

N° Ordre/FSI/UMBB/2012

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES



Faculté des Sciences de l'Ingénieur

Thèse de DOCTORAT

Présentée par : M^{elle} BENAHMED DJILALI Adiba

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en

**Filière : Génie des Procédés
Option : Technologie Alimentaire**

*Analyse des aptitudes technologiques de poudres
de dattes (*Phoenix-dactylifera.l*) améliorées par
la spiruline. Etude des propriétés rhéologiques,
nutritionnelles et antibactériennes.*

**Soutenue le : 10/06/2012
Devant le Jury composé de :**

Mme BELHANACHE Naima	Professeur(ENP)	Présidente	
Mr NABIEV Mohamed	Professeur(UMBB)	Examineur	
Mr BENZEHRA Abdelmadjid	Professeur(ENSA)	Examineur	
Mr NOURI L'Hadi	Professeur (UMBB)	Examineur	
Mme MEDJDOUB BENSaad Ferroudja	Maitre de conférences A (UMMTO)	Examinatrice	
Mr BENAMARA Salem	Professeur (UMBB)	Encadreur	
Mr MEKSOUd Abdelhakim	Docteur (LABO Pharmaceutique)	Invité	

Année Universitaire 2011/2012

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Recherche de Technologie Alimentaire de l'Université M'Hamed Bougara de Boumerdès (L.R.T.A) et au Laboratoire pharmaceutique SAYDAL El Harrach (Alger).

Au terme de ce travail, il m'est agréable d'adresser mes remerciements les plus sincères à : Dieu, tout Puissant de m'avoir ouvert les portes du savoir et de m'avoir donné le courage et la volonté pour mener à terme mon travail.

A cette occasion, qu'il mesoit permis d'exprimer particulièrement, mes sentiments de reconnaissance et de satisfaction à mon encadreur Professeur BENAMARA Salem qui a assuré la gestion quotidienne de mathèse. Son immense expérience, ses fructueux conseils et critiques scientifiques ainsi que sa disponibilité régulière ont fortement facilité l'avancement de ce travail de recherche.

Je tiens à remercier beaucoup Madame BENHANACHE Naima (Professeur à l'ENP Alger) pour l'honneur qu'elle m'a fait en acceptant de présider le jury.

Mes profonds remerciements s'adressent autant à Messieurs SAIDI Nabil et ABA Abdelmadjid Directeurs de l'Unité de Recherche et de Développement de l'Intendance (Alger) pour la proposition du thème, leur collaboration, l'intégration au sein de son équipe de recherche, confié le sujet de cette thèse et le suivi avec bienveillance et vif intérêt.

Je tiens à exprimer aussi ma gratitude toute spéciale à Mr MEKSSOUD Abdelhakim Directeur de SAIDAL et BIOGALE (Maison Blanche) qui m'a accueilli au sein de son laboratoire pour la réalisation des Analyses Pharmacologique qu'il a suivies avec un vif intérêt et dont j'ai toujours apprécié les critiques, les conseils et les suggestions scientifiques ainsi que son entière disponibilité, son encadrement social m'a remonté le moral chaque fois que j'en avais besoin.

Mes vifs remerciements à Messieurs NABIEV Mohamed Professeur à l'Université de Boumerdès et Mr NOURI El Hadi Professeur et Responsable du Laboratoire de Technologie Alimentaire à l'Université de Boumerdès d'avoir acceptés de juger ce travail et de participer au jury de cette thèse.

J'adresse aussi ma profonde et vive reconnaissance à Mr BENZARA Abdelmadjid Professeur à l'ENSA (Alger) qui a accepté de lire et corriger mon manuscrit et pour sa régulière disponibilité, ses multiples conseils et son encadrement tant scientifique (Explication de l'Analyse AFC) que social.

Mon profond remerciement s'adresse aussi à Madame Mme MEDJDOUB BENSaad Ferroudja Maître de conférences à l'Université de Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou pour l'honneur qu'elle m'a fait en acceptant d'examiner mon manuscrit.

Je tiens également à m'acquitter d'un devoir de gratitude tout particulier envers tous ceux qui, d'une manière ou d'une autre, ont contribué à la réalisation de ce travail et en particulier :

-A tous les Professeurs et les enseignants de la Faculté de Sciences de l'ingénieur particulièrement Mr BENACHAMA, Mr EGHADAD, Mr MEGDOUD, Mme ANNOU et Mme MESSAID qui ont assuré ma formation à l'Université de Boumerdès et à tous les Professeurs de l'Ecole Nationale Polytechnique Alger.

A Messieurs ALLIOUCHE Doyen de la Faculté des Sciences de l'Ingénieur (Boumerdès) et Mr MALAAM Responsable du service poste de graduation.

A Messieurs Mr DERRIDJ Doyen de la Faculté des Sciences Biologiques et Agronomiques (UMMTO), Mr MATI et Mr HADJ KASSI Responsables du Département de Microbiologie et Biochimie de l'Université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou pour leurs encouragements scientifiques.

-Aux Ingénieurs des laboratoires de la Faculté des Sciences de l'Ingénieur (Boumerdès).

Mr LARBES, CHAHRAZAD, HAKIMA et NABILA (Biogalé), et d'autres Responsables de la Recherche et de Développement des Produits Pharmaceutiques SAIDAL Alger pour leur collaboration lors de la réalisation des opérations de compactage et certaines analyses pharmacologiques.

-Mr TAMI pour la réalisation de l'analyse d'absorption atomique (Laboratoire Physico-chimique Unité l'ORGM (Boumerdès).

-Melle NADIR Assma et Tarek, Responsables de l'Unité de Production des Boissons (UPBR Réghaia Boumerdès) et les Responsables de l'Unité de Production des Extraits Naturels à Réghaia qui m'ont accueilli au sein de leur laboratoire pour la réalisation des Analyses et pour leurs encouragements scientifiques.

-Mr BOUBGHIRA et Mme ALLAM Nadia, et toute l'équipe des Ingénieurs du Centre de Recherche et du Développement de SONATRAC de Boumerdès pour la photographie électronique par le MEB.

-Mr AMIROUCHE Responsable du Laboratoire de Chimie à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou pour la photographie électronique par le MEB.

-Mr CEDRIC Maiga Responsable de la Fédération de la Collection de spiruline en France d'avoir m'accordé la spiruline.

-Mme LOUNAOUCI Ghania Maitre de Conférence à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, d'avoir m'accompli l'Analyse de calorimétrie en France.

-Mr BELHASSNAT Professeur à l'Institut ISMAL Daley et Ibrahim qui n'a cessé de m'encourager et de me soutenir chaque fois que j'avais des difficultés lors de la culture de spiruline dont j'ai toujours apprécié ses conseils.

Au terme de ce modeste travail, je tiens à remercier tout particulièrement Mr BOUKSAIM Mohamed Chercheur Responsable du laboratoire de Génie et Biosécurité Alimentaire et Environnementale pour sa recommandation auprès du Directeur de l'Institut National de la Recherche Agronomique INRA RABAT (MAROC) pour bénéficier d'un stage. En Recherche en Technologie Agroalimentaire et Qualité, au Centre Régional de la Recherche Agronomique de Rabat. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre sincère et profonde reconnaissance.

