخمير. ولتحقيق هذا الهدف، تم استخدام التصميم المركب المتمركز رباعي العوامل لدراسة تأثير معاملات تشغيل الاستخلاص (درجة الحرارة، الوقت، نسبة الحجم/ الكتلة وحجم الإنزيم) على العناصر الرئيسية (السكر واللون ونسبة السكر/ الحمض) و مركبات ثانوية (الأس الهيدروجيني، الحموضة القابلة للمعايرة، فيتامين توتال بوليفينول، أحماض أمينية حرة) من مركبات التمر. تم إجراء تخمير المستخلص وفق خطة Box-Benhken بثلاثة عوامل لدراسة تأثير عوامل التشغيل (الزمن، جرعة التخمير والبركس الأولي) على البريكس النهائي، الرقم الهيدروجيني، التعكر، اللون والحموضة القابلة للمعايرة ونسبة السكر / الحمض. يقدم محتوى الماء (12٪) والخصائص المورفولوجية لبورنو عمومًا جودة متواضعة لجميع الخصائص المقاسة التي تتطلب تثمينها. تم الحصول على نماذج متعددة الحدود متعددة المتغيرات من الدرجة الثانية مع التفاعلات والتحقق من صحتها وفقًا لمعايير التحقق من صحة ANOVA. وبعد تحليل تأثير عوامل تشغيل الاستخلاص على الاستجابات المختلفة المقاسة، تبين أن تباين العوامل على مستويات مختلفة أدى أثناء الاستخلاص إلى زيادة أو نقصان في المركبات الرئيسية والثانوية. كانت المنطقة المثلى لدرجة الحرارة والوقت ونسبة الماء/اللب وحجم الإنزيم الذي تم الحصول عليه هي: درجة الحرارة 95 درجة مئوية؛ الوقت 10 دقائق؛ نسبة الماء إلى اللب 0/2 وحجم الإنزيم 0.5 مل. هذا المزيج جعل من الممكن الحصول على المركبات الرئيسية: بركس 21.89 درجة ب، نسبة السكر/الحمض 13.99 واللون ASBC. 197.49 كانت الرغبة الفردية لدرجة البريكس واللون ونسبة السكر/الحموضة هي 0.683، 0.917 و0.768 على التوالي. وبلغت الرغبة المركبة 0.784، أي ما يقرب من 1، مما يشير إلى أن المعلمات بدت وكأنها تنتج نتائج إيجابية لجميع الاستجابات ككل. من ناحية أخرى، أشارت الرغبة الفردية إلى أن المعلمات كانت أكثر فعالية في تعظيم اللون (0.91718) من نسبة السكر/الحمض (0.76893)، وأخيرًا البريكس (0.68336) نفس التركيبة جعلت من الممكن الحصول على المركبات الثانوية: الأحماض الأمينية الحرة 587.88 ملجم/لتر، والبوليفينول 6.25 جم GA/100 جم، والفيتامينات C 116.5 ملجم/لتر ودرجة الحموضة 4.13. كانت الرغبة الفردية للأحماض الأمينية الحرة والبوليفينول وفيتامين C هي 0.841، 0.852 و 0.875 على التوالي. وكانت الرغبة المركبة 0.856. تشير هذه الرغبة (0.856) التي تقترب من 1 إلى أن المعلمات يبدو أن لها تأثيرًا إيجابيًا على جميع الاستجابات.

ومع ذلك، أظهرت بيانات الرغبة الفردية أن المعلمات كانت أكثر فعالية في تعظيم فيتامين C (0.875) من البوليفينول (0.852) و FAN (النيتروجين الأميني الحر) 0.841. فيما يتعلق بعملية التخمير فقد وجد أن القيم المثلى لعوامل التشغيل: زمن التخمير (X1) ، جرعة التخمير (X2) والبريكس الأولي (X3) هي: 72 ساعة، 0.05 UI و 18.12 °B على التوالي. في حين وجد أن القيم المثلى للاستجابات (الخصائص الفيزيائية والكيميائية) هي: الحموضة القابلة للمعايرة 2.98 جم/لتر، نسبة السكر/الحموضة 5.85، اللون ASBC42.23 ، الرقم الهيدروجيني 4.16 والبريكس 17.23 درجة مئوية .

**الكلمات المفتاحية:** التمر، MSR، الاستخلاص، التحسين، العصير، البروبيوتيك، التخمير، الصفات، الفيزيائية-الكيميائية.

## Abstract

To enhance the date "Bournow" as major cultivar of the palm groves of Borkou Province in northern Chad) in the beverage sector, a morphological characterization of the date and determination of its humidity were carried out followed by the physicochemical analysis on its juice. An extraction and fermentation techniques were applied using Response Surface Methodology (RSM) in order to model and optimize the extraction and fermentation processes. To achieve this objective, the four-factor centered composite design was used to study the effect of the extraction operating parameters (temperature, time, volume/mass ratio and enzyme volume) on the major (Brix, color and sugar/acid ratio) and minor (pH, titratable acidity, vitamin Total polyphenols and free amino acids) compounds of the date. The fermentation of the extract was carried out according to the Box-Benhken plan with three factors in order to study the effect of the operating parameters (time, dose of ferment and initial Brix) on the final Brix, the pH, the turbidity, the colour, titratable acidity and sugar/acid ratio. The water content (12%) and the morphological characteristics of *Bournow* generally present a mediocre quality for all the characteristics measured requiring its valorization. Multivariable polynomial models of the second degree with interactions were obtained and validated according to the ANOVA validation criteria. Following the analysis of the effect of the extraction operating parameters on the different responses measured, it emerged that the variation of the factors at different levels resulted during the extraction, in an increase or a decrease in the major compounds and minors. The optimum zone of temperature, time, water/pulp ratio and volume of enzyme obtained was: Temperature 95°C; Time 10 min; Water/pulp ratio 2/0 and Enzyme volume 0.5 ml. This combination made it possible to obtain for the major compounds: a Brix of 21.89°B, a sugar/acid ratio of 13.99 and a color of 197.49ASBC. The individual desirabilities for Brix degree, color and sugar/acid ratio were 0.683, 0.917 and 0.768 respectively. The composite desirability was 0.784, close to 1, indicating that the parameters appeared to produce favorable results for all responses as a whole. Individual desirability, on the other hand, indicated that the parameters were more effective in maximizing color (0.91718) than sugar/acid ratio (0.76893), and finally Brix (0.68336). The same combination made it possible to obtain for the minor compounds: free amino acids of 587.88mg/L, polyphenols of 6.25gEGA/100g MS, vitamins C of 116.5 mg/l and a pH of 4.13. The individual desirabilities of free amino acids, polyphenols and vitamin C were 0.841, 0.852 and 0.875 respectively. The composite

desirability was 0.856. This desirability (0.856) being close to 1, suggests that the parameters seemed to have a positive impact on all responses. However, the individual desirability data showed that the parameters were more effective in maximizing vitamin C (0.875) than polyphenols (0.852) and FAN (Free Amino Nitrogen) 0.841. Concerning fermentation process, the optimum values of the operating factors: fermentation time ( $X_1$ ), ferment dose ( $X_2$ ) and initial Brix ( $X_3$ ) were found to be: 72h, 0.05UI and 18.12°B respectively. While the optimum values of the responses (physicochemical characteristics) were found to be: titratable acidity 2.98g/L, Sugar/acid ratio 5.85, color 42.23 ASBC, pH 4.16 and Brix 17.23°B.

**Keywords** : Date, MSR, extraction, optimization, juice, probiotic, fermentation, characteristics, physico-chemical.

# **INTRODUCTION GENERALE**

## Introduction générale

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est un arbre de la famille de Arécacée, identifiable par sa tige non ramifiée. Il joue un rôle essentiel dans plusieurs domaines, grâce à la production des dattes et ses sous-produits à usages domestique, artisanal et industriel. En raison de leur valeur nutritionnelle élevée et de leur durée de conservation exceptionnellement longue en tant que fruits séchés, les dattes sont un aliment de base dans de nombreuses régions du monde (Zhang et *al.*, 2013). Elles sont considérées comme une culture fruitière importante dans le monde en raison de leur valeur nutritive élevée et de leur avantage économique (Baliga et *al.*, 2011; Briones et *al.*, 2011). En raison de la propagation des expéditions militaires et missionnaires de l'Asie vers les Amériques, le palmier dattier est cultivé à grande échelle dans les régions chaudes et sèches de l'Asie du Sud-Est et de l'Afrique du Nord, tandis qu'une petite population est également présente aux États-Unis, en Amérique du Sud et en Europe. Le palmier dattier représente le soubassement de l'alimentation humaine et animale en raison de sa productivité, de la qualité nutritive de ses fruits et de ses facultés d'adaptation aux régions sahariennes. Le Tchad occupait le huitième rang des pays producteurs africains, avec une production annuelle d'environ 21134,59 tonnes (FAOSTAT, 2022). Aujourd'hui, les dattes sont non seulement consommées directement, mais elles sont également transformées en une variété de produits à valeur ajoutée, tels que des bonbons, des confiseries, du sirop de datte, du cola et du jus de datte (Magazù et *al.*, 2008). Elles peuvent être utilisées comme la meilleure source de nutriments pour alimenter les industries alimentaire et lutter contre la demande croissante de nourriture, en particulier dans les pays du tiers-monde, en tant qu'aliment bon marché. De plus, bien que les grains de dattes présentent de nombreux avantages pour la santé, ils sont principalement traités comme des déchets agricoles par l'industrie alimentaire et n'ont pas été pleinement explorés pour la production de produits de santé naturels à valeur ajoutée. Les trois principales religions, l'islam, le christianisme et le judaïsme, considèrent cet arbre comme un arbre sacré. En particulier, pour l'islam, les dattes sont nécessaires pendant le ramadan pour rompre le jeûne, ce qui n'est pas seulement une activité religieuse, mais aussi une façon de récupérer rapidement les calories brûlées pendant le jeûne. Les dattes ont des qualités nutritionnelles et thérapeutiques élevées, ce qui les rend à la fois nutritives et médicinales. Il est urgent d'étudier les perspectives des données sur les aliments fonctionnels et nutraceutiques compte tenu du regain d'intérêt pour l'utilisation des plantes comme source d'aliments, de

médicaments et des nouvelles tendances en matière de nutrition optimale. Cette dernière pourrait améliorer la vie de population s'il y avait une réelle politique de valorisation de cette filière agricole. Les personnes ressourceur pouvant transmettre ce savoir-faire sont de plus en plus rares et les actions de valorisation des produits découlant de cette production sont insuffisantes (Espiard, 2002). L'importante production des dattes obtenues jusqu'à lors par le Tchad rencontre des difficultés, la production des données scientifiques et de normes sur ce fruit favoriseraient l'installation des industries de transformation, pour améliorer la commercialisation des variétés existantes. Cependant, le surplus de la production, est le plus souvent orientée vers l'alimentation du bétail ; ce qui déstabiliserait le système phoénicole (Acourene & Tama, 1997). Pourtant cette production peut être transformées en divers sous-produits et dont l'impact socio-économique serait considérable tant du point de vue de la création des emplois que de la stabilité des revenus des populations, dans ces zones à écologie fragile (Messaid, 2008). Les problèmes liés à la malnutrition rencontrés dans plusieurs pays africains sont basés sur les contraintes agronomiques et les limites d'une transformation localement appropriée, entraînant d'énormes pertes post récoltes de 30 à 50% (Shiundu & Oniang'o, 2007). La consommation d'aliments fermentés contenant des probiotiques est l'une des opportunités (Younis et al., 2015). Les probiotiques utilisés dans les produits laitiers se sont heurtés à quelques pesanteurs. Ils se développent difficilement dans le lait en raison de leur faible activité protéolytique, de leur incapacité à utiliser le lactose ou en raison de besoins particuliers pour certains facteurs de croissance manquants dans le lait (Lourens-Hattingh & Viljoen, 2001). Ceux utilisés dans les boissons fermentées traditionnelles à base de céréales, de fruits et de légumes ont connu des problèmes de la production dans des conditions environnementales adéquates avec une viabilité conservée des bactéries probiotiques qui peuvent survivre sur de longues périodes. L'intérêt de cette thèse est la recherche des possibilités technologiques et scientifiques permettant de mettre sur pieds une boisson fermentée aux souches probiotiques à base de jus de datte et ayant des propriétés nutritionnelles. L'objectif général de cette thèse est d'évaluer la potentialité des souches probiotiques à fermenter le jus de datte *Bournow* pour la production d'une boisson fermentée. Il s'agira spécifiquement de :

OS1) Faire une caractérisation physicochimique et morphologique de datte Bournow ;

Hypothèse 1 : les caractéristiques morphologiques de dattes bournow sont relativement médiocres

OS2) Déterminer la condition optimale d'extraction des composés majeurs (Brix, couleur et rapport sucre/acide) du jus de datte par la variation des paramètres opératoires ;

Hypothèse 2 : Il existe une combinaison optimale avec une désidérabilité proche de 1, permettant d'obtenir un jus de caractéristiques physicochimiques en éléments majeurs acceptables

OS 3 : déterminer la condition optimale d'extraction des composés mineurs (pH, acidité titrable, vitamine C, polyphénols totaux et acides aminés libres) du jus de datte

Hypothèse 3 : la combinaison optimale des paramètres opératoires favorise une extraction maximale des composés mineurs du jus de datte dont la désidérabilité est proche de 1

OS4 : Déterminer les conditions optimales d'obtention de la boisson fermentée.

Hypothèse : Il existe une combinaison optimale démontrant la fermentation efficace par les souches probiotiques du jus de datte Bournow.

# **CHAPITRE I**

## **REVUE DE LA BIBLIOGRAPHIE**

## CHAPITRE I Revue de la bibliographie

### I.1 Généralités sur les palmiers dattiers

#### I.1.1 Botanique du palmier dattier

##### I.1.1.1 Origine botanique

De nombreux travaux bibliographiques attestent de l'ascendance botanique très discutée du palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) (Booij et al., 1992). Dans le premier scénario, le palmier dattier descend d'une ou de plusieurs variétés sauvages dispersées dans sa zone de culture actuelle. Dans le second scénario, le palmier dattier est originaire du genre *Phoenix*, qui existe toujours dans la zone de culture actuelle. Elhoumaizi et al. (2002) postulent que le palmier dattier est le résultat de l'hybridation de plusieurs *Phoenix* ressemblant au palmier dattier, et que l'origine des formes cultivées doit se situer dans la zone marginale nord ou du Sahara, la désertification du Sahara ayant entraîné la régression des formes primitives.

Au Moyen-Orient et en Afrique du Nord, le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est cultivé depuis des millénaires (Figure I.1).

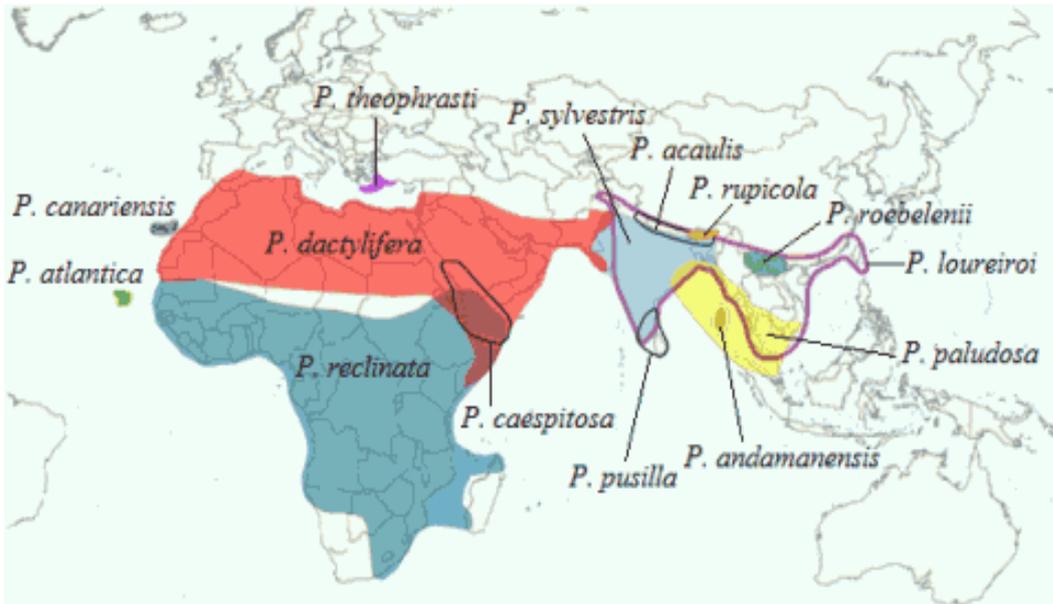


Figure I.1: Répartition des dattiers dans le monde (Barrow, 1998 ; Zohary et al., 2012).

Il s'agit d'une plante pérenne dioïque qui est pollinisée manuellement en culture. C'est l'"arbre" emblématique des régions arides et semi-arides de l'Ancien Monde. Espèce aux multiples usages, elle produit des dattes très nutritives, qui peuvent être consommées

fraîches, séchées, ou sous forme de sous-produits (sirop, pâte, farine, etc.) ; celles qui ont peu d'attrait gustatif sont utilisées comme fourrage pour le bétail.

Toutes les autres parties de la plante sont également utilisées, y compris le "tronc" ou stipe comme matériau de construction et le feuillage pour les toits, les clôtures et la vannerie. C'est ce que l'on appelle "l'effet oasis".

Le palmier-dattier semble être essentiel dans les agrosystèmes oasiens, car il produit des conditions climatiques locales plus fraîches et plus humides qui permettent la culture d'arbres fruitiers, de céréales et de légumineuses.

Le modèle d'une origine géographique unique est l'hypothèse par défaut car il s'agit de l'explication la plus parcimonieuse ; cependant, une plante peut avoir été domestiquée indépendamment dans plusieurs régions du globe, et donc avoir des origines multiples. Ces dernières années, un nombre croissant d'études ont démontré l'existence d'origines multiples pour diverses espèces végétales (Brown et al., 2009; Gunn et al., 2011), remettant ainsi en question le modèle de l'origine unique.

Selon de nombreuses sources, l'origine du palmier dattier (Figure I.2) cultivé est le Moyen-Orient (Costantini & Audisio, 2000; Zohary et al., 2012). Cette thèse semble être soutenue par des preuves archéologiques récentes (Tengberg, 2003). Cependant, les données concernant l'Afrique du Nord sont encore rares, et il n'est donc pas exclu qu'il ait été domestiqué dans plusieurs régions, y compris au Moyen-Orient et dans la partie occidentale de son aire de répartition.

Pour déterminer les origines géographiques du palmier dattier, plusieurs approches sont nécessaires. La génétique, basée sur des études de diversité, permet d'identifier les centres de domestication, par exemple le maïs (Van Heerwaarden et al., 2011). Pour les palmiers dattiers, les recherches sur la diversité sont encore menées à l'échelle régionale, comme en Tunisie (Zehdi et al., 2004) ou au Soudan (Elshibli & Korpelainen, 2008). Pour déterminer la ou les origines de la domestication, il semble nécessaire de mener une étude globale incluant des espèces d'origines diverses. Les marqueurs moléculaires, en particulier les microsatellites (Akkak et al., 2009 ; Arabnezhad et al., 2012 ; Billotte et al., 2004; Moussally et al., 2010), semblent s'appliquer à ce type d'investigation.

Le palmier dattier est vraisemblablement originaire du Golfe Persique et est cultivé dans des régions douces et humides. Les dattes sont produites par cette espèce dioïque,

monocotylédone et arborescente de la grande famille des palmiers (Mazoyer et al., 2002 ; Peyron, 2000).



Figure I.2: palmier dattier

#### I.1.1.2 *Taxonomie*

La taxonomie du palmier dattier est bien documentée dans la bibliographie scientifique (Elhoumaizi et al., 2002; Peyron, 2000). En raison de la morphologie du fruit, *Dactylifera* est dérivé du mot latin dactylos, lui-même dérivé du mot grec daktulos, qui signifie doigt. Il existe environ douze espèces de Phoenix : *P. dactylifera*, *P. atlantica*, *P. canariensis*, *P. reclinata*, *P. sylvestris*, *P. hulilis*, *P. Hhanceana*, *P. robelini* ; *P. farinifera*, *P.rupicila*, et *P. paludosa*. *Phoenix sylvestris* se trouve principalement en Inde, où il est considéré comme une source de sucre, tandis que *P. canariensis* est le palmier ornemental que l'on trouve le long de la côte méditerranéenne (Noui, 2007). Le palmier dattier est classé comme suit dans le règne végétal (Mokeddem & Benaouda, 2020) :

Groupe	Spadiciflores
Ordre	Palmale
Famille	Palmacées
Sous-famille	Coryphoïdées
Tribu	Phoenicées
Genre	Phoenix
Espèce	<i>dactylifera</i> .

## **I.1.2 Ecologie et répartition dans le monde**

### **I.1.2.1 *Ecologie***

L'origine géographique du palmier-dattier est tout aussi incertaine et contestée. Néanmoins, certains hiéroglyphes (4 000 ans avant J.-C.) et d'autres documents anciens suggèrent que le palmier-dattier est originaire de ce qui est aujourd'hui le sud de l'Irak et l'est de l'Égypte. Le palmier-dattier peut atteindre une hauteur de 30 mètres et un diamètre de 1 mètre. Comme la plupart des monocotylédones, son système racinaire est fasciculé. Le tronc de forme cylindrique est appelé stipe. Les plantes se reproduisent par voie végétative ou par graines. Le palmier-dattier se développe bien dans le climat chaud et aride du Sahara. Il est doté d'une grande capacité d'adaptation en raison de sa grande variabilité. Il peut survivre sur des sols bas, de bons sols, des sols sablonneux et même des sols riches en argile (Peyron, 2000). Ne pouvant survivre sans eau, il est situé à proximité des ressources en eau du sol afin de satisfaire ses besoins en eau au niveau racinaire. Il est sensible à l'humidité lors de la pollinisation et de la maturation (Munier, 1973). Quelle que soit son origine, il était cultivé dans les régions arides et semi-arides du monde antique avant son expansion accidentelle ou intentionnelle de la Mésopotamie vers la Libye, l'Algérie et le Maroc. Les missionnaires ont finalement introduit le palmier en Amérique latine et dans le sud-ouest des États-Unis (Californie, Arizona). Les palmiers dattiers commencent à produire des fruits à raison de 400 à 600 kg par arbre et par an pendant plus de 60 ans (Imad et al., 1995).

### **I.1.2.1 *Application du palmier dattier***

Le palmier-dattier ne produit pas seulement un aliment nutritif qui peut être facilement conservé, stocké et transporté sur de longues distances, en particulier dans les climats arides, mais il offre également aux populations nomades un abri et une protection contre les vents du désert. Depuis 6 000 ans, le palmier-dattier est utilisé comme source de nourriture, ce qui en fait l'une des premières plantes cultivées par l'homme. Il est essentiel à l'existence économique et politique des populations vivant dans les régions arides et semi-arides du monde (Besbes et al., 2004 ; Sahari et al., 2007).

De nombreux produits, y compris du sirop de dattes, de l'alcool, des aliments pour animaux, de la poudre de dattes, diverses variétés de pain, de la marmelade, des bonbons sucrés, du chocolat et de la pâte de dattes, peuvent être fabriqués à partir de dattes. En plus de jouer un rôle important dans l'écosystème du désert, le palmier-dattier a de

nombreuses applications agricoles et animales. D'autres parties du palmier dattier sont également cruciales pour l'économie agricole. Par exemple, les tiges sont utilisées dans la construction de bateaux, la couverture de toits, l'industrie du papier et du bois et la fabrication de fibres. Les éventails et les chapeaux de paille sont fabriqués à partir de feuillage (Ashraf Jahani, 2002).

#### **I.1.2.2 *Production des dattes dans le monde***

Selon les données de la FAO, jusqu'en 1999, l'Iran était le premier producteur de dattes au monde. De 2000 à 2007, l'Égypte a été le principal producteur de dattes, tandis que l'**Iran** a obtenu la troisième place après l'Irak en 2000 et 2001. Entre 2002 et 2007, l'Iran a été le deuxième plus grand producteur de dattes, juste derrière l'Irak, selon les statistiques de la FAO.

Le plus grand consommateur et importateur mondial de dattes est l'Asie. Sur le continent asiatique, les deux principaux importateurs de dattes sont la Chine et l'Inde. En ce qui concerne l'importation de dattes dans l'Union européenne, la France et l'Allemagne se classent respectivement en première et deuxième position. Le plus grand importateur de dattes en Amérique du Nord est le Canada, suivi par les États-Unis (Hui, 2006).

#### **I.1.3 Aperçu succinct des palmiers-dattiers.**

Le palmier-dattier est l'une des plantes les plus anciennes, ayant une histoire remontant à 7000 ans. Les premières civilisations ont coïncidé avec la culture des palmiers dattiers et s'étendent du nord-est de l'Afrique jusqu'à l'angle nord-ouest du plateau du Tigre et de l'Euphrate (Sarraf et al., 2021). La culture des palmiers-dattiers a été encouragée dans les régions méditerranéennes par les anciens Phéniciens. Les Grecs utilisent le terme de Phoenix (Sarraf et al., 2021) pour désigner le nombre de dattes qui ont été transférées de la Phénicie vers la Méditerranée. Les hommes ont transporté la plante comme un produit important au cours de l'émigration et ont encouragé son utilisation et sa culture. Le fait que les dattes du palmier-dattier soient une source d'énergie importante et qu'elles se conservent longtemps explique sa répartition irrégulière. En jetant les coques de dattes après avoir consommé le fruit, les soldats des expéditions militaires, les marchands et les excavateurs étaient tous responsables de la dispersion et de la propagation de la plante (Barreveld, 1993).

### I.1.3.1 *Palmiers dattiers*

Il existe plusieurs milliers de cultivars de dattes à valeur commerciale dans le monde. Les meilleurs cultivars sont largement cultivés dans le monde entier, même si certains d'entre eux sont uniques à un pays. Les dattes sont considérées comme un dessert plutôt qu'un aliment de base dans les pays occidentaux. Parmi les quatre cultivars importés et cultivés commercialement aux États-Unis, la Deglet Nour représente trois quarts de la surface cultivée, tandis que la Zahidi, la Khadrawy et la Halawy représentent dix pour cent de la surface cultivée. En raison de sa grande taille, de sa couleur pâle, de sa saveur délicate et de sa longue durée de conservation, le cultivar Deglet Nour (qui signifie littéralement la date du semis clair ou translucide) est plus populaire que les autres cultivars (Hui, 2006).

Le palmier-dattier est robuste face aux conditions climatiques difficiles et peut tolérer une variété de températures, allant de -6 à 50 °C. Il résiste également à l'eau et à la salinité du sol. Cette plante se développe mieux dans les climats chauds et secs et faibles en précipitations (Hui, 2006).

La famille *Arecaceae* (ou *palmae*) comprend le palmier dattier (*P. dactylifera* L.) dont le fruit se compose de trois parties : la chair avec une fine croûte, le noyau de la datte et le chapeau. Elle est cultivée depuis longtemps dans les régions semi-arides et désertiques du Moyen-Orient, du Pakistan et de l'Inde, en Californie, dans les îles Canaries et dans les pays d'Afrique du Nord. Elle est utilisée comme combustible, ombrage, fibre et matériau de construction.

En fonction de leur texture, les dattes sont classées en trois catégories : molles (comme Barhi, Halawy, Khadrawi et Medjhoor), semi-sèches (comme Dayri, Deglet Nour et Zahidi) et séchées (comme Thoory). La texture de la datte est influencée par la quantité de méthylation de la pectine : plus la quantité de méthylation est faible, plus la datte est tendre. La datte kimri est la plus robuste avec 72 % de méthylation, tandis que la datte Tamer est la plus tendre avec 39 %. L'humidité et la teneur en fibres devraient également affecter si une datte est molle, semi-sèche ou sèche (Biglari et al., 2008).

### I.1.3.2 *Étapes impliquées dans la maturation des dattes*

La maturation des dattes est un processus complexe qui implique la transformation de l'amidon en sucre, la dégradation de la paroi cellulaire, la synthèse des caroténoïdes et la dégradation de la chlorophylle. Au cours de la formation et de la maturation des dattes, elles traversent les stades de habakuk, kimri, khalal, rutab et tamer.

Habakuk : Ce stade suit la pollinisation et se caractérise par un fruit rond, de couleur crème et rayé de vert. Ce stade est assez lent et dure 4 à 5 semaines après la pollinisation. Ce stade est précédé du kimri, mais selon les chercheurs américains (Mostofi & Mohammad, 2016), il est également inclus dans le stade du kimri.

Ce stade du kimri se produit 17 semaines après la pollinisation. Le fruit est vert, allongé et jeune à ce stade (Eltayeb et al., 1999). Le poids du fruit augmente et la concentration en tanins atteint son apogée à ce stade. Il y a deux étapes dans la construction du stade Kimri. Au cours de la première étape, la datte augmente rapidement en taille et en poids, accumule plus de sucre et présente une teneur élevée en acidité et en humidité. Le taux de croissance de la taille et du poids, le taux d'accumulation de sucre, d'acidité et de teneur en eau sont tous plus lents que dans la première phase. À ce stade, il peut être utilisé pour les conserves et les chutneys.

Khalal ou bisr : La datte atteint sa taille et son poids maximum au cours des six semaines suivantes (Hui, 2006), prenant progressivement une teinte caractéristique du cultivar, qui peut être jaune, rose pourpre, rouge ou jaune écarlate (Hui, 2006). Le taux d'altération de la taille et du poids, de l'accumulation de sucre, d'acidité et de teneur en eau continue de diminuer. Le poids du fruit augmente tandis que la quantité de protéines, de matières grasses et de cendres diminue. À ce stade, la production de sucre augmente lentement et se transforme principalement en saccharose. Le poids augmente progressivement avec l'accumulation de sucre. Certaines espèces peuvent passer par ce stade pendant 3 à 5 semaines ou plus (Eltayeb et al., 1999). Selon Hui (2006), les dattes sont actuellement et principalement consommées crues comme fruits frais ou transformées en confiture, beurre ou sirop de dattes.

Rubab : Au cours des quatre semaines suivantes, la datte perd de l'eau. La moitié du fruit devient plus tendre, plus sucrée, de couleur plus foncée (brun clair), moins astringente et le saccharose est transformé en sucres réducteurs (Hui, 2006). Certaines variétés de dattes conservent leur texture soyeuse au cours de cette étape. À ce stade, les pourcentages de lipides, de cendres et de protéines diminuent. Cela marque le début de la maturation. Il est possible d'utiliser des dattes pour faire de la marmelade, du beurre, des barres de dattes et de la pâte de dattes. Quelques cultivars au stade Rutab sont généralement mangés frais.

Le fruit entier atteint sa saveur la plus forte, son astringence la plus faible, sa teinte brune foncée, sa texture molle et son aspect ridé au cours des deux dernières semaines de la

phase de maturation (Biglari et al., 2008). Au stade docile, il y a une forte concentration de sucres réducteurs (glucose et fructose en particulier), mais pas de saccharose. Les proportions de lipides, de cendres et de protéines sont plus faibles qu'au stade précédent. Ils ont perdu assez d'hydratation pour que le rapport sucre/eau soit suffisant pour empêcher la fermentation. Les dattes mûres sont excellentes pour le stockage en raison de leur forte teneur en sucre qu'en eau. Les dattes mûres peuvent être conservées à température ambiante pendant un an si elles sont fermement comprimées (Najeh et al., 1999). Les dattes domptées des cultivars secs ont une couleur claire et un épiderme dur et sec, tandis que les cultivars tendres ont une chair molle, intacte et foncée.

Selon des recherches sur le nombre total de microbes, la production d'aflatoxine, d'*Aspergillus* aflatoxogène et de bactéries lactiques dans les dattes à différents stades de maturation, le plus grand nombre de microbes est présent au stade kimri, tout comme l'aflatoxine et l'*Aspergillus* aflatoxogène. Le nombre de micro-organismes augmente rapidement au stade rutab. Au stade tamer, seules les bactéries lactiques sont présentes, tandis qu'au stade tamer, le nombre de microorganismes diminue considérablement et il n'y a ni aflatoxine ni d'*Aspergillus* aflatoxogène (Shenasi et al., 2002).

#### I.1.3.3 *Apports nutritifs des dattes*

Le fruit du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est une excellente source de fructose, de protéines, de fibres alimentaires, de minéraux et de certaines vitamines. Le tableau I.1 présente une composition moyenne approximative de 10 variétés de dattes fraîches et de 16 variétés de dattes desséchées. Grâce à leur teneur élevée en sucre, les dattes sont une excellente source d'énergie rapide. Selon des études récentes, il y a une forte teneur en glycosides flavonoïdes dans le fruit de la datte, tels que la quercétine, l'apigénine, l'acide p-coumarique, l'acide férulique et l'acide sinapique (Biglari et al., 2008; Mansouri et al., 2005; Yun et al., 2006). Les glycosides flavonoïdes sont une classe de produits chimiques qui peuvent être trouvés dans de nombreux aliments courants. Leurs avantages pour la santé humaine comprennent le renforcement du système immunitaire, la protection contre le cancer et les dommages cellulaires, la réduction de la fragilité capillaire et les antioxydants (Biglari et al., 2008). Les dattes ont un profil nutritionnel favorable en comparaison avec d'autres fruits conservés très populaires.

Tableau I.1: Analyse proximale de dattes fraîches et séchées

	Dattes fraîches		Dattes séchées	
	Gamme	Moyenne	Gamme	Moyenne
Humidité (g/100g)	37,9–50,4	42,4	7,2–29,5	15,2
Protéines (g/100g)	1,1–2,0	1,5	1,5–3,0	2,14
Matières grasses (g/100g)	0,1–0,2	0,14	0,1–0,5	0,38
Cendres (g/100g)	1,0–1,4	1,16	1,3–1,9	1,67
Glucides (g/100g)	47,8–58,8	54,9	66,1–88,6	80,6
Sucres totaux (g/100g)	38,8–50,2	43,4	44,4–79,8	64,1
Fructose (g/100g)	13,6–24,1	19,4	14,1–36,8	29,4
Glucose (g/100g)	17,6–26,1	22,8	17,6–41,4	30,4
Énergie (kcal/100g)	185–229	213	258–344	314

Source (Al-Farsi et Lee, 2008a)

Les consommateurs s'intéressent de plus en plus aux aliments ayant des effets sur la santé, ce qui finit par modifier leurs habitudes alimentaires. En raison de leur association avec la prévention et le traitement de diverses maladies, telles que le diabète, la constipation, la maladie diverticulaire, le cancer du côlon et les maladies coronariennes, les régimes riches en fibres sont très demandés sur le marché (Brighenti *et al.*, 1999; Cassidy *et al.*, 1994). De plus, la fibre insoluble (cellulose, lignine et certaines hémicelluloses), qui réduit la constipation et le risque de cancer du côlon ou rectal, est le type de fibre le plus couramment utilisé. Les céréales, les fruits et les légumes sont des sources importantes de fibres alimentaires ; les fibres provenant de différentes sources présentent des avantages différents, et la liste des fibres alimentaires continue d'augmenter. La fibre de datte est incluse dans la liste en raison de ses propriétés fonctionnelles et de ses avantages pour la santé.

#### I.1.3.4 *La valeur ajoutée, les pertes et la production*

La production mondiale de dattes avait un rendement moyen de 6,5 tonnes/ha en 2011. En 2011, 7,5 millions de tonnes métriques de dattes étaient produites dans le monde chaque année. Environ 30% de la production mondiale de dattes est produite dans la péninsule arabique, tandis que la culture du palmier-dattier représente 33 % de la superficie mondiale. Néanmoins, de nombreuses dattes sont gaspillées dans les pays producteurs, représentant environ 30 % de la production totale de la Tunisie. Cela est dû à leur qualité inférieure, aux dommages qu'elles subissent et à leurs fruits minuscules qui ne sont pas très attrayants (Besbes et *al.*, 2009). De plus, les dattes seraient perdues lors des processus de tamisage, de stockage et de conditionnement. Ce sous-produit contient une grande quantité de fibres alimentaires et de composés bioactifs, qui peuvent être extraits et utilisés comme ingrédients à valeur ajoutée (Elleuch et *al.*, 2008). Il convient de s'efforcer de convertir ces composants inutilisés en produits à valeur ajoutée afin d'accroître la viabilité économique de l'industrie des dattes et des transformateurs. Une méthode durable d'utilisation des déchets solides pourrait être la conversion commerciale des dattes inutilisées ou de qualité inférieure en fibres de dattes et la production de biomasse (par exemple, de levure). Les chercheurs de l'industrie de la datte (production, transformation, commercialisation) devraient se concentrer sur des produits innovants tels que des antioxydants et des morceaux de dattes séchées qui peuvent être ajoutés aux céréales du petit-déjeuner, aux produits de boulangerie, aux salades et aux aliments/suppléments enrichis nutritionnellement. Pour maximiser le potentiel économique des fruits du palmier dattier riches en nutriments, la recherche devrait également se concentrer sur les études concernant l'emballage et la durée de conservation, ainsi que sur le développement de produits à base de dattes présentant une valeur ajoutée.

#### I.1.3.5 *Composition des dattes*

##### *I.1.3.5.a Les glucides*

La datte contient une quantité importante d'hydrates de carbone, la plupart étant des sucres simples. Selon la base de données nationale des nutriments de l'USDA, près de 75 grammes de glucides sont présents dans 100 grammes de dattes, soit 18 % de la valeur quotidienne en glucides. Les dattes contiennent environ 85 % de glucides. La teneur en sucre des dattes d'une variété peut varier considérablement en fonction du cultivar, du sol, du climat et de la maturité du fruit. Les sucres des dattes contiennent du glucose, du

fructose et du saccharose, mais la plupart des variétés de dattes ne contiennent pas beaucoup de saccharose, et le rapport entre le glucose et le fructose est presque égal.

En raison de l'importance du fruit de la datte, de nombreuses recherches ont été menées pour caractériser sa composition chimique à différentes phases de maturation. Les quatre étapes de la maturation des dattes sont les suivantes : Kimri (verte, immature), Khalal (coloré, mûre, croquant), Rutab (mûre, molle) et Tamar. (Imad et al., 1995). Ils ont examiné les fruits de douze variétés de dattes des Emirats arabes unis et ont découvert que le glucose et le fructose augmentent lentement à quatre stades de maturation différents : Kimri, Khalal, Rutab et Tamar.

Au stade Tamar, le fruit présente une augmentation remarquable de la teneur en saccharose et une diminution spectaculaire de la teneur en eau, selon Siddiq Aleid et Kader (2013). Pendant les phases initiales de croissance, la teneur en saccharose dépasse la teneur en glucose et en fructose, et le saccharose commence ensuite à se transformer en monosaccharides jusqu'à ce qu'il atteigne moins de 5% pendant le stade Tamar. Outre les activités physiologiques du fruit, la température et l'humidité relative de l'environnement de stockage ont un impact sur le taux de conversion des sucres. Le glucose, le fructose et le saccharose, ainsi que des fibres alimentaires, constituent 70 % des sucres facilement digérés dans la pulpe de dattes. Il y a également moins de graisses et de protéines dans la pulpe de dattes (Al-Farsi & Lee, 2008).

#### *1.1.3.5.b Acides aminés et protéines*

Les dattes sont plus riches en protéines que la plupart des autres fruits. La teneur est la plus élevée pendant la phase Kimri (5,5-6,4 %), mais elle diminue graduellement pendant la phase Tamar pour atteindre 2-2,5 % (Al-Hooti et al., 1997). De plus, l'huile intérieure des dattes est de 0,2 % à 0,5 %, tandis que l'huile des graines est de 7,7 % à 9,7 %.

Ahmed et al. (1995) ont extrait les protéines de différents cultivars de dattes de divers pays (Oman, Arabie Saoudite, Iran et États-Unis), puis les ont analysées par électrophorèse sur gel de dodécylsulfate de sodium et de polyacrylamide (SDS-PAGE). Les protéines dans les dattes ont un poids moléculaire allant de 12.000 à 72.000 Dalton ; cependant, les cultivars les plus populaires ont deux bandes distinctes allant de 30.000 à 72.000 Dalton. Après l'extraction séquentielle des pulpes de dattes, il a été découvert que les albumines solubles dans l'eau constituaient la majorité des protéines de dattes. Les niveaux de protéines des premières dattes non mûres augmentaient considérablement au

fur et à mesure qu'elles mûrissaient. Les profils protéiques des dattes d'Arabie Saoudite, d'Oman et d'Iran étaient similaires car elles contenaient des composés protéiques similaires avec des poids moléculaires de 12 000 à 72 000 Dalton. Une variante de datte américaine avait un profil protéique avec une seule bande à 30 000 Dalton et très peu de protéines. Le profil des acides aminés des dattes brutes et desséchées est présenté dans le tableau I.2.

Selon les analyses des acides aminés, chaque variété de datte contient tous les acides aminés essentiels. Les acides aminés acides sont abondants dans les protéines de la datte, tandis que les acides aminés soufrés, comme la méthionine et la cystéine, sont rares. La concentration en acides aminés varie considérablement au cours d'un même stade de développement. La concentration en acides aminés augmente dans les variétés desséchées en raison de la perte d'eau. Al-Farsi et Lee (2008) ont découvert que les acides aminés les plus abondants dans les dattes non transformées sont le glutamique, l'aspartique, la lysine, la leucine et la glycine, tandis que dans les dattes séchées, le glutamique, l'aspartique, la glycine, la proline et la leucine sont les acides aminés les plus abondants.

#### *1.1.3.5.c Fibres Alimentaires*

Les fibres, également appelées fibres alimentaires (FA) ou fibres brutes, sont la fraction solide et insoluble de la chair des dattes qui est principalement constituée de protéines insolubles, de lignine, de cellulose et d'hémicellulose. Elles peuvent contenir des polyphénols, des lipides, des saponines, de la cutine, des phytates et des protéines résistantes en plus de ces substances. Au début du développement du fruit de la datte, des niveaux élevés de fibres sont présents. Cependant, à mesure que le fruit mûrit, les polymères récalcitrants sont décomposés en molécules solubles plus petites par les enzymes cellulase et pectinase présentes dans le fruit (Shafiei et al., 2010). La teneur en fibres diététiques (FD) des dattes diminue de 13,7 % au stade de maturation à 3,5 % au stade de dessiccation (El-Zoghbi, 1994). De plus, les niveaux de pectine, d'hémicellulose, de cellulose et de lignine dans les dattes diminuent à mesure qu'elles mûrissent.

La teneur en FD des dattes desséchées est estimée entre 4 et 8 % dans la littérature scientifique (Spiller, 2001). La grande variété de la teneur en FD a été en partie attribuée aux méthodes d'analyse utilisées. Selon le Handbook of Dietary Fiber in Human Nutrition (Spiller, 2001), la teneur en fibres diététiques (FD) est de 4,4 % (3,2 % de fibres insolubles et 1,2 % de fibres solubles).

Tableau I.2: Gamme d'acides aminés dans les dattes fraîches et séchées

Acides aminés	Teneur (mg/100g)
Alanine Arginine	34–148
Acide aspartique	59–309
Cystéine	13–67
Acide glutamique	100–382
Glycine	42–268
Histidine	0,1–46
Isoleucine	4–55
Leucine	41–242
Lysine	42–154
Methionine	4–62
Phenylalanine	25–67
Proline	36–148
Serine	29–128
Threonine	23–95
Tryptophane	7–92
Tyrosine	15–156

*Source* (Al-Farsi et Lee, 2008a)

Cependant, selon Holland et al., (1991), la méthode Southgate a une teneur en FD de 6,5 % et la méthode Englyst en a une teneur de 3,5 %. Ces études démontrent de manière concluante que les valeurs FD doivent suivre les méthodes utilisées pour les calculer. Al-Shahib et Marshall (2003) ont estimé la teneur en FD de neuf variétés de dattes desséchées

d'Arabie Saoudite, d'Égypte, d'Irak et d'Iran. Ils ont déterminé que la teneur en FD moyenne des dattes était de 10,2 % (p/p). Après avoir converti ces chiffres en équivalents, les données contenaient entre 6,4 % et 11,4 % de FD. La variété des dattes, le degré de maturité, le degré de déshydratation et la méthode d'analyse utilisée influencent ces résultats.

Elleuch et al. (2008) ont extrait un concentré de fibres de dattes de la chair de deux cultivars de dattes de second rang (Deglet Nour et Allig) qui n'avaient aucune valeur commerciale. Deglet Nour avait des concentrations initiales de FD de 14,4 % et Allig en avait 18,4 %. Il y avait un rendement d'extraction de 67 % des concentrés de FD produits à partir de la chair de datte. Les concentrés de FD avaient des niveaux élevés de FD total (entre 88% et 92,4% MS) et des niveaux faibles de protéines et de cendres (8,98-9,12% MS et 2,0-2,1% MS, respectivement). Les concentrés de FD présentaient une pseudo-plasticité et une capacité élevée de rétention d'eau (15,5 g d'eau/g d'échantillon) et d'huile (9,7 g d'huile/g d'échantillon). Par conséquent, les concentrés de FD de dattes peuvent servir d'excellente source de FD et d'un additif alimentaire aux propriétés fonctionnelles bénéfiques.

Ahmed et al., (2013) ont utilisé le chauffage par micro-ondes (MW), la lyophilisation et la pulvérisation pour extraire les fibres insolubles de la chair de dattes. Il a été découvert que tout le saccharose avait été éliminé à l'aide de la chromatographie liquide à haute performance (CLHP). Après la sixième extraction, l'échantillon ne contenait plus de sucre et le rendement en fibres sur une base sèche était d'environ 6 %. Les diamètres des particules de la fibre ont été mesurés entre 700 et 1000 nm en utilisant la diffusion dynamique de la lumière. La fibre de datte est riche en potassium, calcium et magnésium (1,5-2,4 g/kg) et faible en sodium, selon une analyse de la teneur en minéraux. La fibre de datte a une forte rétention d'eau et d'huile. La bouillie de fibres (20 % w/w) s'est comportée comme un fluide viscoélastique avec des propriétés de type solide prédominantes. Les valeurs de couleur tristimulus, la teneur en minéraux et la capacité à retenir l'eau et l'huile des cultivars de dattes étaient significativement différentes.

Al-Farsi et Lee (2008b) ont optimisé les paramètres du processus (température, temps d'extraction, type de solvant et rapport solvant/échantillon) pour extraire des fibres alimentaires des graines de dattes. La méthode d'extraction en deux étapes a été considérée comme la plus efficace, avec une température de 45 degrés Celsius pour chaque étape et un rapport solvant/échantillon de 60:1. Les solvants les plus efficaces

pour l'extraction et la purification étaient l'acétone (50 %) et le butanone pour augmenter le rendement. La fibre alimentaire totale des graines après extractions à l'eau et à l'acétone est passée à 83,50 et 82,17 g/100 g, respectivement.

En raison du fait que 100 g de dattes contiennent 32 % de l'apport journalier recommandé en fibres alimentaires, les dattes peuvent être une source appropriée de fibres alimentaires. La teneur élevée en fibres insolubles augmente le volume des selles et augmente la satiété. Ainsi, ils peuvent réduire le risque de maladies graves comme le cancer colorectal et la diverticulite.

#### *1.1.3.5.d Vitamines*

Les vitamines essentielles telles que la riboflavine, la thiamine, la biotine, l'acide folique et l'acide ascorbique peuvent être trouvées dans la pulpe de datte. La vitamine K, ainsi que les vitamines du complexe B, la riboflavine (B2), la niacine (B3), l'acide pantothénique (B5), la pyridoxine (B6) et le folate (B9) sont abondantes dans les dattes. Il convient de noter que les dattes contiennent des niveaux plus élevés de vitamines (B3, B5, B6 et B9) que les autres baies, les pommes et les oranges. La concentration en niacine varie de 1,27 à 1,61 mg par 100 g. L'analyse quantitative des vitamines hydrosolubles (B1, B2, B3, B5, B6, B9 et B12) dans différents cultivars et stades de développement du fruit de la datte a révélé des différences significatives. Les fruits matures ont une plus grande quantité de vitamines B1, B3, B5 et B6, tandis que les fruits immatures ont plus de vitamines B2, B9 et B12. Bien que les dattes ne contiennent pas beaucoup de vitamine C, elles sont supérieures aux figues, aux raisins secs, aux prunes et aux abricots (Ahmed et al., 2013).

#### *1.1.3.5.e Minéraux*

Les dattes contiennent du potassium, qui est nécessaire aux contractions musculaires et contribue à la régulation du pouls et de la pression artérielle. 100 g de dattes contiennent 696 mg de potassium, 90 mg de fer, 362 µg de cuivre et 90 mg de magnésium, ce qui est essentiel à la maturation des os. La production de globules rouges nécessite également du cuivre. En raison de leur teneur exceptionnellement élevée en potassium et de leur teneur minimale en sodium, les dattes sont idéales pour les personnes souffrant d'hypertension. Selon la base de données nationale des nutriments de l'USDA, 100 g de dattes contiennent en moyenne 0,80 µg de sélénium, 0,30 µg de cuivre, 864 mg de potassium et 43 mg de magnésium par rapport aux fruits secs. Il convient de noter que les données rapportées

par l'USDA concernant les fruits cultivés aux États-Unis. Alors il faut s'attendre à des variations des données pour les fruits cultivés dans d'autres pays. De plus, les différences de variété et de maturité sont fréquemment responsables des variations dans les données rapportées. Bien que les dattes soient considérées comme une excellente source de ces minéraux, ils ne sont pas vraiment consommés. Pour 100 g de dattes, des niveaux moyens de manganèse, de fer, de phosphore et de calcium représentent plus de 7 % de l'apport journalier recommandé (AJR/AI). Le zinc, le sélénium, le magnésium, le manganèse, le potassium, le phosphore, le cuivre, le fluor, le calcium, le cobalt, le soufre et le bore sont tous présents dans les pulpes (Al-Farsi et Lee, 2008). La chair de plusieurs variétés de dattes peut contenir jusqu'à 0,9 % de potassium, tandis que certains noyaux peuvent contenir jusqu'à 0,5 % de potassium. D'autres minéraux et composés naturels comprennent le bore, le calcium, le cobalt, le manganèse, le phosphore et le zinc. De plus, les graines contiennent des quantités variées de plomb, de soufre, d'aluminium, de cadmium, de chlorure et de plomb. Il a été démontré que le fluor, présent dans le fruit de la datte, prévient les caries dentaires (El Hadrami et Al-Khayri, 2012). De plus, le sélénium aide le corps à accomplir de nombreuses tâches, y compris la prévention du cancer et la stimulation du système immunitaire. Les dattes sont un excellent moyen de traiter l'anémie et les carences en fer.