Mon commencement de mes essais était au sein du Laboratoire Technologie Alimentaire Université de Boumerdès guidé par le Professeur NOURI l'Hadi, je garderai un merveilleux souvenir de toute l'équipe des Ingénieurs du laboratoire de Recherche de Technologie Alimentaire et les chercheurs scientifiques en particulier l'équipe de Professeur Benamara, services, encouragement moral et encadrement social.

Je remercie également tout le personnel de la bibliothèque (UMBB) d'avoir mis à ma disposition la documentation nécessaire.

La réussite de ce travail dépend aussi du soutien moral et de l'encouragement social très chaleureux dont ma famille en particulier mon père, ma grande Mère, mes sœurs Karima et Chrifa, le frangin Abdellah, et ma belle sœur Samah, ma tante Zahra, et mon oncle Abdelkader, mes cousins et cousines spécialement Samiha, Siham, Samia, Samir et Kassem de Tipaza.

A mes amies : Souad, Nadia, Horia, Samia, Najet, Noura, Naima, Messaouda, Samira, Bea, Tenata, Rahma, je garde aussi à cœur la grande amitié dont m'ont témoigné, qu'elles trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance. Je ne peux non plus oublier les services et les encouragements qu'ils m'ont réservés.

Dédicaces

*A la mémoire de ma mère qui a béni mon désir
d'apprendre et m'a toujours encouragé pour être devenue ce
que je suis*

A ma nièce ALLAA

A toute la famille

A Toutes les personnes que j'aime

ملخص

الهدف من هذا العمل هو اعداد مركب غذائي جديد من نوع وظيفي مشكل اصلا من مسحوق التمر (مش دقلة) وكذلك من (السيبريلين) في البداية اجري تخصيص فيزيوكيميائي وميكروبيولوجي لكل من مسحوقين (التمر و السيبريلين) مسحوق التمر معروف بغناه بالسكر وبفقره للبروتينات بالمقابل (سيبريلين) المؤهلة لكونها الغذاء الغني جدا في العالم تمثل مركز حقيقي للبروتينات لسوء الحظ في بعض الأحيان نكهتها القوية يتم تقبلها بصعوبة من طرف بعض المستهلكين نتيجة لذلك راينا انه من المفيد التطرق الى نسج المسحوقين الممزوج المثالي = 80% من مسحوق التمر + 10% من مسحوق (السيبريلين) + 10% من مضافات اخرى (مسحوق قشرة وعصير البرتقال) المتحصل عليه بالاعتماد على تحاليل الحشي (AFC) فضلا عن ذلك الخصائص (ريولوجية) لمختلف المساحيق قادتنا الى الاهتمام بقدرة الاندماج في الحقيقة يتعلق الامر بتأكيد بعض التجارب الاولية التي اجريناها سابقا في مخبرنا حسب علمنا حتى الان لا يوجد اي عمل علمي مخصص لصوغ اقراص من مساحيق الفواكه (فيكوسيانين) (صباغ ازرق اخضر للسيبريلين) يملك عدة خصائص صيدلانية (مضادة للبكتيريا .مضادة للاكسدة وخاصة مضادة للالتهاب) لذلك ارتائنا الى استعمالها كبدا فعال في هذه الاقراص تحليل هذه الاخيرة اجريت باستعمال نفس الطرق التي تستعمل في صناعة الصيدلانية .تحديد بعض الخصائص الفيزيوكيميائية للاقراص (الصلابة امكانية السحق مدة التفكك انحلال (فيكوسيانين) داخل ثلاثة اوساط مختلفة(HCl 0.1 N، ماءمقطر ومحلول ملحي الفوسفات(pH = 6.8)

القرص المشكل يمكن تشبيهه بغذاء وظيفي ذو عدة استعمالات:1) يمكن استهلاكه كما هو من طرف جميع الفئات (2) تغذية المرضى اللذين لا يستطيعون المضغ. والبلع علما ان هذه الأقراص قابلة للمص او البلع و (3) كمنعم طبيعي غني بالمواد الفعالة .لقد أجريت تجارب لتشكيل عصير من مشروب التمر (مش دقلة وغرس) والخالصة المائية لـ (سيبريلين) في الأخير إمكانية زراعة الـ (سيبريلين) في أوساط طبيعية مشكلة من أساس من رماد مختلف الأخشاب الجزائرية (النخيل .أشجار التين و الزيتون) مضافا إليها مسحوق عظام الدواجن ونخالة الشعير قد عولجت . يظهر لنا أن النتائج موضوع أربعة حوارات عالمية في حين ان الجزء المخصص للأقراص قد كان موضوع مشهورة عالمية في مجلة عالمية تكنولوجيا المساحيق،

الكلمات المفتاحية: مسحوق التمر، سيبريلين، أقراص، أغذية وظيفية، فيكوسيانين

Résumé

L'objectif du présent travail est l'élaboration d'un produit alimentaire nouveau de type fonctionnel à base de poudres de datte (*Mech-Dgla*) et de spiruline. Dans un premier temps, une caractérisation physico-chimique et microbiologique des poudres de dattes et de spiruline a été réalisée. La poudre de dattes est connue pour sa richesse en sucres et une carence en protéines. Par contre, la spiruline, qualifiée comme étant l'aliment « le plus riche du monde », est un véritable concentré de protéines. Sa saveur forte est hélas parfois difficilement acceptée par certains consommateurs. En conséquence, nous avons jugé utile de procéder à un mélange des deux poudres. Le mélange optimal [F_1 =poudre de dattes (80%) + poudre de spiruline (10%) + autres additifs (poudres d'écorce et jus d'orange)(10%)] est obtenu en se basant sur l'analyse factorielle des correspondances (AFC). Par ailleurs, les propriétés rhéologiques des différentes poudres nous ont amené à s'intéresser au pouvoir de compactage. En réalité, il s'agit là d'une confirmation de certains essais préliminaires réalisés auparavant dans notre laboratoire. A notre connaissance, aucun travail scientifique n'est consacré à ce jour à la formulation de comprimés de poudres de fruits. La phycocyanine (pigments bleu-vert de la spiruline) possède plusieurs propriétés pharmacologiques (antibactérienne, antioxydante et surtout anti-inflammatoire). C'est la raison pour laquelle nous avons jugé utile de le considérer comme principe actif à des fins de caractérisation de nos comprimés. L'analyse de ces derniers a été réalisée en appliquant les mêmes procédés que ceux utilisés dans l'industrie pharmaceutique. Ainsi la détermination de certaines propriétés physico-chimiques de comprimés (dureté, friabilité, temps de désintégration, dissolution de la phycocyanine) a été étudiée dans trois milieux différents imitant certaines conditions physiologiques (eau distillée, solution saline phosphatée à pH 6,8 et HCl 0,1 N). Le comprimé mis au point peut être assimilé à un aliment fonctionnel à usage multiple : 1) consommation telle quelle par toutes les catégories de consommateurs; 2) alimentation des patients pour qui il est difficile de mâcher et d'avaler les aliments sachant que ces comprimés peuvent être sucés ou ingurgités et 3) comme support naturel et bon marché de divers principes actifs pharmacologiques. Des essais de formulation d'un jus à base du sirop de dattes (*Mech-Degla* et *Ghars*) et de l'extrait aqueux de spiruline ont été aussi réalisés. Enfin, la possibilité de culture de la spiruline sur des milieux naturels à base de cendres de différents bois d'Algérie (palmier dattier, figuier et olivier) et enrichis avec la poudre d'os de volaille et de son d'orge a été abordée. Les résultats obtenus nous paraissent concluants.

Cette dernière partie (jus bio et culture de spiruline) a fait l'objet de quatre communications internationales alors que la partie consacrée aux comprimés a abouti à une publication internationale dans la revue « Powder Technology ».

Mots clés : poudre de dattes, spiruline, comprimés, aliment fonctionnel, phycocyanine

Summary:

The objective of this work concern the development of a new functional foodstuff using powders of date (*Mech-Dgla*) and spirulina. First, a physicochemical and microbiological characterization of the dates powder and spirulina were carried out. The date powder is known for its sugars high content and a deficiency out of proteins. On the other hand, the qualified spirulina being 'the richest food of the world' is a true protein concentrate. Its strong savor alas is accepted sometimes with difficulty by certain consumers. Consequently, we tried its useful in combination with date powder. The optimal mixture ratio [F_1 = date powder (80%) + powder of spirulina (10%) + other additive (powders of orange bark and juice) (10%)] obtained while basing itself on the sensory analysis (AFC). In addition, the rheological properties of these powders led to the interest in the capacity of compaction. Actually, it is only a preliminary confirmation according to some tests carried out in our laboratory. To our knowledge, up to date no work was devoted to the production and the formulation of compressed fruit powders. The phycocyanine (blue-green pigments) of spirulina known has several pharmacological properties (antibacterial, antioxydant and especially anti-inflammatory drug). For this, we considered it's useful as active ingredient in our produced tablets. The analysis of the obtained tablets was carried out according the procedure applied in pharmaceutical industries. Thus, tablets physicochemical properties determination such as hardness, friability, time of disintegration, dissolution of the phycocyanine in three different media imitating physiological conditions (distilled water, phosphate saline solution pH 6,8 and HCl 0,1 N). Then, the tablet formulated in this research can be compared to a functional multi-purpose food: 1) consumption just as it is by all the categories of consumers; 2) food of the patients for which it is difficult to chew and to swallow food knowing that these tablets can be sucked or swallowed and 3) like natural and cheap support of various active ingredients. In another hand, juice formulation using date syrup (*Mech-Degla* and *Ghars*) and the aqueous extract of spirulina was carried out. Finally, the possibility of culture of spirulina on natural environments containing ashes of different Algeria woods (date palms, fig trees and olive-trees) supplemented with the poultry bone powder and barley bran residues was elaborated. The results obtained appear promoters.

This last part (production of bio juice and culture of spirulina) was the subject of four international seminars. Whereas the part devoted to the tables was the subject of an international publication in the journal "Powder Technology".

Key word: Powder of date, spirulina, tablets, functional food, phycocyanine

Liste des abréviations

BET : Besoin Energétique Total

MBm : Métabolisme de Base Moyen

NAP : Niveau d'Activité Physique

AFC : Analyse Factorielle des Correspondances

C.P.C : Phycocianine

K.P : Kilo par poids

PEB : Phycoéthrothrobiline

APC :Allophycocyanine

ATP:Adénosine Triphosphate

TSS:Tauxde SolidesSolubles

MS:MatièreSèche

MF :Matière Fraiche

TMR:Tmar.

ppm:Partieparmillion

INRAA:InstitutNationaldelaRechercheAgronomiqued'Algérie

KCalories:Kilo-Calories

S.A.A : Statistiques Agricoles Algériennes

P.E : Pharmacopée Européenne

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse

CCM : Chromatographie en Couche Mince

Liste des tableaux

Tableau (1): Classification des dattes selon leur consistance	5
Tableau (2) : Teneur en eau de quelques variétés de dattes de la région Fliache à Biskra.....	6
Tableau (3): Produits alimentaires à base de spiruline.....	14
Tableau (4) : Composition en chromophores des phycobiliprotéines majeurs.....	17
Tableau (5) : Les différents types de production de C-PC par <i>Arthrospira platensis</i> en mode fermé et ouvert.....	18
Tableau (6) : Les différentes méthodes d'extraction de la phycocyanine.....	19
Tableau (7): Les conditions opératoires de l'analyse de CPG.....	25
Tableau (8) : Quantité de différents ingrédients de chaque formulation (%).....	30
Tableau (9) : Choix de la force de compression en fonction de la friabilité des comprimés.....	33
Tableau (10) : 1 ^{ère} matrice d'expériences.....	47
Tableau (11) : Paramètres physico-chimiques des différents milieux naturels proposés pour la 2 ^{ème} étude d'optimisation.....	49
Tableau (12): Caractéristiques morphologiques et physiques de deux variétés de dattes (<i>Ghars</i> et <i>Mech-Degla</i>).....	52
Tableau (13) : Paramètres physico-chimiques des dattes <i>Ghars</i> et <i>Mech-Degla</i>	53
Tableau (14) : Valeurs de l'indice de couleur des poudres de dattes en fonction des températures de séchage.....	58
Tableau (15) : Valeurs de D et le coefficient de détermination (R^2).....	59
Tableau (16) : Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de dattes <i>Mech-Degla</i>	60
Tableau (17) : Composition minérale de la poudre de dattes <i>Mech-Degla</i>	60
Tableau (18): Caractéristiques physico-chimiques des sirops de dattes concentrés (60°Brix).....	61
Tableau (19) : Composition minérale des sirops de dattes <i>Mech-Degla</i> et <i>Ghars</i> (mg/g).....	61
Tableau (20) : Quelques indices physico-chimiques de la poudre de spiruline Burkinabé.....	62
Tableau (21) : Composition minérale de la poudre de spiruline Burkinabé(mg/g).....	64
Tableau (22) : Concentration des pigments de spiruline Burkinabé en poudre (g/100g de spiruline sèche).....	66
Tableau (23) : Composition des acides gras de la spiruline Burkinabé.....	68
Tableau (24): Mesure du diamètre moyen d'halos d'inhibition (mm).....	69
Tableau (25): Classement des formulations (Critère apparence).....	71
Tableau (26) : Moyenne et écart-type des formulations (Critère apparence).....	72
Tableau (27) : Les valeurs propres et axes factoriels.....	72
Tableau (28) : Matrice de corrélation des formulations (Critère apparence).....	74
Tableau (29) : Classement des formulations (Critère odeur).....	75
Tableau (30) : Les valeurs propres et axes factoriels et les statistiques liées aux variables actives (Critère odeur).....	76