Les propriétés physicochimiques des sirops de dattes obtenus par extraction traditionnelle (TE) et par extraction enzymatique (EE) de trois variétés distinctes sont comparées dans le tableau I.3. La teneur en minéraux du sirop de dattes peut être considérablement affectée par la méthode d'extraction du sirop. Il convient de noter que les différences des méthodes d'extraction entre les trois variétés étudiées ne sont pas constantes.

#### *1.1.3.5.f Analyse des acides gras et de la matière grasse totale*

La teneur en huile des fruits de dattes diminue progressivement à mesure qu'ils mûrissent, et il existe des différences significatives dans la teneur en huile entre les différentes étapes de la maturation. La quantité de matières grasses dans le fruit varie de 0,24 à 0,42 %.

Il existe quinze acides gras différents dans les huiles de fruits (Amira et al., 2011). 50 % de l'huile extraite de la chair des fruits est composée d'acides gras saturés (AGS), 40 % d'acides gras monoinsaturés (AGMI) et 10 % d'acides gras polyinsaturés (AGPI).

Le principal acide gras saturé (AGS) est l'acide palmitique (C16:0). Les traces contiennent des acides myristiques (C14:0), arachidiques (C20:0), pentadécanoïques

(C15:0), heneicosanoïques (C21:0) et tricosanoïques (C23:0). La teneur en AGPI, en particulier en acide linoléique, augmente au cours de la maturation du fruit de la datte, en particulier entre les stades Rutab et Tamar. L'enzyme membranaire D12-desaturase convertit l'acide oléique en acide linoléique. Selon Al-Shahib et Marshall (2003), la teneur en acide oléique des graines varie de 41,1 % à 58,8 %, suggérant l'utilisation des graines comme source d'acide oléique.

Tableau I.3: Propriétés physico-chimiques des sirops de dattes préparés à partir de trois variétés de dattes en utilisant l'extraction traditionnelle (TE) et l'extraction enzymatique (EE).

Composant	Deglet Nour		Allig		Kentichi	
	TE 5	EE 6	TE	EE	TE	EE
Sucres solubles <sup>1</sup>	70	74,26	69,41	74,68	62,14	72,06
Sucres réducteurs <sup>1</sup>	27,31	64,41	66,89	70,95	24,4	65,59
Polysaccharide <sup>1</sup>	3,1	2,3	3,1	1,7	3,1	2,1
Pectine <sup>2</sup>	0,43	1,16	0,92	1,29	0,45	1,22
Protéine <sup>1</sup>	1,24	1,27	1,31	1,5	0,97	1,03
Cendre <sup>1</sup>	2,4	2,42	1,79	1,88	2,05	2,12
Potassium <sup>3</sup>	1004,8	1024,8	674,8	565,4	799,2	749,3
Magnesium <sup>3</sup>	78,2	69,5	38,8	34,4	77,8	60,1
Sodium <sup>3</sup>	165,2	160,8	76,0	75,5	180,2	157,5
Calcium <sup>3</sup>	180,5	150,5	64,8	81,2	270,6	240,5
Phosphore <sup>3</sup>	100,5	91,2	48,3	57,2	70	90,4
Zinc <sup>3</sup>	0,64	0,93	0,83	1,7	0,65	1,1
Manganèse <sup>3</sup>	0,04	0,13	0,07	0,2	0,07	0,14
Fer <sup>3</sup>	0,63	0,06	1,39	1,53	1,07	0,16
Composés phénoliques totaux <sup>4</sup>	461,21	326,84	356,42	292,34	400,51	304,28
pH	4,87	3,2	4,48	3,12	4,82	3,07
Acidité (en % d'acide citrique)	0,27	1,25	0,18	1,22	0,2	1,29
Activité de l'eau (aw)	0,46	0,48	0,47	0,47	0,47	0,45

<sup>1</sup> g/100 g, poids sec ; <sup>2</sup> mg d'acide galacturonique /100 g, poids frais ; <sup>3</sup> mg/100 g, poids frais ; <sup>4</sup> mg d'acide gallique équivalent /100 g, poids frais. Source : Abbes et *al.* (2011).

<sup>5</sup> à 100 ° C pendant 15 min sans ajout d'enzyme. 6 à 50 ° C pendant 120 min avec pectinase et cellulase.

#### *1.1.3.5.g Profil olfactif et phytochimie*

Les dattes sont une source importante d'hydrates de carbone, de fibres alimentaires, de vitamines essentielles et de minéraux, ainsi que de divers composés phytochimiques tels que les phénoliques, les stérols, les caroténoïdes, les anthocyanes, les procyanidines et les flavonoïdes (Baliga et al., 2011). Les graines de dattes sont une riche source de substances phytochimiques en plus des fibres alimentaires, des minéraux, des lipides et des protéines. En plus de leurs propriétés pharmacologiques, les composés phytochimiques contribuent aux propriétés nutritionnelles et sensorielles des dattes (Baliga et al., 2011). Il a été démontré que les composés phytochimiques des fruits possèdent des capacités antioxydantes importantes, ce qui peut être lié à une réduction de l'incidence et des taux de mortalité des maladies dégénératives chez l'homme (Vayalil, 2012).

#### *1.1.3.5.h Caroténoïdes*

Selon la National Nutrient Database for Standard Reference, Release (USDA, 2012), le taux de caroténoïdes dans Deglet Nour est de 81 mg/100 g (56,0 mg de carotène et 25,0 mg de lutéine et de zéaxanthine) et 112 mg/100 g (89,0 mg de carotène et 23,0 mg de lutéine et de zéaxanthine). La composition en caroténoïdes et la valeur en provitamine A de trois variétés de dattes algériennes (Deglet Nour, Hamraya et Tantebouchte) à trois phases de maturation différentes ont montré que la lutéine était le pigment caroténoïde le plus abondant dans les dattes, suivie du  $\beta$ -carotène (Boudries et al., 2007). La teneur en caroténoïdes des fruits a considérablement diminué entre le stade de maturation Khalal et le stade de maturation Tamar. La teneur en lutéine des dattes Deglet-Nour, Hamraya et Tantebouchte était de 156, 28 et 33,6 mg/100 g, respectivement. La teneur en carotène des dattes Deglet-Nour, Hamraya et Tantebouchte était de 6,4, 3,3 et 2,5 mg/100 g (Al-Farsi et Lee, 2008; Boudries et al., 2007). La dégradation des caroténoïdes qui se produit pendant la maturation n'est probablement pas liée à l'assombrissement progressif des fruits en cours de maturation (Boudries et al., 2007).

#### *1.1.3.5.i Pigments.*

Les variétés de dattes fraîches avaient des concentrations d'anthocyanes allant de 0,87 à 1,5 mg/100 g, et il y avait généralement une corrélation directe entre les niveaux d'anthocyanes et la couleur du fruit. Les anthocyanes ne sont trouvés que dans les dattes

fraîches, ce qui indique qu'elles peuvent être perdues dans les fruits séchés au soleil. Les procyanidines sont mentionnées dans la bibliographie sur les fruits de la datte. L'existence de polymères de poids moléculaire élevé, d'undécamères, d'heptadécamères et de décimères a été révélée par une analyse chimique des procyanidines extraites de l'acétone, de l'eau et de l'acide acétique (Ahmed et *al.*, 2013).

#### *1.1.3.5.j Substances phénoliques*

L'une des substances bioactives les plus importantes sont les composés phénoliques, qui sont de puissants antioxydants et piègeurs de radicaux libres qui peuvent agir comme donneurs d'hydrogène, agents réducteurs, chélateurs de métaux et atténuateurs d'oxygène singulet. En raison de leurs potentiels avantages pour la santé, la consommation d'acides phénoliques a augmenté ces dernières années.

Mansouri et *al.*, (2005) ont examiné le profil phénolique de sept variétés de dattes mûres d'Algérie différentes. Les acides p-coumarique, férulique et sinapique, ainsi que des dérivés de l'acide cinnamique et trois isomères distincts de l'acide 5-o-caféoyl shikimique, étaient présents dans ces échantillons de dattes. Trois variétés de dattes provenant de l'Oman ont été identifiées avec la présence d'acides phénoliques libres (acide protocatéchique, acide vanillique, acide syringique et acide férulique) et liés (acide gallique, acide p-hydroxybenzoïque, acide caféique, acide p-coumarique et acide o-coumarique). Selon Al-Farsi et *al.*,(2005b), la teneur en composés phénoliques augmentait considérablement après le séchage, probablement en raison de la dégradation des tanins et de l'activité des enzymes de dégradation diminuée à des températures de séchage plus élevées.

#### *1.1.3.5.k Antioxydants*

Les dattes ont été considérées comme une source riche en antioxydants. Les maladies dégénératives telles que les maladies cardiaques, les dysfonctionnements cognitifs et l'arthrite sont causées par les mécanismes d'oxydation inhibés par les antioxydants. Les dattes pourraient avoir une activité antitumorale, des propriétés antimutagènes et la capacité de réduire l'incidence du cancer, en particulier du cancer du pancréas. Ils pourraient également activer le système immunitaire et réguler la fonction des antibiotiques. Les radicaux superoxyde (O<sup>-</sup>) et hydroxyle (OH<sup>-</sup>) sont des espèces d'oxygène réactives qui piègent les radicaux libres dans un extrait aqueux de chair de datte. La peroxydation des lipides et l'oxydation des protéines ont été inhibées avec une

grande efficacité par le même extrait in vitro. Selon Vinson et al. (1995), les dattes Deglet Nour et Zahidi desséchées avaient une concentration d'extraits d'environ cinq fois plus que les vitamines antioxydantes Vitamine C et E, pour prévenir l'oxydation des LDL + VLDL par les ions cuivriques (1/IC50).

Une relation linéaire entre l'activité antioxydante et le contenu phénolique total de l'extrait de fruit de datte a été découverte par des études sur divers fruits de dattes. Selon Al-Turki et al. (2010), différents cultivars de palmier-dattier ont différents teneurs en composés phénoliques et activité antioxydante. La teneur en composés phénoliques, en vitamines C et E, en caroténoïdes et en flavonoïdes dans les dattes détermine leur efficacité antioxydante (Mansouri et al., 2005). Les dattes cultivées au soleil à Oman sont bonnes sources d'antioxydants, tels que le sélénium (0,356 à 0,528 mg/100 g), les antioxydants totaux (8,212-12,543 mol Trolox equiv/g), les caroténoïdes (0,92-2,91 mg/100 g) et les composés phénoliques (217-343 mg d'acide férulique equiv/100 g) (Ahmed et al., 2013). Ces résultats indiquent que toutes les variétés de dattes sont une bonne source d'antioxydants naturels et peuvent être considérées comme un aliment ou un ingrédient alimentaire fonctionnel.

#### *1.1.3.5.1 Aromates et substances volatiles*

Il existe environ 80 composés volatils dans les fruits de la datte, y compris 20 esters, 19 alcools, 10 terpènes, 13 aldéhydes, 6 cétones, 12 hydrocarbures et 1 lactone Ahmed et al. (2013b). Le profil aromatique global est compris entre 90,7 % et 99,6 % des composés identifiés. Le type de fruit et le stade de maturation déterminent le nombre de composés aromatiques. Les dattes tunisiennes contiennent d'autres composés tels que le 2-propanol, l'alcool isoamylique, l'alcool phényléthylique et l'acétate d'isoamyle. Chaque composé volatil a un seuil olfactif distinct. Les alcools, les aldéhydes, les cétones et les terpènes ont contribué à l'odeur des dattes d'agrumes, de fleurs et de fruits. Selon Ahmed et al. (2013b), l'arôme frais et légèrement vert des dattes pourrait être attribué à deux aldéhydes à chaîne droite, le nonanal et le décanal. Les alcools terpéniques et aliphatiques ont des arômes herbacés, parfumés, citriques, floraux et fongiques (Ahmed et al., 2013b).

#### *1.1.3.6 Traitement des dattes*

##### *1.1.3.6.a Produits à base de dattes partiellement transformés*

Pâte de dattes : L'industrie alimentaire est particulièrement intéressée par la production de pâte de dattes. L'élimination des coques (10 à 20 % du poids total du fruit) permet de

réduire les coûts de transport et de stockage. En outre, la disponibilité de la pâte de dattes pour l'industrie culinaire est assurée tout au long de l'année. La pâte de dattes permet à l'industrie de transformation des dattes de convertir des dattes de qualité inférieure en un produit intermédiaire à valeur ajoutée. Pour la préparation de la pâte de dattes, les dattes dénoyautées sont soit immergées dans de l'eau chaude à 95 °C pendant 5 à 15 secondes, soit cuites à la vapeur à 69 kPa pendant 3 minutes. En pulvérisant les dattes, on obtient de la pâte de dattes (Barreveld, 1993). Le pH de la pâte de dattes peut être réduit à l'aide d'acide citrique ou ascorbique (0,2 %) afin d'améliorer sa durée de conservation et de préserver une couleur souhaitable. La pâte de dattes est généralement préparée à partir de dattes jetées, impropres à la commercialisation. La pâte de dattes peut remplacer la farine dans les produits de boulangerie et les confiseries. L'utilisation de 4 à 8 % de pâte de dattes dans la formulation du pain améliore considérablement les propriétés rhéologiques de la pâte, retarde la gélatinisation, améliore la production et la rétention de gaz, prolonge la durée de conservation, empêche le rassissement et améliore les caractéristiques de la mie et de la croûte (Yousif et *al.*, 1991). L'utilisation de la pâte de dattes dans les biscuits permet d'obtenir un taux de pâte à tartiner plus élevé, les quantités ajoutées jusqu'à 20 % augmentant le taux de pâte à tartiner. Elle empêche la cristallisation du saccharose dans les biscuits pendant la période de refroidissement qui suit immédiatement la sortie du four (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011).

Les dattes broyées sont extrudées à travers des perforations de 0,6 cm pour ressembler à des saucisses ; elles sont ensuite coupées en longueurs de 1,3 à 2,5 cm et enrobées de dextrose ou de farine d'orge pour éviter qu'elles ne collent. En exposant ce produit à l'air, il est séché et solidifié afin d'améliorer sa qualité marchande (Barreveld, 1993).

Les dattes sont coupées en segments à l'aide d'un ciseau pour créer ce produit. Pour éviter que les morceaux ne collent entre eux, les segments de dattes sont enrobés de dextrose ou de farine d'avoine. Ce produit est généralement consommé avec des céréales, des produits de boulangerie tels que des gâteaux et du pain, et des confiseries (Barreveld, 1993). L'ajout de 10 % de fragments de dattes à la crème glacée permet d'améliorer ses caractéristiques organoleptiques (Yousif et *al.*, 1991).

Après avoir dilué la pâte de dattes avec de l'eau, elle est répartie sur des plateaux de séchage et séchée dans un tunnel ou une armoire de séchage jusqu'à ce que le taux d'humidité tombe en dessous de 5 %. Les dattes sont broyées et vendues en fonction de

leur granulométrie. Ce produit est utilisé comme édulcorant dans les confiseries et les aliments pour nourrissons (Jasim Ahmed & Ramaswamy, 2006; Barreveld, 1993).

#### *1.1.3.6.b Produits à base de dattes préparés pour l'utilisation*

Les cornichons, les chutneys, la marmelade, la gelée, le sirop de dattes, le beurre de dattes, les bonbons et les confiseries sont tous fabriqués à partir de dattes. Les dattes kimri et khalal aux stades de maturité sont idéales pour la fabrication de conserves et de chutney. Les dattes kimri sont utilisées pour faire des pickles en huile et en chutney (Hui, 2006). Les tranches de fruits kimri dénoyautés, divers assaisonnements, condiments et huile de moutarde sont utilisés pour préparer les pickles à l'huile (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). Le chutney est le nom générique d'un condiment composé de sucre (apporté par des fruits), d'acide (apporté par du jus de citron ou du vinaigre), de légumes et d'assaisonnements piquants. Le chutney, qui est dérivé d'un mot indien, est probablement plus connu lorsque la mangue est utilisée comme fruit principal, mais les dattes et d'autres fruits peuvent également être utilisés (Barreveld, 1993). Deux autres plats populaires, les saumures et les pickles au sel, sont fabriqués à partir de datte kimri. Les confitures sont idéales avec des dattes à forte teneur en sucre (Hui, 2006). La marmelade a une teneur en sucre de 65 %, une teneur en pectine de 1 % et un pH de 3,0 à 3,2 (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011) grâce à un rapport sucre-pulpe de dattes de 55:45. Pour produire de la gelée, le rapport jus de datte/sucre est de 1 à 1, et le produit fini a une teneur totale en solides solubles de 73 °Brix et un pH de 3,57 (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). Le beurre de dattes, qui est similaire à celui du beurre d'arachide, est produit à partir de dattes apprivoisées à forte teneur en sucre (Hui, 2006). L'utilisation est similaire à celle de la confiture, sauf que le pH est ajusté à 4,7, que la teneur totale en solides solubles est de 75 °Brix et que le rapport entre le sucre et la pulpe de datte est de 40 à 60 (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). Les dattes qui sont en train de mûrir au stade khalal sont pelées, dénoyautées et utilisées pour faire du sirop de dattes (Hui, 2006). Le sirop de ce produit est concentré à environ 75-80 °Brix et le pH est ajusté à 2,8-3,0 avec de l'acide citrique. Les confiseries aux dattes sont fabriquées à partir de pâte de dattes, d'arachides grillées et de noix de coco. Le goût de cette confiserie est agréable grâce à l'utilisation de pâte de dattes et de noix dans un rapport de 60 :40 et à un enrobage de chocolat. Les barres de dattes fabriquées à partir de fruits de dattes, d'amandes, de noix de coco, de noix de cajou et de pistaches peuvent être enrobées de chocolat et enrichies de sésame, de lait écrémé en poudre et de grains d'avoine.

Les crèmes glacées, les puddings, les sorbets aux dattes et les yaourts aux fruits sont des friandises à base de dattes. Les dattes macérées et les dattes fourrées aux fibres, les premières ayant des applications médicales, sont d'autres produits. Les sauces comme la sauce pour faux-filet font partie des autres produits prêts à l'emploi à base de dattes. La sauce pour steak est un condiment traditionnel utilisé avec des plats de viande. 10 % de ces produits sont des dattes hachées (Barreveld, 1993).

#### *1.1.3.6.c Les produits à base de dattes récupérées*

Généralement, dans cette industrie, on emploie des fruits secondaires ou des fruits rejetés provenant des processus de conditionnement de dattes à grande échelle. Pour faciliter la séparation des substances indésirables, tous ces produits contiennent une combinaison d'eau et de dattes. L'eau ajoutée reste dans le produit final de certains produits, comme les boissons. L'eau est introduite dans d'autres produits pour créer un milieu propice aux processus ultérieurs, comme la fermentation. Dans les deux cas, le processus et les produits ultérieurs déterminent la quantité d'eau fournie. Lorsque le produit final est concentré, comme la pâte à tartiner aux dattes, le sirop de dattes ou le sucre de dattes liquide, l'eau ne sert qu'à faciliter la séparation et est ensuite éliminée par évaporation. On s'efforce d'ajouter des quantités minimales d'eau et de créer des méthodes qui équilibrent la durée de conservation, le coût de l'investissement, les pertes et la concentration en sucre afin d'extraire le sirop de dattes au coût le plus bas possible (Hui, 2006).

Le jus de datte est produit en désintégrant et en diluant les solides solubles des dattes dans l'eau et en éliminant les solides insolubles. L'agitation, le chauffage et la macération des dattes peuvent augmenter leur rendement lors de cette procédure. Ce produit est occasionnellement bu comme boisson. En raison de sa forte concentration en solides solubles totaux, le jus de datte, contrairement à d'autres fruits, ne peut pas être extrait par pressage.

#### *1.1.3.6.d Le jus de datte*

Les dattes dénoyautées et parfois non dénoyautées sont généralement mélangées à une quantité égale d'eau dans des récipients ouverts, chauffées jusqu'à ébullition, puis filtrées. La datte qui reste sur le filtre est ensuite chauffée à nouveau avec de l'eau. Ensuite, le liquide extrait présente une consistance concentrée (Hui, 2006).

L'autoclavage à 69 kPa du mélange pendant dix minutes est l'autre méthode d'extraction du jus de datte. Cette méthode est utilisée sous vide, ce qui permet d'extraire le jus à une température plus basse et d'améliorer sa couleur, son arôme et sa saveur.

Le jus de datte est le produit primaire et le tourteau pressé est le sous-produit d'un système d'extraction du jus de datte. Le jus brut contient des matières étrangères ainsi que des substances solubles et insolubles.

Plusieurs méthodes ont été utilisées pour clarifier le jus de dattes, telles que le prétraitement du jus par ébullition, la précipitation ou l'hydrolyse des colloïdes par des enzymes, la filtration ou la centrifugation des matières étrangères insolubles, la décoloration par charbon actif ou échange d'ions, l'élimination des minéraux par des produits chimiques ou échange d'ions, et le moussage des composés de poids moléculaire élevé. Un système d'extraction en deux étapes est utilisé pour lavage des gâteaux pour recycler certaines particules solubles, dont l'avantage principal est l'utilisation de l'eau ajoutée deux fois dans un système à contre-courant.

Le jus de datte possède une activité antioxydante et antimutagène significative, ainsi qu'un puissant piègeur de radicaux libres (Vayalil, 2002). Le jus de datte est utilisé comme substitut du sucre dans une variété de boissons, de crème glacée, de marmelade, de gelée et de boissons gazeuses et non gazeuses. La production de jus de dattes est constamment menacée par la croissance d'*Aspergillus parasiticus* et la formation d'aflatoxines dans le jus de dattes. Le jus de datte peut également être bénéfique pour la production d'oxytétracycline (Abou-Zeid et al., 1991), des starters pour les produits laitiers et des protéines unicellulaires (Nancib et al., 1999).

Trois produits principaux à savoir : la pâte à tartiner, le sirop de datte et le sucre de datte sous forme liquide peuvent être obtenus grâce à la concentration du jus de datte (Hui, 2006).

Le sirop de dattes est plus concentré que le liquide de dattes, mais il a les mêmes caractéristiques. Le sirop de dattes, également appelé "Rub" ou "Dibs", est l'un des dérivés de dattes les plus populaires et est produit selon l'un des processus suivants :

En raison de la pression exercée par le poids des dattes lorsque les récipients de dattes sont empilés pour être stockés, le jus des dattes s'écoule. Le nectar de dattes s'écoule par le fond des conteneurs spéciaux lorsque les dattes sont stockées. Le processus

conventionnel ne permet d'extraire que 15 % du sirop, tandis que les techniques industrielles peuvent en extraire 60 % (Hui, 2006).

#### *1.1.3.6.e L'ébullition et l'évaporation du liquide de datte.*

Le liquide de datte est extrait à l'aide d'un processus enzymatique utilisant les enzymes pectinase et cellulase, qui est ensuite concentré pour produire le sirop de datte. Le recyclage des solides solubles sera maximal, ce qui doublera presque leur récupération par rapport aux méthodes précédentes (Al-Hooti *et al.*, 2002).

Si nécessaire, le prétraitement des dattes, l'extraction du jus, la filtration et la concentration sont les méthodes courantes de production de sirop de dattes. Le processus de prétraitement améliore la pénétration de l'eau en pulvérisant les dattes à l'aide de rouleaux spécialisés. Le jus peut être extrait à la fois en vrac et en continu (Hui, 2006). Le nombre de micro-organismes et le temps d'extraction réduits par l'utilisation d'ondes ultrasoniques pour extraire le nectar (Entezari *et al.*, 2004).

Le processus de raffinage du sirop permet l'élimination des solides insolubles, de certains solides solubles (comme les substances colorées) et des solides semi-solubles. Pour ce faire, du charbon actif, des résines, des enzymes et des filtres sont utilisés. La préservation des substances gustatives pendant le processus de raffinage est cruciale et doit être prise en compte à chaque étape. Après le processus de raffinage, un liquide qui doit être concentré contient 20 à 25 % de solides solubles. Le pourcentage de solides solubles dans le sirop de dattes est le plus souvent de 75 % (Al-Farsi, 2003).

Le sirop de dattes est utilisé comme agent aromatique et édulcorant dans les boissons, les glaces et les confiseries. On a découvert que le sirop de dattes extrait avec de la pectinase et de la cellulase pouvait remplacer le sucre dans la préparation de pain de mie, de gâteaux et de biscuits et de caramels et de confiseries. Le nectar de datte peut être décoloré avec du charbon actif (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011).

Le sucre de datte liquide contient 75% des sucres (glucose, fructose et saccharose) qui peuvent être dissous dans l'eau. La cristallisation difficile et les dépenses coûteuses entravent la production de sucre liquide en raison de la forte concentration de sucre inverti et de la faible concentration de saccharose. Le sucre liquide est présent dans la majorité des boissons non alcoolisées, des gâteaux, des gelées, des fruits conservés, des confiseries et des crèmes glacées (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). La production de sucre de datte liquide représente un produit complet contrairement aux sucres raffinés.

#### 1.1.3.6.f Produits de la datte fermentée

Le vin de datte est fermenté avec du sucre de datte, des acides organiques, de la levure de boulangerie, des antibiotiques et des protéines unicellulaires. Le vin est une boisson fermentée à partir de fruits et parfois de légumes. La couleur, la saveur, l'arôme et la stabilité du vin sont influencés par les composés des fruits (Hui, 2006). En raison de sa richesse en sucres fermentescibles, le jus de datte est une excellente matière première pour la fabrication du vin. Une souche appropriée pour produire un vin de datte de haute qualité (12% d'éthanol, 0,35-0,54% d'acidité, pH 4,0-4,2) est *Saccharomyces cerevisiae* var. *ellipsoidus* (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). L'alcool est l'un des composants du produit final lors de la production de vin, mais il peut également être produit en tant que dérivé pur pour être utilisé dans les boissons, les industries chimiques et médicales, les agents de nettoyage et l'éclairage alcoolique (Hui, 2006). Le "Sherry" est un produit avec 25 à 30 % d'alcool qui est un intermédiaire entre le vin et l'alcool. Le CO<sub>2</sub> et d'autres sous-produits sont produits lors de la formation de l'alcool (Hui, 2006). Un sous-produit de la formation d'alcool qui est utilisé comme solvant pour les résines et les laques est l'huile de fusel, un mélange d'alcools à point d'ébullition élevé. Les cellules de levure desséchées et la vinasse sont d'autres sous-produits. La vinasse, un sous-produit fluide de la distillation de l'alcool, riche en minéraux et en levures, peut être utilisée comme engrais. "Arak" est une boisson créée par la fermentation de dattes et est composée de résine, d'essence naturelle et d'assaisonnements. Elle contient 50 % d'alcool en volume (v/v) (Hui, 2006).

L'acide acétique, l'acide citrique, l'acide oxalique et l'acide lactique sont des acides organiques extraits des dattes (Hui, 2006). Un sous-produit de la production d'alcool est la fermentation de l'acide acétique. Les espèces d'acétobacter sont des micro-organismes qui fermentent l'alcool pour produire de l'acide acétique. La production d'acide acétique et d'alcool est moins complexe que la production d'acide citrique. *Aspergillus niger* produit de l'acide citrique sous stress. L'efficacité de la production d'acide citrique est améliorée par l'interaction entre le ferrocyanure de potassium et le méthanol (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011). La production d'acide citrique a été étudiée par le prétraitement du sirop de dattes avec de l'acide sulfurique, du phosphate tricalcique, de l'acide chlorhydrique, du ferrocyanure de potassium et de l'EDTA. Il a été démontré que la concentration optimale de phosphate tricalcique est de 2 %. Le pH idéal pour la production d'acide citrique est de 6,5. La concentration d'acide citrique est augmentée par

l'ajout de 4 % de méthanol à la liqueur de datte traitée avec 2 % de phosphate tricalcique (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). *Candida lipolytica* peut produire de l'acide citrique en utilisant l'hydrolysate de graines de dattes et le lactosérum de fromage comme composants de milieu de culture principaux (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). L'acide lactique peut être produit par *Lactobacillus casei* subsp. *rhamnosus* à partir du jus de datte. Le rendement de la production d'acide lactique peut être augmenté en ajoutant de l'azote au milieu de culture. En raison de sa teneur en vitamine B, l'extrait de levure a eu l'effet le plus intense parmi les différentes sources d'azote (sulfate d'ammonium, triptique soja, peptone et caséine). Des sources d'azote moins coûteuses, telles que le sulfate d'ammonium et le complexe B, peuvent être utilisées pour remplacer une partie de l'extrait de levure. La seule source de sucre pour la production d'acide lactique par les espèces de lactobacilles a été le jus de datte, et l'ajout de sources d'azote organiques (peptone) et de minéraux tels que l'hydrogénophosphate de potassium et l'acétate de sodium a amélioré la production d'acide lactique (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). L'acide glutamique peut être produit par *Corynebacterium glutamicum* à partir de pertes de dattes.

De plus, le sirop de dattes est utilisé pour produire des micronutriments, des levures (riches en protéines) et des levures de boulangerie (Khan et al., 1995). De nombreux micro-organismes, y compris *Penicillium lilacium*, *P. Soppi zaluski* et *Aspergillus nidulans* (Hui, 2006), sont capables de produire des matières grasses à partir du liquide et du sirop de dattes. Certains mutants de *Streptococcus rimosus* peuvent produire de l'oxytétracycline à partir de purée et/ou de sirop de dattes (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011). Dans le milieu de production d'oxytétracycline par *Streptomyces rimosus*, les lipides et l'hydrolysate de graines de dattes ont été utilisés comme sources de carbone et d'azote, respectivement. Les concentrations d'antibiotiques dans les substrats de dattes étaient supérieures à celles du glucose et de l'urée (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011).

#### *1.1.3.6.g Divers aliments à base de dattes*

Le miel de datte est un liquide concentré de datte dont la plupart des colorants et des composés colloïdaux ont été éliminés. Les boissons, le chocolat, les glaces, les marmelades et les sucreries en contiennent (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011). Certains cultivars de palmiers-dattiers peuvent produire du sucre du tissu de la tige pour produire une substance semblable à un sirop. Le sirop de datte colorant caramel peut être utilisé dans une variété de cuisines, telles que les boissons, les produits de boulangerie, les bonbons et les produits à base de viande. L'arrack "Tarooneh" est un autre produit du

palmier-dattier qui est distillé à partir de l'enveloppe florale du palmier-dattier. Il possède un arôme agréable et des propriétés médicinales. D'autres produits extraits de la tige du palmier dattier sont le sagou (de couleur blanche) et le "Lagmi" (liquide de dattier). L'huile de palmier dattier est riche en sucre (principalement en saccharose), en protéines, en cendres et en composés phénoliques. La présence de protéines contribue à son activité de surface et à son pouvoir moussant. En raison de son activité antioxydante et de sa valeur nutritionnelle, ce jus naturel peut être utilisé comme régime fonctionnel (Ben et *al.*, 2009). L'extraction de la sève pour la production de Lagmi doit être effectuée à l'abri de la lumière directe du soleil afin d'éviter la fermentation (Ben et *al.*, 2007).

Des dattes de qualité inférieure ont été utilisées pour fabriquer divers produits à valeur ajoutée afin de faire de la datte de palme une denrée économiquement viable pour les producteurs et les pays producteurs. Comme mentionné précédemment, le concentré de fibres de dattes (DFC) est l'un des produits obtenus à partir de dattes de qualité inférieure. Des efforts ont été faits pour générer une variété d'aliments fonctionnels en utilisant le DFC en raison de ses capacités élevées de liaison à l'eau (WBC) et à l'huile (OBC). L'utilisation de DFC dans les formulations de hamburgers de poulet améliore les propriétés de cuisson, telles que l'augmentation du rendement de cuisson et la diminution de la rétraction, tout en maintenant les propriétés sensorielles. La teneur en fibres augmente les avantages nutritionnels pour le consommateur et réduit l'incorporation de viande de 63 % dans le produit témoin à 47 % dans le produit contenant 1 % de DFC (Ahmed et *al.*, 2013).

(Besbes et *al.*, 2009) ont fait des confitures à partir de dattes de second choix (cultivars Deglet Nour et Kentichi à texture coriace). Les résultats indiquent que la composition et les propriétés physiques des conserves de dattes sont fortement influencées par la variété de dattes. Cette étude a fourni des informations importantes sur la qualité de la confiture qui pourraient aider à promouvoir la confiture de dattes.

#### *1.1.3.6.h Sous-produits des dattes transformées*

Les usines de transformation des dattes produisent trois principaux sous-produits : des noyaux de dattes, des tourteaux de pressage de dattes et fruits de palmiers dattiers rejetés de qualité inférieure (Hui, 2006). Les dattes dont l'apparence ne convient pas et qui ne peuvent pas être emballées pour la vente sont généralement utilisées comme aliments pour animaux et comme substrat pour les produits de fermentation en raison de leurs

composants nutritifs, tels que les hydrates de carbone, les protéines, les minéraux et les fibres (Hui, 2006).

Le poids des noyaux de dattes, qui peuvent également être appelés cailloux, pierres, amandes ou graines (Jassim et Naji, 2010), représente 10 % du poids du fruit. Les composants des noyaux de dattes ont une valeur alimentaire importante. Les coques de dattes sont riches en huile, en protéines, en minéraux et en fibres, ce qui les rend utiles pour les animaux (Hui, 2006).

Les fibres détergentes neutres, les fibres détergentes acides, les hémicelluloses, la lignine, la cellulose et les cendres sont les constituants les plus courants des noyaux de dattes (Jassim & Naji, 2010). Le noyau de la datte contient 10,8 % de glucose et 7,3 % de fructose. Les seuls hydrates de carbone présents dans les graines sont le maltose et le mannose (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011). Les glucomannanes et les galactomannanes sont des polysaccharides extraits des noyaux de dattes (Ishrud et *al.*, 2001). Les galactomannanes sont essentielles dans les secteurs alimentaire, pharmaceutique, cosmétique, papetière et peinture. Le squelette des galactomannanes présente D-mannopyranosyl avec des groupes D-galactopyranosyl, une caractéristique partagée par la plupart des galactomannanes trouvés dans les graines de légumineuses (Bouaziz et *al.*, 2008). Selon Ishrud et *al.* (2001a), les glucomannanes isolés des graines de dattes comprenaient des polysaccharides liés.

Les noyaux des dattes contiennent la plupart des acides aminés essentiels, tels que la lysine, l'isoleucine, la leucine, la méthionine, la thréonine, la valine et la phénylalanine (Bouaziz et *al.*, 2008). Au moins seize acides aminés sont présents dans le noyau de la datte (Bouaziz et *al.*, 2008). Bien que le noyau de datte soit riche en acides aminés tels que l'arginine, l'acide glutamique et l'acide aspartique, il ne contient que des traces de tryptophane, d'isoleucine et de lysine (Barreveld, 1993).

Le noyau de la datte contient 14 types d'acides gras différents, avec les acides oléique, linoléique, palmitique, myristique et laurique les plus abondants. Les noyaux de dattes contiennent une grande quantité d'acide oléique (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). Les principaux acides gras saturés et insaturés des noyaux de dattes sont les acides laurique et oléique (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). Il y a des quantités mineures d'acides stéarique, caprique et caprylique (Hui, 2006). Les acides margarique, arachidique, béhénique, palmitoléique et linoléique sont également présents dans le noyau de datte

(Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). L'huile de graine de dattes peut être utilisée dans les produits alimentaires, médicaux et cosmétiques, et elle résiste aux traitements thermiques prolongés (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). Bien que l'huile de dattes soit comestible, sa production est inutile sur le plan économique car elle n'est pas comparable aux autres graines oléagineuses et ne possède pas les qualités d'extraction nécessaires. Selon les informations susmentionnées (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011), la protéine du noyau de dattes est également semblable à celle de la pulpe.

Dans les noyaux de dattes, le potassium est le macroélément le plus abondant, suivi du phosphore, du magnésium, du calcium et d'une petite quantité de sodium. Le zinc a la plus grande concentration de microéléments, suivi du fer, du manganèse et du cuivre. De plus, on peut trouver des traces d'aluminium, de cadmium, de chlorure, de plomb, de chrome et de soufre dans les graines de dattes (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011).

L'acide para-hydroxybenzoïque, l'acide protocatéchique et l'acide méta-coumarique étaient les acides phénoliques les plus dominants du noyau de dattes. L'extraction, la purification et la production de concentré augmentent la concentration d'acides phénoliques. Cet extrait contient de nombreux acides protocatéchiques, caféiques et féruliques (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011).

La teneur en fibres alimentaires du noyau de dattes explique sa haute valeur nutritive, ce qui le rend approprié pour les aliments fibreux et diététiques (Hui, 2006). De plus, ses composés phénoliques aident le tractus gastro-intestinal à absorber les antioxydants, ce qui signifie qu'il peut être utilisé pour améliorer certains aliments. Le solvant utilisé pour extraire et purifier les composés phénoliques et les fibres alimentaires du noyau de dattes nécessite une attention particulière. Selon certaines études, les solvants les plus efficaces pour extraire, purifier et augmenter la quantité de composés phénoliques extraits du noyau de dattes sont l'acétone et le butanone. En utilisant l'eau et l'acétone comme solvants, la plus grande quantité de fibres alimentaires a été extraite des noyaux de dattes (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011).

Lorsque les noyaux de dattes sont fermentés par *Candida lipolytica*, *Apergillus oryzae* et *Candida utilis*, ils peuvent produire des protéines et de l'acide citrique (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011).

Le sous-produit de la méthode utilisée pour extraire le liquide des dattes sont les tourteaux de pressage. Il reste soit de la chair de dattes avec du sucre résiduel et le noyau de dattes,

soit de la chair de datte sans noyau de datte, selon la méthode d'extraction du jus. Étant donné que les flocons sont volumineux (ils représentent 30 % du poids des dattes), humides (environ 70 % d'humidité) et facilement périssables, leur élimination est difficile. Les gâteaux de presse déshydratés ont une variété de composants (Hui, 2006) importante. Le noyau de datte contient le plus de matières grasses et le tourteau de pressage le plus de protéines, selon des recherches sur les sous-produits de la datte. Les noyaux de dattes et les tourteaux pressés sont riches en fibres alimentaires et ont les plus grandes concentrations de composés phénoliques et d'activité antioxydante. Les transformations microbiologiques et l'alimentation animale utilisent des tourteaux pressés (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011 ; Hui, 2006).

#### *1.1.3.6.i Application thérapeutique des dattes*

La médecine traditionnelle recommande la consommation de dattes pour traiter les maladies du foie et pour les femmes enceintes avant et après l'accouchement. Bien que le fruit de la datte soit vénéré pour ses propriétés nutritionnelles et pharmacologiques au Moyen-Orient et en Afrique du Nord, il n'est pas largement connu en Occident en raison d'un manque de documentation scientifique. Les propriétés antioxydantes et antimutagènes de l'extrait aqueux de fruits de palmier-dattier ont été démontrées *in vitro*. Cependant, des études *in vivo* (Ahmed *et al.*, 2008 ; Al-Qarawi *et al.*, 2004) ont montré que les extraits de dattes aqueux et éthanoliques ont des effets hépatoprotecteurs lorsqu'ils sont administrés à des rats atteints d'hépatotoxicité aiguë induite par le tétrachlorure de carbone et le thioacétamide, respectivement. Il existe de nombreux avantages supplémentaires pour la santé de la consommation de dattes, tels que l'efficacité anticancéreuse (Sun *et al.*, 2002), l'impact sur la réponse immunitaire (Puri *et al.*, 2000), l'activité anti-ulcéreuse (Al-Qarawi *et al.*, 2005), l'activité antimicrobienne (Jassim & Naji, 2010), l'activité anti-hyperlipidémique (Wasseem *et al.*, 2009) et un impact positif. Cependant, peu de choses sont connues sur les composés phénoliques et polyphénoliques totales des fruits de la datte et leur activité antioxydante. En raison de ses valeurs nutritives élevées et de ses activités potentielles de promotion de la santé, le fruit de la datte peut être considéré comme un candidat émergent et potentiel pour le développement d'aliments bénéfiques pour la santé.

### *I.1.3.6.j Index glycémique des dattes*

Le potentiel glycémique et la réponse insulinémique des glucides varient lorsqu'ils sont consommés en quantités isoglucidiques ou isoénergétiques. Les aliments contenant des glucides et leurs glucides sont classés en fonction de leur réponse glycémique, également appelée IG. Le concept d'indice glycémique est élargi à la charge glycémique (CG) (Wolever et *al.*, 1991). Pour mieux évaluer l'impact d'un régime alimentaire sur la réponse glycémique postprandiale, la valeur GL incorpore la quantité d'hydrates de carbone digestibles dans une portion. Un certain nombre de facteurs affectent la valeur IG du fruit de la datte. Le type de sucres constitutifs (glucose, fructose, saccharose ou sorbitol), la forme physique des glucides (taille des particules), la nature de l'aliment (teneur en graisses, en protéines et en fibres) et la modification de l'aliment (transformation, degré d'hydratation).

La valeur IG des fruits de la datte est peu étudiée. Selon Ahmed et *al.* (2013), les valeurs IG calculées sont incohérentes et parfois contradictoires. La valeur IG des sujets normaux s'élevait de 31 à 50 (Miller et *al.*, 2003 ; Miller et *al.*, 2002). Selon une base de données internationale sur l'IG et l'IG/GL, l'IG des dattes desséchées australiennes est de 103, bien supérieure à celle des dattes d'autres pays. Ali et *al.* (2009) ont trouvé une fourchette de IG de 47,6 à 57,7 pour diverses variétés de dattes d'Oman.

## **I.2 Un bref aperçu des probiotiques et des prébiotiques**

### **I.2.1 Définition et souches**

Les probiotiques sont des "micro-organismes vivants qui (lorsqu'ils sont ingérés) aident à prévenir et à traiter certaines conditions pathologiques" (Havenaar & Huis, 1992). Les souches les plus courantes sont *Lactobacillus*, *Streptococcus* et *Bifidobacterium*. D'autres organismes comme les levures et les entérocoques ont également été utilisés comme probiotiques. Certains de ces souches ont été choisis en fonction de critères de sélection 8 considérés comme essentiels pour l'efficacité, tels que l'origine de la souche, l'adhérence *in vitro* aux cellules intestinales (Coconnier et *al.*, 1992; Elo et *al.*, 1991) et la survie pendant le passage dans le tractus gastro-intestinal. Cependant, la bibliographie n'a pas conclu si ces caractéristiques sont nécessaires pour avoir une efficacité clinique.

(Gibson & Roberfroid, 1995) ont créé le terme prébiotique pour décrire "un ingrédient alimentaire non digestible qui améliore la santé de l'hôte en stimulant sélectivement la croissance et/ou l'activité d'un nombre limité de bactéries dans le côlon". On sait

actuellement qu'un grand nombre d'ingrédients évitent l'hydrolyse dans l'intestin grêle, mais seuls quatre d'entre eux répondent aux critères prébiotiques en stimulant la croissance de bactéries particulières : les disaccharides transgalactosylés, les xylooligosaccharides, les oligosaccharides de soja et les fructooligosaccharides (FOS).

Les entérocoques, comme *Enterococcus faecalis* et *Enterococcus faecium*, sont fréquemment présents dans le tractus gastro-intestinal humain. Ces deux espèces ont été utilisées comme probiotiques, mais leur sécurité a été mise en question (Aguirre & Collins, 1993) car elles sont devenues une source de plus en plus importante d'infections nosocomiales.

La levure non pathogène *Saccharomyces boulardii* est parfois utilisée pour traiter les diarrhées causées par *Clostridium difficile*. Cet organisme, initialement isolé à partir des fruits de litchi en Asie du Sud-Est, était utilisé pour traiter la diarrhée dans les années 1950. Il est nécessaire de donner des doses répétées pour maintenir les niveaux détectables de *S. boulardii*, car comme d'autres organismes probiotiques, il ne colonise pas le côlon de manière permanente. Selon des études cliniques *in vitro*, animales et humaines, *S. boulardii* élimine les pathogènes invasifs en utilisant une variété de mécanismes, tels que les interactions microbiennes, les effets antisécrétoires, l'inhibition de la liaison des toxines aux récepteurs, les effets immunologiques et les effets trophiques sur la muqueuse intestinale (Buts, 1999).

### **I.2.2 Mécanismes d'action**

Bien que les mécanismes par lesquels les probiotiques exercent leurs effets biologiques soient mal compris, les termes de résistance à la colonisation et d'exclusion compétitive sont souvent utilisés pour décrire leur mode d'action. La résistance à la colonisation ou à l'exclusion compétitive se produit lorsque "la flore anaérobie indigène limite la concentration de la flore potentiellement pathogène (principalement aérobie) dans le tube digestif" (Vollaard & Clasener, 1994). Au début des années 1970, le concept d'exclusion compétitive a été développé lorsqu'il a été découvert que l'administration d'un mélange de micro-organismes intestinaux adultes donnait aux poussins nouveau-nés une résistance de type adulte à l'infection par les salmonelles (Nurmi et al., 1992). Des preuves encore plus convaincantes de l'effet protecteur du microbiote intestinal normal sont fournies par des études sur l'entérococolite pseudomembraneuse à *Clostridium difficile* dans des

modèles animaux et chez des patients présentant de multiples récurrences de diarrhée ou de colite après l'arrêt d'une antibiothérapie efficace (Borody, 2000 ; Paterson *et al.*, 1994).

Les mécanismes spécifiques suivants sont pensés par le microbiote intestinal pour éliminer les organismes indésirables : (1) production de substances inhibitrices, (2) blocage des sites d'adhésion, (3) compétition pour les nutriments, (4) dégradation des récepteurs de toxines et (6) stimulation de l'immunité. Bien que l'on pense que les bactéries probiotiques agissent en utilisant certains des mêmes mécanismes que la flore intestinale indigène, les probiotiques peuvent également agir en fournissant des enzymes ou en affectant l'activité enzymatique du tube digestif (Fuller, 1991).

En fait, un certain nombre d'études ont montré que les probiotiques, les cellules tuées et des fragments cellulaires spécifiques ont des effets antimutagènes (Reddy, 1998) ou adjuvants, affectent l'expression des cytokines (Solis Pereyra & Lemonnier, 1993) et ont un impact sur le développement des allergies (Majamaa & Isolauri, 1997).

### **I.3 La modélisation mathématique.**

Une équation ou un ensemble d'équations qui décrit le phénomène qu'elle représente, est appelée modèle mathématique. Ensuite, ce modèle peut être utilisé pour faire des prédictions (interpolation, extrapolation) et pour caractériser tout phénomène similaire dans son ensemble. Il est nécessaire avant tout d'observer un phénomène, de créer un modèle qui le reproduit le plus précisément possible, de déterminer ses limites et enfin de valider ce modèle. La méthode de modélisation mathématique suit les étapes de la méthode scientifique dans les programmes d'enseignement des sciences et de la technologie, à savoir l'observation, l'analyse et la vérification des hypothèses. Les étapes incluent l'observation, l'évaluation, l'hypothèse et la validation (Gervais, 2007).

#### **I.3.1 Théorie des surfaces de réponse.**

En 1951, les plans d'expérience pour l'étude des surfaces de réponse sont apparus dans la seconde moitié du 20<sup>e</sup> siècle (Box & Wilson, 1992). Ils ont été développés dans diverses disciplines scientifiques, notamment en biologie, en chimie, en sciences humaines et en agronomie (Muzeau & Lemaire, 1997).

Cette méthodologie vise à caractériser précisément le comportement de la réponse en fonction des variations des facteurs, par opposition à la hiérarchisation des effets des différents facteurs. L'objectif de ce type d'étude est donc de développer un modèle expérimental du phénomène étudié (Osborne *et al.*, 1997). Ces modèles utilisent des

modèles polynomiaux pour déterminer à quelles valeurs les facteurs d'entrée d'un dispositif doivent être modifiés afin d'obtenir une ou plusieurs réponses souhaitées.

En fonction du nombre de paramètres, le nombre d'essais dans un plan d'expérience pour l'étude des surfaces de réponse augmente de façon exponentielle. Pour qu'un plan d'expériences soit une stratégie efficace et rentable, il est nécessaire de limiter le nombre de variables à mettre en œuvre. À moins que les paramètres influents du dispositif à optimiser ne soient connus, la première étape de la sélection des facteurs est généralement suivie de l'étude des surfaces de réponse. Il existe de nombreuses références sur ce sujet (Gao et al., 2002 ; Osborne et al., 1997 ; Uy & Telford, 2009).

L'élaboration d'un plan de surface de réponse nécessite une compréhension des facteurs d'entrée qui influencent les réponses optimisées.

### 1.3.1.1 *Définition des facteurs et des niveaux*

Les facteurs sont les paramètres de contrôle d'un processus sur lesquels on détermine d'agir pour atteindre un optimum d'un point de vue méthodologique. Les facteurs dans un plan de surface de réponse doivent être quantitatifs et continus. Les niveaux de ces facteurs sont déterminés par la méthode de construction du plan dans un intervalle de variation dont les limites sont déterminées par l'utilisateur. Les facteurs d'entrée d'un processus ont souvent des quantités différentes et/ou sont exprimés dans des unités différentes. Pour rendre ces variables comparables et sans unité, une normalisation est nécessaire. La relation de codage (centre et réduction) entre les facteurs est décrite dans l'équation suivante.

Dans la relation (I.1),  $U_i$  est un facteur quantitatif continu, et sa valeur codée (centrée et réduite) est  $X_i$ . Les limites des facteurs spécifiées par l'utilisateur sont représentées par  $U_{\min}$  et  $U_{\max}$ .

$$x_i = \frac{u_i - \left( \frac{u_{\max} + u_{\min}}{2} \right)}{\left( \frac{u_{\max} - u_{\min}}{2} \right)} \quad (\text{I.1})$$

Les limites de variation des facteurs  $U_{\min}$  et  $U_{\max}$  doivent être définies en tenant compte, le cas échéant, de l'existence de contraintes.