Tableau (31) : Matrice de corrélation (Critère odeur).....	77
Tableau (32) : Classement des formulations (Critère goût).....	79
Tableau (33) : Moyenne et écart-type relatifs au critère goût pour les différentes formulations.....	80
Tableau (34) : Taille moyenne et poids moyen des individus échantillonnés.....	82
Tableau (35) : MB en fonction du poids P (Kg) et de la taille T(m).....	83
Tableau (36) :BET des individus échantillonnés.....	83
Tableau (37) : Paramètres physicochimiques de la formulation F ₁	84
Tableau (38) : Matrice d'expériences pour l'extraction des polyphénols de F ₁ à 30°C.....	85
Tableau (39) : Matrice d'expériences pour l'extraction des polyphénols de F ₁ à 50°C.....	85
Tableau (40) : Les paramètres du modèle (F ₁ à 30°C et à 50°C).....	85
Tableau (41) : Les paramètres des modèles (Polyphénols de F ₁ à 30°C et à 50°C) et les critères de Student calculés.....	86
Tableau (42) : Les valeurs calculées pour la validation des modèles.....	87
Tableau (43) :Quelques propriétés physico-chimiques des comprimés.....	94
Tableau (44) : Constantes de l'équation de Korsmeyer-Peppas appliquée sur les comprimés de la formulation F ₁ (n = 6).....	100
Tableau (45) : Résultats du test de stabilité accélérée des gélules de la formulation F ₁ ..	102
Tableau (46) : Les caractéristiques physicochimiques des jus élaborés.....	103
Tableau (47) : Classement des formulations selon le test de FRIDMEN.....	104
Tableau (48) :Résultats de l'examen physicochimique de la formulation F ₄	105
Tableau (49) : Résultats de l'examen microbiologique de la formulation F ₄ étuvée à 30°C.....	105
Tableau (50) : Prix de revient des différents ingrédients intervenant dans le prix du jus F ₄	106
Tableau (51) : Paramètres physico-chimiques des différents milieux naturels proposés.....	107
Tableau (52) : Composition minérale des différents milieux naturels (mg/100ml).....	107
Tableau (53) : Résultat de la culture de spiruline dans le milieu M ₆ enrichi.....	108
Tableau (54) : Rendement en spiruline cultivée dans le milieu M ₇ dans une étuve en absence de lumière et d'agitation.....	110
Tableau (55) :Diamètre moyen de l'halo d'inhibition d'extrait de spiruline en mm (2mg/ml) $\varnothing=7$ mm, V=10 μ l).....	11

Liste des figures

Figure (1) : Structure chimique de la phycocyanine.....	16
Figure (2) : La structure tridimensionnelle de la phycocyanine.....	17
Figure (3) : Aspect général des dattes de la variété <i>Mech-Degla</i> (a) et la variété <i>Ghars</i> (b).....	20
Figure (4) : Aspect de la poudre de spiruline.....	21
Figure (5) : La méthodologie de séchage de dattes.....	28
Figure (6) :Photo de la compresseuse semi-automatique alternative de marque (ED.Frogerais, OA 307).....	33
Figure (7) : Photo d'un Friabilimètre de type (ERWEKA TA 40).....	34
Figure (8) : Photo du Duromètre (ERWEKA TBH 30 MD).....	35
Figure(9) : Photo du désintégrateur (ERWEKA ZT31).....	35
Figure (10) : Photo du dessiccateur de type (SARTORIUS MA 45).....	37
Figure (11) : Photo de l'appareillage de dissolution (ERWEKA ZT).....	38
Figure (12) : Aspect des sirops de dattes avant concentration.....	41
Figure(13) : Processus de fabrication des jus naturels (jus avec ou sans arôme naturel).....	42
Figure (14) : Aspect des cinq jus dégustés.....	43
Figure (15) : Production de <i>spiruline</i> Bio à base de déchets agricoles.....	45
Figure (16) : Montage utilisé pour l'optimisation de la culture.....	47
Figure (17) : Courbes de séchage des dattes <i>Mech-Degla</i> coupées en morceaux blanchies et non blanchies.....	56
Figure (18) : Les poudres des dattes blanchies et non blanchies séchées à différentes températures de séchage (65, 75 et 85°C).....	57
Figure (19) : Variation de l'indice de blancheur des poudres des dattes blanchies et non blanchies en fonction de la température de séchage et de la teneur en eau.....	57
Figure (20) :Variation de <i>D</i> en fonction de la température de séchage des dattes.....	59
Figure (21) : Les différents extraits de pigments de la spiruline (Burkinabé).....	65
Figure (22) : Séparation des pigments hydrosolubles de la spiruline par CCM.....	65
Figure (23) : Spectres d'absorption des pigments totaux de la spiruline Burkinabé.....	66
Figure (24) : Profil des acides gras de la spiruline Burkinabé.....	68
Figure (25) : Photos montrant les zones d'inhibition des différents extraits testés vis-à-vis <i>S.aureus</i>	69
Figure (26) : Projection des individus sur le plan 1-2 selon l'AFC (Critère apparence). Figure (27) : Biplot de Gabriel (axes F1 et F2) (Critère apparence).....	73
Figure (28) : Projection des individus sur le plan 1-2 selon l'AFC (Critère odeur).....	75
Figure (29) : Biplot de Gabriel (axes F1 et F2) (Critère odeur).....	78
Figure (30) : Biplot de Gabriel (axes F1 et F2) (Critère goût).....	78
Figure (31) : Classification des sept formulations selon trois critères : apparence, odeur et goût.....	81
Figure (32) : Classification des individus selon l'âge, la taille et le poids.....	81
Figure (33) : Graphique de surface de réponse (Taux de polyphénols dans F ₁ à 30°C).....	82
Figure (34) : Graphique de contour (Taux de polyphénols dans F ₁ à 30°C).....	88
Figure (35) : Droite de Henry (Taux de polyphénol dans F ₁ à 30°C).....	88
Figure (36) : Graphique de surface (Taux de polyphénols de F ₁ à 50°C).....	88

Figure (37) : Graphique de contour (Taux de polyphénols dans F ₁ à 50°C).....	89
Figure (38) : Droite de Henry (Taux de polyphénols dans F ₁ à 50°C).....	89
Figure (39) : Distribution de la taille des particules de la poudre de datte pure (a), la poudre de spiruline pure et la formulation F ₁ (c).....	91
Figure (40) : Photos de la poudre de dattes <i>Mech-Degla</i> (a), la poudre de spiruline (b) et la formulation F ₁ (c) observées par le microscope électronique à balayage.....	93
Figure (41) : Taux de gonflement des comprimés de la formulation F ₇ dans l'eau distillée, la solution tampon phosphatée pH 6,8 et HCl 0,1N (c) (n = 6).....	96
Figure (42) : Aspect morphologique des comprimés F ₁ , F ₆ et F ₇ lors de l'immersion dans l'eau distillée (a), la solution tampon phosphatée pH 6,8 (b) et HCl 0,1N(c)..	96
Figure (43) : Taux d'érosion des comprimés des formulations F ₁ , F ₆ et F ₇ dans l'eau distillée (n = 6).....	97
Figure (44) : Taux d'érosion des comprimés des formulations F ₁ , F ₆ et F ₇ dans HCl 0,1 N (n = 6).....	98
Figure (45) : Taux d'érosion des comprimés des formulations F ₁ , F ₆ et F ₇ dans la solution tampon phosphatée pH6,8 (n = 6).....	98
Figure (46) : Taux de libération de phycocyanine en fonction du temps D'immersion dans les différents milieux. Cas des comprimés de la formulation F ₁ (n=6).....	99
Figure (47) : Libération de la phycocyanine dans les coordonnées log-log. (Cas des comprimés de la formulation F ₁).....	100
Figure (48) : Evolution du pH en fonction du temps dans les différents milieux naturels M ₆ (a), M ₆ (b), M ₆ (c), M ₆ (d) (en présence de lumière et d'agitation).....	109
Figure (49) : Evolution de la salinité en fonction du temps dans les différents milieux naturels M ₆ (a), M ₆ (b), M ₆ (c), M ₆ (d) (en présence de lumière et d'agitation).....	109
Figure (50) : Aspect de la culture de spiruline cultivée à Boumerdès dans le milieu naturel M ₇ sans (agitation et de lumière).....	110
Figure (51) : Structure hélicoïdale du trichome de <i>S.platensis</i> cultivée dans le milieu M ₇ en absence de lumière et d'agitation.....	111
Figure (52) : Structure morphologique de <i>Sp.platensis</i> produite à Boumerdès et cultivée dans le milieu M ₆ en présence de lumière et d'agitation.....	111
Figure(53) : Structure morphologique de la spiruline Burkinabé.....	112
Figure (54) : Structure morphologique de <i>Sp.platensis</i> produite à Boumerdès cultivée dans le milieu M ₇ en absence de lumière et d'agitation (récoltée après 21 jours de culture).....	112
Figure (55) : Aspect de la biomasse de spiruline cultivée dans une solution mixte à 4°C.....	114
Figure (56) : Spectre d'absorption IR de spiruline Burkinabé (a) et celle cultivée à Boumerdès (b) dans le milieu naturel M ₇ (Absence d'agitation et de lumière).....	115

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Etude bibliographique

Chapitre 1 : Généralités sur les dattes communes et la spiruline

1. Généralités sur le palmier dattier.....	4
1.1. Classification des dattes.....	4
1.2. 1. Deglet Nour.....	4
1.2.2. Les variétés de dattes communes.....	5
1.2.3. Les variétés secondaires.....	5
1.2. Composition biochimique de la datte	5
1.2.1. Constituants majeurs de la pulpe.....	5
1.2.1.1. L'eau.....	5
1.2.1.2. Les sucres.....	6
1.2.1.3. Les fibres	6
1.2.1.4. Les composés phénoliques	7
1.2.2. Constituants mineurs de la pulpe.....	7
1.2.2.1. Les protéines	7
1.2.2.2. Les lipides	7
1.2.2.3. Les éléments minéraux	7
1.2.3. Composition biochimique de la partie non comestible "Noyau ".....	8
1.3. Valeur nutritionnelle de la datte.....	8
1.4. Transformation des dattes communes.....	8
1.4.1. Transformation directe.....	9
1.4.1.1. Pâte de datte	9
1.4.1.2. Farine de datte.....	9
1.4.1.3. Sirop de datte.....	9
1.4.1.4. Jus de datte	9
1.4.2. Transformation indirecte	10
1.4.2.1. La biomasse et protéines unicellulaires	10
1.4.2.2. Les alcools	10
1.4.2.3. Le vinaigre.....	10
1.4.2.4. Utilisation comme aliments de bétail	10
1.4.2.5. Utilisation dans l'environnement.....	11

2. Généralités sur la spiruline.....	11
2.1. Définition de la spiruline.....	11
2.2. Valeur nutritionnelle.....	11
2.2.1. Les protéines.....	11
2.2.2. Les minéraux.....	12
2.2.3. Les vitamines.....	12
2.2.4. Les lipides.....	12
2.2.5. Les caroténoïdes.....	12
2.2.6. La phycocyanine.....	13
2.3. Utilisation de la spiruline.....	13
2.4. Culture de spiruline.....	15
2.5. Définition de la phycocyanine.....	15
2.5.1. Structure chimique de la phycocyanine.....	16
2.5.2. Spectre d'absorption de la C-PC.....	17
2.5.3. Production de la C-phycocyanine.....	17
2.5.4. Extraction de la C-PC.....	18
2.5.5. Purification de la phycocyanine.....	19

Etude expérimentale

Chapitre 2 : Matériels et méthodes

1. Matériel végétal.....	20
1.1. Les dattes.....	20
1.2. La spiruline.....	21
1.3. Les additifs utilisés.....	21
2. Méthodes d'analyses.....	22
2.1. Caractérisation physique et morphologique de fruit de dattes.....	22
2.2. Caractérisation physico-chimique des matières premières.....	22
2.2.1. Caractérisation physico-chimique du fruit entier et la poudre de datte.....	22
2.2.1.1. Le pH.....	22
2.2.1.2. Détermination de l'acidité titrable.....	22
2.2.1.3. Détermination de la teneur en eau.....	22
2.2.1.4. Détermination de la teneur en cendres.....	23

2.2.1.5. Détermination de la teneur en éléments minéraux par spectroscopie d'absorption atomique.....	23
2.2.1.6. Détermination du taux solide soluble (°Brix).....	23
2.2.1.7. Dosage des sucres.....	23
a-/ Dosage des sucres réducteurs.....	23
b-/ Dosage des sucres totaux.....	24
2.2.1.8. Détermination de la teneur en protéines (Méthode de kjeldhal).....	24
2.2.1.9. Détermination de la teneur en polyphénols.....	24
2.2.2. Caractérisation physico-chimique de la poudre de spiruline.....	24
2.2.2.1. Le pH.....	24
2.2.2.2. Détermination de la teneur en protéines.....	25
2.2.2.3. La composition chimique en acides gras.....	25
2.2.2.4. Extraction des pigments hydrosolubles.....	25
2.2.2.5. Séparation des pigments par CCM.....	25
2.2.2.6. Caractérisation spectrale des pigments.....	26
2.2.2.7. Quantification de la chlorophylle.....	26
2.2.2.8. Dosage colorimétrique de la phycocyanine.....	26
2.2.2.9. Dosage colorimétrique des caroténoïdes.....	26
2.3. Caractérisation microbiologiques des matières premières.....	26
2.4. Activité antibactérienne de la spiruline.....	27
2.5. Obtention des poudres de dattes.....	27
2.5.1. Méthodologie de séchage.....	27
2.5.2. Cinétique de séchage.....	28
2.5.3. Paramètres qui influencent l'efficacité du séchage.....	28
2.5.3.1. Effet du blanchiment sur l'efficacité de séchage.....	28
2.5.3.2. Détermination de l'Indice de couleur « Indice de blancheur ».....	28
2.5.3.3. Efficacité (E) du séchage.....	28
2.6. Obtention et caractérisation des comprimés (poudre de dattes + spiruline).....	29
2.6.1. Choix du mélange.....	29
2.6.2. Analyse sensorielle (AFC).....	29
2.6.3. Compression des formulations.....	30
2.6.4. Certaines caractéristiques physico-chimiques des comprimés.....	33

2.6.4.1. La friabilité (perte en masse des comprimés).....	33
2.6.4.2. La dureté.....	33
2.6.4.3. Le temps de désintégration (désagrégation).....	34
2.6.4.4. Le gonflement.....	35
2.6.4.5. L'érosion.....	35
2.6.4.6. L'humidité des comprimés.....	36
2.6.4.7. Cinétique de libération de la phycocyanine (Test de dissolution).....	36
2.6.4.8. L'étude de cinétique de libération de la phycocyanine.....	37
2.6.5. Structure granulaire des poudres.....	38
2.6.6. Morphologie des poudres et des comprimés.....	38
2.6.7. Stabilité microbiologique des comprimés.....	38
2.6.8. Test de stabilité accélérée des gélules de la formulation F1	38
2.6.9. Modélisation du taux d'extraction de polyphénols.....	39
2.6.10. Analyse statistique des résultats.....	40
2.7. Essais de fabrication d'un jus Bio à base d'un sirop de dattes communes (Mech-Degla) et d'un extrait de spiruline et jus de citron.....	40
2.7.1. Choix de la formulation du jus.....	40
2.7.2. Processus de fabrication d'un jus Bio.....	40
2.7.2.1. Méthodes de préparation de sirops de dattes et l'extrait de spiruline.....	40
2.7.2.2. Élaboration des différentes formulations de jus.....	41
2.7.3. Analyses portant sur les jus élaborés.....	42
2.7.3.1. Caractérisation physico-chimiques des jus.....	42
2.7.3.2. Analyse sensorielle.....	42
2.7.3.3. Test de stabilité de jus F ₄	43
2.8. Possibilité de culture de <i>Spirulina platensis</i> dans des milieux naturels : Obtention d'une Spiruline BIO.....	43
2.8.1. Réactivation de la souche.....	43
2.8.1.1. Réactivation en milieu liquide.....	43
2.8.1.2. Réactivation sur milieu solide.....	44
2.8.2. Choix des milieux naturels.....	44
2.8.3. Culture de spiruline dans les différents milieux naturels.....	45