Les valeurs des facteurs  $X_i$  (sans unité) sont généralement comprises dans la fourchette  $[-1, +1]$ . La matrice d'expérience est créée à l'aide des valeurs codées des facteurs  $X_i$ , qui, recodée à l'aide de la relation (2), fournit un plan pour la réalisation des expériences.

$$u_i = \left( \frac{u_{\max} - u_{\min}}{2} \right) \times x_i + \left( \frac{u_{\max} + u_{\min}}{2} \right) \quad (\text{I.2})$$

### I.3.1.2 *Définition d'une réponse*

Une réponse  $Y$  représente un paramètre de sortie du système étudié. Pour des variables d'entrée constantes, elle doit être aussi représentative et homogène que possible.  $Y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$  représente la relation fonctionnelle entre la réponse et les  $n$  facteurs  $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$ . Dans le contexte des procédures d'optimisation, la variable étudiée dont les valeurs optimales sont recherchées est généralement appelée fonction « objectif ». Les fonctions objectives peuvent être une réponse unique ou une combinaison de réponses multiples du système étudié (Vivier, 2002).

### I.3.1.3 *Caractérisation du domaine expérimental*

Les facteurs quantitatifs caractérisent un domaine expérimental continu. La figure I.3 illustre le domaine expérimental de deux variables  $u_1$  et  $u_2$ . En utilisant la relation de codage (I.1), les facteurs  $u_1$  et  $u_2$  sont transformés en facteurs codés  $x_1$  et  $x_2$ , dont les valeurs sont comprises entre -1 et 1.

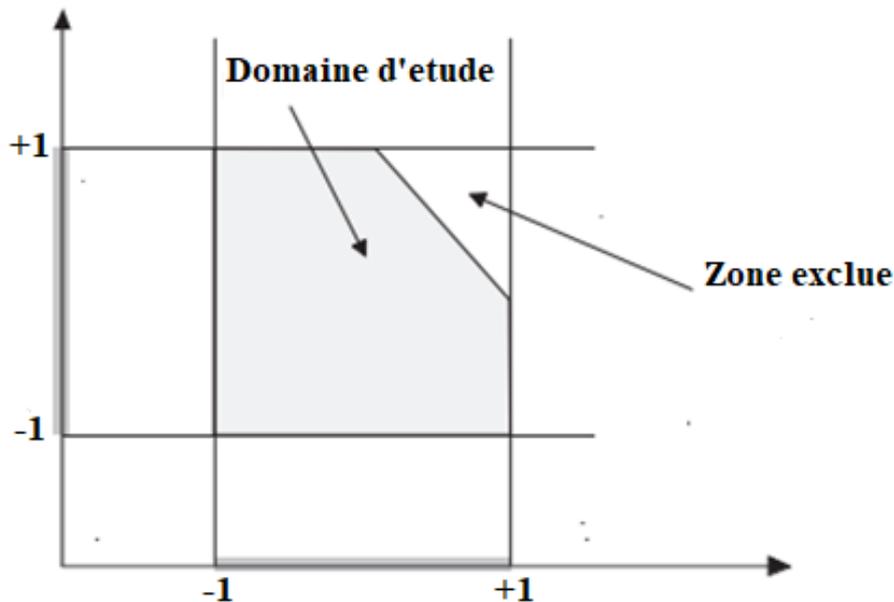


Figure I.3: domaine expérimental continu avec contraintes

Lorsqu'il n'y a pas de contraintes relationnelles définies entre certains ou l'ensemble des  $k$  facteurs indépendants, le domaine expérimental est circonscrit par un hypercube, chaque facteur variant selon la relation de codage dans l'intervalle  $[-1, +1]$ . C'est ce qu'on appelle un domaine expérimental isotrope. La géométrie régulière d'un tel domaine facilite la distribution uniforme des expériences en son sein.

La géométrie du domaine expérimental perd sa régularité lorsqu'une ou plusieurs contraintes relationnelles sont définies entre tout ou partie des  $k$  facteurs. On dit alors que le domaine expérimental est anisotrope. En présence d'une telle géométrie, il n'est plus possible d'établir une méthode généraliste qui produise une distribution uniforme des expériences dans le domaine. Il convient de noter que les contraintes peuvent résulter d'expériences peu pratiques ou de combinaisons de facteurs peu plausibles.

Les valeurs des facteurs considérés sont centrées et réduites (relation (I.1)). Les dimensions du domaine expérimental d'un plan d'expériences sont inextricablement liées à la disposition des points expérimentaux dans ce domaine et, implicitement, à la qualité du modèle dans ce domaine. Par conséquent, deux géométries sont définies (Louvet & Delplanque, 2005) :

- Le domaine expérimental en forme de cube,
- Le domaine expérimental en forme de sphère.

Tous les points de l'avion sont disposés sur la surface d'un hypercube dans le premier scénario. Dans le cas de deux facteurs d'entrée, les points expérimentaux sont situés sur le périmètre d'un carré (voir figure I.4), à l'exception d'un point au centre du domaine.

La figure I.4 illustre le domaine expérimental pour deux facteurs centrés et réduits  $x_1$  et  $x_2$ . En l'absence d'un point de fonctionnement spécifique, un plan avec des surfaces de réponse dans un domaine cubique est utilisé. La surface est alors délimitée par un carré (la solution optimale peut être trouvée aux valeurs extrêmes des facteurs d'entrée) et, dans ce cas, chaque facteur d'entrée nécessite trois niveaux : -1, 0 et 1.

Le plan est dit à influence sphérique lorsque les points expérimentaux sont placés à la même distance d'un point donné (qui est généralement le centre du domaine). La quantité  $R$  est ensuite introduite pour représenter le rayon du cercle lorsque deux facteurs d'entrée sont présents (voir figure I.5).

Lorsqu'un point de fonctionnement est disponible, qui est généralement le centre du domaine, la géométrie sphérique est utilisée. Compte tenu de la relation de codage des facteurs, le domaine expérimental est généralement délimité par un cercle de rayon unitaire, le nombre de niveaux de facteurs d'entrée variant d'un plan à l'autre.

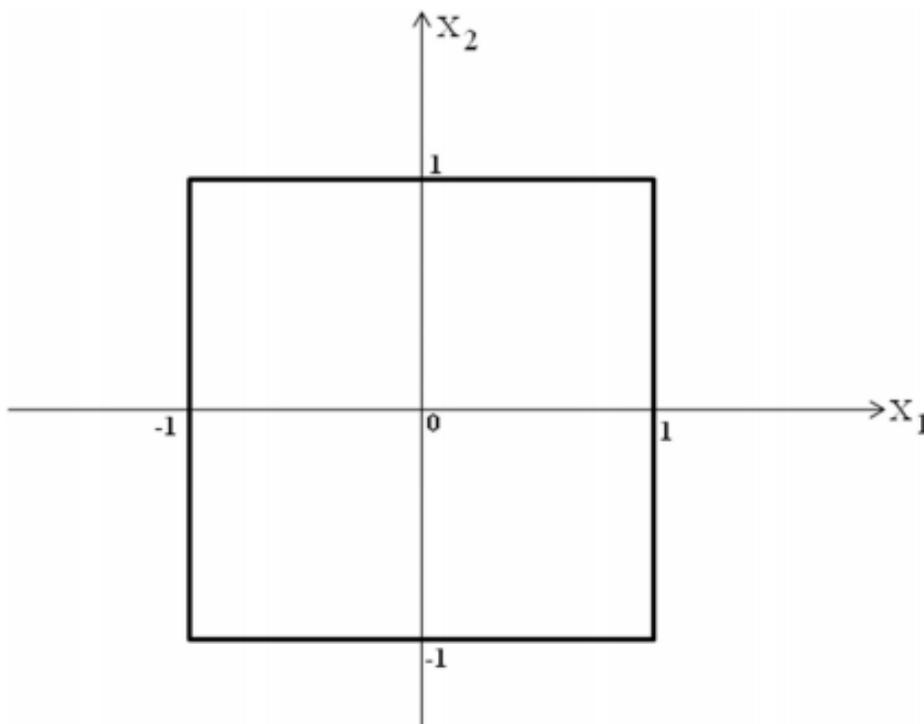


Figure I.4: face du domaine expérimental cubique

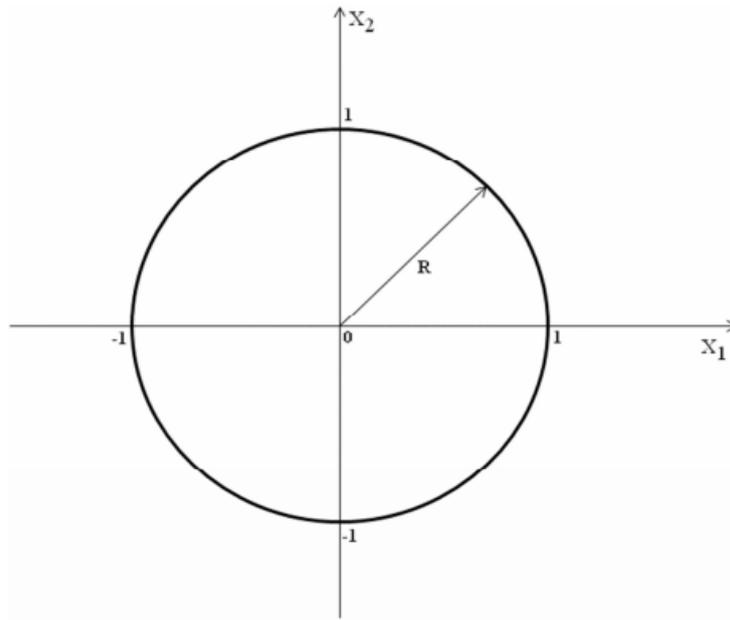


Figure I.5: Base du domaine expérimental sphérique

#### I.3.1.4 *Modèle empirique*

Un modèle polynomial (modèle continu à dérivées continues) est le modèle qui préside à la construction de tout plan d'étude des surfaces de réponse. Plus le degré de ce polynôme est élevé, plus l'approche du phénomène observé est précise, mais plus le nombre d'expériences est important, ce qui nous a incité à adopter un compromis dans la recherche expérimentale : La forme d'un polynôme de degré 2 est la suivante :

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k b_{ij} x_i x_j \quad (\text{I.3})$$

Dans cette expression, Y représente la réponse à modéliser et  $b_0$  représente la constante du modèle utilisée pour estimer Y lorsque les valeurs de tous les facteurs de la variable codée sont fixées à zéro (centre du domaine). De même,  $b_i$  et  $b_{ij}$  sont les coefficients approximatifs du polynôme. Le signe et l'amplitude des coefficients  $b_{ij}$  correspondent à l'orientation des axes principaux de la surface de réponse par rapport aux axes du cadre de référence initial. La formule suivante permet de calculer le nombre d'inconnues dans un modèle du second degré.

$$p = \frac{(k+2)!}{k!2!} = \frac{(k+2)(k+1)}{2} \quad (\text{I.4})$$

Pour estimer  $p$  inconnues, il sera nécessaire de mener plus ou égal à  $p$  enquêtes. De plus, il apparaît qu'il faut limiter le nombre de facteurs étudiés, car le nombre d'essais nécessaires augmente proportionnellement au nombre de facteurs étudiés.

Suite aux résultats du plan d'expérience, le nombre d'inconnues à approximer est déterminé en fonction de l'analyse des résultats des essais lors de la rédaction du modèle.

Diverses formes de plans expérimentaux basés sur la méthode de la surface de réponse sont décrites dans la littérature (Myers et *al.*, 2016). Choisissez un plan en fonction de votre compréhension des facteurs étudiés et des types d'expériences. Nous nous intéressons davantage aux plans économiques comportant un petit nombre d'expériences pour les expériences de longue durée. Lorsque les expériences prennent moins de temps, nous utilisons des plans qui sont "gourmands" en termes de nombre d'expériences, mais qui produisent des résultats plus précis.

Parmi les nombreux plans disponibles pour la construction de surfaces de réponse, nous ne décrivons ici que les plus répandus, à savoir les plans de Box-Behnken et les plans composites : les plans de Box-Behnken et les plans composites avec un point central.

#### I.3.1.5 *Plans composites centrés*

Les plans composites centrés (Gao et *al.*, 2002 ; Louvet & Delplanque, 2005) utilisent la méthodologie des surfaces de réponse en ajoutant des points étoiles à un plan factoriel complet (Lundstedt et *al.*, 1998). Par rapport à d'autres types de plans, ils sont cependant assez "gourmands" en termes de nombre d'essais (Louvet & Delplanque, 2005), mais ce nombre reste raisonnable lorsque le nombre de facteurs étudiés est faible (entre 2 et 4). La relation suivante indique le nombre d'expériences dans un plan composite centré :

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (I.5)$$

Où le nombre de facteurs d'entrée est  $k$ . Trois quantités peuvent être décomposées en somme dans un plan composite centré (Louvet & Delplanque, 2005) :

- Un plan factoriel complet de  $2^k$  ;
- Deux points en étoiles par facteur placés sur les axes de chacun de ces points à une distance  $\alpha$  du centre du domaine, nous verrons plus tard que  $\alpha = \sqrt[4]{2^k}$ . Ces points aident à évaluer les termes quadratiques du modèle polynomial, car ils indiquent la courbure de la surface de réponse ;

- $n_0$  répétitions au centre du domaine expérimental, dédiées à l'analyse statistique. Si les expériences sont des simulations numériques, le nombre de répétitions au centre du domaine expérimental est égal à 1 (pas d'erreur expérimentale).

Les trois types de plans composites centrés qui existent dans la littérature sont décrits dans les paragraphes suivants.

#### *I.3.1.5.a Plan composite centré circonscrit*

Dans cette forme de plan (Louvet & Delplanque, 2005), chaque facteur a cinq niveaux et le domaine expérimental est sphérique. La figure I.6 représente le domaine expérimental sous la forme d'un cercle d'un rayon de dans ce cas, en raison de la relation de codage des facteurs. Les deux axes de la figure représentent la variation de deux facteurs classés. Ce plan est composé de trois familles de combinaisons entre les niveaux des facteurs :

- Les sommets du domaine, qui sont définis par les combinaisons des niveaux -1 et +1 des facteurs. Ce sont les traitements expérimentaux d'un plan factoriel complet. Lorsque le nombre de facteurs est important ( $k > 4$ ), afin que le nombre d'expériences n'augmente pas rapidement, seule une fraction régulière ou irrégulière de cet ensemble de sommets peut être testée. Pour  $k = 5$  à 7 facteurs,  $2^{k-1}$  sommets sont générés, alors que pour  $k = 8$  et 9 facteurs,  $2^{k-2}$  sommets sont générés (Louvet & Delplanque, 2005) ;
- Les points étoilés sur chaque axe (deux points par axe). L'objectif est ici d'estimer les courbures de la surface de réponse. Ils sont situés à une distance inconnue ;
- Le centre du domaine (0, 0), qui fait l'objet de répétitions dont le nombre est indiqué par  $n_0$ .

Dans le cas de deux facteurs ( $k = 2$ ), la matrice expérimentale est présentée dans le tableau I.4. Les quatre premières expériences constituent l'ensemble du plan factoriel (combinaisons de niveaux -1 et +1 pour chaque facteur). Les expériences 5 à 8 représentent les éléments en étoile, chaque facteur contribuant le plus au plan global. Le dernier point de la matrice représente le centroïde du domaine (0, 0).

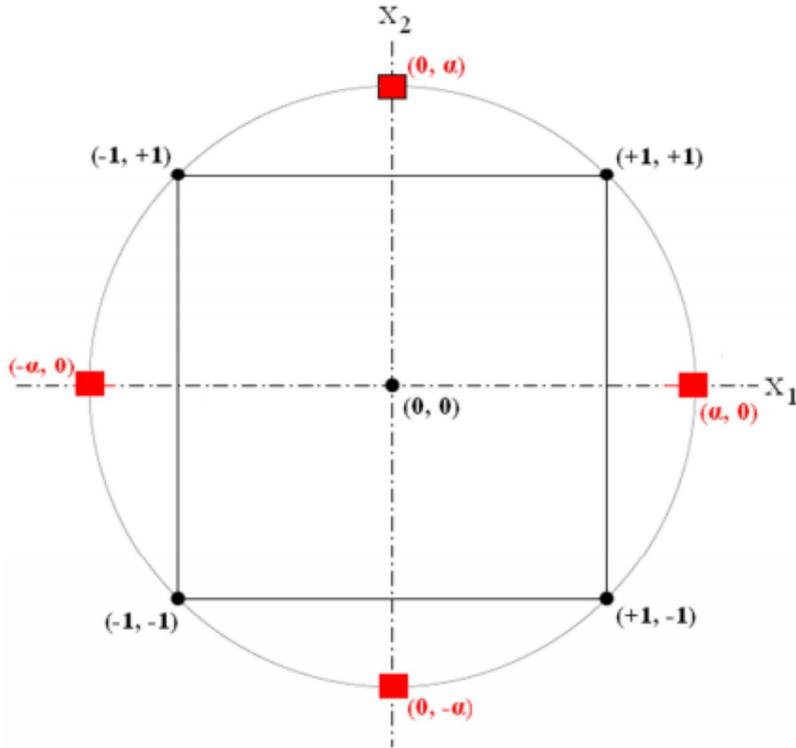


Figure I.6: Points expérimentaux d'un plan CCC pour  $k = 2$  facteurs

Tableau I.4: Matrice d'expériences d'un plan composite centré CCC pour  $k = 2$  facteurs

Plan CCC	Numéro d'expériences	$x_1$	$x_2$
Plan factoriel complet	1	-1	-1
	2	1	-1
	3	-1	1
	4	1	1
Points étoiles	5	A	0
	6	$-\alpha$	0
	7	0	A
Point au centre du domaine	8	0	$-\alpha$
	9	0	0

Après avoir construit la matrice des expériences de variables codées, le plan d'expérience doit être développé. Pour ce faire, les variables codées ( $x_i$ ) sont mises en correspondance avec les facteurs ( $u_i$ ). Pour transformer linéairement un facteur en une variable (et vice versa), deux éléments d'information sont nécessaires.

- La valeur du facteur correspondant à la valeur au centre du domaine (0) de la variable codée ; dénotée par "centre  $u_0$ ".

- L'intervalle de variation du facteur lorsque la variable codée varie d'une unité, appelé aussi "pas de variation  $u$ ".

La valeur minimale prise par chaque facteur  $u_{min}$  est égale à  $u_0 - \Delta u$  (-1 dans la matrice d'expérience), tandis que sa valeur maximale  $u_{max}$  est égale à  $u_0 + \Delta u$  (+1 dans la matrice d'expérience). Si la valeur de  $\alpha$  est supérieure à 1, on observe que chaque facteur varie dans un nouvel intervalle plus grand que l'intervalle précédent (deux nouvelles valeurs). Si ces nouvelles valeurs ne répondent pas à nos besoins, nous modifions la valeur de  $\Delta u$  pour que  $-\alpha$  et  $+\alpha$  représentent les limites des facteurs choisis par l'utilisateur.

La matrice de modèle, la matrice d'information et la matrice de dispersion, ainsi que des critères d'optimalité tels que l'isovariance par rotation et la pseudo-orthogonalité, doivent être définis pour déterminer la valeur de  $\alpha$ .

L'équation du modèle polynomial s'écrit de la façon suivante si deux facteurs sont présents, en tenant compte de l'écart ( $e$ ) entre la réponse expérimentale et la réponse calculée :

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2 + e \quad (I.6)$$

La matrice du modèle, notée  $X$ , sera utilisée pour calculer les coefficients par la méthode des moindres carrés. Cette matrice traduit sous forme mathématique l'application de l'équation (I.6) à chacune des combinaisons définies de la matrice d'expériences (tableau I.4). En définissant les niveaux de chacun des coefficients de l'équation du modèle pour chaque essai, elle étend la matrice d'expériences. La matrice du modèle est généralement composée de  $N$  lignes et  $p$  colonnes. Le nombre de colonnes du modèle correspond au nombre de coefficients à estimer. La matrice d'expériences a le même nombre de lignes. Ainsi,  $N$  équations à  $p$  inconnues sont présentes dans le système à résoudre. La notation matricielle est utilisée pour écrire ce système de manière simple.

$$(Y) = (X) \times (B) + (E) \quad (I.7)$$

Avec  $Y$  la matrice des résultats des tests pour une réponse spécifique,  $X$  la matrice du modèle,  $B$  le vecteur des estimateurs des coefficients et  $E$  la matrice des résidus. Dans ce cas, on obtient :

$$X = \begin{bmatrix} +1 & -1 & -1 & +1 & +1 & +1 \\ +1 & +1 & -1 & +1 & +1 & -1 \\ +1 & -1 & +1 & +1 & +1 & -1 \\ +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 \\ +1 & +\alpha & 0 & +\alpha^2 & 0 & 0 \\ +1 & -\alpha & 0 & +\alpha^2 & 0 & 0 \\ +1 & 0 & +\alpha & 0 & +\alpha^2 & 0 \\ +1 & 0 & -\alpha & 0 & +\alpha^2 & 0 \\ +1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{I.8})$$

La matrice d'information est le produit matriciel entre la transposée de la matrice de modèle ( ${}^tX$ ) et la matrice de modèle ( $X$ ) elle-même. Le plan d'expériences est défini par une matrice carrée de rang  $p$ . Uniquement lorsque les facteurs sont affectés à deux niveaux dans un arrangement orthogonal, la matrice d'information est diagonale.

Dans cette situation, on obtient générés (Louvet & Delplanque, 2005):

$$({}^tXX) = \begin{bmatrix} 11 & 0 & 0 & 4+2\alpha^2 & 4+2\alpha^2 & 0 \\ 0 & 4+2\alpha^2 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 4+2\alpha^2 & 0 & 0 & 0 \\ 4+2\alpha^2 & 0 & 0 & 4+2\alpha^2 & 4 & 0 \\ 4+2\alpha^2 & 0 & 0 & 4 & 4+2\alpha^2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4 \end{bmatrix} \quad (\text{I.9})$$

Pour établir les conditions de pseudo-orthogonalité et d'isovariance rotationnelle permettant de déterminer la valeur de  $\alpha$ , il faut maintenant définir la matrice d'information dans le cas général, où la matrice d'expérience est dérivée de la fabrication d'un plan composite centré. Au sein de la matrice d'information, on distingue plusieurs blocs dont les valeurs peuvent être précisées en utilisant le nombre  $k$  de facteurs et les relations génériques suivantes :

$$\begin{cases} N = 2^k + 2k + n_0 \\ a = 2^k + 2\alpha^2 \\ b = 2^k \\ c = 2^k + 2\alpha^4 \end{cases} \quad (\text{I.10})$$

La matrice de dispersion  $({}^tXX)^{-1}$  est utilisée dans la méthode des moindres carrés pour estimer les coefficients du modèle (les éléments diagonaux de cette matrice sont

proportionnels à l'incertitude associée à l'estimation des coefficients du modèle). Il est important de se rappeler que la matrice de dispersion permet de vérifier la relation suivante, dans laquelle la matrice d'unité est représentée par (I) :

$$\left({}^t XX\right)^{-1} \left({}^t XX\right) = (I) \quad (\text{I.11})$$

Cela permet d'obtenir :

$$\left\{ \begin{array}{l} K = \frac{-a^2 + (N \times c)}{(N \times c^2) - (N \times b^2) - (2 \times a^2 \times c) + (2 \times a^2 \times b)} \\ L = \frac{-(N \times b) + a^2}{(c - b) \times (N \times (c + b)) - (2 \times a^2)} \\ M = \frac{-a}{-(2 \times a) + (N \times b) + (N \times c)} \\ D = \frac{b + c}{-(2 \times a^2) + (N \times b) + (N \times c)} \\ P = \frac{1}{b} \\ Q = \frac{1}{a} \end{array} \right. \quad (\text{I.12})$$

La condition d'orthogonalité généralisée (Louvet & Delplanque, 2005) est recherchée dans le cas des plans factoriels fractionnaires pour améliorer la précision des effets des facteurs d'entrée sur les réponses d'un système. Les termes diagonaux de la matrice d'information (correspondant aux points supplémentaires donnant des informations sur la courbure de la surface) ne peuvent pas être annulés pour les plans composites centrés. Pour garantir certaines propriétés telles que la pseudo-orthogonalité et l'isovariance par rotation, d'autres conditions sur les paramètres  $\alpha$  et  $n_0$  doivent alors être recherchées.

La matrice de dispersion ne peut pas être diagonale car la matrice d'information n'est pas diagonale. En annulant les termes notés L, la propriété de pseudo-orthogonalité permet de rapprocher la matrice de dispersion d'une matrice diagonale. La covariance entre les estimateurs des coefficients qui traduisent les effets quadratiques purs est proportionnelle à ces termes. Les termes notés M ne peuvent pas être annulés. Il est possible de démontrer généralisée (Louvet & Delplanque, 2005) que pour annuler ces coefficients, il est nécessaire de sélectionner  $\alpha$  et  $n_0$  de la manière suivante :

$$\alpha = \left( \frac{2^k \left( \sqrt{2^k + 2k + n_0} - \sqrt{2^k} \right)^2}{4} \right)^{1/4} \quad (\text{I.13})$$

L'isovariance par rotation est une deuxième caractéristique intrigante. "Un dispositif expérimental présente des propriétés d'isovariance par rotation lorsque la fonction de variance ne dépend que de la distance au centre du domaine expérimental", selon la norme FDX 06-080 (AFNOR, 1989). Par conséquent, aucune voie n'est choisie.

L'équation suivante générés (Louvet & Delplanque, 2005) fournit la condition d'isovariance par rotation :

$$\alpha = \sqrt[4]{2^k} \quad (\text{I.14})$$

Ainsi, la condition d'isovariance par rotation est facilement exprimée et indépendante du nombre  $n_0$  de répétitions au centre du domaine expérimental. Il est fréquent que la pseudo-orthogonalité et l'isovariance par rotation soient liées, ce qui donne la relation suivante :

$$\sqrt{2^k + 2k + n_0} - \sqrt{2^k} = 2 \quad (\text{I.15})$$

En considérant que  $n_0$  doit rester un entier naturel, pour traduire le nombre de répétitions au centre du domaine, on obtient :

$$n_0 \approx \left( 2 + \sqrt{2^k} \right)^2 - 2^k - 2k \quad (\text{I.16})$$

La pseudo-orthogonalité et l'isovariance par rotation sont les conditions suivantes :

$$\begin{cases} n_0 \approx \left( 2 + \sqrt{2^k} \right)^2 - 2^k - 2k \\ \alpha = \sqrt[4]{2^k} \end{cases} \quad (\text{I.17})$$

Le tableau I.5 présente la valeur de  $\alpha$  et le nombre N des traitements expérimentaux définis par un plan composite centré, permettant la vérification simultanée des propriétés d'isovariance rotationnelle et de pseudo-orthogonalité.

Tableau I.5: Pseudo-orthogonalité et isovariance par rotation

	Nombre de facteurs k			
	k = 2	k = 3	k = 4	k = 5
$n_0$	8	9	12	17
A	1,414	1,682	2	2,378
$N = 2^k + 2k + n_0$	16	23	36	59

*1.3.1.5.b Plan composite centré inscrit (CCI)*

Un domaine sphérique, comme indiqué dans la figure I.7, est occupé par un plan composite centré inscrit dans l'expérience. La valeur de  $a$  est égale à 1 et les valeurs codées extrêmes sont respectivement -1 et 1.

Ce plan est composé d'un point au centre du domaine (0, 0), des sommets du domaine qui sont des combinaisons des niveaux  $-a$  et  $a$  de chaque facteur et des points en étoiles situés à la distance unité du centre du domaine.

Les plans CCI fonctionnent de la même manière que les plans CCC décrits précédemment, mais l'avantage est que les valeurs extrêmes des facteurs codés sont -1 et +1, ce qui facilite le passage de la matrice d'expériences au plan d'expériences. Utilisez simplement :

- La valeur minimale obtenue par le facteur  $u$  (-1 dans la matrice d'expériences) est  $u_{\min} = u_0 - \Delta u$ .
- La valeur maximale obtenue par le facteur  $u$  (+1 dans la matrice d'expériences) est  $u_{\max} = u_0 + \Delta u$ .
- La valeur de  $a$  est donnée par (Louvét & Delplanque, 2005) :

$$a = \frac{\sqrt{k}}{k} \tag{I.18}$$

- Dans le cas de deux facteurs,  $a$  est égal à 0,7071, et les sommets du plan correspondent aux quatre premières expériences de la matrice (tableau I.6). Les expériences 5 à 8 représentent les points axiaux ou points en étoile, un seul point au centre du domaine (expérience 9) étant considéré. Comme il est égal à 1, il n'est pas nécessaire de recalculer le pas de variation  $u$  de chaque facteur dans ce cas.

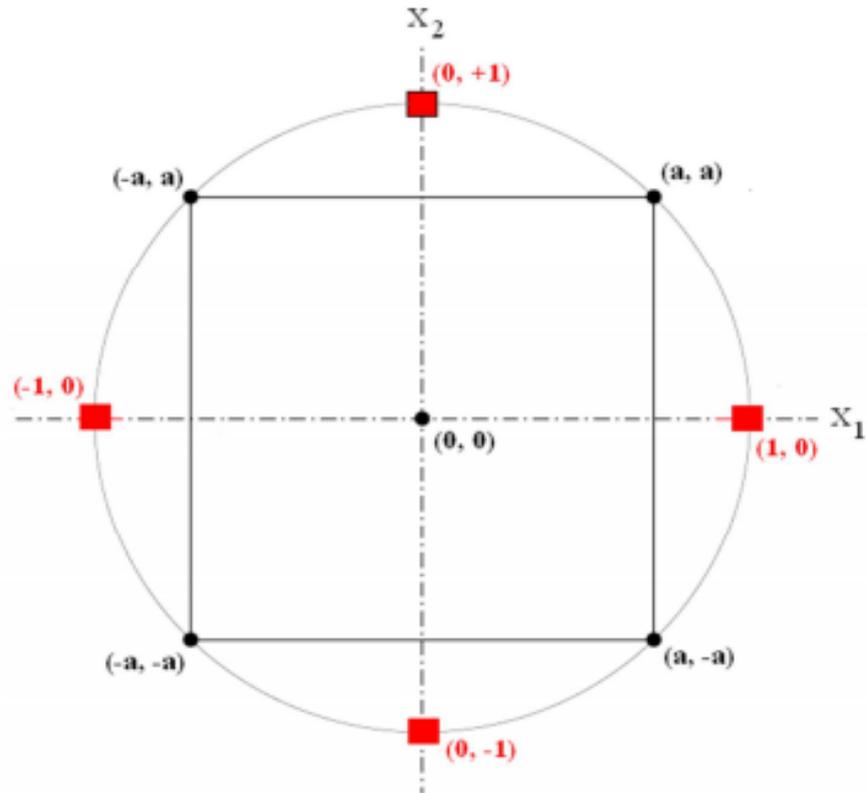


Figure I.7: Points expérimentaux d'un plan CCI pour  $k = 2$  facteurs

Tableau I.6: Matrice d'expériences d'un plan composite centré CCI pour  $k = 2$  facteurs

	Numéro d'expériences	X1	X2
Plan factoriel complet	1	-0,7071	-0,7071
	2	+0,7071	-0,7071
	3	-0,7071	+0,7071
	4	+0,7071	+0,7071
Plan en étoile	5	+1	0
	6	-1	0
	7	0	+1
	8	0	-1
Point au centre du domaine	9	0	0

### I.3.1.5.c Plan composite à faces centrées (CCF)

Le domaine expérimental est cubique avec trois niveaux pour chaque facteur (-1, 0 et 1) dans cette forme de plan (Figure I.8). Lorsqu'aucun point de fonctionnement du dispositif n'est connu et que le domaine expérimental est délimité par un carré, les valeurs optimales peuvent être trouvées à proximité des valeurs extrêmes des facteurs, ce qui n'est pas possible dans un domaine sphérique.  $\alpha$  est égal à 1, et les sommets du domaine sont des combinaisons de facteurs d'entrée avec des valeurs de -1 et 1, ce qui explique pourquoi le nombre de niveaux de chaque facteur est limité à trois.

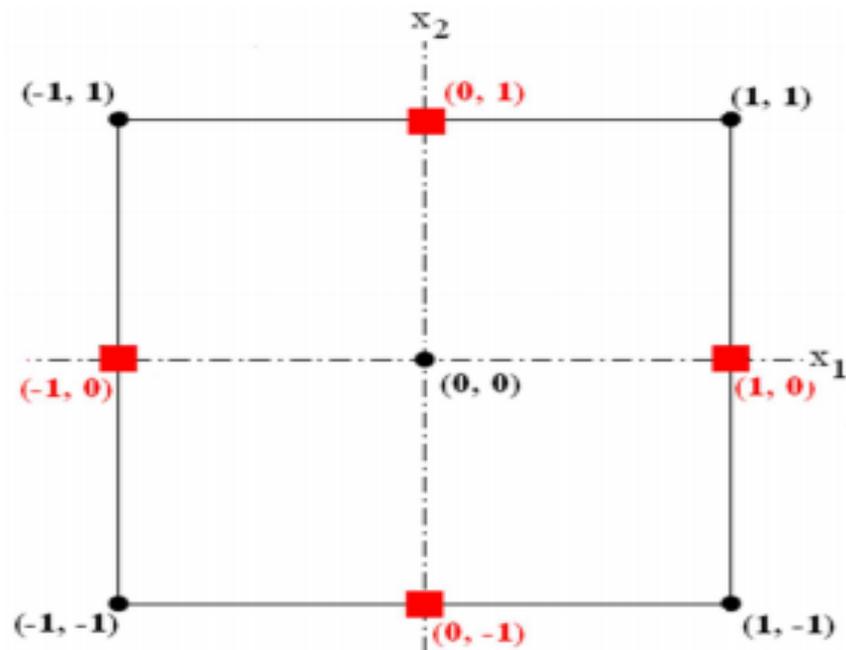


Figure I.8: Points expérimentaux d'un plan CCF pour  $k = 2$  facteurs

Le tableau I.7 montre que la matrice d'expériences d'un plan CCF est également composée de 3 parties.

Tableau I.7: Matrice d'expériences pour un plan CCF pour  $k = 2$  facteurs

	Numéro d'expériences	X1	X2
Plan factoriel complet	1	-1	-1
	2	+1	-1
	3	-1	+1
	4	+1	+1
Plan en étoile	5	+1	0
	6	-1	0
	7	0	+1
Point au centre du domaine	8	0	-1
	9	0	0

Il est recommandé d'utiliser un plan dans un domaine sphérique parce que chaque facteur nécessite cinq niveaux, ce qui donne une grande précision au modèle mathématique. En général, un domaine sphérique peut être utilisé lorsque le point de fonctionnement d'un dispositif est connu, c'est-à-dire lorsque le point optimal peut être déterminé. Ce point est généralement le centre du domaine sphérique.

Un plan dans un domaine cubique est recommandé si vous n'avez aucune idée de l'emplacement des solutions optimales que vous recherchez. La solution optimale peut alors être trouvée pour des niveaux extrêmes de variables d'entrée. Il est donc prévu d'utiliser la méthode des plans d'expériences dans un domaine sphérique ; si l'optimum ne peut être trouvé dans ce domaine, on passera à un domaine cubique avec un nombre minimum d'expériences.

#### *1.3.1.5.d Transition d'un domaine sphérique à un domaine cubique*

En conservant les mêmes plages de variations de chaque facteur d'entrée, il est toujours possible de passer d'un domaine sphérique à un domaine cubique sans faire un nouveau plan. Dans le cas de deux facteurs, quatre expériences caractérisent les sommets du carré (figure I.9).

Selon la figure I.9, il faut ajouter quatre points expérimentaux supplémentaires pour passer d'un domaine sphérique à un domaine cubique, avec des coordonnées telles que  $(+\alpha, +\alpha)$ ,  $(+\alpha, -\alpha)$ ,  $(-\alpha, -\alpha)$  et  $(-\alpha, +\alpha)$ , tout en conservant le point  $(0, 0)$  qui devient le centre du domaine cubique. Il est nécessaire de conserver le point au centre du domaine ainsi que les points sur les axes de chaque facteur lors de ce passage. Cette méthode est applicable à une plus grande variété de facteurs.

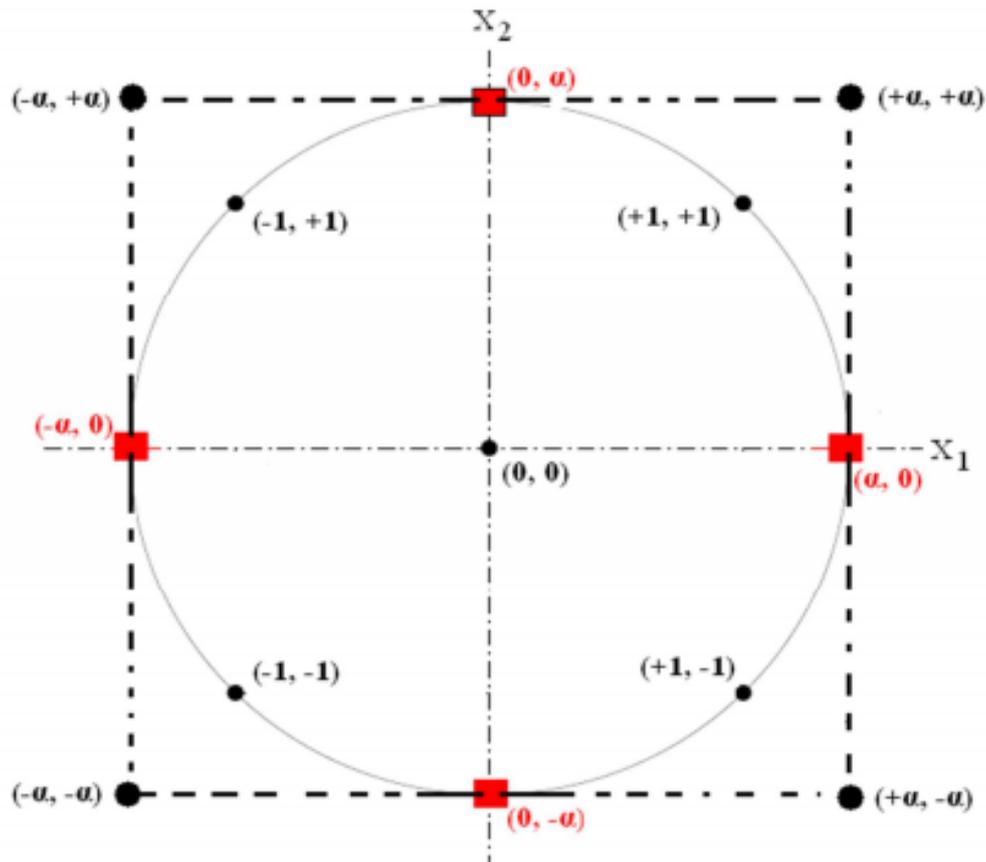


Figure I.9: Facade du Passage d'un domaine sphérique à un domaine cubique

Si un point optimal est découvert à la limite du domaine sphérique, un domaine cubique peut être construit sur une partie du domaine expérimental (figure I.10).

Selon la figure I.10, l'optimum se trouve sur le cercle lorsque  $X_1 > 0$  et  $X_2 > 0$ . Il est possible de mener une autre étude sur la zone qui contient l'optimum tout en conservant les expériences déjà menées. Dans cette situation, il est possible de créer un nouveau plan dans un domaine cubique en maintenant les expériences  $(0, 0)$ ,  $(+a, 0)$ ,  $(0, +a)$ . Pour cela, il suffit de réaliser seulement six expériences :  $(+a, +a)$ ,  $(+a, +a/2)$ ,  $(+a/2, 0)$ ,  $(0, +a/2)$ ,  $(+a/2, +a)$  et le point  $(+a/2, +a/2)$  est maintenant le centre du nouveau domaine. Puisque le domaine expérimental est maintenant réduit, cette technique permet de trouver avec une grande précision l'optimum.

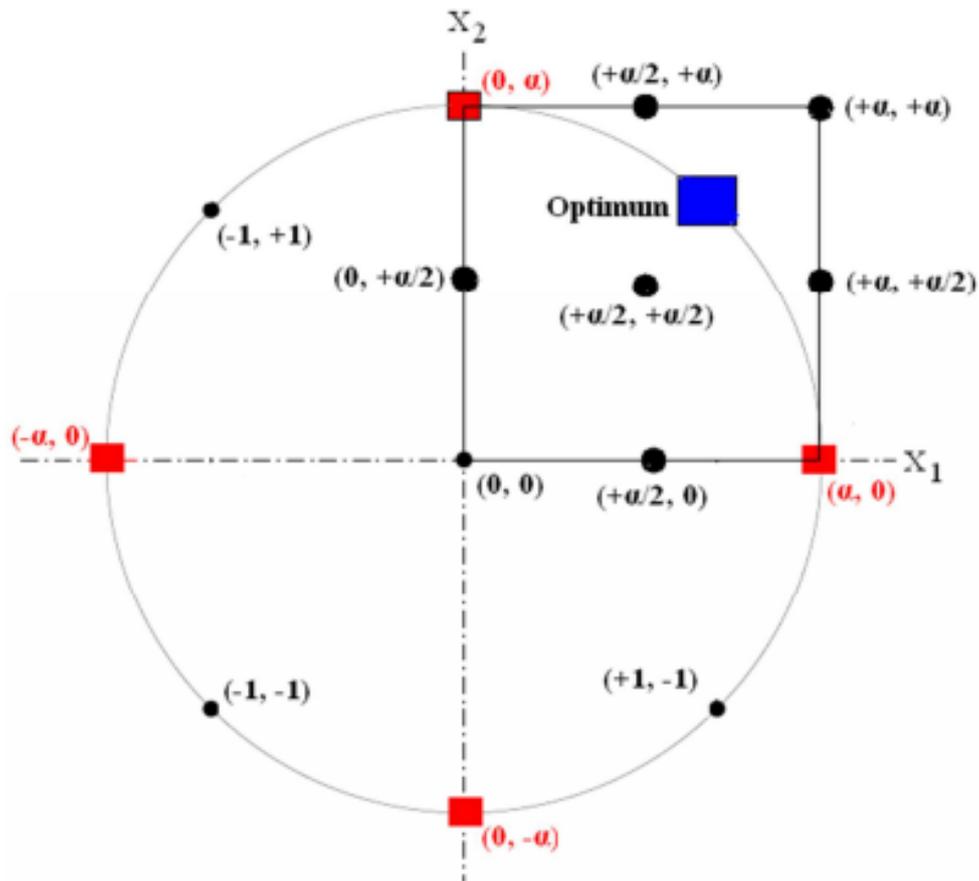


Figure I.10: Facade du passage d'un domaine sphérique à un domaine cubique en diminuant le domaine

### I.3.1.6 *Plans de Box-Behnken*

Box et Behnken ont proposé un nouveau type de plans d'expériences pour les modèles du deuxième ordre en 1960 qui permettent l'estimation de certaines interactions. C'est une matrice dont les facteurs ne prennent que trois niveaux -1, 0, +1 et qui possède également la propriété de séquentialité : étudier les k premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux (Benaissa, 2017).

Le plan de Box-Behnken, qui comprend trois éléments, est construit en cubique. Au milieu des arêtes de chaque côté du cube se trouvent les points expérimentaux. Le plan comprend douze tentatives auxquelles on peut ajouter un ou plusieurs points clés. Les plans de Box-Behnken suivent un critère d'optimisation spécifique : l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère (ou une hyper sphère) centrée à l'origine du domaine expérimental. C'est le critère de rotation de l'isovariance.

Le plan le plus célèbre de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs : il possède 15 essais (12 arêtes au centre et 3 points). Il s'agit du plan traditionnel (figure I.11) (Benaïssa, 2017).

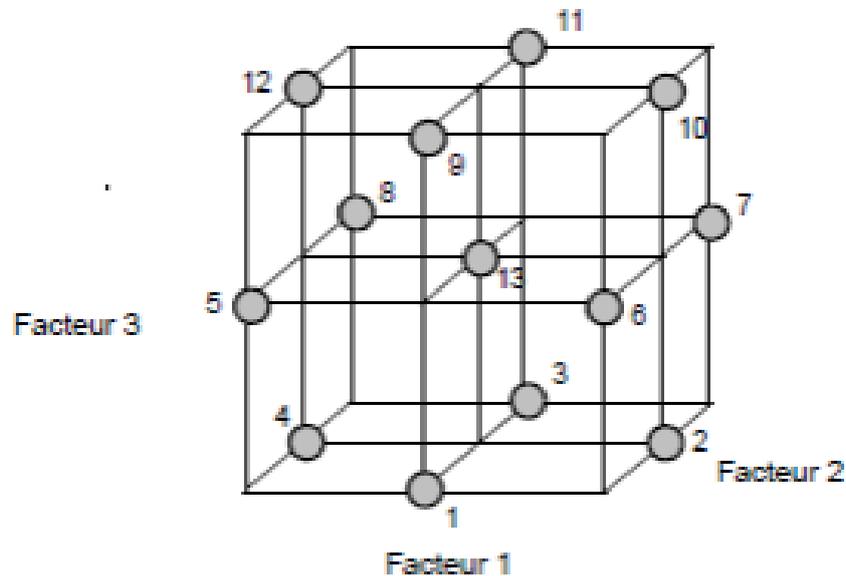


Figure I.11: Plan de Box-Behnken pour trois facteurs

Les points au centre d'une arête ont les coordonnées suivantes : 0, 1, 0 ; 0, 1, 0. Le plan est construit selon le principe suivant : deux facteurs décrivent un carré (4 essais d'une grille de 22 plans), et les coordonnées du troisième facteur sont égales à zéro.

#### *1.3.1.6.a Structure des plans de Box-Behnken*

Les plans de Box-Behnken présentent les caractéristiques suivantes (Benaïssa, 2017):

- Ils doivent avoir trois niveaux pour chaque facteur -1, 0 et +1 pour satisfaire la condition d'orthogonalité ;
- Ils ont la propriété de séquentialité.
- Les plans de Box-Behnken à 4 et 7 facteurs sont isovariants et les autres sont presque isovariants ;
- Ils peuvent satisfaire au critère de quasi-orthogonalité, si l'on place 4 points au centre pour le plan à 3 facteurs et 12 points au centre pour le plan à 4 facteurs ;
- Les erreurs de prédiction sur les réponses calculées sont plus petites que les erreurs expérimentales ;

- Les plans expérimentaux de Box-Behnken, à l'exception de  $m = 3$  et  $m = 11$ , peuvent être divisés en blocs orthogonaux.

Cependant, les plans de Box-Behnken ont l'avantage d'être économiques, ce qui est particulièrement bénéfique dans les situations où les essais expérimentaux sont coûteux. Ils nécessitent peu d'essais (Benaïssa, 2017). Leur principal avantage réside dans le fait que les points d'expériences sont placés à la même distance du centre du domaine plutôt que sur les sommets d'un cube ou d'un hypercube.

#### I.3.1.7 *Analyse statistique*

L'équation du modèle empirique n'est qu'une approximation de la réalité. L'estimation des coefficients du modèle polynomial du second degré est basée sur les résultats des tests, qui sont des valeurs spécifiques d'une variable aléatoire pour chaque traitement expérimental. Une succession de tests statistiques va maintenant être menée pour évaluer la qualité du modèle (Dodge & Rousson, 2004). Cette étude peut être divisée en trois étapes : l'analyse globale du modèle, l'analyse statistique des coefficients du modèle et l'analyse statistique des résidus.

À l'aide d'un tableau d'analyse de la variance (ANOVA : analysis of variance), l'objectif global de l'analyse des résultats est de déterminer la qualité descriptive du modèle. Pour ce faire, nous définirons plusieurs quantités.

Soit SCT la somme totale des carrés, c'est-à-dire la somme des carrés des écarts des résultats des tests (expériences) par rapport à leur moyenne :

$$SCT = \sum_{i=1}^N (Y_i - \bar{Y})^2 \quad (\text{I.19})$$

Cette quantité n'est pas affectée par le modèle utilisé. Cette somme des carrés est ensuite décomposée en deux éléments, SCM et SCE. Le premier terme décrit l'écart des réponses calculées par rapport à leur moyenne, c'est-à-dire :

$$SCM = \sum_{i=1}^N (Y_i - \bar{Y})^2 \quad (\text{I.20})$$

Il est important de noter que l'utilisation de la méthode des moindres carrés pour estimer les coefficients du modèle entraîne la relation suivante (Dodge & Rousson, 2004) :

$$\bar{Y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Y_i = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Y_i \quad (\text{I.21})$$

Le deuxième terme exprime la somme des carrés des résidus :

$$SCM = \sum_{i=1}^N (Y_i - \bar{Y})^2 \quad (\text{I.22})$$

La relation suivante, également appelée équation d'analyse de variance ou équation d'analyse de régression, peut être utilisée pour calculer la somme des carrés totales (SCT) :

$$SCT = SCM + SCE \quad (\text{I.23})$$

Un test statistique visant à réfuter l'hypothèse nulle ( $H_0$ ) selon laquelle le modèle est incapable de décrire la variation de l'essai sera maintenant effectué. Lorsque cette hypothèse est vérifiée, on peut montrer (Dodge & Rousson, 2004) que la statistique  $F_c$  suit une distribution de Fisher avec  $(p-1)$  et  $(N-p)$  degrés de liberté, respectivement.

$$F_c = \frac{(SCM/(p-1))}{(SCE/(N-p))} \quad (\text{I.24})$$

Par conséquent, la théorie ( $H_0$ ) est rejetée avec une probabilité  $\alpha$  si :

$$F_c > F_{(\alpha, p-1, N-p)} \quad (\text{I.25})$$

Dans cette équation, le  $(1-\alpha)$  quantile d'une loi de Fisher avec  $(p-1)$  et  $(N-p)$  degrés de liberté est  $F(\alpha, p-1, N-p)$ .