2.8.3.1. Adaptation de spiruline de Burkinabé dans des milieux naturels.....	45
2.8.3.2. Optimisation des paramètres de culture.....	45
□ 1 ^{ère} étude d'optimisation de la culture.....	46
*2 ^{ème} étude évoquée dans l'optimisation de la culture.....	47
2.8.4. Estimation de la culture dans les différents milieux naturels.....	48
2.8.4.1. Les analyses physico-chimiques.....	49
2.8.4.2. Rendement en spiruline.....	49
2.8.4.3. Extraction de la phycocyanine de la spiruline fraîche.....	49
2.8.4.4. Sensibilité de la phycocyanine aux souches microbiennes.....	49
2.8.4.5. Etude morphologique.....	50
2.8.4.6. Analyse de la composition chimique (IR).....	

Chapitre 3 : Résultats et discussion

1. Caractérisation des matières premières	51
1.1. La datte et ses dérivés.....	51
1.1.1. Caractéristiques physiques et morphologiques des deux variétés de dattes étudiées.....	51
1.1.2. Caractérisation physico-chimique des dattes entières.....	52
1.1.2.1. Le pH.....	53
1.1.2.2. L'acidité titrable.....	53
1.1.2.3. La teneur en eau.....	54
1.1.2.4. La teneur en cendres.....	54
1.1.2.5. La teneur en protéines.....	54
1.1.2.6. Le taux des polyphénols totaux.....	
1.1.3. Cinétique de séchage des dattes coupées en morceaux blanchies et non blanchies.....	55
1.1.3.1. Effet du séchage sur la couleur de la poudre.....	56
1.1.3.2. Efficacité de séchage (modélisation).....	58
1.1.4. Caractéristiques physicochimiques de la poudre de datte <i>Mech-Degla</i>	59
1.1.5. Caractéristiques physicochimiques des sirops de dattes concentrés (60°Brix).....	60

	61
1.2. La spiruline et ses dérivés.....	61
1.2.1. Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de spiruline.....	62
1.2.1.1. Le pH.....	62
1.2.1.2. La teneur en eau.....	62
1.2.1.3. L'acidité titrable.....	63
1.2.1.4. La teneur en cendres.....	63
1.2.1.5. La teneur en protéines.....	63
1.2.1.6. La composition minérale.....	64
1.2.1.7. Pigments de la spiruline commerciale.....	67
1.2.1.8. Profil des acides gras de la spiruline commerciale.....	
1.2.1.9. Activité antibactérienne des pigments de la spiruline	68
Burkinabé.....	70
2. Analyse sensorielle.....	70
2.1. Critère apparence.....	74
2.2. Critère odeur.....	78
2.3. Critère du goût.....	81
2.4. Calcul des besoins nutritionnels des individus (femmes et hommes).....	81
2.4.1. Calcul de la taille et du poids moyens.....	81
2.4.2. Calcul du besoin énergétique du métabolisme de base moyen	82
(MB).....	82
2.4.3. Calcul du besoin énergétique total (BET).....	
3. Obtention et caractérisation des comprimés alimentaires à base de dattes et de spiruline	83
.....	83
3.1. Caractéristiques physicochimiques de la formulation F ₁	
3.2. Modélisation du processus d'extraction des polyphénols de la formulation	83
F ₁	
3.3. Modélisation du taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 30°C et à	89
50°C.....	90
3.4. Microstructure des poudres.....	92
3.5. Certaines caractéristiques physico-chimiques des comprimés.....	94
3.5.1. Essai de désintégration.....	97
3.5.2. Dissolution de la phycocyanine.....	100
3.6. Stabilité microbiologique des comprimés de la formulation F ₁	100

3.7. Stabilité accélérée des gélules de la formulation F ₁	102
4. Caractéristiques physicochimiques des jus élaborés à base de spiruline.....	103
4.1. Analyse sensorielle des jus (Test de dégustation).....	103
4.2. Test de stabilité du jus F ₄	106
5. Essai de culture de spiruline sur un milieu naturel.....	
5.1. Evaluation de la culture dans les différents milieux naturels proposés dans un premier essai.....	106 107
5.2. Evaluation de la culture de spiruline dans le milieu M ₆ enrichi.....	113
5.3. Résultats d'analyse infrarouge des poudres de spiruline.....	116
5.4. Résultats de l'analyse antibactérienne de la spiruline.....	118
Conclusion générale.....	
Références Bibliographiques	
Annexes	

Introduction

I .Introduction

L'Algérie est un pays producteur de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) avec une production annuelle de plus de 500 000 tonnes. La partie la plus importante de ce tonnage constitue les dattes communes. Celles-ci sont des variétés sèches à faible valeur marchande.

En 2010, la production de dattes communes en algérie a atteint 244577 tonnes (SAA, 2011).

D'une manière générale, le fruit de datte constitue une composante principale de l'alimentation dans plusieurs pays (Reynes *et al.* 1994; Al-Shahib et Marshal, 2003).

Les dattes communes telles que *Degla-Beida* et *Mech-Degla* présentent une importance économique indéniable (Brac de la Perriere, 1988). Ces dattes, de consistance sèche constituent un véritable concentré de sucres et de nutriments essentiels comme les fibres, les vitamines du groupe B, le fer et le potassium. Elles renferment aussi du bêta carotène et des acides aminés.

Cependant, le surplus de la production desdites variétés pose un problème de commercialisation pour les cultivateurs. Elles sont le plus souvent transférées vers l'alimentation du bétail ce qui risque de fragiliser le système phoénicicole (Acourene et Tama, 1997).

La spiruline qui est une micro-algue bleu-verte a été proposée dans l'alimentation humaine (FAO) par plusieurs scientifiques et nutritionnistes grâce à ses qualités nutritionnelles exceptionnelles, sa facilité de culture, sa haute productivité et son faible coût de production.

La spiruline est considérée comme une ressource alimentaire non conventionnelle pouvant contenir jusqu'à 70 % de protéines; elle est riche en sels minéraux, en oligo-éléments et en nombreuses vitamines (B1, B2, B12, E,...) (Sall *et al.* 1999).

L'objectif de la présente recherche doctorale vise l'élaboration d'un produit alimentaire nouveau de type « fonctionnel » à base de poudres de dattes et de spiruline. La poudre de dattes est connue par sa richesse en sucres et sa faible teneur en protéines. Par contre, la spiruline qualifiée comme étant l'aliment « le plus riche du monde » est un véritable concentré de protéines. Sa saveur forte est hélas parfois difficilement acceptée par certains consommateurs.

En plus de la chlorophylle, la spiruline contient la phycocyanine qui est un pigment connu possédant un pouvoir antioxydant intéressant (Chen et Wong, 2008). En effet, différentes études ont démontré le rôle de la spiruline dans la prévention de nombreuses pathologies comme le cancer, les maladies cardiovasculaires et le vieillissement prématuré

(Reddy *et al.* 2000 ; Girardin-Andréani, 2005). Comme conséquence, il y a plusieurs applications de la spiruline dans l'alimentation humaine comme les nouilles instantanées pour enfants (Xu, 1993); boissons (Zeng et Liang, 1995) et comprimés (Yamaguchi, 1997).

L'aptitude de la variété *Mech-Dgla* à subir un séchage complémentaire (thermique ou à micro-onde) en vue de l'obtention de poudres puis des comprimés alimentaires a été déjà soulignée (Amellal et Benamara, 2008; Benamara *et al.* 2009). Sur un autre plan, il a été révélé la convenance du sirop de dattes comme liant et aromatisant dans le processus d'obtention de comprimés pharmaceutiques (Alanzi, 2010). Il s'ensuit que la compréhension du comportement de la poudre est impérative pour aboutir à un produit fini de qualité supérieure en terme physique particulièrement (Chen et Li, 2009).

Actuellement, nous tentons de formuler des comprimés alimentaires à base de poudres de dattes (*Mech-Degla*) et de spiruline. Il convient en plus d'élucider leurs caractéristiques physico-chimiques et de montrer subséquemment leur possible application comme aliment pour les patients ayant des difficultés à avaler des aliments ainsi que pour la formulation de vecteurs de principes actifs en pharmacologie. Il est important de rappeler que le potentiel thérapeutique de la spiruline a été déjà rapporté (IRD UR 167 CYROCO, 2008). C'est pourquoi les paramètres considérés ici sont ceux appliqués pour les comprimés pharmaceutiques. Dans un premier temps, une analyse sensorielle a été réalisée pour choisir le meilleur rapport (poids/ poids) poudre de datte / poudre de spiruline. Par ailleurs, la forte saveur de la spiruline sèche a été déjà soulignée et la possibilité d'éviter cet inconvénient a été suggérée selon deux voix : sa consommation sous forme fraîche ou en la mélangeant avec d'autres aliments (Jourdan, 2006; IRD UR 167 CYROCO, 2008). D'où l'intérêt de l'incorporer dans les comprimés à base de poudres de dattes.

Nous rappelons que la compression directe des extraits secs de plantes est souvent appliquée pour sauvegarder les composants actifs contre les effets de l'humidité et de la température (De Souza *et al.* 2001). Malheureusement nous n'avons trouvé aucun travail inhérent à l'obtention de comprimés à partir des fruits entiers.

La mise en forme de poudres par compression (compactage) est un procédé largement utilisé dans de nombreux secteurs industriels comme la métallurgie des poudres (poudres métalliques et céramiques), l'agroalimentaire (bonbons, compléments alimentaires), la

cosmétique, la pharmacie (comprimés) et récemment dans la réduction des poussières et des emballages. En pharmacie, ce procédé présente une capacité de production allant jusqu'à trois cents mille comprimés par heure pour un investissement initial important, mais pour un coût d'entretien faible compte tenu du prix des poinçons et leur durée de vie.

Dans cette contribution à l'étude de la compression des poudres alimentaires, nous proposons une démarche expérimentale. Cette démarche permettra de caractériser les poudres de dattes et de spiruline à l'état poudre et à l'état comprimé et d'étudier les relations entre les propriétés de base des poudres et les propriétés finales du comprimé.

Les approches séquentielles développées dans nos travaux permettent de hiérarchiser les facteurs variables à prendre en compte dans des situations variées pour le compactage des poudres sèches plus ou moins humides.

Globalement, trois objectifs sont identifiés actuellement dans cette voie de recherche :

- Faire progresser les connaissances scientifiques sur la caractérisation des poudres;
- Démontrer qu'industriellement, il est possible de pouvoir contrôler un processus de mise en forme de comprimés solides manipulables à base de poudres avec une compresseuse de variables ajustables en continu ;
- Montrer que notre démarche expérimentale est d'incrémenter des modèles existants de transferts de matières (libération de principes actifs) et d'en proposer d'autres sur la base analytique.

Des essais de formulation d'un jus à base du sirop de dattes (*Mech-Degla et Ghars*) et de l'extrait aqueux de spiruline ont été aussi réalisés. Enfin, la possibilité de culture de la spiruline sur des milieux naturels à base de cendres de différents bois d'Algérie (palmiers dattier, figuier et olivier) et enrichis avec la poudre d'os de volaille et de son d'orge a été abordée.

Etude
Bibliographique

Chapitre 1

1. Généralités sur le palmier dattier

Le fruit du palmier dattier est une baie, généralement de forme allongée, contenant une seule graine dite noyau. La partie comestible (dite chaire ou pulpe) est constituée d'un:

- péricarpe ou enveloppe cellulosique fine dénommée peau ;
- mésocarpe généralement charnu, de consistance variable selon sa teneur en sucres ;
- endocarpe de teinte plus claire et de texture fibreuse, parfois réduit à une membrane parcheminée entourant le noyau.

Les dimensions de la datte sont très variables, allant de 1,5 à 7 ou 8 cm de longueur et leur poids varie entre 2 et 20 grammes selon les variétés. La couleur des dattes va du blanc jaunâtre au sombre très foncé, presque noir, en passant par les ambres, rouges, bruns (Espiard, 2002).

En Algérie, les oasis occupent une superficie totale de 85000 ha et recèlent environ 10 millions de palmiers (Ministères de l'Agriculture, 2008). Le rôle du palmier dattier est primordial car il occupe entre autres une place économique importante dans le revenu des agriculteurs (Besbes *et al.* 2003).

1.1. Classification des dattes

La diversité des variétés de palmiers dattiers est très grande, offrant des types de dattes très nombreux avec des qualités et des propriétés différentes. Malheureusement, cette diversité est peu exploitée en Algérie.

Certaines variétés sont préférées et donc vendues à des prix élevés. Les agriculteurs tendent à délaisser les variétés moins intéressantes. Mais il ne faut pas oublier la menace du Bayoud, maladie fongique qui dévaste les palmeraies.

Parmi ces variétés de choix, on trouve celles qui présentent une grande importance du point de vue commercialisation. Ces variétés sont appelées d'ailleurs « variétés commerciales » à titre d'exemples de *Deglet-Nour* (Algérie), *Mehjoul* (Mauritanie) et *Zahidi* (Arabie Saoudite).

En Algérie, il existe plus de 940 cultivars de dattes (Hannachi *et al.*1998). Les principales variétés cultivées sont:

1.1.1. *Deglet-Nour*: variété de premier choix, elle représente 47% de la production nationale. C'est une datte demi-molle, considérée comme étant la plus appréciée sur les marchés national et international en raison de son aspect, de son onctuosité et de sa saveur.

1.1.2. Les variétés de dattes communes

La structure variétale de la palmeraie algérienne fait apparaître que les variétés communes de faible valeur marchande sont particulièrement concentrées dans les zones Sud-Ouest du pays (Messar, 1996). Cette catégorie de dattes comprend les dattes sèches et les dattes molles.