Si la probabilité  $\text{Prob}F_c$  est faible (moins de 5 %), le modèle peut décrire la variation des résultats d'essais.

Le tableau ANOVA récapitule les différents résultats à la suite de ces données (tableau I.8).

Tableau I.8: Tableau ANOVA (analyse de régression)

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	F <sub>c</sub>	Probabilité
Régression	<i>SCM</i>	<i>p</i> - 1	<i>SCM</i> / ( <i>p</i> - 1)	$F_c = \frac{(SCM/(p-1))}{(SCE/(N-p))}$	ProbF <sub>c</sub>
Résidus	<i>SCE</i>	<i>N</i> - <i>p</i>	<i>SCE</i> / ( <i>N</i> - <i>p</i> )		
Total	<i>SCT</i>	<i>N</i> - 1			

Le rapport F<sub>c</sub> de deux variances (cinquième colonne du tableau de régression) doit être le plus élevé possible pour qu'il y ait le moins de résidus possible. En conséquence, on pourra dire que le modèle "fournit des informations".

Le coefficient de détermination R<sup>2</sup> peut être établi à partir de la relation suivante à l'aide du tableau d'analyse de régression :

$$R^2 = \frac{SCM}{SCT} = 1 - \frac{SCE}{SCT} \quad (I.26)$$

Ce coefficient indique la part du modèle dans la variance de la réponse observée. Par définition, le coefficient de détermination se trouve dans l'intervalle [0, 1].

Il est essentiel d'éviter d'utiliser le coefficient de détermination R<sup>2</sup> pour déterminer la qualité descriptive du modèle en présence de variables explicatives multiples, comme c'est généralement le cas dans l'analyse des résultats de tests. Il est préférable d'utiliser le R<sup>2</sup>ajusté au lieu de cela :

$$R^2_{ajusté} = 1 - \frac{(SCE/(N-p))}{(SCT/(N-1))} \quad (I.27)$$

Le coefficient R<sup>2</sup> sera toujours égal à 1 si le nombre d'expériences est égal au nombre d'inconnues du système. Pour éviter cela, le coefficient de détermination R<sup>2</sup>ajusté a été ajouté. La différence à 1 du rapport entre le carré moyen des écarts des résidus et le carré moyen des écarts expérimentaux est le coefficient.

Les valeurs de R<sup>2</sup> ajusté et R<sup>2</sup> sont plus proches de 100%, ce qui signifie que la qualité descriptive du modèle est plus satisfaisante.

La formule suivante donne un coefficient supplémentaire qui décrit la capacité prédictive du modèle, appelé R<sup>2</sup>pred :

$$R_{pred}^2 = 1 - \frac{PRESS}{SCT} \quad (I.28)$$

Où PRESS est prédiction de la somme des carrés des résidus. Elle est donnée par la formule suivante :

$$PRESS = \sum_{i=1}^N e(i)^2 \quad (I.29)$$

Sans l'expérience  $i$ , la régression est effectuée et on calcule pour chacun des points  $(N-1)$ ,  $Y_i$  au point  $i$  :  $e(i) = Y_i - \hat{Y}_i$ . Pour chaque point, la procédure est répétée ( $i = 1, 2, \dots, N$ ).

La valeur de  $R^2_{pred}$  est toujours comprise entre 0 et 1, et plus cette valeur est proche de 1, plus la capacité prédictive du modèle est bonne.

## CHAPITRE II

**Effets des paramètres d'extraction sur les composés majeurs du jus de datte (Bournow).**

## **CHAPITRE II Effet des paramètres d'extraction sur les composés majeurs du jus de datte (Bournow).**

### **RESUME**

Une technique appelée "extraction" a été utilisée pour obtenir le jus du cultivar de datte "Bournow" afin de l'utiliser dans l'industrie des boissons. Pour atteindre cet objectif, les dattes ont d'abord été étudiées afin de déterminer leurs caractéristiques physiques. Ensuite, le plan composite centré à quatre facteurs a été utilisé pour déterminer comment la température, la durée, le rapport eau/pulpe et le volume d'enzymes affectaient le degré Brix, la couleur et le rapport sucre/acide. Tous les modèles polynomiaux multivariés du second degré avec interactions ont été obtenus et validés. Pour maximiser les réponses, une optimisation multi réponses a été réalisée. La caractérisation physique a permis d'obtenir des valeurs inférieures aux critères de classification. Cela a permis de dire que les dattes Bournow ont de mauvaises qualités, raison pour laquelle elles devaient être valorisées. Le plan composite centré a permis d'obtenir les gammes de réponses suivantes : Brix, entre 13,2 et 25,9 °B ; couleur, entre 125,5 et 206 ASBC ; rapport sucre/acide, entre 6,24 et 46,90. Il a été observé que les facteurs sélectionnés ont des effets différents sur les réponses Brix, couleur et rapport sucre/acide, les augmentant ou les diminuant de manière significative dans les contributions simples, quadratiques et d'interaction. L'optimisation multi réponses, dont l'objectif était d'obtenir le maximum de toutes les réponses afin de produire un jus riche en nutriments, a abouti au compromis suivant : température, 95 °C ; durée, 10 min ; rapport eau/pulpe, 2:1, et volume de pectinase, 0,5 mL. Les valeurs optimales simulées ont donné les maximas respectifs suivants : Brix, 21,89 °B ; rapport sucre/acide, 13,99 et couleur, 197,49 ASBC.

**Mots-clés :** *Phoenix dactylifera* L. ; jus ; extraction ; optimisation

## II.1 Introduction partielle

La demande des consommateurs pour des aliments fonctionnels a entraîné la transformation de fruits moins connus, tels que les dattes du désert, qui sont réputées pour leurs propriétés médicinales plutôt que pour leur valeur culinaire. Outre le grignotage, les dattes sont utilisées dans des produits de grande valeur tels que les bonbons, les sirops, les boissons et les chocolats (Magazù et al., 2008). Il est important pour la nutrition humaine et animale en raison de sa productivité, de la qualité nutritionnelle de ses fruits et de sa capacité à s'adapter aux régions sahariennes. Le cultivar le plus utilisé dans la quasi-totalité des zones de production du Tchad est le " *Bournow* " en raison de sa forte productivité, de sa facilité de stockage, de la qualité de ses fruits pour la commercialisation (datte sèche), et de son adaptation au climat. Les produits et sous-produits du palmier dattier sont largement utilisés du Sahara au Sahel (Mahmoud et al., 2022). Les glucides fructose et glucose sont concentrés dans la datte, alors que les graisses et les protéines ne le sont pas (Al-Farsi & Lee, 2008). Les sucres simples, que le corps humain absorbe facilement, constituent la majeure partie du sucre de datte (Imad et al., 1995). La datte peut être utilisée comme matière première dans l'élaboration de nombreux produits dont le sucre liquide, les pâtes de dattes, les jus, les sirops, les boissons gazeuses, les confiseries, l'alcool, le vinaigre... (Estanove, 1990). Ce sont principalement les dattes sèches, les dattes molles des palmiers dattiers qui sont utilisés dans l'alimentation humaine ou animale, soit localement, soit par l'intermédiaire de commerçants dans la quasi-totalité du Tchad (Mahmoud et al., 2022). Le jus de dattes pourrait être un excellent substitut dans l'élaboration de plusieurs produits alimentaires. Ce jus est une boisson à la saveur unique et aux nombreux avantages nutritionnels (Mahmoud et al., 2022). Le traitement thermique provoque plusieurs changements biologiques, physiques et chimiques dans les aliments, ce qui entraîne des modifications sensorielles, texturales et nutritionnelles. Il a été démontré que le chauffage améliore la sécurité alimentaire en détruisant ou en inhibant les micro-organismes et en inactivant les facteurs antinutritionnels. Il participe également à la formation de composés souhaités, tels que les composés aromatiques, les antioxydants et les colorants. En outre, le chauffage améliore la digestibilité des aliments et la biodisponibilité des nutriments (Echegaray et al., 2021). Les constituants chimiques des produits alimentaires doivent être affectés par les méthodes de transformation. Il est essentiel de comprendre l'effet des facteurs de la

transformation sur les composants fonctionnels pour préserver ou améliorer l'activité originale des dattes lors de la préparation du jus de dattes (Burapalit, 2019).

L'industrie des aliments et des boissons considère toujours les fruits populaires comme les seules matières premières pour la production de jus ; cependant, la découverte de faits nutritionnels précédemment, des fruits moins connus (Amadou & Le, 2017), tels que la datte de *Bournow*, présente une source alternative de matière première pour les jus. Il s'agira spécifiquement dans ce chapitre de :

**OS1)** Faire une caractérisation physicochimique et morphologique du cultivar de datte *Bournow* ;

**Hypothèse 1** : les caractéristiques morphologiques de dattes *Bournow* sont relativement médiocres.

**OS2)** Déterminer la condition optimale d'extraction des composés majeurs (Brix, couleur et rapport sucre/acide) du jus du cultivar de datte par la variation des paramètres opératoires ;

**Hypothèse 2** : Il existe une combinaison optimale avec une désidérabilité proche de 1, permettant d'obtenir un jus de caractéristiques physicochimiques en éléments majeurs acceptables.

## II.2 Matériel et méthodes

### II.2.1 Matériel biologique

Le matériel biologique utilisé pour cette étude est la datte de variété "*Bournow*" des palmeraies de Borkou au nord du Tchad. L'échantillonnage des dattes a été réalisé en collaboration avec l'Institut Tchadien de Recherche Agricole pour le Développement (ITRAD) et les distributeurs spécialisés. La variété "*Bournow*" (Figure II.1) a été la mieux indiquée en raison de sa disponibilité, de sa bonne conservation, de son appréciation par les producteurs et de sa forte productivité. Cette variété représente 70 % de la production de l'arrondissement de Borkou (Allarangaye et al., 2011).



Figure II.1: Datte bournow à l'état brut (a,b); Datte bournow broyées à différentes granulométries (c,d).

Dans cette étude, la pectinase A, la rapidase, a été achetée à DSM (Food & Beverage, Pays-Bas).

### II.2.2 Cadre de l'étude

La caractérisation morphologique, la détermination de la teneur en eau du cultivar et l'extraction suivie des analyses physicochimiques ont été réalisées au laboratoire Génie et Technologie Alimentaire (LAGETA) de ENSAI à l'Université de N'Gaoundere au Cameroun.

### II.2.3 Caractérisation physique des fruits de la datte

La caractérisation physique des fruits de la datte a été réalisée conformément selon la méthode utilisée par Sawaya et al., (1983). Les mesures du fruit entier et de son noyau (longueur et largeur) ont été prises à l'aide d'un pied à coulisse et la masse (pulpe et noyau) a été déterminée à l'aide d'une balance analytique.

### II.2.4 Détermination de la teneur en eau de la pulpe de datte entière.

La masse perdue pendant le séchage dans des conditions typiques détermine la teneur en eau des dattes (EBC-Analysis-Committee, 1998). Elle a été calculée à partir de 3 g de poudre de dattes. Pour obtenir une masse constante, l'échantillon a été broyé, réparti dans une capsule de porcelaine et séché à une température de  $103 \pm 2$  °C pendant 24 h.

$$W(\%) = \frac{\text{perte de masse de l'échantillon}}{\text{masse initiale de l'échantillon}} \times 100 \quad (\text{II.1})$$

$$\text{Perte de masse de l'échantillon} = \text{masse initiale} - \text{masse finale} \quad (\text{II.2})$$

Avec,  $W(\%)$  : teneur en eau

### II.2.5 Méthodologie de la surface de réponse (RSM)

Un modèle mathématique est une équation ou un ensemble d'équations qui décrit au mieux la réalité qu'il représente. Ce modèle est donc utilisé pour décrire tout phénomène analogue dans son ensemble, ainsi que pour faire des prédictions (interpolation, extrapolation). Il faut d'abord observer un phénomène, puis construire un modèle qui le reproduit le plus fidèlement possible, identifier les limites du modèle et enfin le valider. Cette méthode de modélisation mathématique correspond bien aux étapes de la méthode scientifique utilisées dans le programme de recherche, soit l'observation, l'analyse, l'hypothèse et la validation (Gervais, 2007).

La température ( $x_1$ ), le temps d'extraction ( $x_2$ ), le ratio eau/pulpe ( $x_3$ ) et le volume de pectinase ( $x_4$ ) ont été toutes des variables qui ont été retenues. Les réponses également retenues ont été le Brix, la couleur et le rapport sucre/acide. Un plan composite centré (CCD) a été utilisé pour sélectionner les valeurs expérimentales.

$N = N_f + N_\alpha + N_0$ , soit  $2^4 + 2 \times 4 + 4 = 28$  essais, est le nombre total d'essais réalisés.

La valeur d'alpha pour le CCD a été calculée pour satisfaire à la condition de quasi-orthogonalité. Les niveaux de chacun des facteurs ont été fixés suivant la bibliographie

(Desobgo et al, 2012) et les essais préliminaires réalisés sur l'échantillon. Le modèle proposé est un modèle à double interaction du second degré. Chaque technique est réalisée en trois exemplaires. Minitab 21.3.1 a été utilisé pour créer le plan d'expérience. Pour les expériences en laboratoire, les variables codées ont été converties en variables réelles (Desobgo et al., 2010 ; Mathieu & Phan-tan-luu, 1997) ce qui a permis d'obtenir le plan d'expérience présenté dans le tableau II.1. Les opérations de transformation énumérées ci-dessous ont été utilisées :

$$U_j = U_j^0 + x_j \Delta U_j \quad (\text{II.3})$$

$$U_j^0 = \frac{U_j^{\min} + U_j^{\max}}{2} \quad (\text{II.4})$$

Tableau II.1: Matrice des variables codées et réelles dans le plan composite centré

Essais	x1	x2	x3	x4	Température (°C)	Temps (min)	Ratio (eau/pulpe)	Volume d'enzyme (ml)
1	0	0	0	0	60,0	65	3,5	0,25
2	-1	-1	1	1	38,2	31	4,4	0,41
3	1	1	1	1	81,8	99	4,4	0,41
4	1	1	-1	-1	81,8	99	2,6	0,09
5	-1	-1	-1	-1	38,2	31	2,6	0,09
6	0	0	1,607	0	60,0	65	5,0	0,25
7	0	0	-1,607	0	60,0	65	2,0	0,25
8	1	-1	-1	-1	81,8	31	2,6	0,09
9	-1	1	-1	1	38,2	99	2,6	0,41
10	0	-1,607	0	0	60,0	10	3,5	0,25
11	1,607	0	0	0	95,0	65	3,5	0,25
12	1	1	1	-1	81,8	99	4,4	0,09
13	0	1,607	0	0	60,0	120	3,5	0,25
14	1	1	-1	1	81,8	99	2,6	0,41
15	0	0	0	1,607	60,0	65	3,5	0,50
16	-1	1	1	-1	38,2	99	4,4	0,09
17	0	0	0	0	60,0	65	3,5	0,25
18	-1,607	0	0	0	25,0	65	3,5	0,25
19	1	-1	1	-1	81,8	31	4,4	0,09
20	-1	-1	-1	1	38,2	31	2,6	0,41
21	-1	1	-1	-1	38,2	99	2,6	0,09
22	0	0	0	0	60,0	65	3,5	0,25
23	0	0	0	-1,607	60,0	65	3,5	0,00
24	-1	1	1	1	38,2	99	4,4	0,41
25	0	0	0	0	60,0	65	3,5	0,25
26	1	-1	1	1	81,8	31	4,4	0,41
27	-1	-1	1	-1	38,2	31	4,4	0,09
28	1	-1	-1	1	81,8	31	2,6	0,41

Avec :  $x_j$ , valeur de la variable codée  $j$  ;  $U_j$ , valeur de la variable réelle  $j$  ;  $U_j^0$ , valeur de la variable réelle  $j$  au centre du domaine ;  $\Delta U_j$ , incrément ;  $U_j^{max}$ , valeur de la variable réelle à la limite supérieure du domaine ;  $U_j^{min}$ , valeur de la variable réelle à la limite inférieure du domaine.

Le modèle mathématique postulé a priori est de type polynomial du second degré avec interactions. Il s'exprime comme suit :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ii} x_i^2 + \varepsilon \quad (\text{II.5})$$

Où :  $y$ , la réponse ;  $x_j$  et  $x_i$ , les variables indépendantes ;  $a_0$ , la constante ;  $a_i$ ,  $a_{ii}$  et  $a_{ij}$ , les coefficients du modèle et  $\varepsilon$ , l'erreur ou le résidu.

## II.2.6 Validation et optimisation

Pour exprimer l'adéquation des équations du second degré, le coefficient de détermination  $R^2$  a été utilisé. Ce coefficient de détermination est insuffisant pour valider le modèle à lui seul (Zangué S C Desobgo et al., 2015). L'écart moyen absolu (AAD) (Baş & Boyaci, 2007) est nécessaire pour valider un modèle, tout comme l'utilisation du facteur de biais et du facteur de précision (Ross, 1996).

Par conséquent, le critère de validation du modèle a été calculé à l'aide des formules suivantes :

$$AAD = \frac{\left[ \sum_{i=1}^n \left( \frac{|Y_{i,\text{exp}} - Y_{i,\text{theo}}|}{Y_{i,\text{exp}}} \right) \right]}{n} \quad (\text{II.6})$$

$$B_f = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \log \left( \frac{Y_{i,\text{theo}}}{Y_{i,\text{exp}}} \right)} \quad (\text{II.7})$$

$$A_f = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left| \log \left( \frac{Y_{i,\text{theo}}}{Y_{i,\text{exp}}} \right) \right|} \quad (\text{II.8})$$

Avec : AADM, écart moyen absolu ;  $B_f$ , facteur de biais ;  $A_f$ , facteur de précision ;  $Y_{i,\text{theo}}$ , réponse obtenue à l'aide du modèle ;  $Y_{i,\text{exp}}$ , réponse obtenue par l'expérience ;  $n$ , nombre d'essais.

Les valeurs calculées doivent se situer dans les fourchettes suivantes : AADM, 0 à 0,3 ,(Dalgaard & Jørgensen 1998)  $A_f$  et  $B_f$ , 0.75-1.25 (Dalgaard & Jørgensen, 1998).

L'optimisation a été réalisée à l'aide d'une approche multi réponses qui comprenait la maximisation du brix, de la couleur et du rapport sucre/acide en tant que spécifications. Le logiciel Minitab 21.3.1 a été utilisé pour trouver la meilleure combinaison respectant toutes les spécifications. L'optimisation de la réponse fait référence à un ensemble de paramètres variables qui fonctionnent ensemble pour optimiser une réponse unique ou un ensemble de réponses. Cette méthode est utile pour déterminer l'effet de plusieurs variables sur une réponse. Minitab attribue une désirabilité individuelle à chaque réponse et la détermine en fonction de l'importance qui lui est attribuée. Ces valeurs ont été additionnées pour déterminer la désirabilité globale du système à réponses multiples. Lorsque la désirabilité composite a atteint son maximum, une solution optimale a été trouvée. La désirabilité individuelle et composite a permis de déterminer dans quelle mesure une combinaison de variables répondait aux objectifs de la réponse. La désirabilité individuelle mesure à quel point les paramètres optimisent une réponse unique, tandis que la désirabilité composite mesure à quel point les paramètres optimisent un groupe de réponses. L'échelle de désirabilité va de 0 à 1. Une valeur de 1 serait idéale, tandis qu'une valeur de 0 indiquerait qu'une ou plusieurs réponses se situent en dehors de la fourchette acceptable. La moyenne géométrique pondérée de la désirabilité individuelle des différentes réponses est la désirabilité composite. Minitab a déterminé les paramètres optimaux pour les variables d'entrée en maximisant la désirabilité composite.

## **II.2.7 Extraction du jus de dattes**

Une extraction solide-liquide a été réalisée ici. Les extractions ont été réalisées conformément aux paramètres du plan composite centré (CCD) à quatre facteurs. Le processus d'extraction du jus de dattes s'est déroulé comme indiqué dans la figure II.2.

Les dattes ont été triées, lavées et dénoyautées. Elles ont ensuite été broyées pour augmenter la surface d'échange et faciliter l'extraction du jus. Cette extraction a été réalisée en immergeant des béciers contenant des dattes broyées et de l'eau dans un bain-marie, en utilisant un plan composite centré avec les variables température, temps, ratio eau/pulpe, et volume de pectinase (enzyme) allant de 25°C à 95°C, 10 min à 120 min, 2 à 5, et 0 mL à 0,5 mL, respectivement. On a ainsi obtenu 28 essais (tableau II.1), dont chacun a été filtré à travers un tissu filtrant en polyester, puis pasteurisé pendant 15 secondes à  $72 \pm 2^\circ\text{C}$  (Burapalit, 2019). Les jus pasteurisés ont été conservés au réfrigérateur à 4°C.

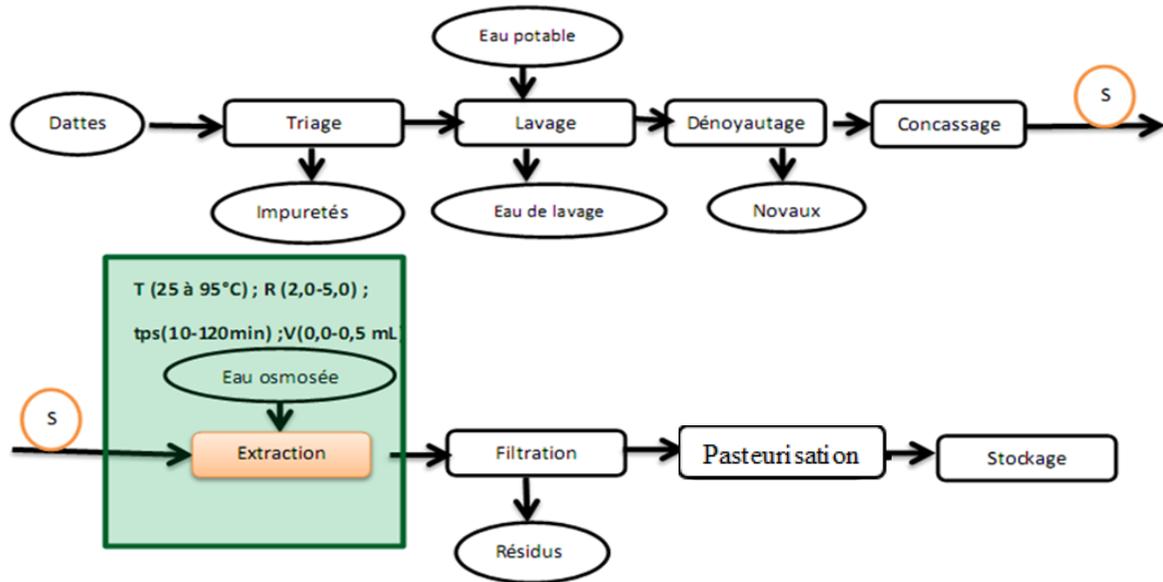


Figure II.2: Schéma de procédés d'extraction de jus de datte

### II.2.8 Détermination du degré Brix du jus de dattes

Après avoir calibré le réfractomètre (réfractomètre numérique HI96801) avec de l'eau distillée (comme zéro), quelques gouttes de l'échantillon ont été dispersées sur le prisme du réfractomètre et la quantité de résidu sec soluble a été enregistrée sur l'écran numérique de l'instrument. Après chaque essai, la plaque du prisme est nettoyée avec de l'eau distillée et un chiffon doux (en coton). L'opération est répétée trois fois pour chaque échantillon.

### II.2.9 Mesure de l'acidité titrable des jus de dattes

L'acidité titrable a été déterminée selon la méthode décrite par (Martínez et al., 2012) comme suit : environ 10 mL d'échantillon ont été introduits dans un bécher de 250 mL suivi de 50 mL d'eau distillée. Trois gouttes de phénolphtaléine à une concentration de 1% ont été ajoutées tout en agitant. Lors du titrage, une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (NaOH) a été utilisée jusqu'à ce qu'une couleur rose soit maintenue pendant 10 secondes. La procédure a été effectuée en trois exemplaires. La formule pour déterminer l'acidité titrable est la suivante :

$$A(\%) = \frac{0.0067V_1}{V_0} \times 100 \quad (\text{II.9})$$

Avec :  $V_0$  : volume de l'échantillon prélevé pour le titrage (ml) ;  $V_1$  : volume de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N utilisée (ml) ; 0,0067 : facteur de conversion de l'acidité en équivalent d'acide malique.

### **II.2.10 Détermination de la couleur du jus**

Après avoir prélevé l'échantillon de jus, une lecture de l'absorbance a été effectuée à 430 nm à l'aide d'un spectrophotomètre Jenway 6405 UV/Visible (Jenway Ltd Felstd, Dunmow, Essex CM6 3LB, UK) afin de déterminer le niveau d'intensité de la couleur (ASBC, 2009).

$$\text{Couleur (ASBC)} = 12,7 \times \text{Abs (430 nm)} \times F \quad (\text{II.10})$$

Avec: Abs, absorbance; F, facteur de dilution; ASBC, American Society of Brewing Chemists color units.

### **II.2.11 Détermination du rapport sucre/acide**

Le rapport est déterminé par une simple division du Brix sur l'acidité. Le rapport sucre/acide (goût) a été déterminé à l'aide des valeurs TSS et TA, comme indiqué précédemment (Solomakhin & Blanke, 2010).

## II.3 Résultats et discussion

### II.3.1 Caractérisation morphologique et détermination de l'humidité de la datte.

Les caractéristiques morphologiques de la datte *Bournow* ont été mesurées ainsi que sa teneur en eau. Les résultats sont présentés dans le tableau II.2.

Tableau II.2: Caractéristiques morphologiques et humidité des dattes Bournow.

Caractéristiques	Valeurs obtenues	Caractère	Décision
Teneur en eau (%)	12	Moyen	R
Diamètre (cm)	0,72	Très petit	MC
Longueur (cm)	1,78	Court	MC
Masse de la datte (g)	5,56	Faible	MC
Masse de la pulpe (g)	4,69	Faible	MC

MC : Mauvais caractère, R : Raisonnable

Les dattes *Bournow* ont une teneur en eau de 12 % (Tableau II.2). Cette caractéristique entraîne une relative stabilité de leur qualité sur une période relativement longue. Cette valeur est cohérente avec celles découvertes dans la bibliographie qui varient de 12% à 45% (Acourene et al., 2001). Compte tenu de la faible teneur en eau de cette datte, elle est classée comme ayant une consistance sèche selon Djoudi (2013). En termes de longueur des dattes, le cultivar *Bournow* a produit des dattes plus courtes, qui mesuraient 1,78 cm (Tableau II.2). Cette valeur était inférieure au maximum rapporté pour d'autres cultivars de dattes, qui variaient de 2,59 à 6 cm (Acourene et al., 2001; Djoudi, 2013). Dans le tableau II.2, on peut voir que le cultivar *Bournow* a un diamètre de 0,72 cm. Cette valeur diffère de celles trouvées dans les 58 cultivars étudiés par Acourene et al. (2001) dans la région des Zibans, dont le diamètre se situe entre 1,43 cm et 2,40 cm. Ceci pourrait être attribué à des différences variétales. Selon la classification de la littérature (Mohammed et al., 1983 ; Acourene et al., 2001) les masses du fruit et de la pulpe de 5,56 g et 4,69 g sont faibles car elles sont inférieures à 6 g et 5 g, respectivement (Tableau II.2). En définitive, les dattes de *Bournow* présentent globalement un caractère médiocre pour l'ensemble des caractères mesurés. Cela justifierait leur utilisation au Tchad pour l'alimentation animale. On pourrait également envisager de les valoriser dans les boissons.

### II.3.2 Modélisation et optimisation du Brix, de la couleur et du rapport sucre/acide

L'influence des paramètres de fonctionnement (température, durée, ratio et volume d'enzyme) sur l'extraction du jus de datte a été déterminée. Les résultats sont présentés dans le tableau II.3.

Tableau II.3: Résumé de l'analyse physicochimique du jus de datte Bournow

$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	Brix (°B)	Couleur (ASBC)	Rapport sucre/acide
0	0	0	0	18	148	12,0624
-1	-1	1	1	15,5	172,5	10,9313
1	1	1	1	14,4	141,75	18,5757
1	1	-1	-1	21,2	180,5	46,9027
-1	-1	-1	-1	20,9	198	18,3041
0	0	1,607	0	13,2	103,25	12,5756
0	0	-1,607	0	25,9	168	34,078
1	-1	-1	-1	21,9	201	57,4171
-1	1	-1	1	21,5	153,5	21,278
0	-1,607	0	0	16,8	171,75	11,6193
1,607	0	0	0	17,3	145,25	35,2342
1	1	1	-1	13,4	148,25	36,2084
0	1,607	0	0	18	167,5	17,8241
1	1	-1	1	20,5	145,75	16,2319
0	0	0	1,607	17,1	179,25	11,0824
-1	1	1	-1	13,6	155	16,6667
0	0	0	0	17,1	143,75	9,6042
-1,607	0	0	0	17,3	166,5	13,9247
1	-1	1	-1	13,8	125,5	19,1332
-1	-1	-1	1	21,4	198	17,9681
-1	1	-1	-1	20,8	206	27,8075
0	0	0	0	16,7	134	11,016
0	0	0	-1,607	15,6	178,25	10,5774
-1	1	1	1	14,5	175,75	16,3848
0	0	0	0	16,3	150	8,8889
1	-1	1	1	13,9	167,5	16,1053
-1	-1	1	-1	13,3	158,75	6,2441
1	-1	-1	1	22,3	186,5	30,883

La matrice d'extraction a permis d'obtenir les jus de datte de différentes concentrations selon le niveau des facteurs avec : le brix (13,2 à 25,9) Bx, la couleur (103,35 à 259) ASBC et le rapport sucre/acide (6,2241 à 57,4171). Les valeurs obtenues avec les points au centre sont proches l'une des autres montrant ainsi la cohérence de la manipulation.

Les modèles du plan composite centré (CCD) relient les facteurs singuliers, les interactions et les effets quadratiques aux variables de réponse. Ces modèles sont constitués des équations II.11 à II.13.

$$\begin{aligned}
 Y_{Bx} = & 17.117 - 0.0014x_1 - 0.0286x_2 - 2.3075x_3 + 0.2208x_4 + 0.0055x_1^2 \\
 & + 0.0180x_2^2 + 0.3454x_3^2 - 0.1294x_4^2 - 0.0411x_1x_2 - 0.0670x_1x_3 - 0.0895x_1x_4 \\
 & + 0.0460x_2x_3 - 0.0282x_2x_4 + 0.0783x_3x_4
 \end{aligned} \quad (II.11)$$

$$\begin{aligned}
 Y_{S/A} = & 10.11 + 0.186x_1 - 0.12x_2 - 1.46x_3 + 0.131x_4 + 0.042x_1^2 + 0.046x_2^2 \\
 & + 0.248x_3^2 - 0.076x_4^2 - 0.006x_1x_2 - 0.086x_1x_3 - 0.053x_1x_4 + 0.056x_2x_3 \\
 & - 0.018x_2x_4 + 0.047x_3x_4
 \end{aligned} \quad (II.12)$$

$$\begin{aligned}
 Y_{Col} = & 143.66 - 4.55x_1 - 3.18x_2 - 9.65x_3 - 0.89x_4 + 1.889x_1^2 + 3.951x_2^2 \\
 & - 1.148x_3^2 + 5.319x_4^2 - 0.659x_1x_2 - 0.902x_1x_3 + 0.103x_1x_4 + 2.281x_2x_3 \\
 & - 2.765x_2x_4 + 4.157x_3x_4
 \end{aligned} \quad (II.13)$$

Avec,  $Y_{Bx}$  : Brix ;  $Y_{S/A}$  : Rapport sucre/acide ;  $Y_{col}$  : Couleur ;  $x_1$  : Température ;  $x_2$  : Temps ;  $x_3$  : Rapport eau/pulpe ;  $x_4$  : Volume de pectinase.

Ces modèles interactifs du second degré sont utiles si quelques variables d'entrée sont précises. Pour que le modèle soit validé, il faudrait que les valeurs expérimentales calculées appartiennent à l'intervalle des valeurs de références : (0 à 0,3) ;  $B_f$  et  $A_f$  (0,75 à 1,25).

Le tableau II.4 montre que tous les modèles sont valides et permettent d'évaluer les composants de manière approfondie.

Tableau II.4: Critères de validation des différents modèles à partir des attributs du jus

Paramètres	$R^2$	$R^2_{adj}$	AADM	$B_f$	$A_f$
$Y_{Bx}$	0,9834	0,9655	0,061	0,994	1,064
$Y_{Col}$	0,9337	0,8624	0,088	0,934	1,096
$Y_{S/A}$	98.56	0,9700	0,062	0,982	1,066

L'ANOVA du tableau II.5 ne prend en compte que les variables dont la probabilité est inférieure à 0,05. Ce sont donc les seuls éléments pertinents.

### II.3.2.1 Impact des facteurs singuliers sur les réponses

#### II.3.2.1.a Impact de la température et du temps

Le rapport sucre/acide augmente de manière significative ( $P=0,000$ , Tableau II.6) de 9,92 à 10,51 lorsque la température passe de 25°C à 95°C (Figure II.2). Bien que la température n'ait pas d'effet sur le Brix dans ce scénario, elle provoque un affaiblissement des cellules et donc une plus grande extraction des minéraux. Comme le jus contient des ions alcalins en solution, ceux-ci s'engagent dans des réactions acido-basiques, ce qui réduit l'acidité titrable. Il en résulte une augmentation du rapport. La fourchette du rapport sucre/acide (7,82-15,4) indique un équilibre sain entre douceur et acidité, ce qui est important pour la qualité et la saveur du moût. Les résultats sont cohérents avec la littérature, qui place ce rapport à 10,78 pour la production d'un bon jus (Benidir et al., 2020).

Tableau II.5: ANOVA pour la signification des facteurs utilisés lors de l'extraction de certains constituants du jus de datte Bournow (*Phoenix dactylifera* L.)

Termes	Brix	Couleur	Rapport Sucre/acide
	Probabilités (P)		
Constante	0,000	0,000	0,000
$x_1$ -Température (°C)	0,988	0,002	0,003
$x_2$ -Temps (min)	0,744	0,020	0,037
$x_3$ -Ratio (eau/pulpe)	0,000	0,000	0,000
$x_4$ -Volume d'enzyme (mL)	0,023	0,475	0,024
$x_1^2$	0,935	0,067	0,319
$x_2^2$	0,792	0,001	0,277
$x_3^2$	0,100	0,246	0,000
$x_4^2$	0,076	0,000	0,081
$x_1x_2$	0,514	0,458	0,865
$x_1x_3$	0,295	0,314	0,036
$x_1x_4$	0,168	0,907	0,176
$x_2x_3$	0,467	0,020	0,152
$x_2x_4$	0,653	0,007	0,629
$x_3x_4$	0,224	0,000	0,224

Pour des températures allant de 25 à 95 °C, la couleur du jus de dattes a diminué de manière significative ( $P=0,000$ , Tableau II.5) de 155 à 141 ASBC (Figure II.3). Les pigments des dattes comprennent la chlorophylle, le carotène et les anthocyanes, qui donnent respectivement les couleurs verte, jaune et rouge (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011). L'intensité de la couleur des sirops de dattes peut être affectée par des pigments tels que les caroténoïdes, les flavonoïdes, les dérivés de tanins et les polyphénols (Benamara et al., 1999). La lutéine est le pigment caroténoïde le plus abondant dans les dattes, suivi du  $\beta$ -carotène (Boudries et al., 2007). En raison de leur nature hautement insaturée, les caroténoïdes sont susceptibles d'être détruits au cours du traitement et du stockage en raison de l'exposition à des températures élevées, à la lumière ou à des produits chimiques pro-oxydants. Par conséquent, la perte de caroténoïdes au cours de la transformation des aliments a été documentée et quantifiée dans divers articles (Aman et al., 2005; Hiranvarachat et al., 2008). Les deux principales modifications des caroténoïdes survenant au cours de la transformation sont l'isomérisation et l'oxydation. Les caroténoïdes se présentent naturellement sous une forme entièrement trans. Le chauffage, en revanche, provoque l'isomérisation du tout-trans-carotène en formes cis (Achir et al., 2010).

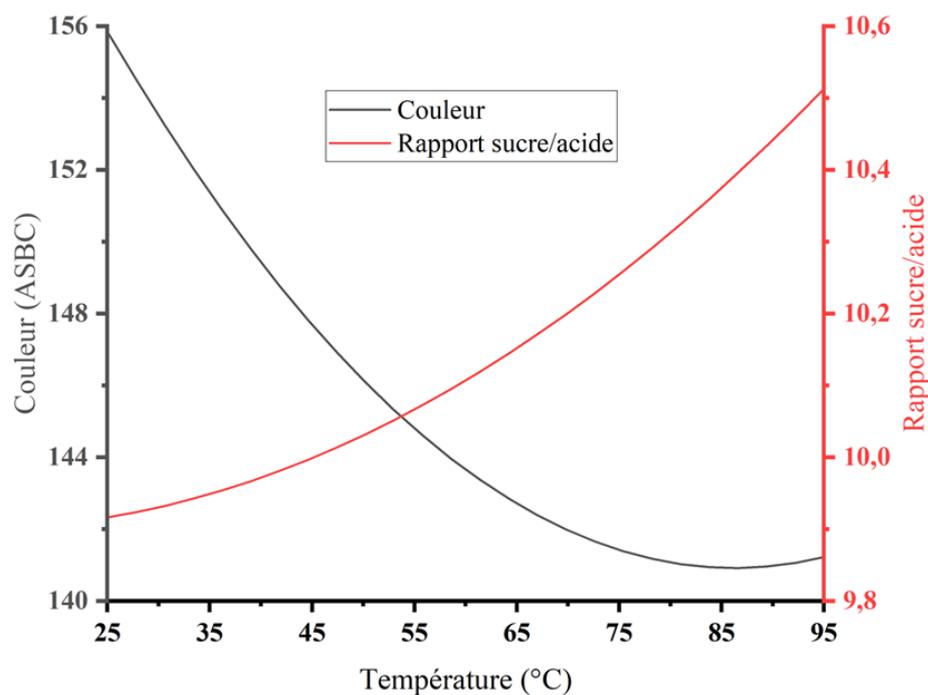


Figure II.3: Evolution de la couleur et du rapport sucre/acide en fonction de la température (temps, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixé respectivement à 65 min, 3,5 et 0,25 mL).

Pour une durée de 10 à 120 min, le rapport sucre/acide a diminué de manière significative ( $P=0,037$ , Tableau II.5) de 10,42 à 10,03 (Figure II.4).

Les réactions de Maillard ont eu pour conséquence une réduction du rapport sucre/acide, ce qui est l'inverse de ce qui a été montré pour la température. Essentiellement, le sucre réducteur comme le glucose se condense d'abord avec une substance qui possède un groupe amino libre (le plus souvent le groupe amino E de la lysine, mais aussi les groupes amino a des acides aminés terminaux dans les protéines) pour produire une glycosilamine N-substituée, qui se réarrange ensuite pour produire le produit de réarrangement d'Amadori (Martins et al., 2000). La quantité résiduelle diminue lorsque les sucres sont impliqués dans ce processus, ce qui fait chuter le rapport. Cette réaction de Maillard induit également la réduction de l'azote aminé avec le temps.

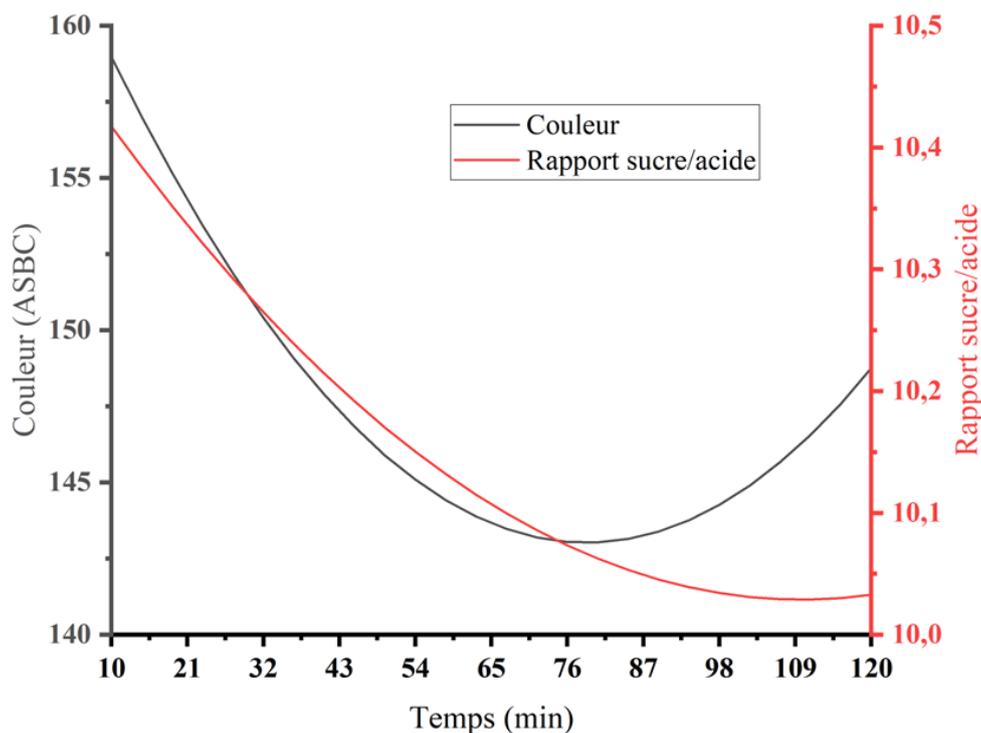


Figure II.4: Evolution de la couleur et du rapport sucre/acide en fonction du temps (température, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixés respectivement à 60 °C, 3,5 et 0,25 mL).

A 10 min, la couleur a été de 158,97 ASBC, et à 79 min, elle a été de 143,02 ASBC (Figure II.4), donc elle a baissé significativement ( $P=0,020$ , Tableau II.5). Par la suite, il y a eu une augmentation significative ( $P=0,001$ , Tableau II.5) jusqu'à 148,75 ASBC à 120 min (Figure II.4). Au cours de l'extraction, ce phénomène de décoloration du jus de datte en fonction du temps a été remarqué (Benahmed Djilali & Adiba, 2012). Plusieurs pigments, dont les caroténoïdes, les anthocyanes, les flavones, les flavonoles, le lycopène, les carotènes, la flavoxanthine et la lutéine, ont été trouvés dans les dattes (Echegaray et al., 2021). L'altération de la couleur et des pigments au cours du traitement thermique des produits alimentaires est contrôlée par divers facteurs. Il s'agit notamment du brunissement et des conditions de traitement enzymatiques et non enzymatiques. De nombreuses études sur les caractéristiques qualitatives des pigments à base de fruits, en particulier sur la perte de caroténoïdes après traitement thermique, ont été publiées dans la littérature (Ahmed & Ramaswamy, 2005). En effet, des composés tels que les anthocyanes sont sensibles au traitement thermique (Weber & Larsen, 2017) et le temps d'application du traitement thermique contribuerait donc à une réduction des anthocyanes et donc de la couleur. L'amélioration de la couleur au cours de la deuxième étape pourrait

être due aux réactions de Maillard qui augmentent avec le temps. Les aliments traités thermiquement peuvent provoquer une réaction en chaîne connue sous le nom de réactions de Maillard ou de brunissement non enzymatique. Ces réactions sont cruciales pour le développement de la saveur et de la couleur des aliments chauffés. Dans certaines conditions, la réaction se produit entre les groupes carbonyles des sucres réducteurs et les groupes aminés libres des acides aminés, des peptides ou des protéines. L'étape finale de la réaction de Maillard, au cours de laquelle la condensation des carbonyles et des amines génère des molécules brunes de poids moléculaire élevé connues sous le nom de mélanoidines, a été associée au développement de la couleur (Starowicz & Zieliński, 2019).

#### *II.3.2.1.b Impact du rapport eau/pulpe*

Le Brix a diminué de manière significative ( $P=0,000$ , Tableau II.5) de 21,72 °B à 14,30 °B lorsque le rapport eau/pulpe a augmenté de 2 à 5 (Figure II.5).

Cela pourrait s'expliquer par l'effet de dilution qu'une augmentation de l'eau aurait sur l'extraction du sucre. Ceci est cohérent avec la bibliographie, qui a rapporté un schéma similaire pour l'extraction du jus de plantain (Bentahar et al., 2014 ; Makebe et al., 2017). Comme pour le brix, la diminution de toutes les autres réponses avec l'augmentation du rapport eau/pulpe (Figure II.5) pourrait s'expliquer par la dilution apportée par l'augmentation de la quantité d'eau.

#### *II.3.2.1.c Impact du volume de pectinase*

Brix a commencé à 16,42 °B avant d'augmenter significativement ( $P=0,023$ , Tableau II.5) à 17,14 °B, avec l'ajout de 0,5 mL de pectinase (Figure II.6). Abbès et al. (2011) ont fait la même observation pour la production de sirops de dattes. Ceci est lié à la décomposition de la pectine en unités d'acide galacturonique et en sucres dans la matrice de la paroi cellulaire de la plante et dans la lamelle moyenne (Abbès et al., 2011 ; Demir et al., 2001 ; Landbo et al., 2007).

Le volume de pectinase a entraîné une augmentation significative ( $P=0,024$ , Tableau II.5) du rapport sucre/acide. Il passe de 9,7 en l'absence de pectinase à 10,12 en présence de 0,5 mL de pectinase en volume (Figure II.6).

Cette augmentation peut s'expliquer par le fait que, comme observé précédemment, la cinétique de libération du sucre semble plus rapide que celle de l'acide titrable, ce qui se traduit par une augmentation globale du rapport sucre/acide.

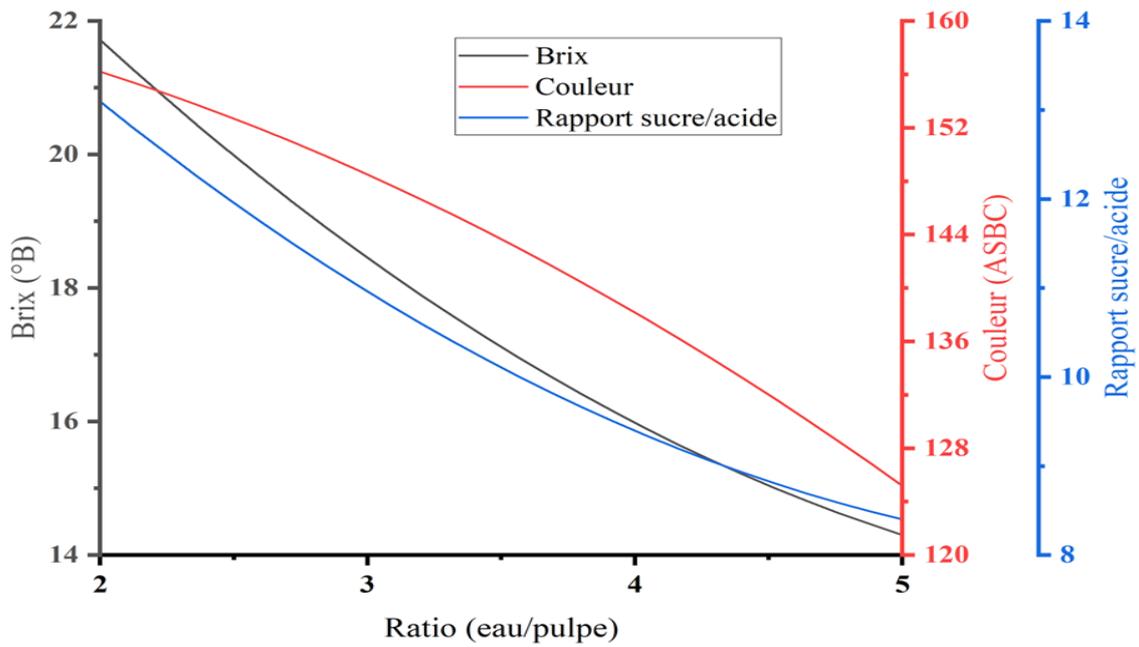


Figure II.5: Evolution du Brix, de la couleur et du rapport sucre/acide en fonction du rapport eau/pulpe (température, temps et volume de pectinase fixés respectivement à 60°C, 65 min et 0,25 mL).

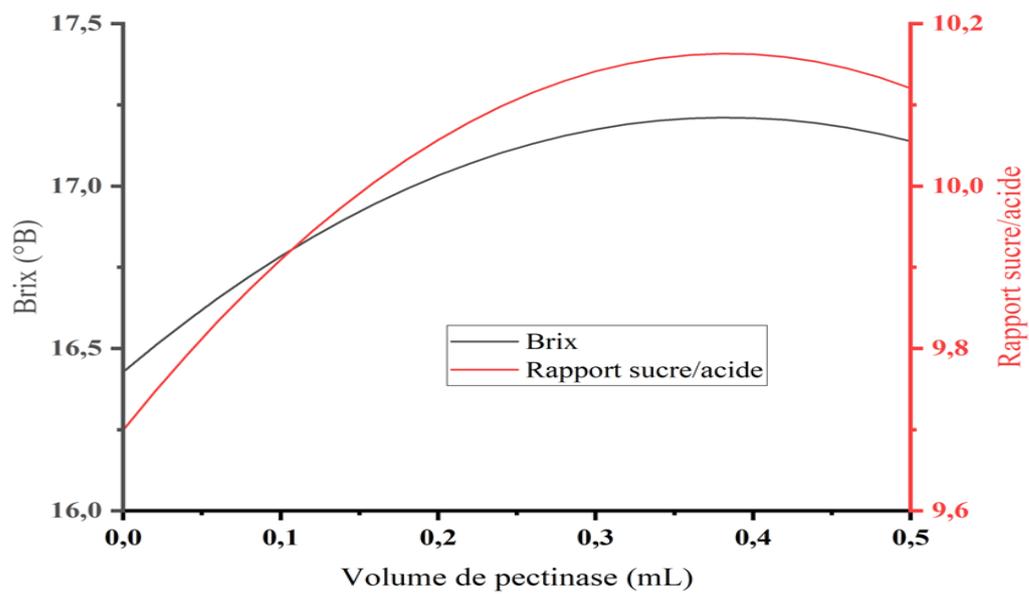


Figure II.6: Évolution du Brix et du rapport sucre/acide en fonction du volume de pectinase (température, temps et rapport eau/pulpe fixés respectivement à 60°C, 65 min et 3,5).

### II.3.2.2 *Impact des interactions sur les réponses*

L'interaction  $x_1 \times x_3$  (température/ratio(eau/pulpe)) réduit significativement ( $P=0,036$ , Tableau II.5) le rapport sucre/acide. En fait, cet effet a été accentué simultanément par une baisse de la température et une augmentation du rapport eau/pulpe (Figure II.7).

Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'effet de dilution a fait chuter le brix plus rapidement que l'acidité titrable, ce qui a diminué le rapport sucre/acide. Paul et *al.* (2018) qui ont évalué l'effet de la dilution sur la fermentation de la banane, ont fait une observation similaire. La baisse simultanée de la température et du rapport sucre/acide démontre que la structure de la datte joue un rôle crucial dans la fixation du sucre et la limitation de sa libération.

L'interaction  $x_2 \times x_3$  (temps, rapport eau/pulpe) a contribué de manière significative à l'augmentation de la couleur ( $P=0,020$ , Tableau II.5). Ceci a été observé lorsque le temps d'extraction a augmenté alors que le rapport eau/pulpe a diminué (Figure II.8).

En effet, un temps d'extraction plus long aiderait à extraire les éléments qui contribuent à la couleur, tels que les pigments et les polyphénols, tandis qu'une diminution du rapport eau/pulpe concentrerait le milieu, ce qui entraînerait une augmentation de la couleur du jus de dattes. De plus, un temps d'extraction plus long permettrait une augmentation de la couleur due aux réactions de Maillard puisque la température était fixée à 60 °C. Les mélanoidines sont des composés formés au cours des dernières étapes de la réaction de Maillard à partir de sucres réducteurs et de protéines ou d'acides aminés. Dans les aliments, elles ont été identifiées comme des composés anioniques et colorés (Echavarría et al., 2012).

L'interaction  $x_2 \times x_4$  (temps, volume de pectinase) a contribué de manière significative à la réduction de la couleur ( $P=0,007$ , Tableau II.5). Cela s'est produit lorsque le temps d'extraction a augmenté alors que le volume de pectinase a diminué (Figure II.9). Avec le temps, les pigments responsables de la couleur se dégradent (Benahmed Djilali & Adiba, 2012) et la diminution du volume de pectinase contribue à la non-destruction de la structure de la pulpe, réduisant l'extraction des composés responsables de la couleur.

L'interaction  $x_3 \times x_4$  (ratio (eau/pulpe), volume de pectinase) a contribué de manière significative à l'augmentation de la couleur ( $P=0,000$ , Tableau II.5). Ceci a été observé

lorsque le volume de pectinase a augmenté alors que le ratio(eau/pulpe) a diminué (Figure II.10).

En effet, la diminution du rapport permet de réduire l'effet de dilution, tandis que l'augmentation du volume de pectinase permet d'affaiblir la pulpe par l'hydrolyse de la pectine (Srivastava & Tyagi, 2013), ce qui entraîne la libération des composés responsables de la couleur.

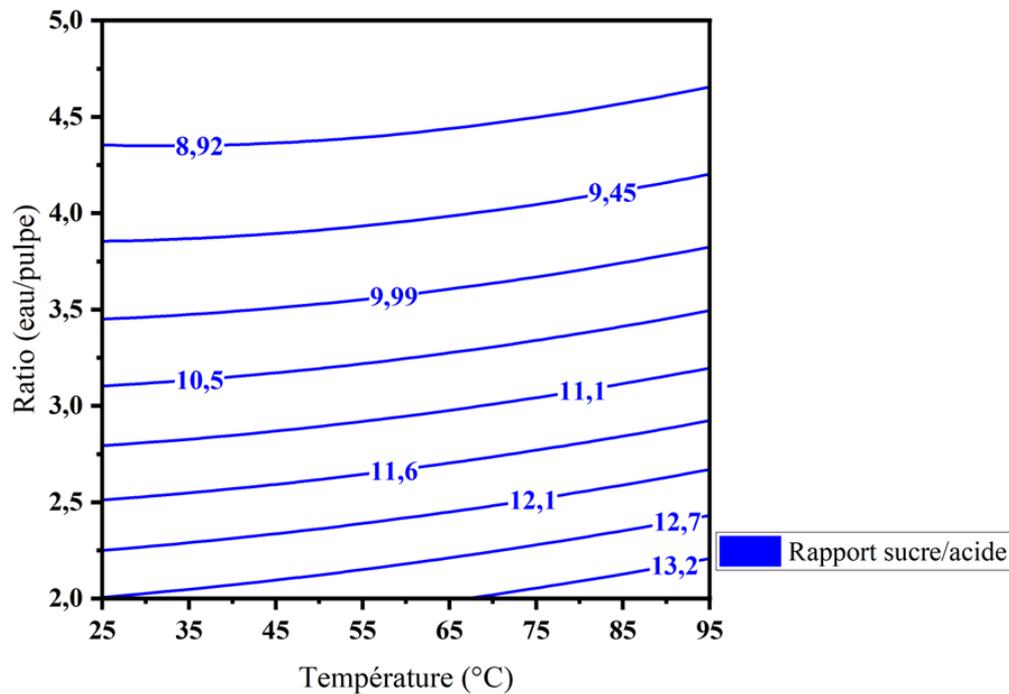


Figure II.7: Évolution du rapport sucre/acide en fonction de l'interaction température/ratio (eau/pulpe). Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine.

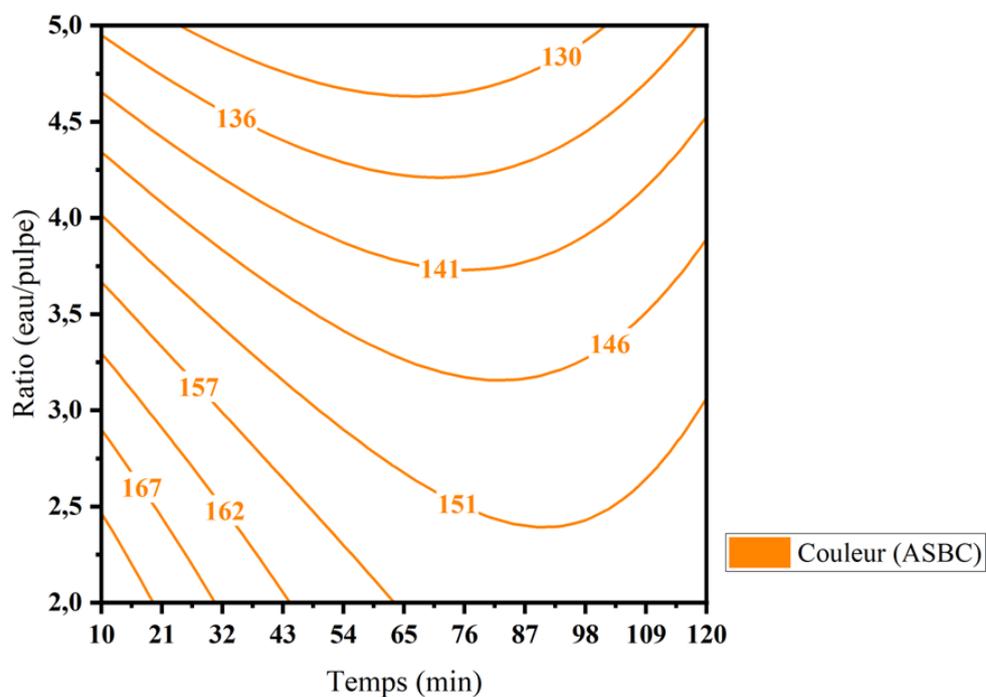


Figure II.8: Évolution de la couleur en fonction de l'interaction temps/ ratio (eau/pulpe). Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine.

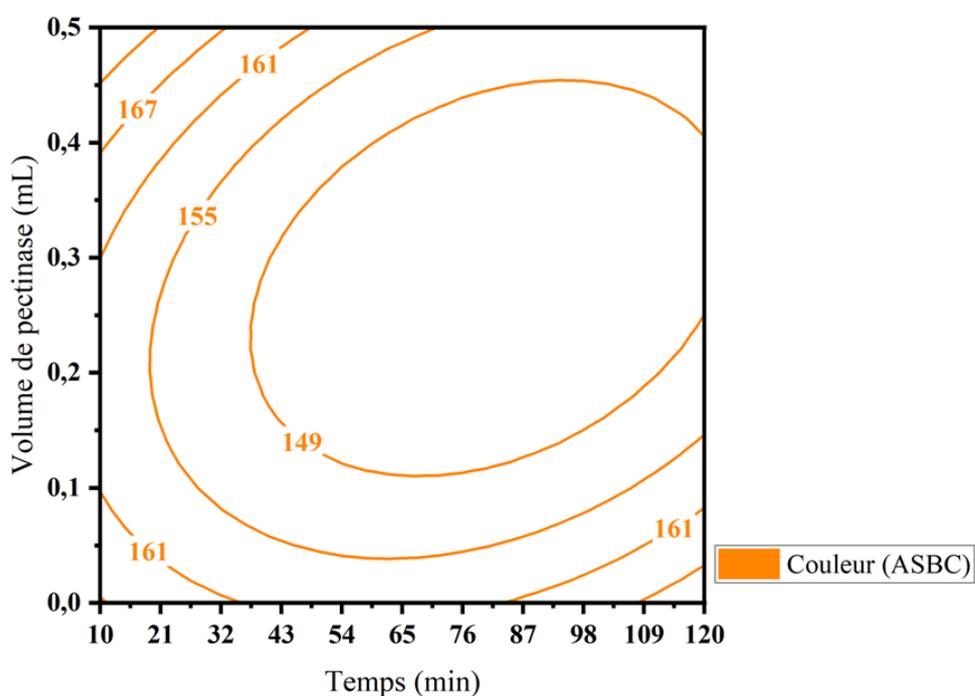


Figure II.9: Évolution de la couleur en fonction de l'interaction temps/volume de pectinase. Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine.

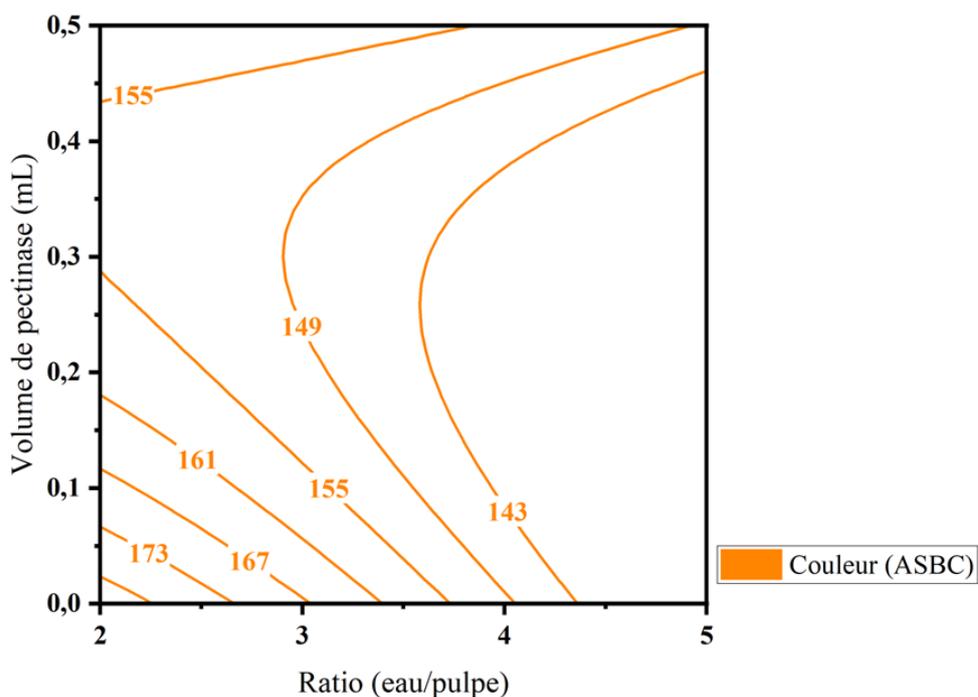


Figure II.10: Évolution de la couleur en fonction de l'interaction ratio eau-pulpe/volume de pectinase. Tous les autres facteurs de chaque courbe sont fixés à la valeur centrale du domaine.

### II.3.3 Optimisation

Pour obtenir les meilleures propriétés physicochimiques du jus de dattes, une optimisation multiréponses a été utilisée. Le degré Brix, la couleur et le rapport sucre/acide ont tous été maximisés à cette fin. À la fin de cette optimisation par le logiciel Minitab 21.3, le compromis était le suivant : extraction température 95 °C, durée 10 min, rapport eau/pulpe 2 et volume de pectinase 0,5 mL. Cette combinaison a permis d'obtenir un Brix de 21,89 °B, un rapport sucre/acide de 13,99 et une couleur de 197,49 ASBC. Les désidérabilités individuelles pour le degré Brix, la couleur et le rapport sucre/acide étaient respectivement de 0,683, 0,917 et 0,768. La désirabilité composite était de 0,784. La désirabilité composite (0,7840) dans l'étude était proche de 1, ce qui indique que les paramètres semblaient produire des résultats favorables pour toutes les réponses dans leur ensemble. La désirabilité individuelle, en revanche, indique que les paramètres sont plus efficaces pour maximiser la couleur (0,91718) que pour le rapport sucre/acide (0,76893), et enfin pour le Brix (0,68336).

## II.4 Conclusion partielle

Cette étude a examiné les propriétés morphologiques et autres diverses propriétés des jus de dattes extraits à l'aide de la méthodologie des surfaces de réponses. Il est apparu que sur le plan morphologique, les données des dattes « Bournow » ont une qualité généralement faible pour tous les caractères mesurés. Bien que cela justifierait leur utilisation en tant qu'aliments pour animaux au Tchad, elles pourraient également être valorisés dans la filière des boissons. La technique d'extraction du jus, par la variation des facteurs utilisés, a affecté le Brix, la couleur et le rapport (sucre/acide). Cependant, l'optimisation de l'extraction qui a pris en compte un cahier de charge (maximisation des réponses) a conduit à une formulation optimale. L'optimisation multi réponses, dont l'objectif était d'obtenir le maximum de toutes les réponses afin de produire un jus riche en nutriments, a abouti au compromis suivant : température, 95 °C ; durée, 10 min ; rapport eau/pulpe, 2:1, et volume de pectinase, 0,5 mL. Les valeurs optimales simulées ont donné les maximas respectifs suivants : Brix, 21,89 °B ; rapport sucre/acide, 13,99 et couleur, 197,49 ASBC. La désirabilité composite de l'étude obtenue (0,7840) soit si proche de 1, suggère que les paramètres ont semblé donner des résultats positifs pour toutes les réponses prises dans leur ensemble. Par conséquent la condition optimale d'extraction du jus de dattes pourrait être une option pour produire un moût sain riche en composés majeurs et mineurs à partir de fruits de dattes, ce qui augmenterait la valeur des fruits de dattes de faible qualité et contribuerait à réduire les pertes alimentaires dans la chaîne d'approvisionnement des dattes.

## **CHAPITRE III :**

**Effet des paramètres d'extraction sur  
les composés mineurs du jus de datte  
(Bournow).**

### **CHAPITRE III : Effet des paramètres d'extraction sur les composés mineurs du jus de datte (Bournow).**

#### **RESUME**

Le processus d'extraction a été utilisé pour obtenir du jus du cultivar de dattes "Bournow" pour une utilisation dans le secteur des boissons. À l'aide d'un plan composite centré sur quatre facteurs, les effets de la température, de la durée, du rapport eau/pulpe et du volume d'enzymes sur les teneurs en acides aminés libres, en polyphénols totaux, en vitamine C et le pH ont ensuite été examinés. Les modèles polynomiaux multivariés du second degré avec interactions ont tous été trouvés et validés. Pour optimiser les réponses, une optimisation multi réponse a été utilisée. Les gammes de réponses suivantes ont été déterminées par le plan composite centré. pH, 4,21 à 5,62 ; vitamine C, 45 à 126,66mg/L ; polyphénols totaux, 2,7 à 6,87 g EGA/100g MS et acides aminés libres, 429,94 à 617,55 mg/L. Les facteurs sélectionnés ont eu des effets variés sur les réponses pH ; vitamine C ; polyphénols totaux ; et acides aminés libres, les augmentant ou les diminuant de manière substantielle dans les contributions simples, quadratiques et d'interaction. L'optimisation multi réponse, dont le but était de maximiser toutes les réponses en dehors du pH afin de produire un jus riche, a abouti au compromis suivant : température de 95°C ; durée de 10 min ; rapport eau/pulpe de 2:1 ; et volume de pectinase de 0,5 ml. Les valeurs optimales simulées ont donné les maximas respectifs suivants : pH, 4,13; vitamine C, 116,5 mg/L ; polyphénols totaux, 6,25 g EGA/100g MS et acides aminés libres, 587,88mg/L.

**Mots clés :** dattes ; jus ; extraction ; modélisation ; optimisation

### III.1 Introduction partielle

Les dattes sont une culture fruitière importante dans le monde entier en raison de leur valeur nutritionnelle et de leurs avantages économiques. Les fruits du *Phoenix dactylifera* L., contiennent des antioxydants, des vitamines et d'autres composés nutritifs et fonctionnels (Chirinos et al., 2013). Il s'agit de la meilleure source de nutriments à faible coût pour lutter contre l'insécurité alimentaire et l'augmentation de la demande alimentaire, en particulier dans les pays sous-développés. Les graines de dattes sont nutritives mais sous-utilisées, elles le sont en tant que déchets agricoles par le secteur alimentaire. Elles présentent un énorme potentiel pour les produits de santé naturels de grande valeur. Dans les trois grandes religions, mais surtout dans l'islam, les dattes sont des fruits sacrés et doivent donc être offertes pendant le ramadan, lorsque la rupture du jeûne est à la fois religieuse et calorique. Les dattes soulagent de nombreux problèmes de santé et offrent des avantages nutritionnels et pharmacologiques. Les dattes fournissent une énergie rapide grâce à leurs sucres simples et des avantages pour la santé grâce à leurs fibres (Al-Shahib & Marshall, 2002). En fonction de la maturité, Al-Farsi et al. (2007) ont montré que les dattes contiennent de 35 % à 88 % de sucre. Les dattes, qu'elles soient fraîches ou séchées, comprennent principalement des monosaccharides et des disaccharides (glucose, fructose et saccharose), dont les quantités sont utilisées pour les identifier (Ali et al., 2012). Les dattes fournissent des vitamines essentielles et présentent plusieurs avantages pour la santé. Les dattes sont riches en potassium et en magnésium. Le calcium, le zinc, le cuivre et le sélénium sont présents en plus faibles quantités (Al-Farsi & Lee, 2008). Les os, les dents, les tissus mous, l'hémoglobine, les muscles et les cellules nerveuses ont besoin de minéraux pour se développer (Vayalil, 2012). Le potentiel des dattes en tant qu'aliment fonctionnel et nutraceutique doit être étudié en raison de l'augmentation actuelle de la recherche sur les aliments et les médicaments à base de plantes et des tendances en matière de nutrition optimale.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer la condition optimale d'extraction des composés mineurs (pH, acidité titrable, vitamine C, polyphénols totaux et acides aminés libres) du jus du cultivar de datte. Ceci, selon l'hypothèse : la combinaison optimale des paramètres opératoires favorise une extraction maximale des composés mineurs du jus de datte dont la désidérabilité est proche de 1.

## III.2 Matériel et méthodes

### III.2.1 Matériel biologique

Le matériel biologique constitué de dattes Bournow et de pectinase est identique à celui utilisé au chapitre II section II.2.1

### III.2.2 Cadre d'étude

L'extraction du jus s'est faite exactement comme indiqué dans le chapitre précédent, respectant le plan d'expérience composite centré. L'opération et les analyses physicochimiques ont été réalisées au laboratoire Génie et Technologie Alimentaire (LAGETA) de ENSAI à l'Université de N'Gaoundere au Cameroun. Les réactifs utilisés sont tous de types analytiques et sont repartis en fonction de différentes analyses effectuées.

### III.2.3 Etablissement des modèles mathématiques

Les facteurs qui ont un effet sur l'extraction des constituants des dattes ont été utilisés. Ces facteurs sont similaires à ceux indiqués au chapitre II et section II.2.4. Il s'agit pour un rappel mémoire de : La température d'extraction ( $x_1$ ), temps d'extraction ( $x_2$ ), le ratio eau/pulpe ( $x_3$ ) et le volume de pectinase ( $x_4$ ) ont été retenues. Pour l'exécution des manipulations, le même plan d'expérience composite centré (CCD) à 4 facteurs a été utilisé. Après l'extraction, les réponses considérées ont été le pH, la teneur en acides aminés libres (FAN), les polyphénols totaux et l'acidité titrable.

Pour les besoins de manipulation, une transformation des variables codées en variables réelles (matrice  $W_r$ ) a été effectuée. Les effets des variables réelles, qui ne sont pas forcements exprimés dans les mêmes unités, peuvent être comparés grâce à cette technique de transformation (Desobgo et al., 2010; Mathieu & Phan-tan-luu, 1997):

$$x_j = \frac{U_j - U_j^0}{\Delta U_j} \quad (\text{III.1})$$

Avec :  $x_j$  : valeur de la variable codée  $j$  ;  $U_j$  = valeur de la variable naturelle  $j$  ;  $U_j^0$  = valeur de la variable naturelle  $j$  au centre du domaine ;  $\Delta U_j$  est appelé « pas » de variation.

Et ;

$$U_j^0 = \frac{U_j^{\max} + U_j^{\min}}{2} \quad (\text{III.2})$$

$U_j^{\max}$  : valeur maximale de la variable naturelle j ;  $U_j^{\min}$  : valeur minimale de la variable naturelle j.

L'équation modèle a été définie et les coefficients de l'équation modèle ont été prévus après le choix de la conception du plan d'expérience (celui du CCD pour ce qui nous concerne). Dans la méthode des surfaces de réponse, le modèle utilisé a été généralement une équation quadratique pleine ou une forme diminuée de cette équation. Le modèle du second degré peut être écrit de la manière suivante (Mathieu & Phan-tan-luu, 1997) :

$$y = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (\text{III.3})$$

Avec  $\beta_0$  : la constante,  $\varepsilon$  : l'erreur et les  $\beta_j$   $\beta_{jj}$  et  $\beta_{ij}$  ont été les coefficients du modèle.

L'équation suivante fournit l'expression matricielle du modèle :

$$y = W\beta + \varepsilon \quad (\text{III.4})$$

Elle a été traduite comme suit :

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & x_{11} & x_{12} & \cdots & x_{1k} \\ 1 & x_{21} & x_{22} & \cdots & x_{2k} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & x_{n1} & x_{n2} & \cdots & x_{nk} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_k \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_0 \\ \varepsilon_1 \\ \vdots \\ \varepsilon_k \end{bmatrix} \quad (\text{III.5})$$

La méthode des moindres carrés a été utilisée pour résoudre le système d'équations donné ci-dessus. Pour ce cas, la Méthode des Moindres Carrés (MMC) est une technique de régression multiple. Voici un résumé :

On a supposé que les erreurs aléatoires dans la MMC, sont distribuées de la même manière que les zéros moyens et les variances inconnues communes, et qu'elles sont indépendantes l'une de l'autre. La valeur obtenue et la valeur adaptée ( $\hat{y}$ ) pour la deuxième observation sont représentées par :

$$\varepsilon_i = y_i - \hat{y}_i \quad (\text{III.6})$$

Le résidu (erreur)  $\varepsilon$  est l'évaluation du résidu (erreur) correspondant. Ce résidu prend en compte deux aspects. Le premier est un manque d'ajustement, qui traduit le décalage potentiel du modèle polynomial par rapport au modèle réel. Le second est les erreurs expérimentales, qui sont liées à la nature aléatoire de la réponse.

Les évaluations des  $\beta_j$  ont été choisies en fonction du fait qu'elles devaient réduire au minimum la somme des résidus au carré, également connue sous le nom de somme des erreurs au carré et a été notée SSE.

$$SSE = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \sum \left( y_i - \hat{y}_i \right)^2 \quad (\text{III.7})$$

Les résidus ont été évalués en utilisant l'équation suivante :

$$\varepsilon = y - W\beta \quad (\text{III.8})$$

Et SSE a utilisé l'expression suivante :

$$SSE = \varepsilon^T \varepsilon = (y - W\beta)^T (y - W\beta) \quad (\text{III.9})$$

En divisant le SSE en fonction de  $\beta$ , un vecteur des dérivées partielles a été trouvé comme suit :

$$\frac{\partial}{\partial \beta} (SSE) = -2W^T (y - W\beta) \quad (\text{III.10})$$

En établissant cette dérivée égale à 0, il a été obtenu :

$$y = W\beta \quad (\text{III.11})$$

Il a été possible de résoudre directement ce système d'équations pour obtenir les coefficients de  $\beta$ :

$$W^T W \beta = W^T y \quad (\text{III.12})$$

Après cela, la solution formelle de ces équations a été donnée par :

$$\beta = (W^T W)^{-1} W^T y = C M^T y \quad (\text{III.13})$$

Avec :

$$C = (W^T W)^{-1} \quad (\text{III.14})$$

Avec C, la matrice carrée.

L'équation du modèle a pris la forme finale grâce aux valeurs des coefficients. Le programme Minitab 21 a été utilisé pour effectuer des opérations matricielles pour évaluer le vecteur  $\beta$ . Le logiciel OriginLab 2022 a quant à lui été utilisé pour tracer les graphes.

Il est important de noter que l'expérimentateur, qui est conscient des enjeux et des risques de l'étude, détermine le modèle définitif.

### **III.2.4 Validation des modèles mathématiques.**

Le coefficient de détermination  $R^2$  a représenté la qualité de l'ajustement des équations de deuxième degré. Les modèles ont été validés à l'aide de deux techniques. La première stratégie était l'Analyse Absolue de Déviation Moyenne (AADM) (Baş & Boyaci, 2007), tandis que la seconde stratégie utilisait le facteur d'exactitude et le facteur polarisé.

Méthode 1 :

Le but de l'analyse statistique était de donner à la représentativité du modèle une légitimité scientifique. L'équation du modèle a été utilisée pour calculer facilement la réponse prévue après avoir obtenu les coefficients de régression. En raison du fait que le comportement du système est généralement inconnu, il était nécessaire de vérifier si les modèles correspondaient correctement aux données expérimentales. Plusieurs méthodes sont utilisées pour déterminer si le modèle est adéquat. L'analyse des résidus mesurant les résidus, la somme des erreurs de prévision des résidus et l'essai du manque d'ajustement sont quelques-unes de ces méthodes. Le coefficient de détermination ( $R^2$ ) a été généralement utilisé pour expliquer les possibilités prédictives du modèle dans son ensemble. Il convient de noter que le coefficient de détermination ( $R^2$ ) n'est pas la seule mesure de l'exactitude du modèle. C'est une mesure de la quantité de variabilité de réponse réduite qui a été obtenue en utilisant les variables de régresseur du modèle. Cependant, une valeur  $R^2$  élevée ne signifie pas que le modèle de régression est bon. Indépendamment du fait que la variable additionnelle soit statistiquement significative ou non, l'ajout d'une variable supplémentaire au modèle augmentera toujours  $R^2$ . Par conséquent, les modèles avec de grandes valeurs  $R^2$  peuvent fournir des prévisions médiocres pour de nouvelles observations ou évaluations de la réponse moyenne. Si on compare les résultats expérimentaux aux résultats des modèles, on devrait obtenir une ligne droite avec un angle de  $45^\circ$  qui passe de l'origine. Cependant, il est possible d'obtenir une telle ligne en utilisant la formule  $[y=ax+b]$ . L'analyse absolue de déviation moyenne (AADM), une méthode directe pour décrire les déviations, a été utilisée pour éliminer ces types d'erreurs.

Les équations suivantes ont été utilisées pour calculer le coefficient de détermination  $R^2$  et L'AADM :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_{i,cal} - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_{i,exp} - \bar{y})^2} \quad (\text{III.15})$$

$$AADM = \frac{\left[ \sum_{i=1}^n \left( \frac{|y_{i,exp} - y_{i,cal}|}{y_{i,exp}} \right) \right]}{n} \quad (\text{III.16})$$

Où  $n$  est le nombre d'expériences effectuées,  $\bar{y}$  est la moyenne des réponses expérimentales et  $y_{i,exp}$  et  $y_{i,cal}$  sont respectivement les réponses expérimentales et calculées.

Pour vérifier l'exactitude du modèle, l'évaluation combinée de  $R^2$  et des valeurs AADM devrait être plus efficace. L'AADM entre les données prévues et observées doit être aussi petit que possible et  $R^2$  doit être proche de 1 (Baş & Boyacı, 2007). L'équation modèle définit le comportement vrai du système et peut être utilisée pour l'interpolation dans le domaine expérimental, selon les valeurs acceptables de  $R^2$  et AADM. Il est important de prendre en compte la question de l'extrapolation en dehors de la zone où les observations initiales ont été faites. Il est tout à fait possible qu'un modèle qui fonctionne bien avec les données initiales ne fonctionne plus avec les données extérieures.

Méthode 2 :

Les valeurs observées et théoriques ont été comparées pour évaluer la validation du modèle. Les équations pour le facteur polarisé,  $B_f$ , et le facteur polarisé d'exactitude,  $A_{f1}$ , ont été fournies (Ross, 1996):

$$B_f = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \log \left( \frac{y_{i,cal}}{y_{i,exp}} \right)} \quad (\text{III.17})$$

$$A_{f1} = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left| \log \left( \frac{y_{i,cal}}{y_{i,exp}} \right) \right|} \quad (\text{III.18})$$

$Y_{i,theo}$ , réponse obtenue à l'aide du modèle ;  $Y_{i,exp}$ , réponse obtenue par l'expérience ;  $n$ , nombre d'essais.

Dans le modèle prédictif parfait,  $A_{f1} = B_f = 1$ . Le modèle prédictif acceptable est défini comme étant  $0,75 < B_f$  ou  $A_{f1} < 1,25$  (Dalgaard & Jørgensen, 1998).

### III.2.5 Optimisation

L'optimisation a été réalisée à l'aide d'une approche multi réponses qui comprenait la maximisation du pH, vitamine C, polyphénols et acidité titrable comme spécifications et éléments du cahier de charge. Pour le reste, la procédure a été identique à celle de la section II.2.5.

### III.2.6 Détermination de la teneur en acides aminés libres des jus

La technique de la ninhydrine a été utilisée pour déterminer la concentration des acides aminés libres dans les extraits par colorimétrie (EBC-Analysis-Committee, 1998).

Pour obtenir une dilution au 1/100, 99 ml d'eau distillée ont été mélangés à 1 ml d'extrait. L'échantillon a été dilué et séparé en trois tubes à essai. Chaque tube à essai a reçu 1 ml de réactif coloré (100 g/L de Na<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub>, 60 g/L de KH<sub>2</sub> PO<sub>4</sub>, 5 g/L de ninhydrine et 3 g/L de fructose). Les tubes ont été immergés dans de l'eau bouillante pendant 16 min. Ils ont ensuite été refroidis dans un bain-marie à 20-25 °C. Chacun a reçu 5ml de solution de dilution (2g de KIO<sub>3</sub>, 1L d'un mélange H<sub>2</sub>O/Ethanol 96% (600:400, v/v)). Un spectrophotomètre UV/Visible Jenway 6405 a été utilisé pour mesurer l'absorbance à 570 nm (Jenway Ltd Felsted, Dunmow, Essex CM6 3LB, UK). Les résultats obtenus ont été comparés aux résultats du contrôle et de la norme. Pour créer le blanc, 2 ml d'eau distillée ont été utilisés à la place de l'extrait dilué. L'étalon était constitué de 2 ml de glycine (10,72 mg/L) au lieu de l'extrait dilué. La relation suivante a permis de déterminer la proportion d'acides aminés libres :

$$FAN (mg / L) = \frac{2 \times A_1}{A_2} \times d \quad (\text{III.19})$$

FAN : azote aminé libre (mg/L) ; A<sub>1</sub> : Absorbance de la solution test à 570nm ; A<sub>2</sub> : Absorbance moyenne de la solution standard ; d : facteur de dilution

### III.2.7 Mesure du pH du jus de dattes

L'électrode du pH-mètre (Jual HANNA HI9813-6 Portable pH/ EC/ TDS Meter Harga Murah) a été plongée dans le bécher contenant 20 ml d'échantillon à 25° C ; la valeur du pH a été lue. L'opération a été répétée trois fois.

### III.2.8 Détermination de la teneur en vitamine C du jus de dattes.

Un erlenmeyer a été rempli d'un volume V' égal à 5 ml d'échantillon mesuré à l'aide d'une pipette graduée, suivi de 5 ml de la solution d'acide métaphosphorique-acide

acétique (v/v) ( $\text{HPO}-\text{CH}_3\text{COOH}$ ) et de 10 ml d'eau distillée. Un deuxième erlenmeyer vide a été rempli d'une solution standard d'acide ascorbique (250 mg/L). La vitamine C (Vit C) a été titrée avec une solution de dichlorophénolindophénol (DCPIP) ( $8,61 \times 10^{-3}$  mol/L) pendant 30 secondes jusqu'à ce qu'une teinte rose persiste. La procédure a été répétée trois fois. La formule suivante a été utilisée pour calculer la teneur en vitamine C.

$$\text{Vit C (mg / L)} = \frac{[\text{DCPIP}] \times V \times M}{V_0} \quad (\text{III.20})$$

M : masse molaire de la vitamine C (176g/mol) ; V : volume de DCPIP (ml) ;  $V_0$  : volume de l'échantillon (ml)

### III.2.9 Détermination du contenu phénolique total dans le jus de dattes.

Les polyphénols du jus de datte ont été mesurés à l'aide du réactif de Folin-Ciocalteu (Matloob & Balakita, 2016) qui produit un complexe bleu phosphotungstic-phosphomolybdène. 2 mL d'eau distillée et 1,0 mL de réactif de Folin-Ciocalteu (dilué au 1/10) ont été ajoutés à 100  $\mu\text{L}$  d'extrait d'échantillon. Après avoir laissé reposer le mélange pendant 5 minutes, 0,75 ml de solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (60 g/L) a été ajouté. Après 90 min, l'absorption a été mesurée à 765 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible (Jenway Ltd Felstd, Dunmow, Essex CM6 3LB, UK) contre de l'eau comme blanc. Pour trois répétitions, la concentration totale en phénols a été exprimée en g d'équivalent d'acide gallique (EAG) pour 100 g MS d'échantillon frais.

### III.3 Résultats et discussion

#### III.3.1 Modélisation du pH, vitamine C, acides aminés libres et polyphénols

L'influence des paramètres du procédé (température, durée, ratio et volume d'enzyme) sur l'extraction de quelques composés (pH, vitamine C, acides aminés libres et polyphénols) du jus de datte a été déterminée. Les résultats sont présentés dans le tableau III.1.

Tableau III.1: Matrice d'expérience et caractéristiques physicochimiques du jus de datte Bournow

x1	x2	x3	x4	pH	Vitamine C (mg/L)	Polyphénols (g EAG/100g MS)	Acides aminés libres (mg/L)
0	0	0	0	4,46	78,333	3,72	550,310
-1	-1	1	1	4,37	45,000	2,70	440,712
1	1	1	1	5,62	88,333	6,72	484,564
1	1	-1	-1	4,82	70,000	6,06	605,210
-1	-1	-1	-1	4,95	126,667	5,66	524,222
0	0	1,607	0	4,63	63,333	3,98	472,649
0	0	-1,607	0	4,43	86,667	5,57	617,552
1	-1	-1	-1	4,37	116,667	5,45	606,022
-1	1	-1	1	4,40	100,000	3,50	503,586
0	-1,607	0	0	4,51	71,667	2,81	532,105
1,607	0	0	0	4,79	121,667	5,46	566,274
1	1	1	-1	5,08	113,333	5,84	497,512
0	1,607	0	0	4,66	73,333	4,57	522,800
1	1	-1	1	4,64	105,000	5,98	586,278
0	0	0	1,607	4,54	70,000	4,11	496,755
-1	1	1	-1	4,35	75,000	5,21	435,508
0	0	0	0	4,61	66,667	4,57	540,000
-1,607	0	0	0	4,44	81,667	3,69	456,660
1	-1	1	-1	4,78	103,333	3,52	499,324
-1	-1	-1	1	4,37	110,000	4,49	513,354
-1	1	-1	-1	4,55	95,000	5,10	515,134
0	0	0	0	4,69	63,333	4,06	545,000
0	0	0	-1,607	4,61	83,333	5,86	515,891
-1	1	1	1	4,39	58,333	3,90	429,944
0	0	0	0	4,62	63,333	3,50	540,000
1	-1	1	1	4,64	80,000	3,44	487,056
-1	-1	1	-1	4,43	95,000	3,84	445,596
1	-1	-1	1	4,21	120,000	6,87	587,770

Les modèles du plan composite centré relient les facteurs singuliers, les interactions et les effets quadratiques aux variables de réponse. Ces modèles sont constitués de :

$$Y_{pH} = 4,5771 + 0,0856x_1 + 0,0580x_2 + 0,0491x_3 - 0,0236x_4 + 0,0095x_1^2 + 0,0050x_2^2 - 0,0033x_3^2 + 0,0035x_4^2 + 0,06268x_1x_2 + 0,06801x_1x_3 + 0,01960x_1x_4 + 0,01718x_2x_3 + 0,02880x_2x_4 + 0,03509x_3x_4 \quad (\text{III.21})$$

$$Y_{vitC} = 66,36 + 4,59x_1 - 2,62x_2 - 6,54x_3 - 3,23x_4 + 5,623x_1^2 + 1,25x_2^2 + 1,625x_3^2 + 1,874x_4^2 + 0,121x_1x_2 + 3,187x_1x_3 + 1,654x_1x_4 + 2,783x_2x_3 + 2,057x_2x_4 - 3,429x_3x_4 \quad (\text{III.22})$$

$$Y_{Pol} = 3,935 + 0,3624x_1 + 0,2696x_2 - 0,3086x_3 - 0,1732x_4 + 0,1018x_1^2 - 0,0309x_2^2 + 0,1318x_3^2 + 0,1633x_4^2 + 0,1041x_1x_2 - 0,0421x_1x_3 + 0,1781x_1x_4 + 0,242x_2x_3 - 0,0276x_2x_4 - 0,0053x_3x_4 \quad (\text{III.23})$$

$$Y_{aal} = 544,08 + 21,223x_1 - 1,801x_2 - 28,055x_3 - 3,705x_4 - 4,945x_1^2 - 2,548x_2^2 + 0,099x_3^2 - 5,716x_4^2 + 0,801x_1x_2 - 2,718x_1x_3 - 0,715x_1x_4 - 0,097x_2x_3 - 0,066x_2x_4 + 0,579x_3x_4 \quad (\text{III.24})$$

Avec,  $Y_{pH}$  : pH ;  $Y_{vitC}$  : Vitamine C ;  $Y_{Pol}$  : Polyphénols ;  $Y_{aal}$  : Acides aminés libres ;  $x_1$  : Température ;  $x_2$  : Temps ;  $x_3$  : Rapport eau/pulpe ;  $x_4$  : Volume de pectinase.

Ces modèles interactifs du second degré sont utiles si quelques variables d'entrée sont précises. Pour que le modèle soit validé, il faudrait que les valeurs expérimentales calculées appartiennent à l'intervalle des valeurs de références : (0 à 0,3) ;  $B_f$  et  $A_f$  (0,75 à 1,25). Le tableau III.2 montre que tous les modèles sont valides et permettent d'évaluer les composants de manière approfondie.

Tableau III.2: Critères de validation des différents modèles à partir des attributs du jus

Paramètres	$R^2$	$R^2_{adj}$	AADM	$B_f$	$A_f$
$Y_{pH}$	0,9352	0,8654	0,029	1,006	1,029
$Y_{vitC}$	0,9221	0,8381	0,142	0,876	1,170
$Y_{Pol}$	0,9378	0,8708	0,116	0,925	1,132
$Y_{aal}$	0,9990	0,9980	0,045	1,034	1,045

L'ANOVA du tableau III.3 ne prend en compte que les variables dont la probabilité est inférieure à 0,05. Ce sont donc les seuls éléments pertinents.

Tableau III.3: ANOVA pour la signification des facteurs utilisés lors de l'extraction de certains constituants du jus de datte Bournow (*Phoenix dactylifera* L.)

Termes	pH	Vitamine C	Polyphénols	Acides aminés libres
	Probabilités (P)			
Constante	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>
$x_1$ -Temperature (°C)	<b>0,000</b>	<b>0,002</b>	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>
$x_2$ -Temps (min)	<b>0,001</b>	<b>0,046</b>	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>
$x_3$ -Ratio (eau/pulpe)	<b>0,004</b>	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>	<b>0,000</b>
$x_4$ - Volume pectinase (mL)	0,112	<b>0,018</b>	<b>0,009</b>	<b>0,000</b>
$x_1^2$	0,398	<b>0,000</b>	<b>0,038</b>	<b>0,000</b>
$x_2^2$	0,654	0,202	0,496	<b>0,000</b>
$x_3^2$	0,768	0,104	<b>0,011</b>	0,703
$x_4^2$	0,753	0,065	<b>0,003</b>	<b>0,000</b>
$x_1x_2$	<b>0,000</b>	0,889	<b>0,023</b>	<b>0,004</b>
$x_1x_3$	<b>0,000</b>	<b>0,002</b>	0,315	<b>0,000</b>
$x_1x_4$	0,069	0,073	<b>0,001</b>	<b>0,009</b>
$x_2x_3$	0,106	<b>0,006</b>	<b>0,000</b>	0,682
$x_2x_4$	<b>0,012</b>	<b>0,031</b>	0,506	0,780
$x_3x_4$	<b>0,004</b>	<b>0,001</b>	0,897	<b>0,026</b>

### III.3.1.1 *Impact des facteurs singuliers sur les réponses*

#### III.3.1.1.a *Impact de la température*

Le facteur  $x_1$  qui correspond à la température d'extraction, comme facteur singulier (le temps d'extraction ( $x_2$ ), le ratio eau/pulpe ( $x_3$ ), et le volume d'enzyme ( $x_4$ ) étant fixés à leurs valeurs centrales à savoir 65 min ; 3,5 et 0,25 mL respectivement), a un impact

significatif sur la vitamine C, le pH, les polyphénols et les acides aminés libres (Tableau III.3).

Toutes ces réponses augmentent avec l'augmentation de la température. En effet, le pH, la vitamine C, les polyphénols et les acides aminés libres augmentent significativement (Tableau III.3) respectivement de 4,46 ; 73,5 mg/L ; 3,61 g EAG/100g MS et 497,2 mg/L à une température de 25 °C, pour atteindre des valeurs de 4,73 ; 88,26 mg/L ; 4,78 g EAG/100g MS et 565,42 mg/L à une température de 95 °C (Figure III.1).

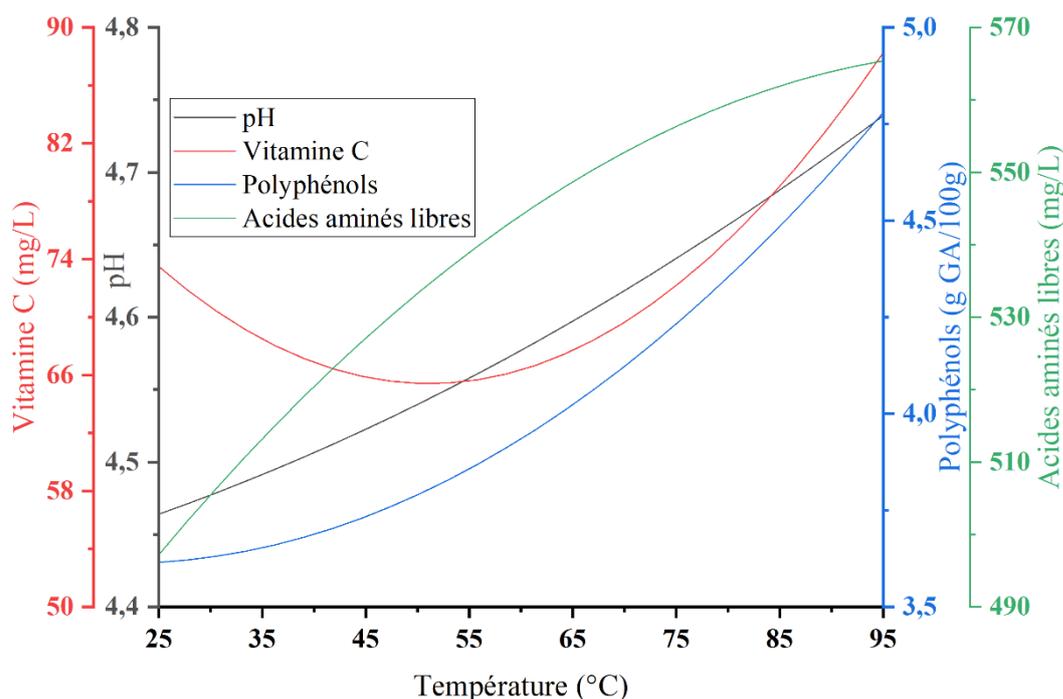


Figure III.1: Evolution de la vitamine C, du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction de la température (temps, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixés respectivement à 65 min, 3,5 et 0,25 mL).

Dans le cas de la vitamine C et des acides aminés libres présents dans la datte (Ashraf & Hamidi-Esfahani, 2011), la température fragiliserait la pulpe, permettant ainsi une plus grande libération de ces deux composants qui diffuseraient dans le jus. En effet, ici tout se passerait pour la vitamine C comme si, la cinétique d'extraction serait supérieure à celle de la dénaturation.

Pour le pH, cela pourrait s'expliquer par le fait que le potassium, l'un des composés minéraux les plus abondants dans les dattes (Ibrahim et al., 2001; Mohamed, 2000), pourrait augmenter le pH. Deuxièmement, l'extraction à haute température désactiverait rapidement la pectinase, ce qui donne un extrait au pH plus élevé. En raison de la perte

d'acides volatils et de dioxyde de carbone due à l'augmentation de la température, l'acidité du jus diminuerait, ce qui entraînerait une augmentation du pH.

L'élévation de température permettrait d'extraire plus efficacement les polyphénols. Dans ce cas, la vitesse d'extraction des polyphénols serait supérieure à la vitesse de dégradation. Cela peut s'expliquer par la présence de tannins hydrolysables qui sont thermodégradables. En réalité, les tanins hydrolysables ont été dégradés à une température élevée (100 °C), ce qui a entraîné une augmentation de la teneur en non-tanins. Al-Farsi et al. (2005) ont signalé une augmentation de la teneur phénolique totale des dattes séchées au soleil en raison de la dégradation des tanins induite par la température au cours du processus de séchage. En outre, (Jeong et al., 2004) ont signalé une concentration de polyphénols nettement plus élevée dans les écorces d'agrumes chauffées que dans les écorces non chauffées.

#### *III.3.1.1.b Impact du temps d'extraction*

Le facteur  $x_2$  qui correspond au temps d'extraction, comme facteur singulier (la température d'extraction ( $x_1$ ), le ratio eau/pulpe ( $x_3$ ), et le volume d'enzyme ( $x_4$ ) étant fixés à leurs valeurs centrales à savoir 60 °C ; 3,5 et 0,25 mL respectivement), a un impact significatif sur la vitamine C, le pH, les polyphénols et les acides aminés libres (Tableau III.3).

Le pH et la teneur en polyphénols augmentent significativement (Tableau III.3) avec l'augmentation du temps d'extraction. Tandis que, la vitamine C et les acides aminés libres diminuent significativement (Tableau III.3) avec l'augmentation du temps d'extraction (Figure III.2).

En effet pour le pH et les polyphénols, on part de 4,49 et 3,42 g EAG/100g MS respectivement pour un temps de 10 min, pour augmenter à 4,68 et 4,28 g EAG/100g MS respectivement pour un temps de 120 min (Figure III.2). En plus des raisons évoquées précédemment concernant la température (Ici elle est fixée à 60 °C), une prolongation du temps d'extraction permettrait une plus grande accumulation dans le jus, justifiant l'augmentation. Il est important de noter que les types de polyphénols ont des effets différents. Selon Kaack & Austed, 1998), les anthocyanidines sont protégées de la destruction oxydative par la vitamine C, qui agit comme un inhibiteur. Cette protection est assurée par la vitamine C. Selon (Aka et al., 2013), l'effet protecteur décrit est très

probablement dû à la diminution de la forme oxydée du polyphénol provoquée par l'acide ascorbique. Cette forme du polyphénol est ensuite oxydée, comme cela a été découvert pour l'acide chlorogénique et l'épicatéchine.

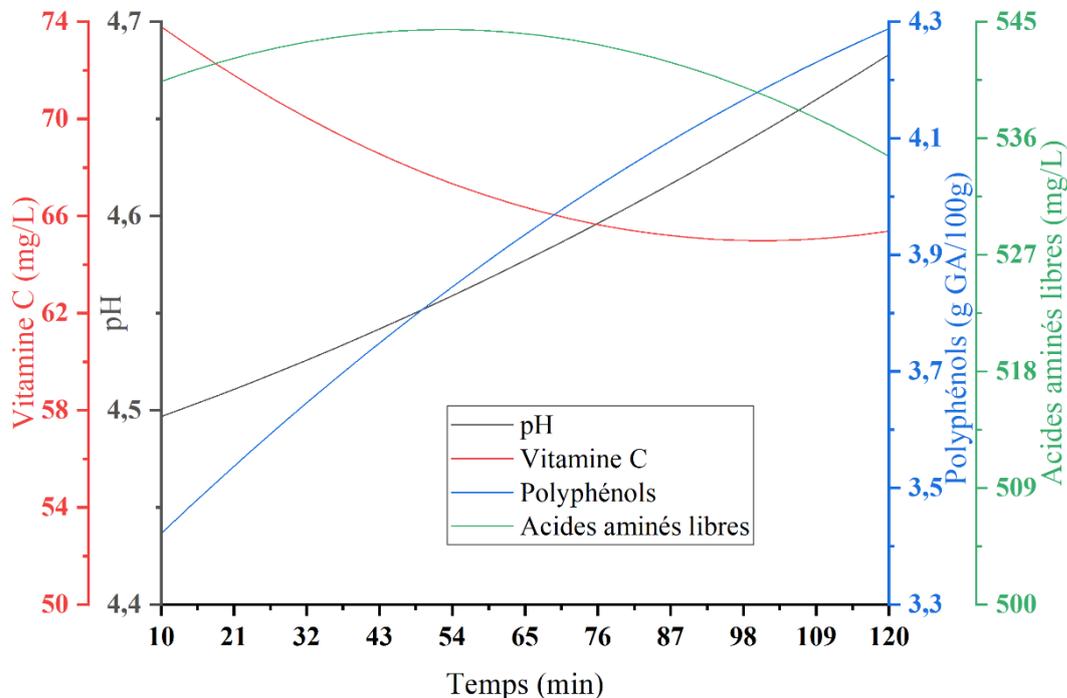


Figure III.2: Evolution de la vitamine C, du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction du temps (température, rapport eau/pulpe et volume de pectinase fixés respectivement à 60 °C, 3,5 et 0,25 mL).

La diminution de la vitamine C et des acides aminés libres est observable dans la figure III.2. En effet, pour la vitamine C et les acides aminés libres, on part de 73,79 mg/L et 540,39 mg/L pour un temps de 10 min, pour diminuer jusqu'à 65,37 mg/100g et 534,61 mg/L respectivement, pour un temps de 120 min (Figure III.2).

La principale voie de dégradation de la vitamine C dans les systèmes liquides aqueux implique l'oxydation de l'acide ascorbique en acide déhydroascorbique, qui se dégrade rapidement en acide 2,3-diketogulonique (Washko et *al.*, 1992). L'hydrolyse de l'acide déhydroascorbique entraîne la perte de la propriété vitaminique de la molécule. La dégradation de l'acide ascorbique augmente avec l'augmentation de l'activité de l'eau ou de la teneur en humidité (Lee & Labuza, 1975). La réaction de l'acide ascorbique à sa forme oxydée, l'acide déhydroascorbique, et l'hydrolyse subséquente en acide 2,3-diketogulonique se produisent simultanément dans l'eau en l'absence de composés oxydants ou réducteurs (Serpen & Gökmen, 2007).

Les groupes N des acides aminés des protéines, des peptides et des acides aminés se condensent avec les groupes carbonyles des sucres pour déclencher des réactions de Maillard, formant des bases de Schiff qui peuvent être réarrangées en produits d'Amadori ou de Heyns (Hellwig & Henle, 2014). Ces macromolécules sont décomposées ou modifiées pour générer des espèces dicarboxylées réactives, qui peuvent réagir facilement avec d'autres nucléophiles tels que les amines, les guanidines et les thiols. En réagissant avec des acides aminés libres pour produire des imines, ces intermédiaires peuvent subir une dégradation de Strecker, conduisant à la formation d'aldéhydes de Strecker (Lund & Ray, 2017). Ceci justifierait la diminution de la teneur en acides aminés libres avec le temps.

#### *III.3.1.1.c Impact du ratio eau/pulpe*

Le facteur  $x_3$  qui correspond au ratio eau/pulpe, comme facteur singulier (la température d'extraction ( $x_1$ ), le temps d'extraction ( $x_2$ ), et le volume d'enzyme ( $x_4$ ) étant fixés à leurs valeurs centrales à savoir 60 °C ; 65 min ; et 0,25 mL respectivement), a un impact significatif sur la vitamine C, le pH, les polyphénols et les acides aminés libres (Tableau III.3).

La vitamine C, les polyphénols et les acides aminés libres diminuent avec l'augmentation du ratio eau/pulpe, alors que le pH augmente avec l'augmentation du ratio eau/pulpe (Figure III.3).

En effet, les teneurs en vitamine C, polyphénols et acides aminés libres passent de 81,06 mg/L ; 4,77 g GA/100g et 589,42 mg/L respectivement pour un ratio eau/pulpe de 2 (Figure III.3), à 60,04 mg/L ; 3,77 g GA/100g et 499,25 mg/L respectivement pour un ratio eau/pulpe de 5 (Figure III.3). Tandis que, le pH passe de 4,48 pour un ratio eau/pulpe de 2 à 4,64 pour un ratio eau/pulpe de 5. Toutes ces observations faites s'expliqueraient simplement par l'effet de dilution qui permettrait par cette occasion la diminution de la concentration des vitamine C, polyphénols et acides aminés libres par contre, celle-ci contribuerait à augmenter le pH.

#### *III.3.1.1.d Impact du volume d'enzymes*

Le facteur  $x_4$  qui correspond au volume d'enzyme, comme facteur singulier (la température d'extraction ( $x_1$ ), le temps d'extraction ( $x_2$ ), et le ratio eau/pulpe ( $x_3$ ) étant

fixés à leurs valeurs centrales à savoir 60 °C ; 65 min ; et 3,5 respectivement), a un impact significatif sur la vitamine C, le pH, les polyphénols et les acides aminés libres (Tableau III.3).

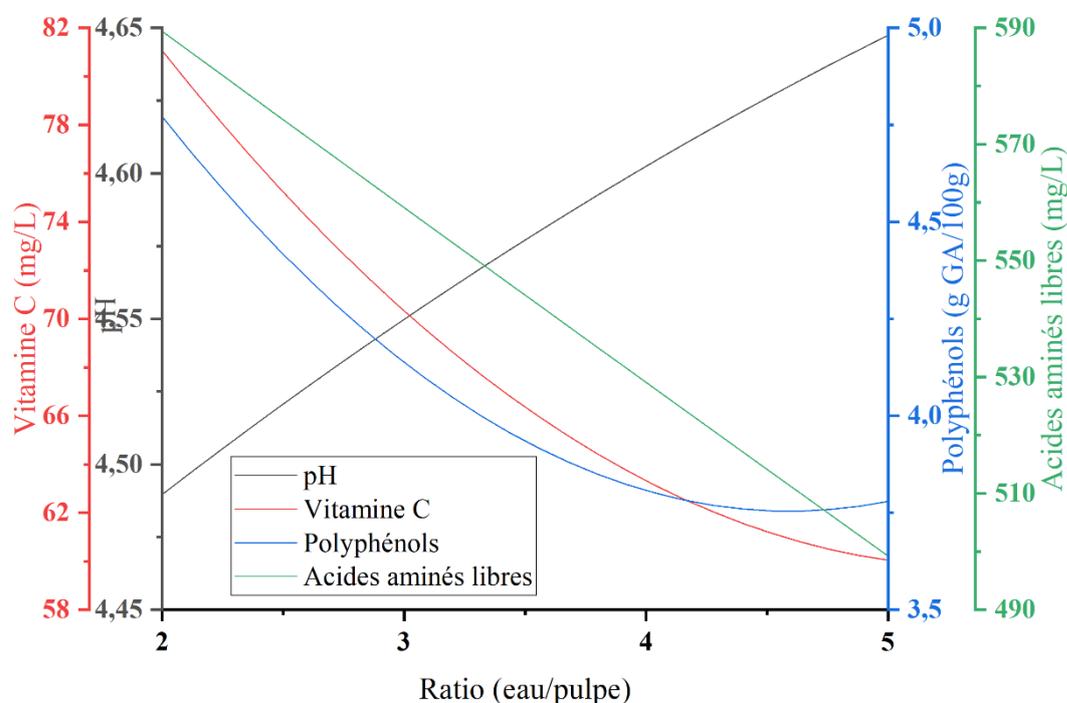


Figure III.3: Evolution de la vitamine C, du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction du rapport eau/pulpe (température, temps et volume de pectinase fixés respectivement à 60°C, 65 min et 0,25 mL).

Les teneurs en vitamine C et en polyphénols subissent une diminution significative puis, une augmentation non significative avec l'augmentation volume d'enzyme (Figure III.4), alors que la teneur en acides aminés libres subit une augmentation non significative d'une part suivie d'une diminution significative avec l'augmentation du volume d'enzyme (Figure III.4).

En effet, pour la vitamine C, on va de 76,39 mg/L sans ajout de pectinase, suivi d'une diminution jusqu'à une valeur minimale de 64,96 mg/L à un volume de pectinase de 0,38 mL puis une augmentation non significative jusqu'à 66 mg/L à un volume de pectinase de 0,5 mL (Figure III.4). Pour la teneur en polyphénols, on va de 4,63 g EAG/100g MS sans ajout de pectinase, à une valeur minimale de 3,89 g EAG/100g MS pour un ajout de 0,33 mL de pectinase puis, on observe une augmentation non significative jusqu'à 4,07 g GA/100g pour un ajout de 0,5 mL de pectinase (Figure III.4). La teneur en acides aminés libres quant à elle débute à 535,27 mg/L sans ajout de pectinase, suivi d'une augmentation

non significative jusqu'à 544,68 mg/L pour un ajout de 0,2 mL de pectinase et, suivi par la suite d'une diminution significative jusqu'à 523,36 mg/L pour un ajout de 0,5 mL de pectinase (Figure III.4).

Ce qui justifierait la baisse des polyphénols et des acides aminés avec l'augmentation du volume de pectinase est, l'hydrolyse de la matrice de datte qui libèrerait ces deux constituants qui entreraient dans le processus de formation du trouble. La cause la plus fréquente des troubles dans les boissons est l'interaction entre les protéines et les polyphénols. La proline est présente dans les protéines qui lient les polyphénols, et plus la proline est présente, plus l'activité de formation de trouble est importante. Il a été démontré que les protéines riches en proline ayant une forte affinité de liaison avec les polyphénols par liaison hydrogène et interactions hydrophobes sont responsables de la formation du trouble (Schulte et al., 2016 ; Siebert, 2006). Au moins deux sites des polyphénols responsables de la brume peuvent se lier aux protéines, ce qui leur permet de réticuler les protéines et de produire des particules insolubles qui diffusent la lumière. Au moins initialement, l'interaction entre la protéine et le polyphénol est non covalente et réversible. Le rapport entre le polyphénol actif dans la brume (HA) et la protéine HA affecte à la fois la taille des particules de brume et l'intensité de la brume (Siebert, 2006).

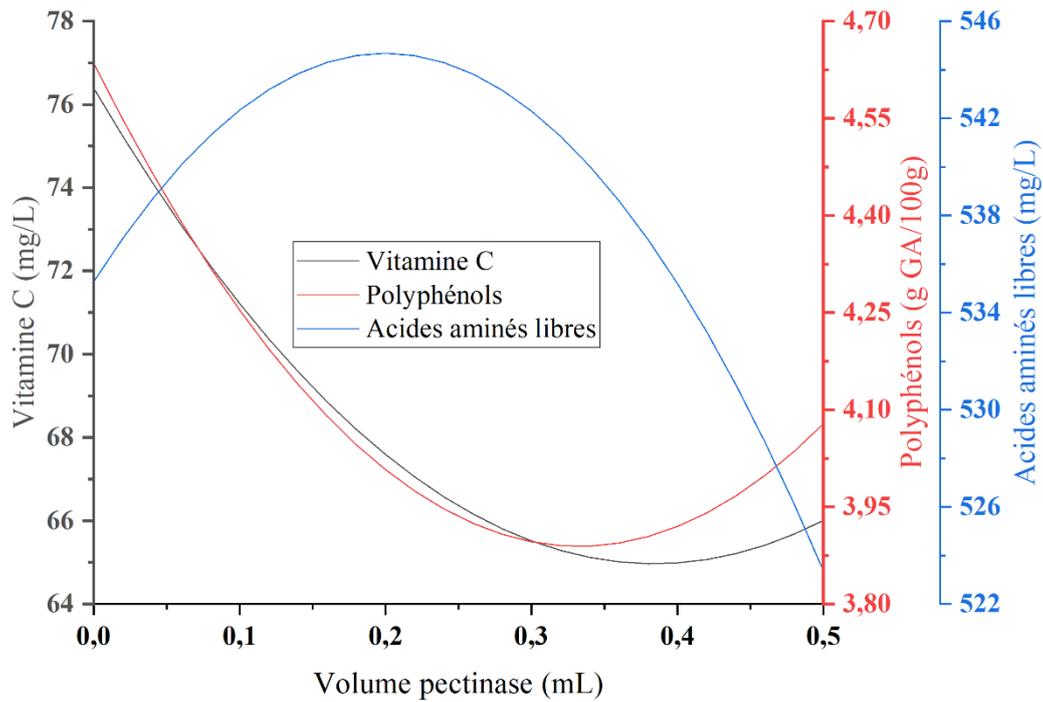


Figure III.4: Évolution de la vitamine C, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction du volume de pectinase (température, temps et rapport eau/pulpe fixés respectivement à 60°C, 65 min et 3,5).

### III.3.1.2 *Impact des interactions sur les réponses*

L'interaction x1x2 (Température/Temps d'extraction) contribue à augmenter significativement le pH, les polyphénols et les acides aminés libres (Tableau III.3). En effet, pour le pH, les polyphénols et les acides aminés libres, cette augmentation s'observe avec une augmentation simultanée de la température et du temps d'extraction (Figure III.5).

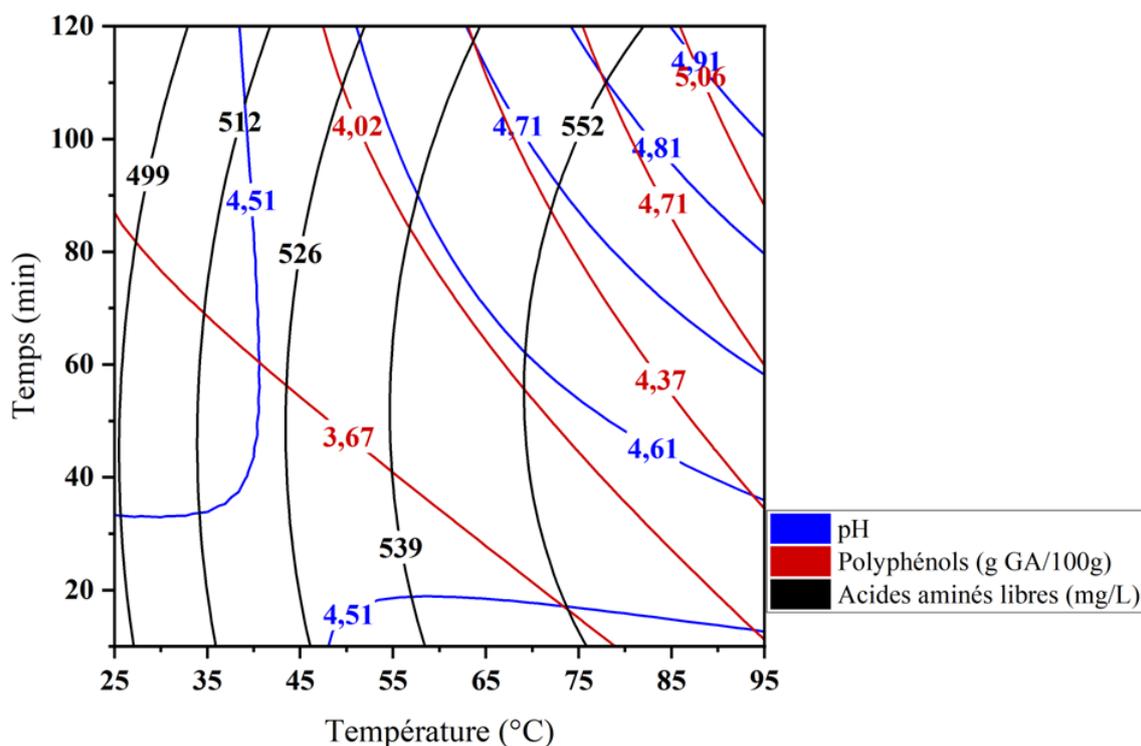


Figure III.5: Évolution du pH, des polyphénols et des acides aminés libres en fonction de l'interaction température/temps. Le ratio pulpe/eau et le volume de pectinase sont fixés respectivement à 3,5 et 0,25 mL.

L'augmentation de la température et du temps d'extraction contribue à la fragilisation de la pulpe et à une plus grande libération des minéraux, comme le potassium et le calcium (Ibrahim et *al.*, 2001 ; Mohamed, 2000) qui, en solution aqueuse formeraient des bases qui augmenteraient le pH.

L'augmentation des polyphénols avec une augmentation simultanée de la température et du temps d'extraction, s'expliquerait par le fait que, l'extraction des polyphénols serait meilleure à température élevée (Jeong et *al.*, 2004) et, avec un temps prolongé on assisterait à une accumulation de ces polyphénols dans le jus de datte, par conséquent une augmentation.

L'augmentation de la teneur en acides aminés libres avec l'augmentation de la température et du temps d'extraction s'expliquerait par le fait que l'on assisterait à une extraction de ces composés beaucoup plus si bien que la cinétique d'extraction serait supérieure à celle de la formation des composés de la réaction de Maillard (Hellwig & Henle, 2014) et celle de la formation du trouble.

L'interaction x1x3 (température/ratio eau pulpe) contribue à augmenter significativement d'une part le pH et la vitamine C (tableau III.3), tandis qu'elle contribue à diminuer significativement la teneur en acides aminés libres (tableau III.3).

L'augmentation du pH est effective grâce à une augmentation simultanée de la température et du ratio eau/pulpe (Figure III.6). Le ratio eau pulpe qui favorise la dilution du jus contribuerait à augmenter son pH, tandis que, l'augmentation de la température contribuerait à une meilleure extraction des minéraux qui formerait des bases en solution à l'exemple du potassium.

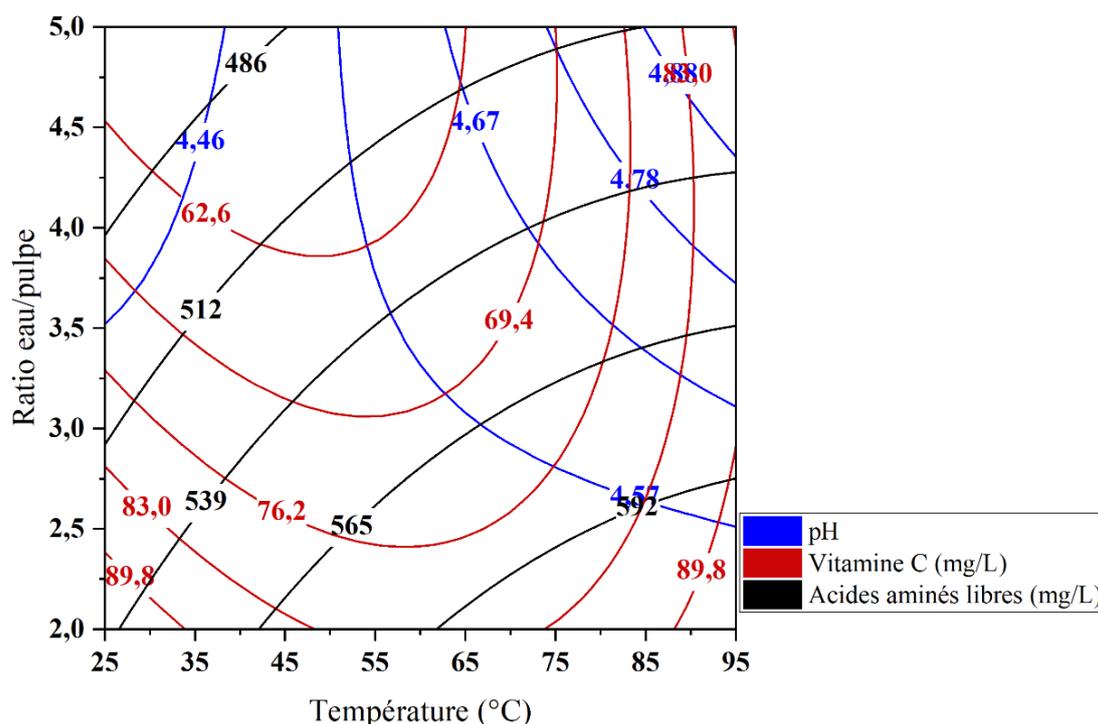


Figure III.6: Évolution du pH, de la vitamine C et des acides aminés libres en fonction de l'interaction température/ratio eau/pulpe. Le temps et le volume de pectinase sont fixés respectivement à 65 min et 0,25 mL.

L'augmentation de la vitamine C est quant à elle observée au moyen d'une diminution de la température d'extraction simultanément avec une augmentation du ratio eau pulpe (Figure III.6). En effet, on se trouverait dans une situation d'accumulation de la vitamine C extraite et la température étant réduite, la vitamine C ne serait pas détruite par cette dernière.

La baisse des acides aminés libres s'observe quand on a une diminution de la température simultanément avec une augmentation du ratio eau/pulpe (Figure III.6). Cette diminution

s'expliquerait beaucoup plus par l'effet de dilution qu'entraînerait une augmentation du ratio.

L'interaction x1x4 contribue à augmenter significativement les polyphénols et simultanément de diminuer significativement la teneur en acides aminés libres (Tableau III.3).

En effet, l'augmentation des polyphénols est obtenue via une augmentation simultanée de la température et du volume de pectinase (Figure III.7). Cette augmentation s'expliquerait par le fait que la température d'extraction fragiliserait la pulpe et combinée avec le volume de pectinase qui hydrolyserait les pectines, et permettrait par ricochet une plus grande extraction des polyphénols.

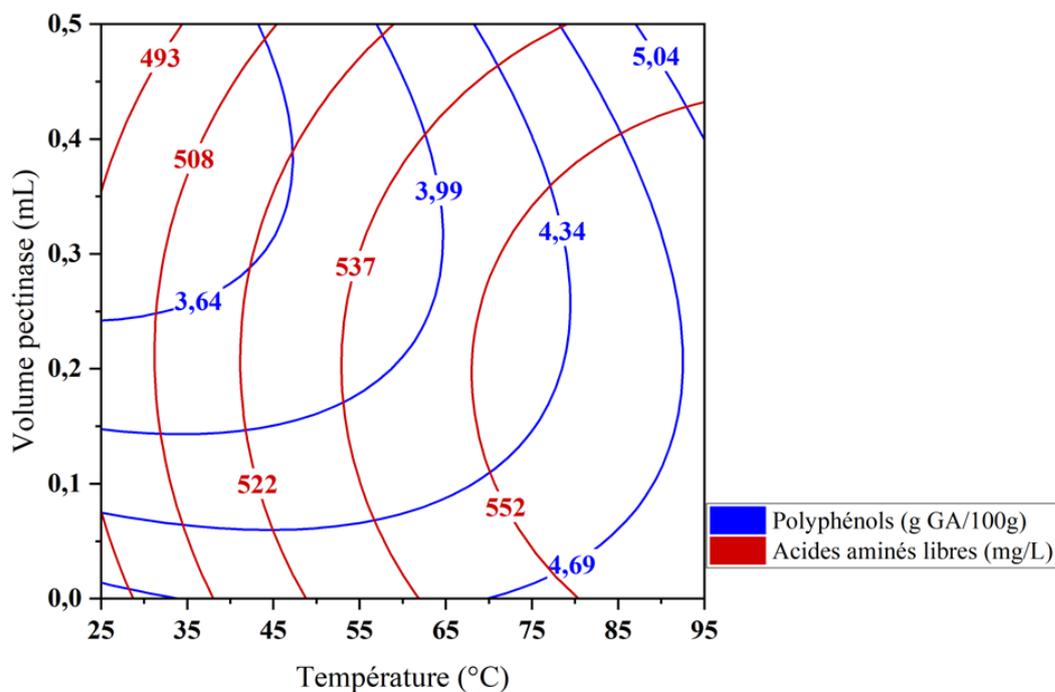


Figure III.7: Évolution des polyphénols et des acides aminés libres en fonction de l'interaction température/volume de pectinase. Le ratio pulpe/eau et le temps sont fixés respectivement à 3,5 et 65 min.

La diminution de la teneur en acides aminés libres s'observe via une baisse de la température d'extraction simultanément avec une augmentation du volume de pectinase (Figure III.7). En effet, cet effet s'expliquerait par le fait que non seulement la température basse ne permettrait pas une meilleure extraction, en même temps elle ne permettrait pas une hydrolyse de la pulpe par la pectinase.

L'interaction x2x3 contribue à augmenter significativement la vitamine C et les polyphénols (Tableau III.3). L'augmentation de la teneur en vitamine C s'observe via une diminution simultanée du temps et du ratio eau/pulpe (Figure III.8). Ceci pourrait s'expliquer par le fait que, d'une part la baisse du ratio eau/pulpe conduit à une augmentation de la concentration et une réduction du temps contribue à une diminution de l'effet de la température sur la dégradation de la vitamine C et par ricochet une augmentation de celle-ci.

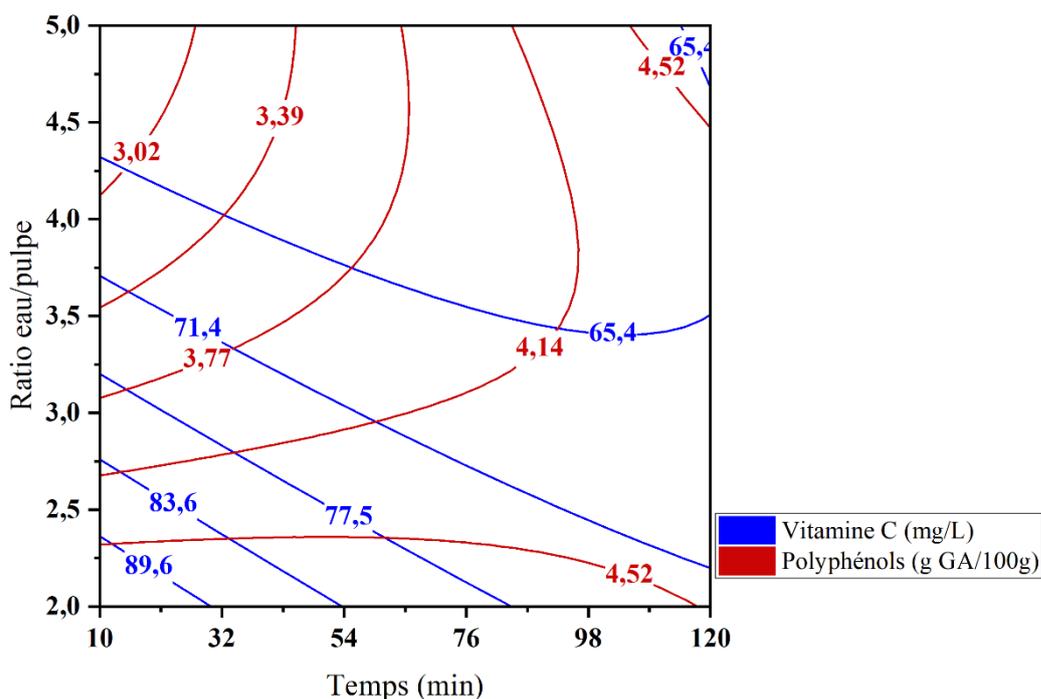


Figure III.8: Évolution de la vitamine C et des polyphénols en fonction de l'interaction temps/ratio (eau/pulpe). La température et volume de pectinase sont fixés respectivement à 60°C et 0,25 mL.

L'augmentation de la teneur en polyphénols est observée avec une augmentation du temps d'extraction simultanément avec la diminution du ratio eau/pulpe (Figure III.8). En effet, l'augmentation du temps d'extraction contribue à une accumulation des polyphénols dans le jus et, concomitamment une baisse du ratio eau/pulpe réduit l'effet de la dilution et par ricochet crée une augmentation de la concentration.

L'interaction x2x4 contribue à augmenter significativement le pH et la teneur en vitamine C (Tableau III.3). En effet, cette augmentation du pH se fait via une augmentation du temps d'extraction et une diminution du volume de pectinase (Figure III.9). L'augmentation du pH serait du simultanément à une accumulation des ions responsables

du caractère basique (comme le potassium, sodium et autres) et, la réduction du volume de pectinase quant à lui ne favoriserait pas une hydrolyse de la pulpe et par la même occasion réduirait l'extraction des acides organiques présents dans la datte.

L'augmentation de la vitamine C s'observe via une diminution simultanée du temps d'extraction et du volume de pectinase. En effet, les phénomènes de dégradation thermique de la vitamine C sont ralentis avec la réduction du temps d'application de la chaleur et, simultanément, selon les études, la stabilité de la vitamine C dépend largement des températures appliquées et de la présence d'oxygène, et sa dégradation est en grande partie due aux réactions d'oxydation qui se produisent pendant la phase de chauffage adiabatique (Oey et al., 2008). La température appliquée, inactive les enzymes endogènes, notamment l'acide ascorbique oxydase qui peut causer la dégradation de la vitamine C (Leong & Oey, 2012; Munyaka et al., 2010).

L'interaction x3x4 contribue à augmenter le pH, la teneur en acides aminés libres et, à diminuer la teneur en vitamine C (Tableau III.3).

L'augmentation du pH s'obtient par une augmentation du ratio eau/pulpe simultanément avec une diminution du volume de pectinase. En effet, l'augmentation du ratio eau/pulpe contribuerait à cette augmentation du pH via l'effet de dilution et, la baisse simultanée du volume de pectinase contribuerait à la réduction de l'effet hydrolytique de cette enzyme qui aurait pu permettre la libération des acides organiques (Figure III.10).

L'augmentation de la teneur en acides aminés libres se ferait par le biais d'une diminution du ratio eau/pulpe et simultanément avec l'augmentation du volume de pectinase (Figure III.10). En effet, la réduction du ratio eau/pulpe apporterait un effet de concentration tandis que, au même moment, une augmentation du volume de pectinase contribuerait à une meilleure hydrolyse de la pulpe et par ricochet une augmentation de la teneur en acides aminés libres.

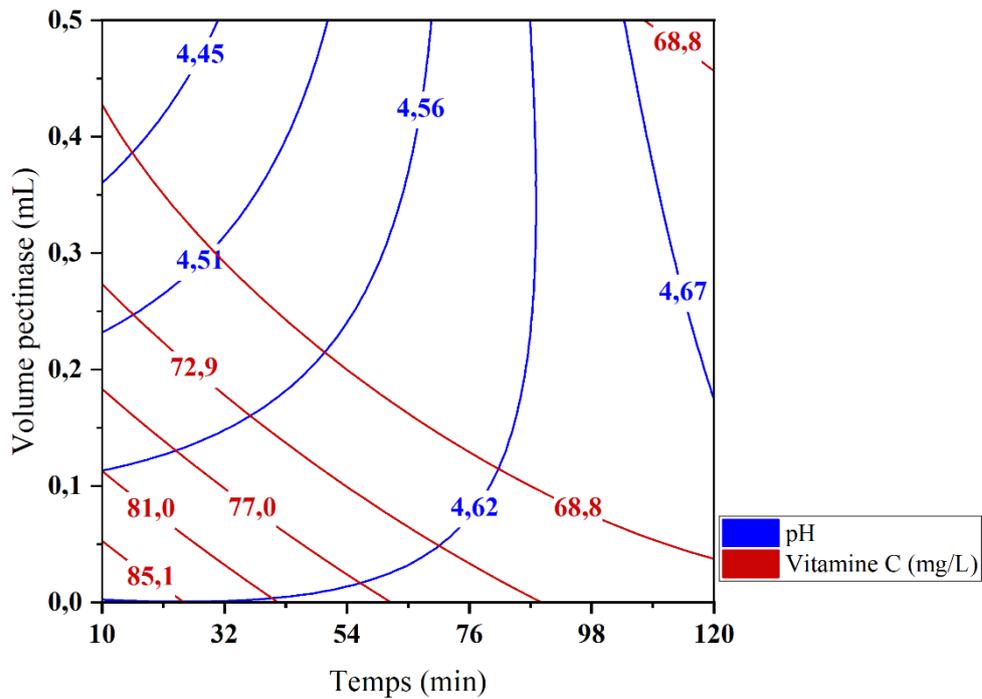


Figure III.9: Évolution du pH et de la vitamine C en fonction de l'interaction temps/volume de pectinase. La température et le ratio eau/pulpe sont fixés respectivement à 60°C et 3,5.

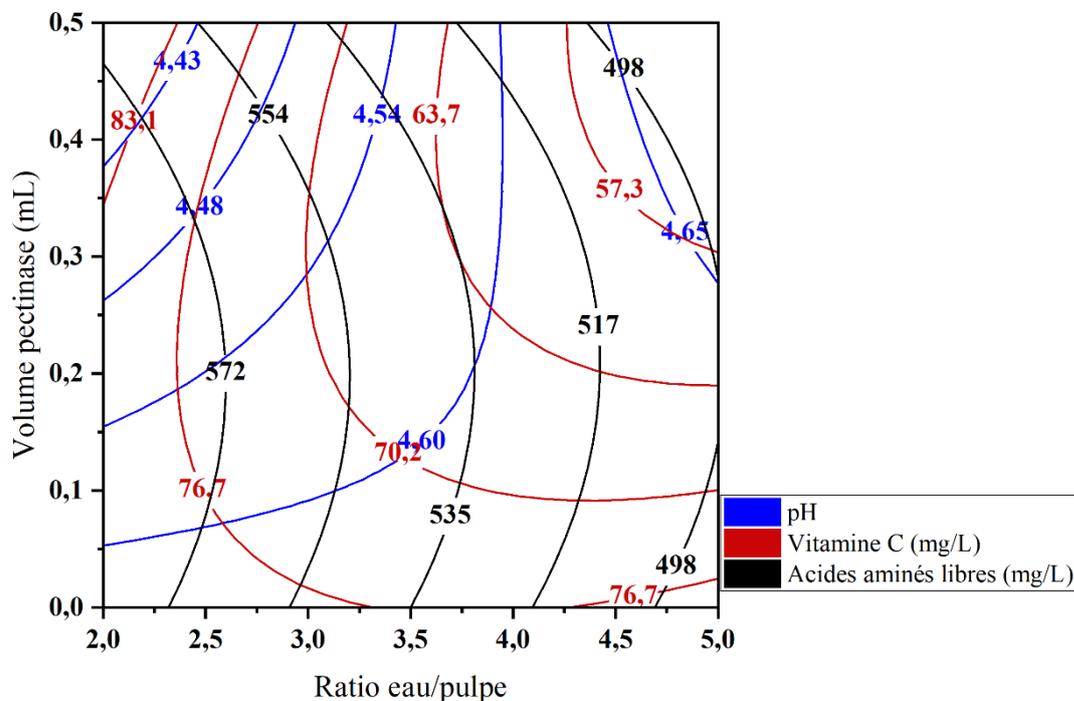


Figure III.10: Évolution du pH, de la vitamine C et des acides aminés libres en fonction de l'interaction ratio eau/pulpe / volume de pectinase. La température et le temps sont fixés respectivement à 60°C et 65 min.

La diminution de la vitamine C s'observe par une augmentation simultanée du ratio eau/pulpe et du volume d'enzyme (Figure III.10). Bien que l'augmentation du volume de pectinase contribuerait à augmenter la teneur en vitamine C par l'hydrolyse de la pulpe, force est de constater que le gradient du ratio eau/pulpe lui serait supérieur et par conséquent entraînerait une diminution de la teneur en vitamine C du jus.

### **III.3.2 Optimisation des constituants mineurs (pH, vitamine C, polyphénols et FAN)**

Une optimisation multiréponses a été utilisée pour maximiser les propriétés physicochimiques mineures du jus de dattes. À cette fin, la vitamine C, polyphénols et acides aminés libres (FAN) ont tous été pris en compte. Le pH quant à lui est resté sans consigne. Le compromis final pour l'optimisation Minitab 21.3 était le suivant : extraction à 95 °C pendant 10 min, rapport eau/pulpe à 2 et volume de pectinase à 0,5 mL. Il a été possible d'obtenir des acides aminés libres de 587,88mg/L, des polyphénols de 6,25 g EAG/100 g MS, les vitamines C de 116,5 mg/L et un pH de 4,13 en utilisant cette combinaison. Les désirabilités individuelles des acides aminés libres, des polyphénols et des vitamines C a été respectivement de 0,841 ; 0,852 et 0,875. La désirabilité composite a été de 0,856. Dans l'étude, la désirabilité composite (0,856) est proche de 1, ce qui suggère que les paramètres ont semblé avoir un impact positif sur toutes les réponses. Cependant, les données de la désirabilité individuelle montrent que les paramètres sont plus efficaces pour maximiser la vitamine C (0,875) que les polyphénols (0,852) et les FAN (0,841).

### **III.4 Conclusion partielle**

Dans ce chapitre, la méthodologie de la surface de réponse a été appliquée afin d'étudier un large éventail de caractéristiques des jus de dattes au cours de l'extraction. Cette technique permet de varier les facteurs utilisés. Le plan composite centré appliqué a impacté significativement sur les différents composés mineurs de l'extrait. D'autre part, la formulation a été améliorée en optimisant le processus d'extraction, ce qui a nécessité la prise en compte du cahier des charges afin de maximiser un certain nombre de réponses. L'optimisation multi réponse, dont le but était de maximiser toutes les réponses en dehors du pH afin de produire un jus riche, a abouti au compromis suivant : température de 95°C ; durée de 10 min ; rapport eau/pulpe de 2 :1 ; et volume de pectinase de 0,5 ml. Les valeurs optimales simulées ont donné les maxima respectifs suivants : pH, 4,13; vitamine C, 116,5 mg/L ; polyphénols totaux, 6,25 g EAG/100g MS et acides aminés libres, 587,88mg/L. De ce fait, la formulation s'est avérée intéressante pour l'extraction des composés mineurs. Par conséquent les paramètres ont donné des résultats favorables lorsque toutes les réponses ont été examinées dans leur ensemble, étant donné que la désirabilité composite de l'étude (0,8560) est si proche de 1. La MSR pour l'extraction du jus de la datte pourraient être une possibilité. Il faudrait pour cela que les conditions optimales d'extraction du jus de datte soient réunies. La production d'un moût à partir de fruits de la datte, pourrait avoir en définitive une valeur nutritionnelle et, servirait par ricochet comme prébiotique pour la fermentation utilisant des probiotiques.

## **CHAPITRE IV**

**Fermentation du jus de datte (Bournow) par des souches à potentiels probiotiques.**

## **CHAPITRE IV Fermentation du jus de datte (Bournow) par des souches à potentiels probiotiques.**

### **IV.1 Résumé**

L'objectif de ce chapitre était de déterminer les conditions optimales d'obtention d'une boisson de dattes fermentée. Une extraction du jus de datte a été déterminée suivant les conditions optimales. La méthodologie de la surface de réponse à travers le plan de Box Behnken a été utilisée pour modéliser et optimiser les propriétés physicochimiques de la boisson fermentée. Il ressort que le Brix obtenu suivant les conditions optimales était de 26°Bx. Facilitant la variation du Brix par dilution à l'obtention des différentes concentration (26°Bx, 20°Bx et 14°Bx). La méthodologie quant à elle a permis de constater que les facteurs sélectionnés, à savoir le temps, dose du ferment et le Brix initial, ont des effets variables sur les réponses (Brix final, pH, turbidité, acidité titrable, couleur et rapport sucre/acide), en les augmentant ou les diminuant de manière significative. Cette fermentation a permis de mettre en évidence la potentialité de ce consortium de ferments probiotiques, à transformer l'extrait par la variation des propriétés physicochimiques observée. L'optimisation, qui a consisté à maximiser certaines réponses (pH, acidité titrable, turbidité) et à minimiser d'autres réponses (Brix, couleur et rapport sucre/acide) a abouti au triplet qui a été comme suit : temps de fermentation : 72 h ; dose de ferment : 0,015 IU et Brix initial : 18,12 °B. Ce triplet a permis d'obtenir les caractéristiques physicochimiques suivantes : Acidité titrable : 2,72 g/L; Rapport sucre/acide : 6,12 ; couleur : 60,87 ASBC ; pH : 4,11 et Brix final : 16,34 °B qui pourraient justifier sa capacité à permettre la production des boissons probiotiques non-laitière.

**Mots clés :** dattes ; extraction ; modélisation ; probiotiques ; fermentation ; optimisation

## IV.2 Introduction partielle

Le concept selon lequel les repas fonctionnels peuvent améliorer la santé et réduire le risque de maladie gagne en popularité, et avec lui, l'étude, la découverte et la production de nouveaux produits chimiques prébiotiques (Mandalari et al., 2007, 2008; Menne et al., 2000; Rao, 2001; Tuohy et al., 2002). Dans ce contexte, le fruit du palmier-dattier (datte) est vanté depuis des centaines d'années pour ses prétendus bienfaits nutritionnels et sanitaires, tant chez l'homme que chez l'animal. La recherche a récemment mis l'accent sur l'amélioration de la santé humaine par la création d'aliments et de boissons fonctionnels. Les probiotiques sont le type de composant fonctionnel le plus courant (Guimarães et al., 2020). "Des micro-organismes vivants qui, lorsqu'ils sont administrés en quantités adéquates, confèrent un avantage pour la santé de l'hôte" (Hill et al., 2014) est la définition des probiotiques qui a été débattue par la FAO et l'OMS en 2001. En raison des données scientifiques sur ses effets bénéfiques sur la microflore intestinale (Rijkers et al., 2011), la consommation d'aliments enrichis en probiotiques est en train de devenir une tendance populaire. Les probiotiques sont couramment utilisés dans une grande variété de régimes, laitiers ou non (Barros et al., 2020; Mortazavian et al., 2011; Shori, 2016). Différentes souches d'acide lactique probiotique et différents produits alimentaires ont un potentiel différent en termes de bénéfices pour la santé (Roobab et al., 2020; Zucko et al., 2020). Outre leurs effets anticancéreux (Kumar et al., 2012) et antioxydants (poumon, intestin et foie), il a également été démontré que les probiotiques réduisent l'obésité (Chen et al., 2011) et améliorent les écosystèmes gastro-intestinaux (Tang et al., 2016).

Bien que les produits laitiers soient une source importante de probiotiques, leur popularité a diminué avec l'augmentation du nombre de végétariens et de personnes souffrant d'intolérance au lactose. Des aliments probiotiques à base de légumes, de céréales et de fruits (Almeida et al., 2019; White & Hekmat, 2018) ont tous été développés pour remplacer les probiotiques à base de produits laitiers. Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), membre de la famille des *Palmae arecaceae*, est largement cultivé dans le monde entier pour ses fruits comestibles. Les caroténoïdes, les polyphénols (tels que les acides phénoliques, les isoflavones, les lignanes et les flavonoïdes), les tanins et les stérols ne sont que quelques-uns des nombreux composés phytochimiques présents dans les fruits de la datte (Al-Alawi et al., 2017).

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les conditions optimales d'obtention de la boisson fermentée, avec pour hypothèse : Il existe une combinaison optimale démontrant la fermentation efficace par les souches probiotiques du jus de datte *Bournow*.

## **IV.3 Matériel et méthodes**

### **IV.3.1 Matériel biologique**

La matrice utilisée est le jus de datte de variété « Bournow », datte provenant du Tchad. Le choix est basé également de la qualité de l'extrait fermentescible qui pourrait permettre la viabilité des ferments probiotiques.

Les souches fournis par CHR HANSEN (improving food & health), et ont été obtenus sous leur forme lyophilisée, immédiatement conservées dans des conditions prescrites par les fournisseurs (-18 °C). Ce mélange d'une culture aromatique mésophile kéfir eXact®, type LD, d'une culture thermophile et de levures. La culture kéfir eXact®, est texturante. Elle est également productrice de saveur levure et CO<sub>2</sub>. Ce mélange est composé de six (6) souches différentes à savoir : *Debaryomyce hansenii*; *Lactococcus lactis subsp. cremoris*; *Lactococcus lactis subsp. lactis biovar. diacetylactis*; *Lactococcus lactis subsp. lactis*; *Leuconostoc* ; *Streptococcus thermophilus*. Les cultures CHR HANSEN sont conformes aux exigences sur la sécurité alimentaire telles que définies dans le règlement 178/2002/EC. Les bactéries lactiques sont généralement reconnues comme sûres et peuvent être utilisées dans les produits alimentaires.

### **IV.3.2 Cadre d'étude et Préparation de l'extrait de datte**

La fermentation de l'extrait et les analyses physicochimiques ont été réalisées au laboratoire Génie et Technologie Alimentaire (LAGETA) de ENSAI à l'Université de N'Gaoundere au Cameroun. Pour éviter toute transformation biochimique, l'extrait de datte du cultivar Bournow obtenu dans les conditions optimales décrites dans les chapitres précédents (étant donné que celles-ci sont identiques aux conditions optimales obtenues au chapitre 3) a été rapidement congelé. Avant d'être utilisé pour la création des différents mouts, il a été décongelé à 4° C puis à 60° C au bain-marie. Une partie de l'extrait concentré (26°B) a été diluée pour obtenir des mouts de 20°B et 14°B qui ont été mesurées à l'aide d'un réfractomètre à des fins de vérification. L'extrait a été distribué aux numéros d'essai déterminés par le plan Box-Benhken avec trois (3) facteurs et cinq (5) points au centre dans des fermenteurs de 0,5L.

### **IV.3.3 Préparation de l'inoculum**

Le lyophilisat est introduit dans une quantité bien déterminé d'un extrait concentré (26°B) puis incubé pendant 15 h selon la courbe du fournisseur. Le mélange est ensuite utilisé

comme inoculum pour ensemercer les différents moûts. Les souches bactériennes utilisées ont été sélectionnées sur la base de la bibliographie (Sohrabvandi et al., 2012).

#### IV.3.4 Modélisation et validation des modèles

Le temps de fermentation (x1), la dose de ferment (x2) et le degré Brix initial (x3) étaient les facteurs variables. Le plan de Box-Behnken a été utilisé pour sélectionner les valeurs de manipulation pour trois facteurs, ce qui a donné lieu à 17 essais avec 12 + 5 points au centre. Le logiciel Minitab 21 a été utilisé pour générer la matrice des valeurs codées. Pour les expériences en laboratoire, les variables codées ont été transformées en variables réelles (Desobgo et al., 2010; Mathieu & Phan-tan-luu, 1997), ce qui a donné lieu à un plan expérimental au tableau IV.1.

Tableau IV.1: Matrice de variables codées et réelles du plan de Box-Behnken

Essais	Temps	Quantité levure	Brix	Temps	Quantité ferment	Brix initial
1	0	0	0	43,5	0,0325	20
2	1	-1	0	72	0,015	20
3	1	1	0	72	0,05	20
4	0	0	0	43,5	0,0325	20
5	-1	1	0	15	0,05	20
6	0	1	1	43,5	0,05	26
7	-1	0	1	15	0,0325	26
8	0	0	0	43,5	0,0325	20
9	0	-1	1	43,5	0,015	26
10	1	0	1	72	0,0325	26
11	-1	0	-1	15	0,0325	14
12	0	1	-1	43,5	0,05	14
13	0	0	0	43,5	0,0325	20
14	0	-1	-1	43,5	0,015	14
15	1	0	-1	72	0,0325	14
16	0	0	0	43,5	0,0325	20
17	-1	-1	0	15	0,015	20

Le plan de Box Behnken a permis d'obtenir plusieurs conditions de fermentation avec obtention de plusieurs boissons. Trois facteurs à savoir : temps 15-72h ; Brix 14 à 26°B ; le ferment 0.015 à 0.05 UI (Figure IV.1).

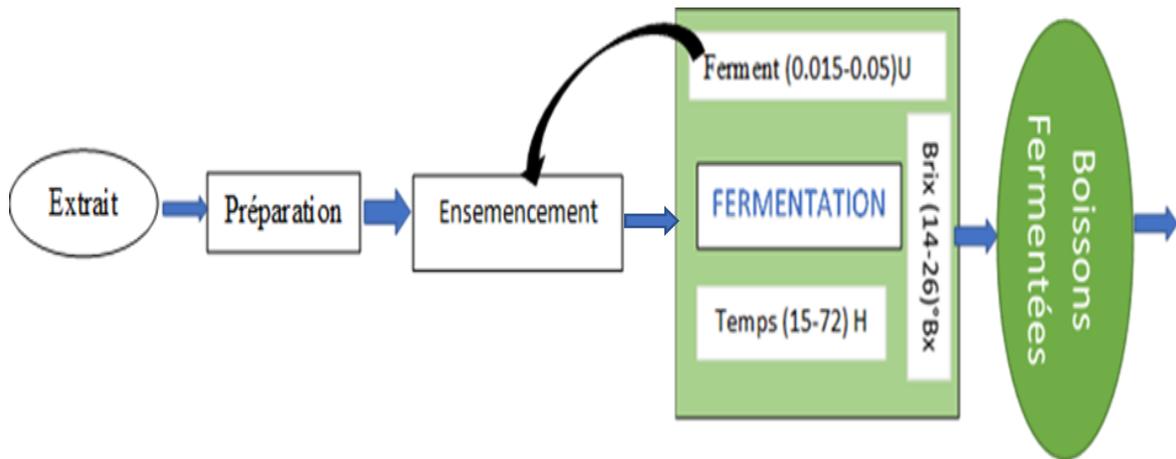


Figure IV.1: Schéma de procédé de fermentation de jus de datte

Les réponses retenues pour la fermentation des jus de dattes ont été : Brix, pH, turbidité, couleur, acidité titrable et rapport sucre/acide. La validation des modèles s'est faite de la même façon que les chapitres précédents, en déterminant en plus du  $R^2$ , le AADM,  $A_f$  et  $B_f$ . Les considérations de significativité ont été les mêmes en prenant en compte les valeurs des probabilités.

#### IV.3.5 Détermination de la turbidité

Après brassage et filtration, le moût a été introduit dans la cellule en quartz du turbidimètre HACH 2100N. Après avoir introduit la cellule dans ce turbidimètre, la valeur affichée a été stabilisée et la lecture a été effectuée en EBC.

## IV.4 Résultats et discussion

### IV.4.1 Modélisation de la fermentation du jus de datte

Pour déterminer les effets du temps de fermentation, de la dose de ferments et du Brix initial sur les caractéristiques physicochimiques de la boisson fermentée de datte, un plan expérimental de Box Behnken à trois facteurs a été utilisé (17 expériences). Le Brix final, le pH, la turbidité, la couleur, l'acidité titrable et le rapport sucre/acide ont fait l'objet de suivi. Le tableau IV.2 présente les résultats de ces analyses.

Des modèles reliant les facteurs singuliers, les interactions et les effets quadratiques aux réponses ont pu être obtenus à l'aide d'un plan expérimental de Box Behnken. Ces modèles sont les suivants :

Tableau IV.2: Matrices et Paramètres physicochimiques de la boisson fermentée de Datte (*Phoenix dactylifera* L.)

x1	x2	x3	Brix (°B)	pH	Turbidité (EBC)	Couleur (ASBC)	Acidité titrable (g/L)	Rapport Sucre/acide
0	0	0	18,4	4,55	100	66,675	2,314	7,9516
1	-1	0	18,3	4,26	150	42,9165	3,046	6,00788
1	1	0	18,1	4,28	247	59,69	2,711	6,6765
0	0	0	18	4,55	109	67,691	2,309	7,79558
-1	1	0	19,7	4,49	49	15,5035	2,309	8,53183
0	1	1	25	4,55	33	72,952	2,912	8,58516
-1	0	1	26	4,47	15	83,0675	2,912	8,92857
0	0	0	18,4	4,55	102	80,5275	2,041	9,01519
0	-1	1	25,8	4,56	10	82,296	2,711	9,51678
1	0	1	25,2	4,37	128	68,907	3,0125	8,36515
-1	0	-1	13,6	4,34	25	45,52	1,907	7,13162
0	1	-1	12,65	4,11	75	45,0215	2,2085	5,72787
0	0	0	18,5	4,53	90	67,2465	2,376	7,7862
0	-1	-1	12,5	4,16	50	58,62	2,2085	5,65995
1	0	-1	12,5	3,7	206	78,667	2,8785	4,34254
0	0	0	18,5	4,55	110	64,7795	2,108	8,77609
-1	-1	0	19,9	4,49	92	61,522	2,175	9,14943

$$Y_{Bx} = 18,36 - 0,6375x_1 - 0,1312x_2 + 6,34x_3 + 0,0x_1x_2 + 0,075x_1x_3 - 0,2375x_2x_3 + 0,4887x_1^2 + 0,1513x_2^2 + 0,4763x_3^2 \quad (IV.1)$$

$$Y_{pH} = 4,55 - 0,1475x_1 - 0,005x_2 + 0,205x_3 + 0,005x_1x_2 + 0,135x_1x_3 + 0,01x_2x_3 - 0,1455x_1^2 - 0,0205x_2^2 - 0,1805x_3^2 \quad (IV.2)$$

$$Y_{Tu} = 105,8 + 65,53x_1 + 12,75x_2 - 23,88x_3 + 35x_1x_2 - 18,25x_1x_3 - 0,5x_2x_3 + 36,48x_1^2 - 7,77x_2^2 - 52,53x_3^2 \quad (IV.3)$$

$$Y_{Co} = 69,38 + 5,57x_1 - 6,52x_2 + 9,92x_3 + 15,7x_1x_2 - 11,83x_1x_3 + 1,06x_2x_3 - 10,08x_1^2 - 14,4x_2^2 + 9,74x_3^2 \quad (IV.4)$$

$$Y_{AT} = 2,23 + 0,2931x_1 + 0,0x_2 + 0,2931x_3 - 0,1172x_1x_2 - 0,2177x_1x_3 + 0,0503x_2x_3 + 0,2491x_1^2 + 0,0816x_2^2 + 0,1988x_3^2 \quad (IV.5)$$

$$Y_{S/A} = 8,26 - 1,04x_1 - 0,1016x_2 + 1,57x_3 + 0,3216x_1x_2 + 0,5564x_1x_3 - 0,2499x_2x_3 - 0,427x_1^2 - 0,2465x_2^2 - 0,646x_3^2 \quad (IV.6)$$

Avec  $Y_{Bx}$ ,  $Y_{pH}$ ,  $Y_{Tu}$ ,  $Y_{Co}$ ,  $Y_{AT}$  et  $Y_{S/A}$ , les réponses respectives des modèles correspondant au brix, pH, turbidité, couleur, acidité titrable et rapport sucre/acide.

Les facteurs des modèles apparaissent au premier degré ( $x_1, x_2, x_3$ ), au second degré ( $x_1^2, x_2^2, x_3^2$ ) et sous forme d'interaction ( $x_1x_2, x_2x_3, x_1x_3$ ). Statistiquement, ils sont reconnus significatifs ou non lorsque la probabilité (P) est  $\leq 0,05$  ou  $\geq 0,05$  respectivement (Tableau IV.3).

Tous les modèles mathématiques sont des polynômes à variables multiples. Les coefficients de détermination, les coefficients de détermination ajustés, les analyses absolues de déviation moyenne, les facteurs de biais et facteurs d'exactitude sont présentés dans le tableau IV.4. Ces modèles interactifs du second degré sont utiles si quelques variables d'entrée sont précises. Pour que le modèle soit validé, il faudrait que les valeurs expérimentales calculées appartiennent à l'intervalle des valeurs de références : (0 à 0,3) ;  $B_f$  et  $A_f$  (0,75 à 1,25). De ce tableau, il ressort que les modèles sont tous valides sur la base des travaux de la bibliographie (Dalgaard & Jørgensen, 1998; Desobgo et al., 2010).

Tableau IV.3: ANOVA pour la signification des facteurs utilisés lors de la fermentation des jus de datte Bournow (*Phoenix dactylifera* L.)

Effects	Brix		pH		Turbidité		Couleur		Acidité titrable		Rapport sucre/acide	
	Coef	P	Coef	P	Coef	P	Coef	P	Coef	P	Coef	P
Constante	18,36	<b>0,000</b>	4,55	<b>0,000</b>	102,2	<b>0,000</b>	69,38	<b>0,000</b>	2,23	<b>0,000</b>	8,26	<b>0,000</b>
$x_1$	-0,6375	<b>0,000</b>	-0,1475	<b>0,000</b>	68,75	<b>0,000</b>	5,57	<b>0,031</b>	0,2931	<b>0,000</b>	-1,04	<b>0,001</b>
$x_2$	-0,1312	0,177	-0,005	0,748	12,75	<b>0,003</b>	-6,52	<b>0,016</b>	0,000	1,000	-0,1016	0,600
$x_3$	6,34	<b>0,000</b>	0,205	<b>0,000</b>	-21,25	<b>0,000</b>	9,92	<b>0,002</b>	0,2931	<b>0,000</b>	1,57	<b>0,000</b>
$x_1^2$	0,4887	<b>0,005</b>	-0,1455	<b>0,000</b>	41,9	<b>0,000</b>	-10,08	<b>0,010</b>	0,2491	<b>0,005</b>	-0,427	0,138
$x_2^2$	0,1513	0,250	-0,0205	0,354	-9,6	<b>0,044</b>	-14,4	<b>0,002</b>	0,0816	0,225	-0,2465	0,366
$x_3^2$	0,4763	<b>0,006</b>	-0,1805	<b>0,000</b>	-50,6	<b>0,000</b>	9,74	<b>0,011</b>	0,1988	<b>0,014</b>	-0,646	<b>0,039</b>
$x_1x_2$	0,000	1,000	0,005	0,820	35	<b>0,000</b>	15,7	<b>0,001</b>	-0,1172	0,105	0,3216	0,259
$x_1x_3$	0,075	0,564	0,135	<b>0,000</b>	-17	<b>0,004</b>	-11,83	<b>0,005</b>	-0,2177	<b>0,011</b>	0,5564	0,071
$x_2x_3$	-0,2375	0,096	0,01	0,651	-0,5	0,904	1,06	0,728	0,0503	0,451	-0,2499	0,371

Coef : coefficients ; P : probabilités

Tableau IV.4: Validation de critères des différents modèles attribués à la boisson fermentée

Paramètres	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> <sub>adj</sub>	AAD	Bf	Af
Y <sub>Bx</sub>	0,9987	0,9970	0,009	1,000	1,009
Y <sub>pH</sub>	0,9851	0,9659	0,006	1,001	1,006
Y <sub>Tu</sub>	0,9933	0,9846	0,094	1,040	1,094
Y <sub>Co</sub>	0,9500	0,8858	0,060	1,005	1,063
Y <sub>AT</sub>	0,9504	0,8867	0,034	1,001	1,035
Y <sub>S/A</sub>	0,9458	0,8760	0,044	0,999	1,045

#### IV.4.1.1 Effets singuliers et quadratiques sur les réponses

##### IV.4.1.1.a Effet du temps de fermentation ( $x_1$ )

Le facteur  $x_1$  correspondant au temps de fermentation, en tant que facteur unique (la dose de ferments ( $x_2$ ) et le Brix initial ( $x_3$ ) étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 0,015 UI et 14°B respectivement), a impact significatif sur le Brix final, le pH, la turbidité, la couleur, l'acidité titrable et le rapport sucre/acide (Tableau IV.3). Cet effet du temps de fermentation sur ces différentes réponses est illustré dans la figure IV.2. Au cours de la fermentation, le Brix, le pH et le rapport sucre/acide diminuent significativement avec l'augmentation du temps de fermentation. Tandis que, l'on note une augmentation de l'acidité titrable et de la turbidité avec l'augmentation du temps de fermentation. La couleur pour sa part, subit une augmentation puis une diminution avec l'augmentation du temps de fermentation.

On constate une diminution du pH, de 4,30 après 15 h de fermentation à 3,72 après 72 h de fermentation (Figure IV.2). L'acidité titrable quant à elle augmente de 1,88 g/L après 15 h de fermentation à 3,14 g/L après 72 h de fermentation (Figure IV.2). Les principales causes de la baisse du pH peuvent être liées à l'utilisation des glucides par les bactéries probiotiques, ce qui entraîne la synthèse et l'accumulation d'acides organiques (spécialement l'acide lactique) et abaisse le pH par ricochet augmente l'acidité titrable de la boisson fermentée (Adesokan et *al.*,

2011). Les observations faites ci-dessus sont cohérentes avec des résultats antérieurs publiés par la bibliographie (Do & Fan, 2019 ; Zhu et *al.*, 2020).

Selon ces derniers, après avoir été réfrigérés pendant 4 semaines, le pH des jus de pomme, d'orange et de tomate probiotiques qui avaient été inoculés avec *Lactobacillus sanfranciscensis* a diminué. (Do & Fan, 2019) ont constaté une diminution du pH après une période de 4 semaines de réfrigération dans une étude très similaire à la leur sur un mélange de jus de légumes inoculés avec des souches de *Lactobacillus*, et ils l'ont attribuée à l'accumulation d'acides organiques. Des niveaux de pH réduits pendant la fermentation des aliments sont souhaitables et nécessaires pour faciliter la croissance des bactéries lactiques, qui sont responsables de la fermentation lactique, pour empêcher les micro-organismes indésirables tels que les bactéries pathogènes, les moisissures et les levures, et pour maintenir des valeurs de pH ( $\text{pH} < 4,6$ ) afin d'empêcher la croissance de bactéries non bénéfiques et d'assurer la sécurité alimentaire.

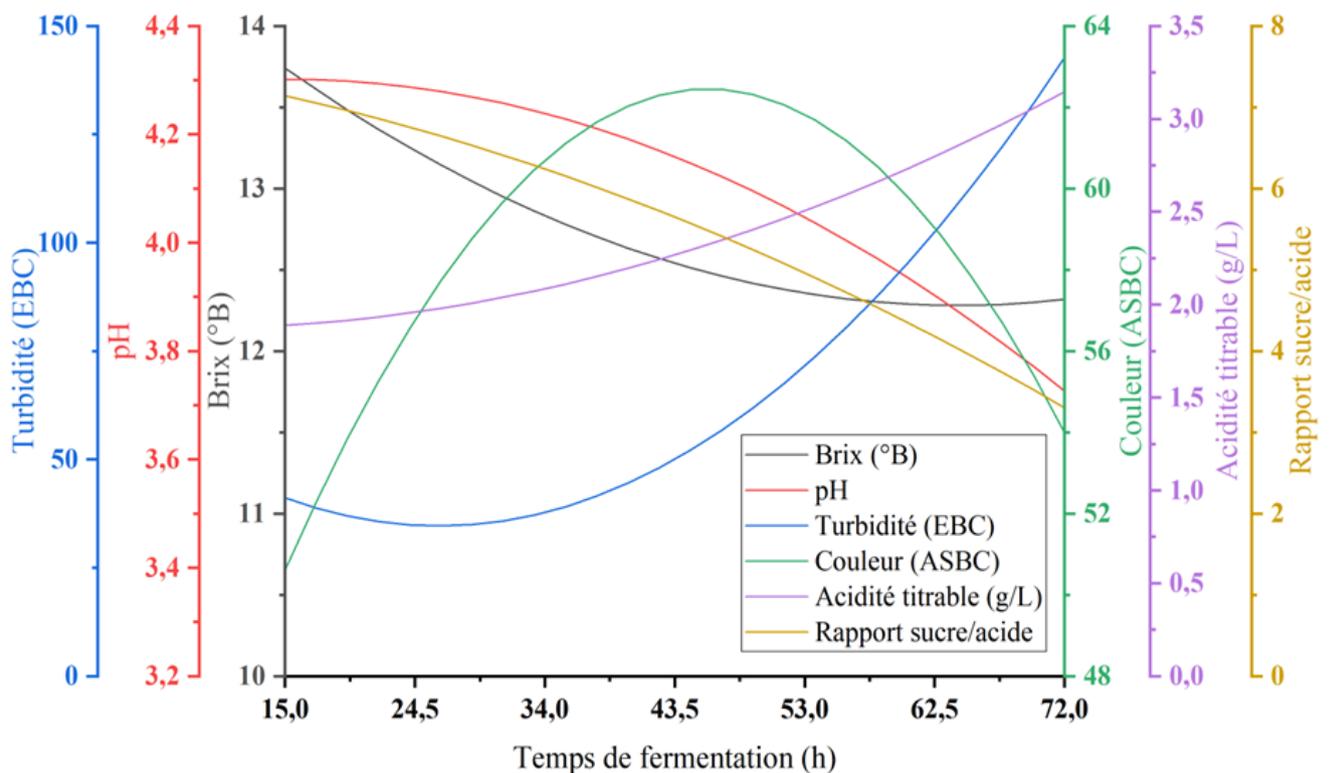


Figure IV.2: Evolution de la turbidité, du pH, du Brix, de la couleur, de l'acidité titrable et du rapport sucre/acide en fonction du temps de fermentation (la dose de ferments et le Brix initial étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 0,015 UI et 14°B respectivement)

Pour ce qui est du Brix final, on observe que celui-ci part de 13,74 °B après 15 h de fermentation à 12,31 °B après 72 h de fermentation (Figure IV.2). La consommation des sources de sucre par les cultures inoculées afin de produire de l'acide lactique est démontrée par une diminution de la teneur totale en sucre, mesurée en Brix, qui se produit entre le jus frais et la boisson fermentée. L'utilisation des sucres comme source de carbone par les cultures inoculées au cours de leur développement peut également être à l'origine de la diminution des sucres observée. (Mostafa et al., 2021) ont également constaté qu'au cours de trois semaines de stockage, le TSS (%) du jus de dattes a diminué de 18,45 % à 17,8 % et de 18,6 % à 18 % dans les échantillons de jus inoculés avec *Lactobacillus acidophilus* et *Lactobacillus sakei*, respectivement.

On constate que le rapport sucre/acide diminue de 7,14 à 15 h de fermentation à 3,30 à 72 h de fermentation (Figure IV.2). En effet, la fermentation conduit à l'utilisation des sucres pour la production des acides organiques. Cette situation conduit inéluctablement à la diminution du numérateur (sucres) et une augmentation du dénominateur (acides), ayant pour conséquence une diminution de ce rapport.

La turbidité augmente avec l'augmentation du temps de fermentation. En effet, on part de 41,15 EBC après 15 h de fermentation à 142,65 EBC après 72 h de fermentation (Figure IV.2). L'augmentation du niveau de turbidité au fur et à mesure que la période de fermentation s'allonge dans cette étude implique qu'il y a eu une augmentation de la biomasse pendant la fermentation, ce qui a entraîné une turbidité de la boisson fermentée, ou alors leurs produits métaboliques respectifs ont augmenté (Falony et al., 2006 ; Flint et al., 2007). La libération de matériaux capsulant, combinée à la libération de métabolites bactériens dans la boisson fermentée générée par la croissance bactérienne, seraient parmi les principaux facteurs contribuant à l'augmentation de la turbidité (Mokhtari et al., 2019).

Dans un premier temps, la couleur augmente de 50,6 ASBC après 15 h de fermentation, pour atteindre une valeur maximale de 62,45 ASBC après 45,90 h de fermentation. On observe ensuite une diminution de la couleur jusqu'à 54 ASBC après 72 h de fermentation (Figure IV.2). La couleur du jus de datte provient d'une combinaison de pigments, dont certains sont appelés caroténoïdes. Les principaux caroténoïdes présents dans les fruits de la datte sont la lutéine, le  $\beta$ -carotène, la zéaxanthine et la néoxanthine (Boudries et al., 2007). Les isomères trans des caroténoïdes sont plus courants dans la nature, mais dans des conditions de pH sévères (à la fois acides et basiques), ces isomères peuvent être convertis en isomères cis des caroténoïdes, ce qui entraîne un changement de couleur (Rivera-Espinoza & Gallardo-Navarro, 2010).

#### IV.4.1.1.b Effet de la dose de ferments ( $x_2$ )

Le facteur  $x_2$  qui correspond à la dose de ferments, comme facteur singulier (le temps de fermentation ( $x_1$ ) et le Brix initial ( $x_3$ ) étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 15 h de fermentation et 14°B respectivement), a impact significatif sur la couleur (Tableau IV.3).

En effet, la couleur diminue de 50,6 ASBC pour une dose de ferments de 0,015 UI, à 4,04 ASBC pour une dose de ferments de 0,05 UI (Figure IV.3). L'augmentation de la quantité de ferments conduirait à une plus grande consommation de sucre et par ricochet une plus grande accumulation des acides organiques dans le milieu. Cette accumulation aurait pour conséquences une chute du pH et par ricochet, comme postulé précédemment une conversion des isomères trans des caroténoïdes en isomères cis. Une perte de pigmentation indique une diminution de la concentration totale en caroténoïdes (Van et al., 2019).

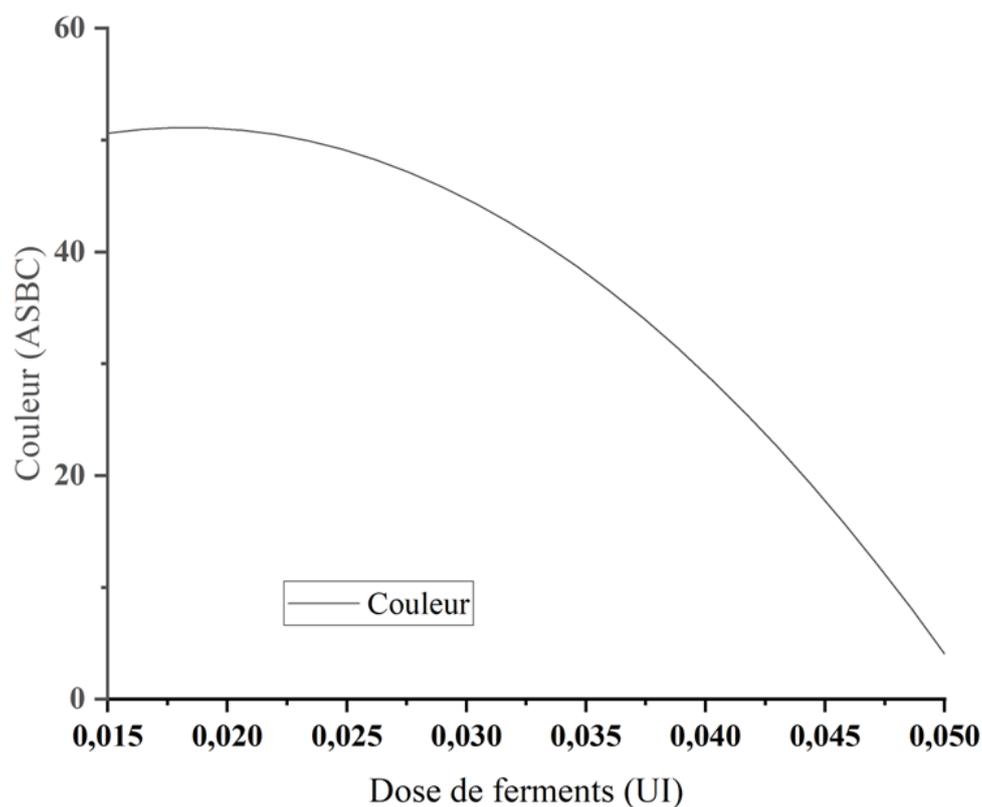


Figure IV.3: Evolution de la couleur en fonction de la dose de ferments (le temps de fermentation et le Brix initial étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 15 h et 14 °B respectivement)

#### *IV.4.1.1.c Effet du Brix initial ( $x_3$ )*

Le facteur  $x_3$  correspondant au Brix initial, en tant que facteur unique (le temps de fermentation ( $x_1$ ) et la dose de ferments ( $x_2$ ) étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 15 h et 0,015 UI respectivement), a impact significatif sur le Brix final, le pH, la turbidité, la couleur, l'acidité titrable et le rapport sucre/acide (Tableau IV.3).

Cet effet du Brix initial sur ces différentes réponses est présenté dans la figure IV.4. Pendant la fermentation, le Brix, la couleur, l'acidité titrable et le rapport sucre/acide augmentent significativement avec l'augmentation du Brix initial. On note ensuite que la turbidité et le pH subissent une augmentation puis une diminution avec l'augmentation du Brix initial.

Le Brix final augmente en effet de 13,74 °B à 26 °B, la couleur augmente de 50,6 ASBC à 91,98 ASBC, l'acidité titrable augmente de 1,88 g/L à 2,80 g/L et enfin, le rapport sucre/acide augmente de 7,14 à 9,66 (Figure IV.4).

L'augmentation du Brix s'expliquerait par la différence de gradient entre la quantité ajoutée et la quantité utilisée par les microorganismes. En effet le gradient d'augmentation du Brix initial est supérieur au gradient de consommation des sucres et par ricochet, on obtient une augmentation du Brix final.

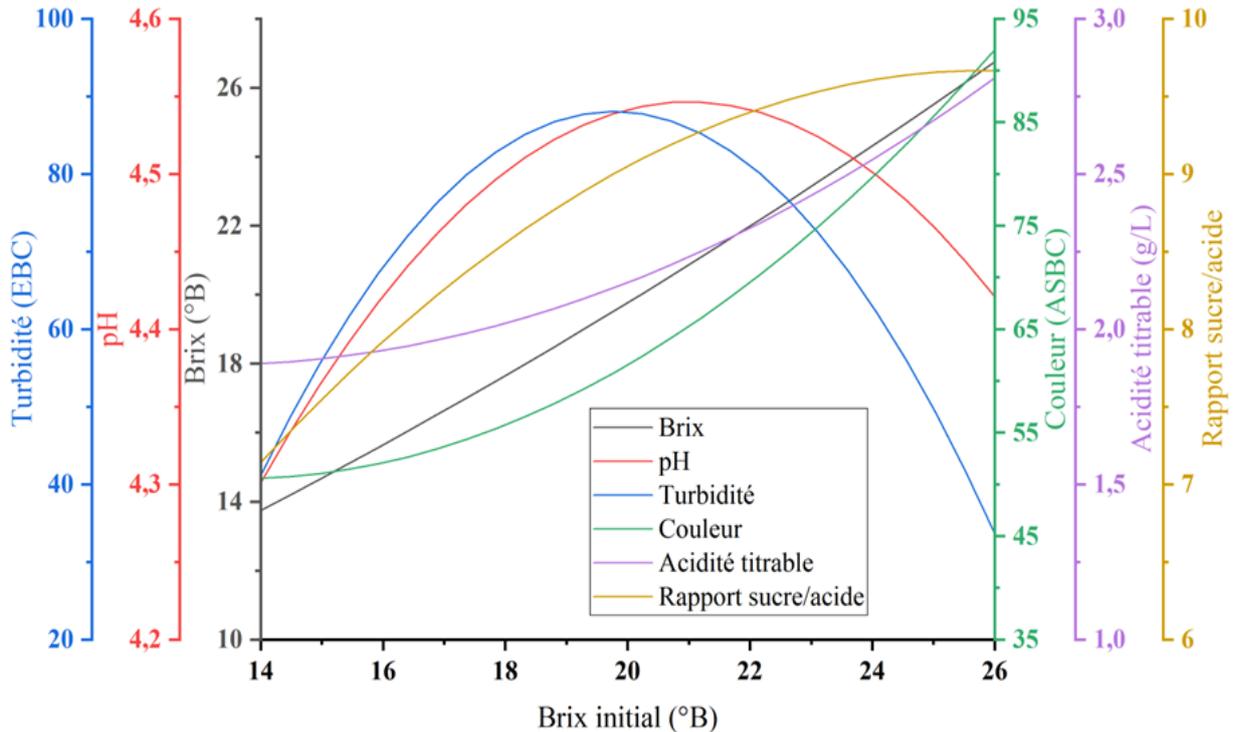


Figure IV.4: Evolution de la turbidité, du pH, du Brix, de la couleur, de l'acidité titrable et du rapport sucre/acide en fonction du Brix initial (le temps de fermentation et la dose de ferments étant fixés à leurs valeurs minimales à savoir 15 h et 0,015 UI respectivement)

Le même gradient élevé de sucre expliquerait l'augmentation du rapport sucre/acide dans la mesure où le dénominateur (acide) augmenterait moins vite que le numérateur (sucre). Le rapport entre le sucre et l'acidité est l'une des principales caractéristiques qui déterminent la saveur et la texture des produits. Il confère la saveur caractéristique de nombreux fruits. Il sert également d'indicateur de maturité commerciale et comestible. Ce concept d'équilibre entre le sucre et l'acidité est considéré comme un facteur de préférence crucial par les consommateurs et les opérateurs. En plus de la conversion des trans caroténoïdes en cis caroténoïdes, l'augmentation de la couleur avec l'augmentation du Brix initial, s'expliquerait par le fait que l'on soit entrain d'avoir dans le milieu du jus de dattes plus concentré et par ricochet contenant une concentration plus élevée en pigment et donc par ricochet plus élevée en couleur. Une fois de plus le gradient d'apport en ces pigments est plus élevé que leur gradient de dégradation au cours de la fermentation.

Le terme "bactéries lactiques" désigne les micro-organismes qui fermentent les hydrates de carbone pour produire de l'acide lactique. Le transport des hydrates de carbone à travers la membrane cellulaire est généralement assuré par un système de phosphotransférase, qui

phosphoryle le lactose, le glucose ou le galactose au détriment du phosphoénol pyruvate. Certaines souches ou espèces possèdent un système de perméase, qui tire son énergie de l'hydrolyse de l'ATP. En présence de divers hydrates de carbone, la bactérie les catabolise selon une séquence particulière. La conséquence finale est une augmentation de l'acidité titrable due à l'accumulation d'acides organiques dans la boisson.

L'augmentation de la turbidité de 41,15 EBC pour un Brix initial de 14 °B, à une valeur maximale de turbidité de 88 EBC pour un Brix initial de 19,77 °B (Figure IV.4), s'expliquerait par le fait que les Brix en question contribueraient à une croissance microbienne plus importante et, les microorganismes qui restent en suspension contribueraient dès lors à l'augmentation de la turbidité des boissons fermentées. La diminution par la suite de la turbidité jusqu'à 33,65 EBC pour un Brix initial de 26 °B, pourrait s'expliquer par les phénomènes d'inhibition que subiraient les microorganismes à cause de la forte concentration en sucre dans le jus. La même observation a été faite par (Ghosh & Ghosh, 2011) au cours de l'utilisation d'aiguilles de pin comme matériau de lit dans la fermentation en milieu solide pour la production d'acide lactique par des souches de lactobacillus.

Le pH augmente de 4,3 à 4,54 et pour diminuer jusqu'à 4,42 (Figure IV.4). L'augmentation du pH pourrait être due à l'enrichissement du moût en protéines. En effet, l'augmentation du Brix initial consisterait à la fermentation d'un extrait concentré de jus de dattes. Les principales compositions chimiques du fruit de la datte comprennent des hydrates de carbone, des fibres alimentaires, des enzymes, des protéines, des graisses, des minéraux, des vitamines, des acides phénoliques, des caroténoïdes, etc. toute concentration en sucres entraînerait donc un enrichissement en protéines et par ricochet une augmentation du pH. Le même constat a été fait par Allahdad et al. (2022) en travaillant sur les propriétés physico-chimiques et appréciation sensorielle d'une nouvelle boisson fermentée probiotique enrichie en protéines de pois et de riz. La chute du pH serait due à l'accumulation des acides organiques lié à la consommation des sucres par les ferments.

#### ***IV.4.1.2 Effets des interactions sur les réponses***

##### *IV.4.1.2.a Effet de l'interaction temps de fermentation/dose de ferments ( $x_1x_2$ )*

L'interaction temps de fermentation/dose de ferments ( $x_1x_2$ ) a un impact significatif (Tableau IV.2) sur la turbidité et la couleur. En effet, l'augmentation du temps de fermentation avec la

diminution de la dose de ferments contribuent simultanément à l'augmentation de la couleur et de la turbidité (Figure IV.5).

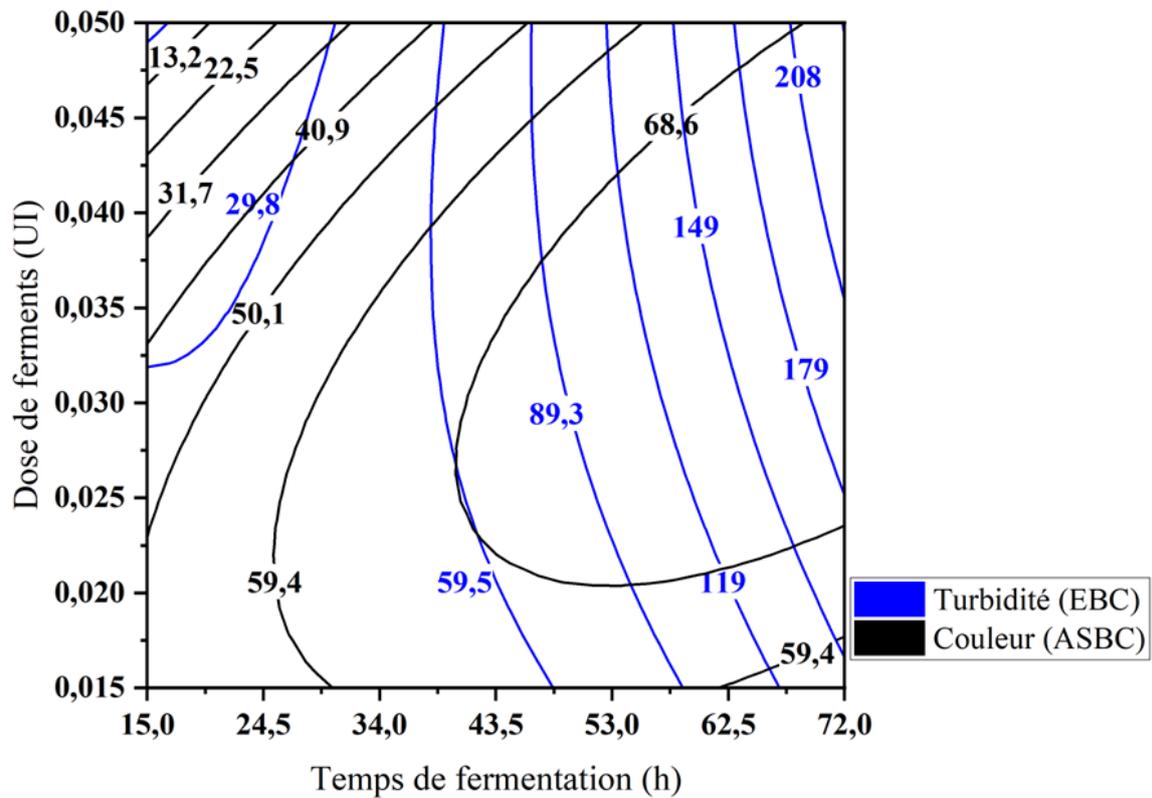


Figure IV.5: Evolution de la turbidité et de la couleur en fonction de l'interaction temps de fermentation/dose de ferments (le Brix initial étant fixé à 14 °B).

Comme mentionné précédemment, il a été observé que l'augmentation du temps de fermentation et la diminution de la dose de ferment contribue à augmenter la couleur et la turbidité est due d'une part à la conversion des trans en cis caroténoïdes et d'autres parts à la multiplication des microorganismes.

#### IV.4.1.2.b Effet de l'interaction temps de fermentation/Brix initial ( $x_1x_3$ )

L'interaction temps de fermentation/Brix initial ( $x_1x_3$ ) a un impact significatif (Tableau IV.3) sur le pH, l'acidité titrable, la turbidité et la couleur. En effet, la diminution du temps de fermentation simultanément avec l'augmentation du Brix initial contribue à augmenter le pH (Figure IV.6).

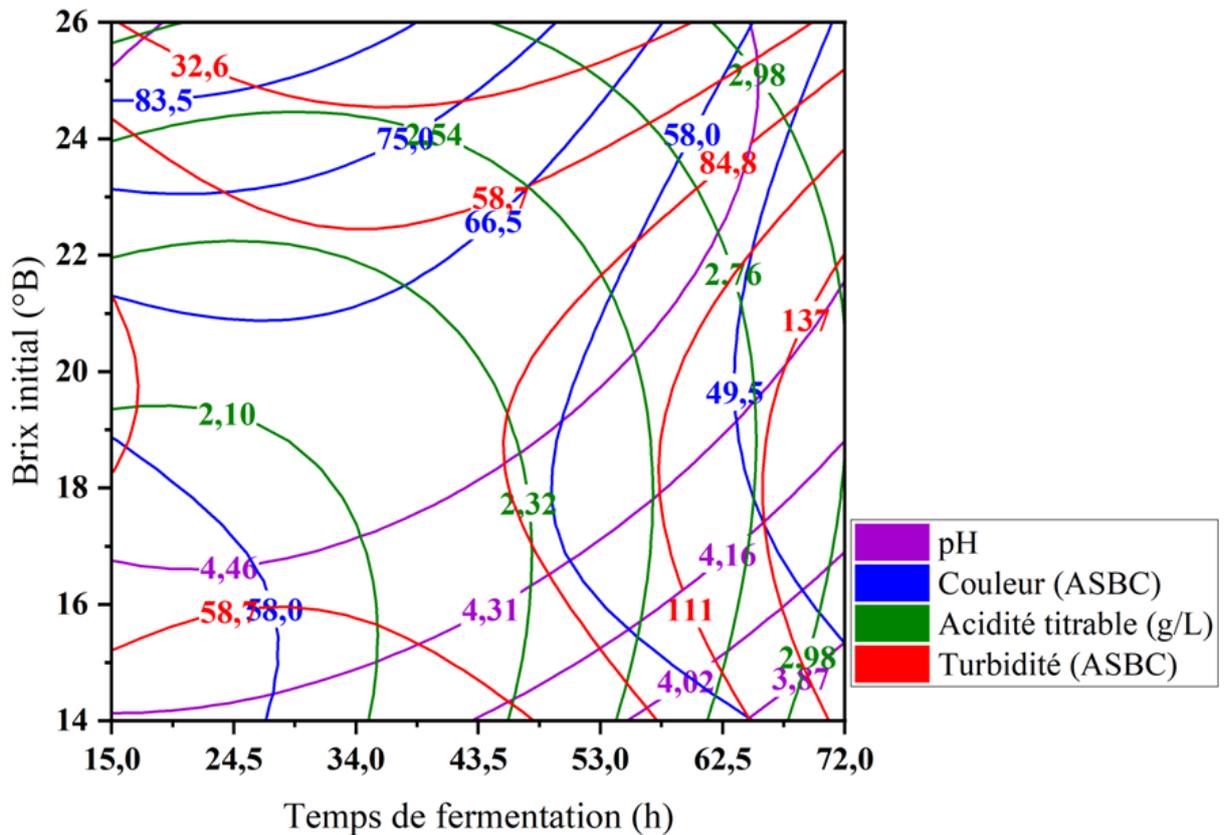


Figure IV.6: Evolution du pH, de la couleur, de l'acidité titrable et de la turbidité en fonction de l'interaction temps de fermentation/Brix initial (la dose de ferments étant fixée à 0,015 UI).

Ceci pourrait s'expliquer par l'enrichissement du milieu en protéines grâce à l'extrait de datte plus concentré et un temps de fermentation réduit qui ne favoriserait pas la baisse du pH. La diminution du temps de fermentation concomitamment avec la diminution du Brix initial, contribue à diminuer significativement la turbidité (Figure IV.6). Ces conditions ne permettraient pas une bonne croissance des microorganismes. L'augmentation du temps de fermentation conjointement avec la diminution du Brix initial contribuerait à diminuer la couleur. Cela pourrait être lié d'une part à la dégradation des pigments responsables de la couleur et, d'autre part, à l'effet de dilution lié à la baisse du Brix initial qui par la même occasion réduirait la concentration en pigments responsables de la coloration. La diminution du temps de fermentation et celle du Brix initial contribuerait à diminuer l'acidité titrable. Compte tenu de ces réductions, l'accumulation des acides organiques serait moindre.

#### IV.4.2 Détermination du degré Brix, acidité titrable, couleur, rapport sucre/acide, et pH.

Les méthodes utilisées pour ces analyses sont identiques à celles mentionnées dans les sections II.2.7, II.2.8, II.2.9, II.2.10, III.2.7 respectivement.

#### IV.4.3 Optimisation des conditions de fermentation

L'optimisation multi réponses effectuée grâce au logiciel Minitab prend en compte les divergences observées dans le comportement des produits alimentaires. Pour ce faire, un cahier de charge a été mis en place et se présente comme suit dans le tableau IV.5.

L'exécution du cahier de charge conduit à une seule solution mentionnée dans le tableau IV.6 et, dont les caractéristiques de la boisson fermentée que l'on obtiendrait dans cette condition de fermentation optimale sont présentées. Les valeurs des facteurs x1, x2 et x3 étant en variable codées, cela correspond au triplet ; Temps de fermentation (x1) : 72 h ; dose de ferments (x2) : 0,05 UI et Brix initial (x3) : 18,12 °B.

Tableau IV.5: Cahier de charge pour l'optimisation des conditions de fermentation

Réponse	Objectif	Inférieur	Cible	Supérieur	Pondération	Importance
Rapport sucre/acide	Maximum	4,34	9,52		1	1
Acidité titrable	Maximum	1,91	3,05		1	1
Couleur	Minimum		15,50	83,07	1	1
Turbidité	Maximum	10,00	247,00		1	1
pH	Minimum		3,700	4,56	1	1
Brix	Minimum		12,50	26,00	1	1

Tableau IV.6: Solution et caractéristiques physicochimiques de la boisson fermentée dans les conditions optimales.

Solution	x1	x2	x3	Rapport sucre/acide	Acidité titrable (g/L)	Couleur (ASBC)	Turbidité (EBC)	pH	Brix (°B)
Codée	1	1	-0,31						
Réelle	72 h	0,05 IU	18,12 °B	6,12	2,72	60,87	258,17	4,11	16,34

#### **IV.5 Conclusion partielle**

Dans ce chapitre, la méthodologie de la surface de réponse via le plan de Box Behnken a été utilisée pour analyser les caractéristiques physicochimiques des jus au cours de la fermentation. Cette méthodologie a de manière globale un impact sur les propriétés de la boisson recherchée. Les paramètres de fermentation ont été optimisés afin d'atteindre l'objectif fixé tout en démontrant la capacité de fermentation du consortium probiotique. La démonstration de la viabilité et de la multiplication des micro-organismes probiotiques dans le jus de dattes servant de substrat a été rendue possible par la variation des composants physicochimiques du jus fermenté en relation avec les facteurs de fermentation et l'impact significatif de ces facteurs sur les réponses (composants physicochimiques). L'optimisation, qui a consisté à maximiser certaines réponses (pH, acidité titrable, turbidité) et à minimiser d'autres réponses (Brix, couleur et rapport sucre/acide) a abouti au triplet qui a été comme suit : temps de fermentation : 72 h ; dose de ferment : 0,015 IU et Brix initial : 18,12 °B. Ce triplet a permis d'obtenir les caractéristiques physicochimiques suivantes : Acidité titrable : 2,72 g/L ; Rapport sucre/acide : 6,12 ; couleur : 60,87 ASBC ; pH : 4,11 et Brix final : 16,34 °B qui pourraient justifier sa capacité à permettre la production des boissons probiotiques non-laitière. Il a été possible d'obtenir avec succès les composants qui, lorsqu'ils sont maximisés, permettent de produire une boisson fermentée de bonne qualité par rapport à un cahier de charge spécifique et orienté. En fait, cela a démontré que l'utilisation de la datte Bournow dans les boissons probiotiques était bénéfique.

## **CONCLUSION GENERALE**

## Conclusion générale

La capacité des souches probiotiques à fermenter le jus de dattes Bournow en une boisson fermentée a été l'objectif de cette étude. Les dattes Bournow ont présenté généralement une qualité morphologique médiocre pour toutes les caractéristiques mesurées. Le Brix, la couleur et le rapport sucre/acide ont été influencés par la méthode d'extraction du jus. Cependant, la formulation optimale a été obtenue en optimisant la procédure d'extraction en tenant compte d'un ensemble de spécifications. Les paramètres ont semblé positifs pour toutes les réponses combinées car la désirabilité composite de l'étude (0,7840) a été proche de 1. Une gamme de composés mineurs extraits des jus de dattes ont été étudiés à l'aide de la méthodologie de la surface de réponse. La méthodologie appliquée sur la technique d'extraction du jus a permis de varier les constituants, ce qui a eu un impact sur le pH, la vitamine C, les acides aminés libres et les polyphénols du jus extrait. D'autre part, la formulation a été améliorée en optimisant la procédure d'extraction, ce qui a nécessité la prise en compte des spécifications afin de maximiser un nombre spécifique de réponses. Par conséquent, la formulation utilisée pour extraire les composés principaux s'est avérée utile pour extraire les composés mineurs. Lorsque toutes les réponses ont été prises en compte, il est apparu que les paramètres ont bien fonctionné car la désirabilité composite de l'étude (0,8560) a été proche de 1. La zone optimale globalement obtenue de : température, temps, ratio eau/pulpe et volume d'enzyme obtenue a été respectivement : 95°C ; 10 min ; 2/0 et 0,5 ml pour l'ensemble des réponses de l'extraction. Cette combinaison a permis d'obtenir : un Brix de 21,89°B, un rapport sucre/acide de 13,99 et une couleur de 197,49ASBC, des acides aminés libres de 587,88mg/L, des polyphénols de 6,25g EAG/100g MS, les vitamines C de 116,5 mg/l et un pH de 4,13. Les propriétés physicochimiques des jus de dattes fermentés ont été analysées en utilisant la méthodologie de la surface de réponse par le biais du plan de Box-Behnken. La capacité de fermentation du consortium probiotique a été montrée en optimisant les paramètres de fermentation. L'optimisation de la fermentation a donné, pour les valeurs des facteurs x1, x2 et x3, le triplet : Temps de fermentation 72h ; dose de ferments 0,05UI et Brix initial 18,12°B. Le respect du cahier de charge a permis d'obtenir comme combinaison optimale de la fermentation, les caractéristiques physicochimiques suivantes : Acidité titrable 2,98g/L ; Rapport sucre/acide 5,85 ; couleur 42,23 ASBC ; pH 4,16 et Brix 17,23°B. La variation des composants physicochimiques de la boisson fermentée en fonction des facteurs de fermentation, ainsi que l'impact significatif de ces facteurs sur les réponses, ont indiqué la viabilité et la multiplication des micro-organismes probiotiques dans le jus de datte. Ces composants qui, une fois optimisés,

ont permis la production d'une boisson fermentée conformément à un cahier des charges spécifique et orienté avec succès. Il a été ainsi montré que les dattes Bournow sont bénéfiques pour les boissons probiotiques.

En guise de perspectives, il serait important de valider l'effet probiotique de la combinaison optimale par le biais d'un décompte de la charge en bactéries probiotiques ainsi que tous les autres tests in vitro. Une étude de l'impact du consortium probiotique sur le bouquet aromatique de la boisson pourrait être également menée.

## Références bibliographiques

- Abbès, F., Bouaziz, M. A., Blecker, C., Masmoudi, M., Attia, H. & Besbes, S. (2011). Date syrup: effect of hydrolytic enzymes (pectinase/cellulase) on physico-chemical characteristics, sensory and functional properties. *LWT-Food science and Technology*, 44(8), 1827-1834.
- Abou-Zeid, A.-Z. A., Baeshin, N. A. & Baghlaf, A. O. (1991). The formation of oxytetracycline in a date-coat medium. *Bioresource Technology*, 37(2), 179-184.
- Achir, N., Randrianatoandro, V. A., Bohuon, P., Laffargue, A. & Avallone, S. (2010). Kinetic study of  $\beta$ -carotene and lutein degradation in oils during heat treatment. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 112(3), 349-361.
- Acourene, S., Buelguedj, M., Tama, M. & Taleb, B. (2001). Caractérisation, évaluation de la qualité de la datte et identification des cultivars rares de palmier dattier de la région des Ziban. *Recherche Agronomique, éd. INRAA*, 8, 19-20.
- Acourene, S. & Tama, M. (1997). Physicochemical characterization of principal the date cultivars of the area of Zibans. *Rech. Agro*, 1, 59-66.
- Adesokan, I. A., Odetoyinbo, B. B., Ekanola, Y. A., Avanrenren, R. E. & Fakorede, S. (2011). Production of Nigerian nono using lactic starter cultures. *Pakistan Journal of Nutrition*, 10(3), 203-207. <https://doi.org/10.3923/pjn.2011.203.207>
- AFNOR. (1989). *FDX 06-080, application de la statistique, plan d'expériences, vocabulaire et indications générales.*
- Aguirre, M. & Collins, M. D. (1993). Lactic acid bacteria and human clinical infection. *Journal of Applied Bacteriology*, 75(2), 95-107. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.1993.tb02753.x>
- Ahmed, Almusallam, A. & Al-Hooti, S. N. (2013). Isolation and characterization of insoluble date (Phoenix dactylifera L.) fibers. *LWT*, 50(2), 414-419. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.09.002>
- Ahmed, I. S. A., Al-Gharibi, K. N., Daar, A. S. & Kabir, S. (1995). The composition and properties of date proteins. *Food Chemistry*, 53(4), 441-446. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(95\)99840-V](https://doi.org/10.1016/0308-8146(95)99840-V)

- Ahmed, J & Ramaswamy, H. S. (2005). Effect of temperature on dynamic rheology and colour degradation kinetics of date paste. *Food and bioproducts processing*, 83(3), 198-202.
- Ahmed, Jasim, Al-Jasass, F. M. & Siddiq, M. (2013). Date fruit composition and nutrition. Dans Jasim Ahmed, F. M. Al-Jasass, M. Siddiq & A. K. Adel (Éd.), *Dates: postharvest science, processing technology and health benefits* (p. 261-283). John Wiley & Sons, Ltd.
- Ahmed, Jasim & Ramaswamy, H. S. (2006). Physico-chemical properties of commercial date pastes (Phoenix dactylifera). *Journal of Food Engineering*, 76(3), 348-352. <https://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2005.05.033>
- Ahmed, M. B., Hasona, N. A. S. & Selemain, H. A. H. (2008). Protective effects of extract from dates (Phoenix Dactylifera L.) and ascorbic acid on thioacetamide-induced hepatotoxicity in rats. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*, 7(3), 193-201.
- Aka, J. P., Courtois, F., Louarme, L., Nicolas, J. & Billaud, C. (2013). Modelling the interactions between free phenols, L-ascorbic acid, apple polyphenoloxidase and oxygen during a thermal treatment. *Food Chemistry*, 138(2-3), 1289-1297. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.10.083>
- Akkak, A., Scariot, V., Torello Marinoni, D., Boccacci, P., Beltramo, C. & Botta, R. (2009). Development and evaluation of microsatellite markers in Phoenix dactylifera L. and their transferability to other Phoenix species. *Biologia Plantarum*, 53, 164-166.
- Al-Alawi, R., Al-Mashiqri, J. H., Al-Nadabi, J. S. M., Al-Shihi, B. I. & Baqi, Y. (2017). Date palm tree (Phoenix dactylifera L.): Natural products and therapeutic options. *Frontiers in Plant Science*, 8, 1-12. <https://doi.org/10.3389/fpls.2017.00845>
- Al-Farsi, Alasalvar, C., Al-Abid, M., Al-Shoaily, K., Al-Amry, M. & Al-Rawahy, F. (2007). Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and their by-products. *Food Chemistry*, 104(3), 943-947. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.12.051>
- Al-Farsi & Lee, C. Y. (2008). Nutritional and functional properties of dates: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48(10), 877-887. <https://doi.org/10.1080/10408390701724264>
- Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M. & Shahidi, F. (2005a). Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (Phoenix dactylifera L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7592-7599. <https://doi.org/10.1021/jf050579q>

- Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M. & Shahidi, F. (2005b). Compositional and sensory characteristics of three native sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7586-7591. <https://doi.org/10.1021/jf050578y>
- Al-Farsi, Mohamed A. (2003). Clarification of date juice. *International Journal of Food Science and Technology*, 38(3), 241-245. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00669.x>
- Al-Farsi, Mohamed Ali & Lee, C. Y. (2008). Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds. *Food Chemistry*, 108(3), 977-985. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.12.009>
- Al-Hooti, S. N., Sidhu, J. S., Al-Saqer, J. M. & Al-Othman, A. (2002). Chemical composition and quality of date syrup as affected by pectinase/cellulase enzyme treatment. *Food Chemistry*, 79(2), 215-220. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00134-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00134-6)
- Al-Hooti, S., Sidhu, J. S. & Qabazard, H. (1997). Physicochemical characteristics of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Foods for Human Nutrition*, 50(2), 101-113. <https://doi.org/10.1007/BF02436030>
- Ali, A., Al-Kindi, Y. S. M. & Al-Said, F. (2009). Chemical composition and glycemic index of three varieties of Omani dates. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 60(4), 51-62. <https://doi.org/10.1080/09637480802389094>
- Ali, Waly, M., Essa, M. & Devarajan, S. (2012). Nutritional and medicinal value of date fruit. Dans A. Manickavasagan, M. Essa & E. Sukumar (Éd.), *Dates: production, processing, food, and medicinal values* (p. 361-376). CRC Press.
- Allahdad, Z., Manus, J., Aguilar-Uscanga, B. R., Salmieri, S., Millette, M. & Lacroix, M. (2022). Physico-chemical Properties and Sensorial Appreciation of a New Fermented Probiotic Beverage Enriched with Pea and Rice Proteins. *Plant Foods for Human Nutrition*, 77(1), 112-120. <https://doi.org/10.1007/S11130-021-00944-1/METRICS>
- Allarangaye, M. D., Sougnabe, P. & Ache, A. (2011). *Etude diagnostique des contraintes affectant la culture des palmiers dattiers dans les oasis de l'Ennedi au Tchad*.
- Al-Qarawi, A. A., Abdel-Rahman, H., Ali, B. H., Mousa, H. M. & El-Mougy, S. A. (2005). The ameliorative effect of dates (*Phoenix dactylifera* L.) on ethanol-induced gastric ulcer

- in rats. *Journal of Ethnopharmacology*, 98(3), 313-317.  
<https://doi.org/10.1016/J.JEP.2005.01.023>
- Al-Qarawi, A., Mousa, Hm., Ali, B., Abdel-Rahman, H. & El-Mougy, Sa. (2004). Protective Effect of Extracts from Dates (*Phoenix dactylifera* L.) on Carbon Tetrachloride–Induced Hepatotoxicity in Rats. *Intern J Appl Res Vet Med*, 2(3), 176-180.
- Al-Shahib, W. & Marshall, R. J. (2002). Dietary fibre content of dates from 13 varieties of date palm *Phoenix dactylifera* L. *International Journal of Food Science and Technology*, 37(6), 719-721. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2002.00615.x>
- Al-Shahib, W. & Marshall, R. J. (2003). The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International journal of food sciences and nutrition*, 54(4), 247-259.
- Al-Turki, S., Shahba, M. A. & Stushnoff, C. (2010). Diversity of antioxidant properties and phenolic content of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits as affected by cultivar and location. *J. Food Agric. Environ*, 8(1), 253-260.
- Amadou, I. & Le, G. W. (2017). Nutritional and sensory attributes of desert date (*Balanites aegyptiaca*) juice. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(4), 1978-1986.
- Aman, R., Biehl, J., Carle, R., Conrad, J., Beifuss, U. & Schieber, A. (2005). Application of HPLC coupled with DAD, APcI-MS and NMR to the analysis of lutein and zeaxanthin stereoisomers in thermally processed vegetables. *Food Chemistry*, 92(4), 753-763.
- Amira, E. A., Flamini, G., Behija, S. E., Manel, I., Nesrine, Z., Ali, F., Mohamed, H., Nouredine, H. A. & Lotfi, A. (2011). Chemical and aroma volatile compositions of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at three maturation stages. *Food Chemistry*, 127(4), 1744-1754. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.02.051>
- Arabnezhad, H., Bahar, M., Mohammadi, H. R. & Latifian, M. (2012). Development, characterization and use of microsatellite markers for germplasm analysis in date palm (*Phoenix dactylifera* L.). *Scientia Horticulturae*, 134, 150-156.
- ASBC. (2009). *Methods of Analysis* (2009<sup>e</sup> éd.). American Society of Brewing Chemists Inc.
- Ashraf Jahani, A. (2002). Date, the life fruit. Dans *Agricultural Sciences*. Agricultural Sciences publication.
- Ashraf, Z. & Hamidi-Esfahani, Z. (2011). Date and date processing: A review. *Food Reviews International*, 27(2), 101-133. <https://doi.org/10.1080/87559129.2010.535231>

- Baliga, M. S., Baliga, B. R. V., Kandathil, S. M., Bhat, H. P. & Vayalil, P. K. (2011). A review of the chemistry and pharmacology of the date fruits (*Phoenix dactylifera* L.). *Food Research International*, 44(7), 1812-1822. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2010.07.004>
- Barrevelde, W. H. (1993). Date palm products. *FAO agricultural services bulletin*, 101.
- Barros, C. P., Guimarães, J. T., Esmerino, E. A., Duarte, M. C. K., Silva, M. C., Silva, R., Ferreira, B. M., Sant'Ana, A. S., Freitas, M. Q. & Cruz, A. G. (2020). Paraprobiotics and postbiotics: concepts and potential applications in dairy products. *Current Opinion in Food Science*, 32, 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2019.12.003>
- Barrow, S. C. (1998). A monograph of phoenix L.(palmae: Coryphoideae). *Kew bulletin*, 513-575.
- Baş, D. & Boyacı, I. H. (2007). Modeling and optimization i: Usability of response surface methodology. *Journal of Food Engineering*, 78(3), 836-845. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.11.024>
- Ben Thabet, Imene, Besbes, S., Attia, H., Deroanne, C., Francis, F., Drira, N. E. & Blecker, C. (2009). Physicochemical characteristics of date sap lagmi from deglet nour palm (*Phoenix Dactylifera* L.). *International Journal of Food Properties*, 12(3). <https://doi.org/10.1080/10942910801993528>
- Benahmed Djilali, A. & Adiba. (2012). *Analyse des aptitudes technologiques de poudres de dattes (Phoenix-dactylifera L.) améliorées par la spiruline: étude des propriétés rhéologiques, nutritionnelles et antibactériennes* [Thèse de Doctorat]. Faculté des Sciences de l'Ingénieur de l'Université M'Hamed Bougara.
- Benaïssa, A. (2017). *Optimisation des conditions opératoires de l'extraction de La(III), Cd(II) et Pb(II) par les résines Lewatit TP 207, 214 et 260* [Thèse de Doctorat]. Université Abou Bekr Belkaid.
- Benamara, S., Messoudi, Z., Bouanane, A. & Chibane, H. (1999). Formulation et analyse de la couleur d'une confiture d'abricot allégée. *Industries alimentaires et agricoles*, 116(1-2), 27-33.
- Benidir, M., El Massoudi, S., El Ghadraoui, L., Lazraq, A., Benjelloun, M. & Errachidi, F. (2020). Study of nutritional and organoleptic quality of formulated juices from jujube

- (*Ziziphus lotus* L.) and dates (*Phoenix dactylifera* L.) fruits. *The Scientific World Journal*, 2020, 1-9.
- Bentahar, I., Hassouna, M. & Amrane, A. (2014). Optimisation de l'extraction des jus de sous-produits de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) et valorisation par production de bioéthanol. *Revue des Energies Renouvelables*, 17(4), 529-540.
- Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N.-E. & Attia, H. (2004). Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food chemistry*, 84(4), 577-584.
- Besbes, S., Drira, L., Blecker, C., Deroanne, C. & Attia, H. (2009). Adding value to hard date (*Phoenix dactylifera* L.): Compositional, functional and sensory characteristics of date jam. *Food Chemistry*, 112(2), 406-411. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2008.05.093>
- Biglari, F., AlKarkhi, A. F. M. & Easa, A. M. (2008). Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Iran. *Food chemistry*, 107(4), 1636-1641.
- Billotte, N., Marseillac, N., Brottier, P., Noyer, J., Jacquemoud-Collet, J., Moreau, C., Couvreur, T., Chevallier, M., Pintaud, J. & Risterucci, A. (2004). Nuclear microsatellite markers for the date palm (*Phoenix dactylifera* L.): characterization and utility across the genus *Phoenix* and in other palm genera. *Molecular Ecology Notes*, 4(2), 256-258.
- Booij, I., Piombo, G., Risterucci, A.-M., Coupé, M., Thomas, D. & Ferry, M. (1992). Etude de la composition chimique de dattes à différents stades de maturité pour la caractérisation variétale de divers cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). *Fruits*, 47(6), 667-678.
- Borody, T. J. (2000). « flora power »-fecal bacteria cure chronic *C. difficile* diarrhea. *The American Journal of Gastroenterology*, 95(11), 3028-3029. <https://doi.org/10.1111/j.1572-0241.2000.03277.x>
- Bouaziz, M. A., Besbes, S., Blecker, C., Wathélet, B., Deroanne, C. & Attia, H. (2008). Protein and amino acid profiles of Tunisian Deglet Nour and Allig date palm fruit seeds. *Fruits*, 63(1), 37-43.

- Boudries, H., Kefalas, P. & Hornero-Méndez, D. (2007). Carotenoid composition of Algerian date varieties (*Phoenix dactylifera*) at different edible maturation stages. *Food Chemistry*, *101*(4), 1372-1377.
- Box, G. E. P. & Wilson, K. B. (1992). On the Experimental Attainment of Optimum Conditions. Dans G. E. P. Box & K. B. Wilson (Éd.), *Breakthroughs in Statistics* (Vol. 13, Numéro 1, p. 270-310). Springer-Verlag. <https://doi.org/10.1111/j.2517-6161.1951.tb00067.x>
- Brighenti, F., Casiraghi, M. C., Canzi, E. & Ferrari, A. (1999). Effect of consumption of a ready-to-eat breakfast cereal containing inulin on the intestinal milieu and blood lipids in healthy male volunteers. *European Journal of Clinical Nutrition*, *53*(9), 726-733. <https://doi.org/10.1038/sj.ejcn.1600841>
- Briones, R., Serrano, L., Younes, R. Ben, Mondragon, I. & Labidi, J. (2011). Polyol production by chemical modification of date seeds. *Industrial Crops and Products*, *34*(1), 1035-1040. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.03.012>
- Brown, T. A., Jones, M. K., Powell, W. & Allaby, R. G. (2009). The complex origins of domesticated crops in the Fertile Crescent. *Trends in Ecology and Evolution*, *24*(2), 103-109. <https://doi.org/10.1016/j.tree.2008.09.008>
- Burapalit, K. (2019). Comparison of date palm juice and syrup made from premature fruit drop, fresh and dried date pulp Barhee cultivar (*Phoenix dactylifera* L.) [Master of Science]. Dans *Food and Applied Bioscience Journal*, . Assumption University.
- Buts, J.-P. (1999). Mechanisms of Action of Biotherapeutic Agents. Dans G. W. Elmer, L. V. McFarland & C. M. Surawicz (Éd.), *Biotherapeutic Agents and Infectious Diseases* (p. 27-46). Humana Press. [https://doi.org/10.1007/978-1-59259-711-6\\_2](https://doi.org/10.1007/978-1-59259-711-6_2)
- Cassidy, A., Bingham, S. A. & Cummings, J. H. (1994). Starch intake and colorectal cancer risk: An international comparison. *British Journal of Cancer*, *69*(5), 937-942. <https://doi.org/10.1038/bjc.1994.181>
- Chen, J. J., Wang, R., Li, X. F. & Wang, R. L. (2011). Bifidobacterium longum supplementation improved high-fat-fed-induced metabolic syndrome and promoted intestinal reg I gene expression. *Experimental Biology and Medicine*, *236*(7), 823-831. <https://doi.org/10.1258/ebm.2011.010399>
- Chirinos, R., Pedreschi, R., Rogez, H., Larondelle, Y. & Campos, D. (2013). Phenolic compound contents and antioxidant activity in plants with nutritional and/or medicinal

- properties from the Peruvian Andean region. *Industrial Crops and Products*, 47, 145-152. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2013.02.025>
- Coconnier, M. H., Klaenhammer, T. R., Kerneis, S., Bernet, M. F. & Servin, A. L. (1992). Protein-mediated adhesion of *Lactobacillus acidophilus* BG2FO4 on human enterocyte and mucus-secreting cell lines in culture. *Applied and Environmental Microbiology*, 58(6), 2034-2039. <https://doi.org/10.1128/aem.58.6.2034-2039.1992>
- Costantini, L. & Audisio, P. (2000). Plant and insect remains from the Bronze Age site of Ra's al-Jinz (RJ-2), Sultanate of Oman. *Paléorient*, 26(1), 143-156. <https://doi.org/10.3406/paleo.2000.4705>
- Dalgaard, P. & Jørgensen, L. V. (1998). Predicted and observed growth of *Listeria monocytogenes* in seafood challenge tests and in naturally contaminated cold-smoked salmon. *International Journal of Food Microbiology*, 40(1-2), 105-115. [https://doi.org/10.1016/S0168-1605\(98\)00019-1](https://doi.org/10.1016/S0168-1605(98)00019-1)
- Almeida Bianchini Campos, R. C., Martins, E. M. F., de Andrade Pires, B., do Carmo Gouveia Peluzio, M., da Rocha Campos, A. N., Ramos, A. M., de Castro Leite Júnior, B. R., de Oliveira Martins, A. D., da Silva, R. R. & Martins, M. L. (2019). In vitro and in vivo resistance of *Lactobacillus rhamnosus* GG carried by a mixed pineapple (*Ananas comosus* L. Merrill) and jussara (*Euterpe edulis* Martius) juice to the gastrointestinal tract. *Food Research International*, 116, 1247-1257. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.10.012>
- Demir, N., Acar, J., Sarioglu, K. & Mutlu, M. (2001). Use of commercial pectinase in fruit juice industry. Part 3: Immobilized pectinase for mash treatment. *Journal of Food Engineering*, 47(4), 275-280. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(00\)00127-8](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(00)00127-8)
- Desobgo, Nso, E. J., Tenin, D. & Kayem, G. J. (2010). Modelling and optimizing of mashing enzymes - Effect on yield of filtrate of unmalted sorghum by use of response surface methodology. *Journal of the Institute of Brewing*, 116(1), 62-69. <https://doi.org/10.1002/j.2050-0416.2010.tb00399.x>
- Desobgo, Zangué S C, Stafford, R. A. & Metcalfe, D. J. A. (2015). Dimethyl sulfide stripping behavior during wort boiling using response surface methodology. *Journal of the American Society of Brewing Chemists*, 73(1), 84-89. <https://doi.org/10.1094/ASBCJ-2015-0103-01>

- Djoudi, I. (2013). *Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (Phoenix Dactylifera.l) dans la région de Biskra* [Magister]. Faculté des Sciences Exactes et Sciences de la Nature et de la Vie, Université Mohamed Kheider Biskra.
- Do, T. V. T. & Fan, L. (2019). Probiotic Viability, Qualitative Characteristics, and Sensory Acceptability of Vegetable Juice Mixture Fermented with Lactobacillus Strains. *Food and Nutrition Sciences*, 10(04), 412-427. <https://doi.org/10.4236/fns.2019.104031>
- Dodge, Y. & Rousson, V. (2004). *Analyse de régression appliquée* (2 ieme). Dunod.
- EBC-Analysis-Committee. (1998). *Analytica-EBC, The European reference methods for breweries by EBC*. Fachverlag Hans Carl.
- Echavarría, A. P., Pagán, J. & Ibarz, A. (2012). Melanoidins Formed by Maillard Reaction in Food and Their Biological Activity. *Food Engineering Reviews*, 4(4), 203-223. <https://doi.org/10.1007/S12393-012-9057-9/METRICS>
- Echegaray, N., Gullón, B., Pateiro, M., Amarowicz, R., Misihairabgwi, J. M. & Lorenzo, J. M. (2021). Date Fruit and Its By-products as Promising Source of Bioactive Components: A Review. *Food Reviews International*, 1411-1432. <https://doi.org/10.1080/87559129.2021.1934003>
- El Hadrami, A. & Al-Khayri, J. M. (2012). Socioeconomic and traditional importance of date palm. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 24(5), 371-385.
- Elhoumaizi, M. A., Saaidi, M., Oihabi, A. & Cilas, C. (2002). Phenotypic diversity of date-palm cultivars (*Phoenix dactylifera* L.) from Morocco. *Genetic Resources and Crop Evolution*, 49(5), 483-490. <https://doi.org/10.1023/A:1020968513494/METRICS>
- Elleuch, M., Besbes, S., Roiseux, O., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N. E. & Attia, H. (2008). Date flesh: Chemical composition and characteristics of the dietary fibre. *Food Chemistry*, 111(3), 676-682. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2008.04.036>
- Elo, S., Saxelin, M. & Salminen, S. (1991). Attachment of Lactobacillus casei strain GG to human colon carcinoma cell line Caco-2: comparison with other dairy strains. *Letters in Applied Microbiology*, 13(3), 154-156. <https://doi.org/10.1111/j.1472-765X.1991.tb00595.x>
- Elshibli, S. & Korpelainen, H. (2008). Microsatellite markers reveal high genetic diversity in date palm (*Phoenix dactylifera* L.) germplasm from Sudan. *Genetica*, 134, 251-260.

- Eltayeb, E. A., Al-hasni, A. S. & Farooq, S. A. (1999). Changes in soluble sugar content during the development of fruits in some varieties of Omani date palm (*Phoenix dactylifera*). *Pakistan Journal of Biological Sciences*, 2(1), 255-258.
- El-Zoghbi, M. (1994). Biochemical changes in some tropical fruits during ripening. *Food Chemistry*, 49(1), 33-37. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(94\)90229-1](https://doi.org/10.1016/0308-8146(94)90229-1)
- Entezari, M. H., Nazari, S. H. & Haddad Khodaparast, M. H. (2004). The direct effect of ultrasound on the extraction of date syrup and its micro-organisms. *Ultrasonics Sonochemistry*, 11(6), 379-384. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2003.10.005>
- Espiard. (2002). *Introduction to the industrial transformation of fruits* (E. Espiard, Éd.). Editions Tec & Doc.
- Estanove. (1990). Note technique : Valorisation de la datte. Dans *Les systèmes agricoles oasiens*. CIHEAM - Options Méditerranéennes.
- Falony, G., Vlachou, A., Verbrugghe, K. & Vuyst, L. De. (2006). Cross-feeding between *Bifidobacterium longum* BB536 and acetate-converting, butyrate-producing colon bacteria during growth on oligofructose. *Applied and environmental microbiology*, 72(12), 7835-7841.
- FAOSTAT. (2022). *FAOSTAT*. Cultures et produits animaux. <https://www.fao.org/faostat/fr/#data/QCL>
- Flint, H. J., Duncan, S. H., Scott, K. P. & Louis, P. (2007). Interactions and competition within the microbial community of the human colon: links between diet and health. *Environmental microbiology*, 9(5), 1101-1111.
- Fuller, R. (1991). Probiotics in human medicine. *Gut*, 32(4), 439-442. <https://doi.org/10.1136/gut.32.4.439>
- Gao, X. K., Low, T. S., Liu, Z. J. & Chen, S. X. (2002). Robust design for torque optimization using response surface methodology. *IEEE Transactions on Magnetics*, 38(2), 1141-1144. <https://doi.org/10.1109/20.996292>
- Gervais, G. (2007). Modélisation et réalité : la rencontre des mathématiques et des sciences. *Spectre thématique*, 37, 19-24.
- Ghosh, M. K. & Ghosh, U. K. (2011). Utilization of pine needles as bed material in solid state fermentation for production of lactic acid by lactobacillus strains. *BioResources*, 6(2),

1556-1575.

[https://jtatm.textiles.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes\\_06\\_2\\_1556\\_Util\\_Pine\\_Needles\\_SSF\\_Lactic\\_Acid](https://jtatm.textiles.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes_06_2_1556_Util_Pine_Needles_SSF_Lactic_Acid)

- Gibson, G. R. & Roberfroid, M. B. (1995). Dietary modulation of the human colonic microbiota: Introducing the concept of prebiotics. *Journal of Nutrition*, 125(6), 1401-1412. <https://doi.org/10.1093/jn/125.6.1401>
- Guimarães, J. T., Balthazar, C. F., Silva, R., Rocha, R. S., Graça, J. S., Esmerino, E. A., Silva, M. C., Sant'Ana, A. S., Duarte, M. C. K. H., Freitas, M. Q. & Cruz, A. G. (2020). Impact of probiotics and prebiotics on food texture. *Current Opinion in Food Science*, 33, 38-44. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2019.12.002>
- Gunn, B. F., Baudouin, L. & Olsen, K. M. (2011). Independent origins of cultivated coconut (*Cocos nucifera* L.) in the old world tropics. *PLoS ONE*, 6(6), 1-8. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0021143>
- Havenaar, R. & Huis In't Veld, J. H. J. (1992). Probiotics: A General View. Dans J. B. J. Wood (Éd.), *The Lactic Acid Bacteria* (Vol. 1, p. 151-170). Elsevier Applied Science. [https://doi.org/10.1007/978-1-4615-3522-5\\_6](https://doi.org/10.1007/978-1-4615-3522-5_6)
- Hellwig, M. & Henle, T. (2014). ChemInform Abstract: Baking, Ageing, Diabetes: A Short History of the Maillard Reaction. *Angewandte Reviews*, 45(49), 10316-10329. <https://doi.org/10.1002/chin.201449244>
- Hill, C., Guarner, F., Reid, G., Gibson, G. R., Merenstein, D. J., Pot, B., Morelli, L., Canani, R. B., Flint, H. J., Salminen, S., Calder, P. C. & Sanders, M. E. (2014). Expert consensus document: The international scientific association for probiotics and prebiotics consensus statement on the scope and appropriate use of the term probiotic. *Nature Reviews Gastroenterology and Hepatology*, 11(8), 506-514. <https://doi.org/10.1038/nrgastro.2014.66>
- Hiranvarachat, B., Suvarnakuta, P. & Devahastin, S. (2008). Isomerisation kinetics and antioxidant activities of  $\beta$ -carotene in carrots undergoing different drying techniques and conditions. *Food Chemistry*, 107(4), 1538-1546.
- Holland, B., Welch, A. A., Unwin, I. D., Buss, D. H., Paul, A. A. & Southgate, D. A. T. (1991). *McCance and Widdowson's the composition of foods*. (5th edn, Numéro Ed. 5). Royal Society of Chemistry.

- Hui, Y. H. (2006). *Fruit and fruit processing*. Blackwell Publishing.
- Ibrahim, A. F., Attalla, A. M., El-Kobbia, A. M. & Mostaffa, L. Y. (2001). Physico-chemical characteristics of fruits and pits of some date palm cultivars as affected by cultivars and seasons. *Second International Conference on Date Palms*, 167-176.
- Imad, A. A., Ahmed, A. W. K. & Robinson, R. K. (1995). Chemical composition of date varieties as influenced by the stage of ripening. *Food chemistry*, 54(3), 305-309.
- Ishrud, O., Zahid, M., Ahmad, V. U. & Pan, Y. (2001). Isolation and structure analysis of a glucomannan from the seeds of Libyan dates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49(8), 3772-3774.
- Ishrud, O., Zahid, M., Zhou, H. & Pan, Y. (2001). A water-soluble galactomannan from the seeds of Phoenix dactylifera L. *Carbohydrate Research*, 335(4), 297-301.
- Jassim, S. A. A. & Naji, M. A. (2010). In vitro evaluation of the antiviral activity of an extract of date palm (Phoenix dactylifera L.) pits on a pseudomonas phage. *eCAM*, 7(1), 57-62. <https://doi.org/10.1093/ecam/nem160>
- Jeong, S. M., Kim, S. Y., Kim, D. R., Jo, S. C., Nam, K. C., Ahn, D. U. & Lee, S. C. (2004). Effect of heat treatment on the antioxidant activity of extracts from citrus peels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(11), 3389-3393. <https://doi.org/10.1021/jf049899k>
- Kaack, K. & Austed, T. (1998). Interaction of vitamin C and flavonoids in elderberry (Sambucus nigra L.) during juice processing. *Plant Foods for Human Nutrition*, 52(3), 187-198. <https://doi.org/10.1023/A:1008069422202>
- Khan, J. A., Abulnaja, K. O., Kumosani, T. A. & Abou-Zaid, A. Z. A. (1995). Utilization of Saudi date sugars in production of baker's yeast. *Bioresource Technology*, 53(1), 63-66. [https://doi.org/10.1016/0960-8524\(95\)00061-I](https://doi.org/10.1016/0960-8524(95)00061-I)
- Kumar, R. S., Kanmani, P., Yuvaraj, N., Paari, K. A., Pattukumar, V., Thirunavukkarasu, C. & Arul, V. (2012). Lactobacillus plantarum AS1 isolated from south Indian fermented food Kallappam suppress 1, 2-dimethyl hydrazine (DMH)-induced colorectal cancer in male Wistar rats. *Applied biochemistry and biotechnology*, 166, 620-631.
- Landbo, A. K., Kaack, K. & Meyer, A. S. (2007). Statistically designed two step response surface optimization of enzymatic prepress treatment to increase juice yield and lower

- turbidity of elderberry juice. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 8(1), 135-142. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2006.08.006>
- Lee, S. H. & Labuza, T. P. (1975). Destruction of ascorbic acid as a function of water activity. *Journal of Food Science*, 40(2), 370-373. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1975.tb02204.x>
- Leong, S. Y. & Oey, I. (2012). Effects of processing on anthocyanins, carotenoids and vitamin C in summer fruits and vegetables. *Food Chemistry*, 133(4), 1577-1587. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.02.052>
- Lourens-Hattingh, A. & Viljoen, B. C. (2001). Growth and survival of a probiotic yeast in dairy products. *Food Research International*, 34(9), 791-796.
- Louvet, F. & Delplanque, L. (2005). *Les Plans d'Expériences : une approche pragmatique et illustrée - Design of Experiments : the French touch* (Expérimentique, Éd.).
- Lund, M. N. & Ray, C. A. (2017). Control of Maillard Reactions in Foods: Strategies and Chemical Mechanisms. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65(23), 4537-4552. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b00882>
- Lundstedt, T., Seifert, E., Abramo, L., Thelin, B., Nyström, Å., Pettersen, J. & Bergman, R. (1998). Experimental design and optimization. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 42(1-2), 3-40. [https://doi.org/10.1016/S0169-7439\(98\)00065-3](https://doi.org/10.1016/S0169-7439(98)00065-3)
- Magazù, S., Migliardo, F. & Telling, M. T. F. (2008). Structural and dynamical properties of water in sugar mixtures. *Food Chemistry*, 106(4), 1460-1466. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.05.097>
- Mahmoud, O. H. A., Zango, O., Gapili, N., Ibrahim, M. L. A., Rafiou, A., Chabrillange, N., Aberlenc, F., Bakasso, Y. & Bell, J. M. (2022). Agrobiodiversity and Sustainability of Oasis Agrosystems in Palm Groves of Sahara and Sahel in Chad. *Journal of Agricultural Science*, 14(4), 99-113. <https://doi.org/10.5539/jas.v14n4p99>
- Majamaa, H. & Isolauri, E. (1997). Probiotics: A novel approach in the management of food allergy. *Journal of Allergy and Clinical Immunology*, 99(2), 179-185. [https://doi.org/10.1016/S0091-6749\(97\)70093-9](https://doi.org/10.1016/S0091-6749(97)70093-9)
- Makebe, C., Desobgo, Z. & Nso, E. (2017). Optimization of the juice extraction process and investigation on must fermentation of overripe giant horn plantains. *Beverages*, 3(2), 1-18. <https://doi.org/10.3390/beverages3020019>

- Mandalari, G., Nueno Palop, C., Tuohy, K., Gibson, G. R., Bennett, R. N., Waldron, K. W., Bisignano, G., Narbad, A. & Faulds, C. B. (2007). In vitro evaluation of the prebiotic activity of a pectic oligosaccharide-rich extract enzymatically derived from bergamot peel. *Applied microbiology and biotechnology*, 73, 1173-1179.
- Mandalari, G., Nueno-Palop, C., Bisignano, G., Wickham, M. S. J. & Narbad, A. (2008). Potential prebiotic properties of almond (*Amygdalus communis* L.) seeds. *Applied and Environmental Microbiology*, 74(14), 4264-4270. <https://doi.org/10.1128/AEM.00739-08>
- Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E. & Kefalas, P. (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, 89(3), 411-420. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.02.051>
- Martínez, J. J., Hernández, F., Abdelmajid, H., Legua, P., Martínez, R., el Amine, A. & Melgarejo, P. (2012). Physico-chemical characterization of six pomegranate cultivars from Morocco: processing and fresh market aptitudes. *Scientia Horticulturae*, 140, 100-106.
- Martins, S. I. F. S., Jongen, W. M. F. & Van Boekel, M. A. J. S. (2000). A review of Maillard reaction in food and implications to kinetic modelling. *Trends in Food Science and Technology*, 11(9-10), 364-373. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(01\)00022-X](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(01)00022-X)
- Mathieu, D. & Phan-tan-luu, R. (1997). Approach of response surface methodology. Dans J. Driesbeke, J. Fine & G. Saporta (Éd.), *Surface of experiments* (p. 211-277). Technip editions.
- Matloob, M. H. & Balakita, A. A. A. H. (2016). Phenolic content of various date palms fruits and vinegars from Iraq. *Int. J. Chem. Sci*, 14, 1893-1906.
- Mazoyer, M., Mazoyer, M., Aubineau, M., Bougler, J., Roger-Estrade, J., Bermond, A. & Ney, B. (2002). *Larousse agricole*. Larousse.
- Menne, E., Guggenbuhl, N. & Roberfroid, M. (2000). Fn-type chicory inulin hydrolysate has a prebiotic effect in humans. *Journal of Nutrition*, 130(5), 1197-1199. <https://doi.org/10.1093/jn/130.5.1197>
- Messaid, H. (2008). *Optimisation du processus d'immersion - rehydratation du système dattes seches - jus d'orange* [Magister]. Université M'hamed Bougara. .

- Miller, C. J., Dunn, E. V. & Hashim, I. B. (2003). The glycaemic index of dates and date/yoghurt mixed meals. Are dates « the candy that grows on trees »? *European Journal of Clinical Nutrition*, 57(3), 427-430. <https://doi.org/10.1038/sj.ejcn.1601565>
- Miller, Campbell J., Dunn, E. V. & Hashim, I. B. (2002). Glycemic index of 3 varieties of dates. *Saudi Medical Journal*, 23(5), 536-538.
- Mohamed, A. E. (2000). Trace element levels in some kinds of dates. *Food Chemistry*, 70(1), 9-12. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00232-0](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00232-0)
- Mohammed, S., Shabana, H. R. & Mawlod, E. A. (1983). Evaluation and identification of Iraqi date cultivars: fruit characteristics of fifty cultivars. *Date Palm Journal*, 2(1), 27-55.
- Mokeddem, F. & Benaouda, R. (2020). *Etude de la lutte biologique contre la pourriture de l'inflorescence du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)* [Master]. Université Mohamed Khider, Faculté des sciences exactes et sciences de la nature et de vie.
- Mokhtari, S., Jafari, S. M. & Khomeiri, M. (2019). Survival of encapsulated probiotics in pasteurized grape juice and evaluation of their properties during storage. *Food Science and Technology International*, 25(2), 120-129.
- Mortazavian, A. M., Ghorbanipour, S., Mohammadifar, M. A. & Mohammadi, M. (2011). Biochemical properties and viable probiotic population of yogurt at different bacterial inoculation rates and incubation temperatures. *Philippine Agricultural Scientist*, 94(2), 111-116.
- Mostafa, H. S., Ali, M. R. & Mohamed, R. M. (2021). Production of a novel probiotic date juice with anti-proliferative activity against hep-2 cancer cells. *Food Science and Technology (Brazil)*, 41, 105-115. <https://doi.org/10.1590/fst.09920>
- Mostofi, S. & Mohammad, R. (2016). Modification and performance evaluation of date palm leaf and leaf-end pruning machine. *European Journal of Engineering Research and Science*, 1(4), 20-27.
- Moussally, S., Al-Sham'aa, K., Almer, K., Khierallah, H., Udupa, S., Hamwiah, A., Farah, J., Lababidi, S., Malek, J. A. & Aaouine, M. (2010). Development of 1000 microsatellite markers across the date palm (*Phoenix dactylifera L.*) genome. *IV International Date Palm Conference 882*, 269-277.
- Munyaka, A. W., Makule, E. E., Oey, I., Van Loey, A. & Hendrickx, M. (2010). Thermal Stability of l-ascorbic acid and ascorbic acid oxidase in broccoli (*Brassica oleracea var.*

- italica). *Journal of Food Science*, 75(4), 336-340. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2010.01573.x>
- Muzeau, J. P. & Lemaire, M. (1997). Reliability analysis with implicit formulations. Dans C. G. Soares (Éd.), *Probabilistic methods for structural design* (1<sup>re</sup> éd., p. 141-160). Springer Dordrecht.
- Myers, R. H., Montgomery, D. C. & Anderson-Cook, C. (2016). *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments* (Fourth edi). Wiley.
- Najeh, D., Taher, T. & Kacem, B. (1999). Tunisian Deglet Noor dates ripening, processing and storage. Dans D. Gerasopoulos (Éd.), *Post-harvest losses of perishable horticultural products in the Mediterranean region* (Numéro 42, p. 179-184). CIHEAM - Options Méditerranéennes.
- Nancib, N., Ghoul, M., Larous, L., Nancib, A., Adimi, L. Z., Remmal, M. & Boudrant, J. (1999). Use of date products in production of the thermophilic dairy starter strain *Streptococcus thermophilus*. *Bioresource Technology*, 67(3), 291-295. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(98\)00115-1](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(98)00115-1)
- Noui, Y. (2007). *Caractérisation physico-chimique comparative des deux principaux tissus constitutifs de la pulpe de datte mech-Degla* [Thèse]. Université M'hamed Bougara Boumerdès.
- Nurmi, E., Nuotio, L. & Schneitz, C. (1992). The competitive exclusion concept: development and future. *International Journal of Food Microbiology*, 15(3-4), 237-240. [https://doi.org/10.1016/0168-1605\(92\)90054-7](https://doi.org/10.1016/0168-1605(92)90054-7)
- Oey, I., Van der Plancken, I., Van Loey, A. & Hendrickx, M. (2008). Does high pressure processing influence nutritional aspects of plant based food systems? *Trends in Food Science and Technology*, 19(6), 300-308. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2007.09.002>
- Osborne, D. M., Armacost, R. L. & Pet-Edwards, J. (1997). State of the art in multiple response surface methodology. *1997 IEEE International Conference on Systems, Man, and Cybernetics. Computational Cybernetics and Simulation*, 4, 3833-3838.
- Paterson, D. L., Iredell, J. & Whitby, M. (1994). Putting back the bugs: Bacterial treatment relieves chronic diarrhoea. *Medical Journal of Australia*, 160(4), 232-233. <https://doi.org/10.5694/j.1326-5377.1994.tb126619.x>

- Paul, G. P., Satav, P. D., Pethe, A. S. & More, S. M. (2018). Effect of must dilution on fermentation of banana fruit pulp into white wine. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 3(2), 207-208.
- Peyron, G. (2000). Cultiver le palmier dattier. Dans *Growing date palm (Phoenix dactylifera)*. L) CIRAD.
- Puri, A., Sahai, R., Singh, K. L., Saxena, R. P., Tandon, J. S. & Saxena, K. C. (2000). Immunostimulant activity of dry fruits and plant materials used in Indian traditional medical system for mothers after child birth and invalids. *Journal of ethnopharmacology*, 71(1-2), 89-92.
- Rao, V. A. (2001). The prebiotic properties of oligofructose at low intake levels. *Nutrition Research*, 21(6), 843-848. [https://doi.org/10.1016/S0271-5317\(01\)00284-6](https://doi.org/10.1016/S0271-5317(01)00284-6)
- Reddy, B. S. (1998). Prevention of colon cancer by pre-and probiotics: evidence from laboratory studies. *British Journal of Nutrition*, 80(2), S219-S223.
- Rijkers, G. T., De Vos, W. M., Brummer, R.-J., Morelli, L., Corthier, G. & Marteau, P. (2011). Health benefits and health claims of probiotics: bridging science and marketing. *British Journal of Nutrition*, 106(9), 1291-1296.
- Rivera-Espinoza, Y. & Gallardo-Navarro, Y. (2010). Non-dairy probiotic products. *Food Microbiology*, 27(1), 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.fm.2008.06.008>
- Roobab, U., Batool, Z., Manzoor, M. F., Shabbir, M. A., Khan, M. R. & Aadil, R. M. (2020). Sources, formulations, advanced delivery and health benefits of probiotics. *Current Opinion in Food Science*, 32, 17-28. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2020.01.003>
- Ross, T. (1996). Indices for performance evaluation of predictive models in food microbiology. *Journal of Applied Bacteriology*, 81(5), 501-508. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.1996.tb03539.x>
- Sahari, M. A., Barzegar, M. & Radfar, R. (2007). Effect of varieties on the composition of dates (*Phoenix dactylifera* L.)—note. *Food science and technology international*, 13(4), 269-275.
- Sarraf, M., Jemni, M., Kahramanoğlu, I., Artés, F., Shahkoomahally, S., Namsi, A., Ihtisham, M., Brestic, M., Mohammadi, M. & Rastogi, A. (2021). Commercial techniques for preserving date palm (*Phoenix dactylifera*) fruit quality and safety: A review. *Saudi*

*Journal of Biological Sciences*, 28(8), 4408-4420.  
<https://doi.org/10.1016/J.SJBS.2021.04.035>

Sawaya, W. N., Khalil, J. K., Safi, W. N. & Al-Shalhat, A. (1983). Physical and Chemical Characterization of Three Saudi Date Cultivars at Various Stages of Development. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 16(2), 87-92.  
[https://doi.org/10.1016/S0315-5463\(83\)72065-1](https://doi.org/10.1016/S0315-5463(83)72065-1)

Schulte, F., Flaschel, E. & Niehaus, K. (2016). Proteome-based analysis of colloidal instability enables the detection of haze-active proteins in beer. *Journal of agricultural and food chemistry*, 64(35), 6752-6761.

Serpen, A. & Gökmen, V. (2007). Reversible degradation kinetics of ascorbic acid under reducing and oxidizing conditions. *Food Chemistry*, 104(2), 721-725.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.11.073>

Shafiei, M., Karimi, K. & Taherzadeh, M. J. (2010). Palm date fibers: analysis and enzymatic hydrolysis. *International journal of molecular sciences*, 11(11), 4285-4296.

Shenasi, M., Aidoo, K. E. & Candlish, A. A. G. (2002). Microflora of date fruits and production of aflatoxins at various stages of maturation. *International Journal of Food Microbiology*, 79(1-2), 113-119.

Shiundu, K. M. & Oniang'o, R. K. (2007). Marketing African leafy vegetables: Challenges and opportunities in the Kenyan context. *African Journal of food, agriculture, nutrition and development*, 7(4), 1-17.

Shori, A. B. (2016). Influence of food matrix on the viability of probiotic bacteria: A review based on dairy and non-dairy beverages. *Food bioscience*, 13, 1-8.

Siddiq, M., Aleid, S. M. & Kader, A. A. (2013). Dates: Postharvest science, processing technology and health benefits. Dans M. Siddiq, S. M. Aleid & A. A. Kader (Éd.), *Dates: Postharvest Science, Processing Technology and Health Benefits* (1<sup>re</sup> éd.). John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9781118292419>

Siebert, K. J. (2006). Haze formation in beverages. *LWT - Food Science and Technology*, 39(9), 987-994. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2006.02.012>

Sohrabvandi, S., Mortazavian, A. M. & Rezaei, K. (2012). Health-related aspects of beer: A review. *International Journal of Food Properties*, 15(2), 350-373.

- Solis Pereyra, B. & Lemonnier, D. (1993). Induction of human cytokines by bacteria used in dairy foods. *Nutrition Research*, 13(10), 1127-1140. [https://doi.org/10.1016/S0271-5317\(05\)80737-7](https://doi.org/10.1016/S0271-5317(05)80737-7)
- Solomakhin, A. & Blanke, M. M. (2010). Can coloured hailnets improve taste (sugar, sugar: acid ratio), consumer appeal (colouration) and nutritional value (anthocyanin, vitamin C) of apple fruit? *LWT - Food Science and Technology*, 43(8), 1277-1284. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2010.02.020>
- Spiller, Gene A. (2001). CRC handbook of dietary fiber in human nutrition. Dans G. A. Spiller (Éd.), *CRC Handbook of Dietary Fiber in Human Nutrition, Third Edition* (3<sup>e</sup> éd.). CRC Press.
- Srivastava, S. & Tyagi, S. K. (2013). Effect of enzymatic hydrolysis on the juice yield from apple fruit (*Malus domestica*) pulp. *International Journal of Biotechnology and Bioengineering Research*, 4(4), 299-306.
- Starowicz, M. & Zieliński, H. (2019). How Maillard reaction influences sensorial properties (color, flavor and texture) of food products? *Food Reviews International*, 35(8), 707-725.
- Sun, J., Chu, Y. F., Wu, X. & Liu, R. H. (2002). Antioxidant and antiproliferative activities of common fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(25), 7449-7454. <https://doi.org/10.1021/jf0207530>
- Tang, W., Xing, Z., Hu, W., Li, C., Wang, J. & Wang, Y. (2016). Antioxidative effects in vivo and colonization of *Lactobacillus plantarum* MA2 in the murine intestinal tract. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 100(16), 7193-7202. <https://doi.org/10.1007/s00253-016-7581-x>
- Tengberg, M. (2003). Research into the origins of date palm domestication. Dans *The date palm. From traditional resource to green wealth* (p. 51-64). Emirates Center for Strategic Studies and Research.
- Thabet, Imène Ben, Attia, H., Besbes, S., Deroanne, C., Francis, F., Drira, N. E. & Blecker, C. (2007). Physicochemical and functional properties of typical tunisian drink: Date palm sap (*Phoenix dactylifera* L.). *Food Biophysics*, 2, 76-82. <https://doi.org/10.1007/s11483-007-9033-8>
- Tuohy, K. M., Ziemer, C. J., Klinder, A., Knöbel, Y., Pool-Zobel, B. L. & Gibson, G. R. (2002). A human volunteer study to determine the prebiotic effects of lactulose powder on human

- colonic microbiota. *Microbial Ecology in Health and Disease*, 14(3), 165-173. <https://doi.org/10.1080/089106002320644357>
- USDA. (2012, 21. juillet). *USDA National Nutrient Database for Standard Reference, Release 21*. United States Department of Agriculture, <http://www.nal.usda.gov>.
- Uy, M. & Telford, J. K. (2009). Optimization by design of experiment techniques. *2009 IEEE Aerospace conference*, 1-10.
- Van Heerwaarden, J., Doebley, J., Briggs, W. H., Glaubitz, J. C., Goodman, M. M., de Jesus Sanchez Gonzalez, J. & Ross-Ibarra, J. (2011). Genetic signals of origin, spread, and introgression in a large sample of maize landraces. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 108(3), 1088-1092.
- Van, T., Do, T. & Fan, L. (2019). Probiotic Viability, Qualitative Characteristics, and Sensory Acceptability of Vegetable Juice Mixture Fermented with Lactobacillus Strains. *Food and Nutrition Sciences*, 10, 412-427. <https://doi.org/10.4236/fns.2019.104031>
- Vayalil, P. K. (2002). Antioxidant and antimutagenic properties of aqueous extract of date fruit (Phoenix dactylifera L. Arecaceae). *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(3), 610-617.
- Vayalil, P. K. (2012). Date fruits (phoenix dactylifera Linn): An emerging medicinal food. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 52(3), 249-271. <https://doi.org/10.1080/10408398.2010.499824>
- Vinson, J. A., Dabbagh, Y. A., Serry, M. M. & Jang, J. (1995). Plant flavonoids, especially tea flavonols, are powerful antioxidants using an in vitro oxidation model for heart disease. *Journal of agricultural and food chemistry*, 43(11), 2800-2802.
- Vivier, S. (2002). *Stratégies d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis* [Thèse de doctorat]. Ecole Centrale de Lille et Université des Sciences et Technologies de Lille.
- Vollaard, E. J. & Clasener, H. A. (1994). Colonization resistance. *Antimicrobial agents and chemotherapy*, 38(3), 409-414.
- Washko, P. W., Welch, R. W., Dhariwal, K. R., Wang, Y. & Levine, M. (1992). Ascorbic acid and dehydroascorbic acid analyses in biological samples. *Analytical Biochemistry*, 204(1), 1-14. [https://doi.org/10.1016/0003-2697\(92\)90131-P](https://doi.org/10.1016/0003-2697(92)90131-P)

- Wasseem, R., Mira, R., Hamutal, B. N., Nina, V., Sylvie, J., Mazen, E. & Michael, A. (2009). Effects of date (phoenix dactylifera l., medjool or hallawi variety) consumption by healthy subjects on serum glucose and lipid levels and on serum oxidative status: A pilot study. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(17), 8010-8017. <https://doi.org/10.1021/jf901559a>
- Weber, F. & Larsen, L. R. (2017). Influence of fruit juice processing on anthocyanin stability. *Food Research International*, 100, 354-365.
- White, J. & Hekmat, S. (2018). Development of probiotic fruit juices using lactobacillus rhamnosus GR-1 fortified with short chain and long chain inulin fiber. *Fermentation*, 4(2), 1-12. <https://doi.org/10.3390/fermentation4020027>
- Wolever, T. M. S., Jenkins, D. J. A., Jenkins, A. L. & Josse, R. G. (1991). The glycemic index: Methodology and clinical implications. *American Journal of Clinical Nutrition*, 54(5), 846-854. <https://doi.org/10.1093/ajcn/54.5.846>
- Younis, K., Ahmad, S. & Badpa, A. (2015). Malnutrition: causes and strategies. *Journal of Food Processing and Technology*, 6(4), 1-8.
- Yousif, A. K., Morton, I. D. & Mustafa, A. I. (1991). Functionality of date paste in bread making. *Cereal Chem*, 68(1), 43-47.
- Yun, J. H., Tomas-Barberan, F. A., Kader, A. A. & Mitchell, A. E. (2006). The flavonoid glycosides and procyanidin composition of Deglet Noor dates (Phoenix dactylifera). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(6), 2405-2411. <https://doi.org/10.1021/jf0581776>
- Zehdi, S., Trifi, M., Billotte, N., Marrakchi, M. & Christophe Pintaud, J. (2004). Genetic diversity of Tunisian date palms (Phoenix dactylifera L.) revealed by nuclear microsatellite polymorphism. *Hereditas*, 141(3), 278-287.
- Zhang, C.-R., Aldosari, S. A., Vidyasagar, P. S. P. V, Nair, K. M. & Nair, M. G. (2013). Antioxidant and anti-inflammatory assays confirm bioactive compounds in Ajwa date fruit. *Journal of agricultural and food chemistry*, 61(24), 5834-5840.
- Zhu, W., Lyu, F., Naumovski, N., Ajlouni, S. & Ranadheera, C. S. (2020). Functional efficacy of probiotic lactobacillus sanfranciscensis in apple, orange and tomato juices with special reference to storage stability and in vitro gastrointestinal survival. *Beverages*, 6(1), 1-9. <https://doi.org/10.3390/beverages6010013>

Zohary, D., Hopf, M. & Weiss, E. (2012). Domestication of Plants in the Old World: The origin and spread of domesticated plants in Southwest Asia, Europe, and the Mediterranean Basin. Dans *Domestication of Plants in the Old World: The Origin and Spread of Domesticated Plants in Southwest Asia, Europe, and the Mediterranean Basin* (4<sup>e</sup> éd.). Oxford University Press.  
<https://doi.org/10.1093/ACPROF:OSOBL/9780199549061.001.0001>

Zucko, J., Starcevic, A., Diminic, J., Oros, D., Mortazavian, A. M. & Putnik, P. (2020). Probiotic – friend or foe? *Current Opinion in Food Science*, 32, 45-49.  
<https://doi.org/10.1016/j.cofs.2020.01.007>

## Annexes



Annexe 1: Dattes Bournow après triage



Annexe 2: Datte Bournow après dénoyautage



Annexe 3: Polarimètre pour la caractérisation de la matière première



Annexe 4: Filtration de l'extrait de dattes bournow



Annexe 5: Filtrations des extraits



Annexe 6: Pesage des reactions

**a**



**b**



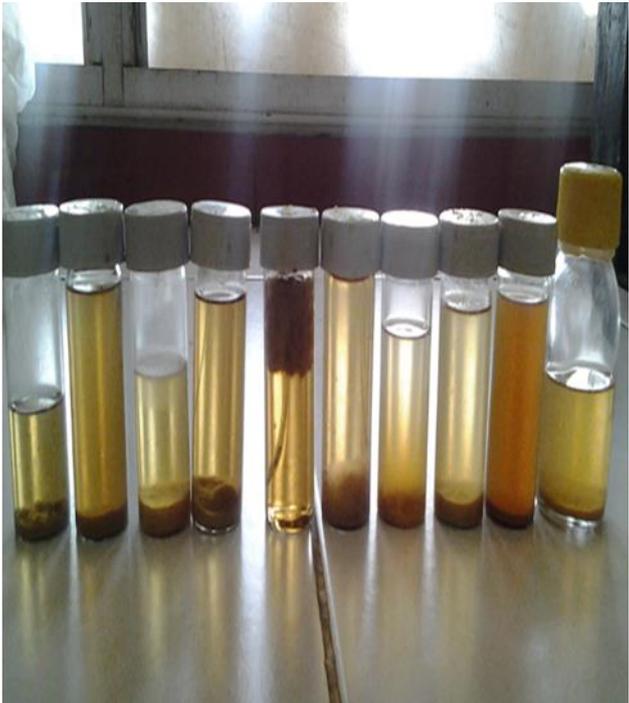
Annexe 7: Traitement des échantillons au bain marie



Annexe 8: Lecture des échantillons au refractometre



Annexe 9: Préparation des échantillons pour les analyses physicochimiques



Annexe 10: Echantillons prêts à analyse