La production de ce type de dattes est estimée à 53%; elle comprend trois variétés : *Ghars*, *Degla-Beïda* et *Mech-Degla* (Buelguedj, 2001).

1.1.3. Les variétés secondaires : il en existe plus de 150 sortes, les plus répandues sont : *Hamra*, *Tinnaceur*, *Tegaza*, *Tezerzait*, et *Takerouchet*. Cette dernière présente un intérêt particulier pour sa résistance au Bayoudh (Boughnou, 1980).

Selon leur consistance, les dattes sont réparties en trois catégories : molle, demi-molle et sèche (Tableau 1).

Tableau 1: Classification des dattes selon leur consistance (Espiard, 2002).

Consistance	Caractéristiques	Variétés et pays
Molle	Taux d'humidité supérieur ou égal à 30%, elles sont riches en sucres invertis (fructose et glucose)	<i>Ghars</i> (Algérie), <i>Ahmar</i> (Mauritanie), <i>Kashram</i> et <i>Miskrani</i> (Egypte, Arabie Saoudite)
Demi-molle	de 20 à 30% d'humidité	<i>Deglet-Nour</i> (Algérie) <i>Mehjoul</i> (Mauritanie), <i>Sifri</i> et <i>Zahidi</i> (Arabie Saoudite)
Sèche	moins de 20% d'humidité, elles sont riches en saccharose,	<i>Degla Beïda</i> et <i>Mech Degla</i> (Tunisie et Algérie) et <i>Amesrie</i> (Mauritanie)

1.2. Composition biochimique de la datte

1.2.1. Constituants majeurs de la pulpe

1.2.1.1. L'eau

La teneur en eau de la pulpe varie en fonction des variétés, du stade de maturation et du climat. Elle est comprise entre 8 et 30% du poids de la chaire fraîche avec une moyenne de l'ordre de 19 % (Matallah, 1970). Le tableau 2 résume la teneur en eau de quelques variétés de la région de Biskra.

Tableau 2 : Teneur en eau de quelques variétés de dattes de la région Fliache à Biskra (Khenfar, 2004).

Variétés	Consistance	Teneur en eau (%)
<i>Deglet-Nour</i>	Demi-molle	22,60
<i>Mech-Degla</i>	Sèche	13,70
<i>Ghars</i>	Molle	25,40

1.2.1.2. Les sucres

Les sucres sont les constituants prédominants de la datte. L'analyse des sucres de la datte a révélé la présence de trois types de sucres essentiels : le saccharose, le glucose et le fructose (Matallah, 1970; Estanove, 1990; Acourene et Tama, 1997). Ceci n'exclut pas la présence d'autres sucres en faible proportion tels que : le galactose, le xylose et le sorbitol (Favier *et al.* 1993; Boudrar *et al.* 1997).

La teneur en sucres totaux est très variable, elle se situe entre 60 et 80 % du poids de la pulpe fraîche (Siboukeur, 1997).

De plus, Acourene et Tama (1997) ont montré une fluctuation de la teneur en saccharose de quelques variétés de dattes Algériennes entre 0,8 et 52,4 % et celle des sucres réducteurs entre 20 et 94 % (matière sèche). Cette variation dépend de la variété et du climat.

1.2.1.3. Les fibres

Les constituants pariétaux de la datte sont : la pectine, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine (Benchabane, 1996).

Une portion de 25g de dattes (3 fruits) fournit 2g de fibres, ce qui représente de 5% à 8% de la quantité de fibres recommandée par jour (Lavallée Côté et Dubost-Bélaïr, 2000).

La datte est riche en fibres, elle en apporte 8,1 à 12,7 % du poids sec (Al-Shahib et Marshall, 2003). Du fait de leur pouvoir hydrophile, les fibres facilitent le transit intestinal et exercent un rôle préventif des appendicites, de la diverticulose, des varices et des hémorroïdes (Jaccot et Campillo, 2003).

Les dattes séchées constituent une meilleure source de fibres alimentaires que les raisins secs, les abricots secs et les pruneaux, mais elles sont moins riches en fibres que les figues séchées (Al Farsi et Lee, 2008).

1.2.1.4. Les composés phénoliques

Comme tous les produits végétaux frais ou transformés, la datte renferme des composés phénoliques. Selon Henk *et al.* (2003), les polyphénols des dattes exercent un rôle important dans le corps : ils ont des effets antioxydants (en inhibant l'oxydation des lipoprotéines par le piégeage des espèces oxygénées réactives), anti-inflammatoires, abaissent la tension artérielle et renforcent le système immunitaire.

L'analyse qualitative des composés phénoliques de la datte a révélé la présence des acides cinnamiques, des flavones, des flavanones et des flavonols (Mansouriet *al.* 2005).

Ces premiers contribuent à certaines propriétés organoleptiques majeures comme la couleur et l'arôme; aussi, ils jouent un rôle déterminant sur le plan gustatif et tout particulièrement sur les sensations d'astringence et d'amertume et aussi les propriétés antibactériennes et antivirales (Cheynier et Sarni-Manchado, 2006).

1.2.2. Constituants mineurs de la pulpe

1.2.2.1. Les protéines

Les dattes sont caractérisées par une faible teneur en protéines. Elle varie entre 0,38 et 2,5 % du poids sec (Razi, 1993). Néanmoins la teneur des protéines de la datte est équilibrée qualitativement (Yahiaoui, 1998;Kendri, 1999).

Les études d'Al-Shahib et Marshall (2003) ont montré que les protéines de la datte contiennent 23 acides aminés dont certains ne sont pas présents dans certains fruits comme la banane, la pomme et l'orange.

1.2.2.2. Les lipides

La datte renferme une faible quantité de lipides dont le taux varie entre 0,43 et 1,9 % du poids frais (Matallah, 1970), elle est liée à la variété et au stade de maturation.

1.2.2.3. Les éléments minéraux

La datte est l'un des fruits les plus riches en éléments minéraux essentiellement le potassium, le magnésium, le phosphore et le calcium.

Acourene *et al.* (2001) ont travaillé sur 58 variétés de dattes cultivées dans la région des Zibans. Ils ont montré que le taux de cendres varie entre 1,10 et 3,69 % du poids sec.

1.2.3. Composition biochimique de la partie non comestible "Noyau "

Le noyau présente 7 à 30 % du poids de la datte. Abbou-Zeid *et al.* (1991) ont démontré que la composition en lipides du noyau de dattes est plus élevée que celle de la pulpe. Elle peut varier de 8,9% à 10,4%.

D'autres données analytiques sur la composition en acides gras du noyau montrent que celui-ci contient plusieurs acides gras avec une proportion plus importante en acide oléique (42,3%) et laurique (21,8%) (Devshony *et al.* 1992).

Selon les études effectuées par Djerbi (1994), les noyaux constituent un sous produit intéressant. En effet, par son traitement il est possible d'obtenir une farine dont la valeur qualitative est équivalente à celle de l'orge.

Des études qui ont été faites sur la valeur alimentaire de plusieurs cultivars montrent que les noyaux de dattes sont riches en fibres (71 à 94 %) (Rahman *et al.* 2007; Al-Farsi *et al.* 2008).

1. 3. Valeur nutritionnelle de la datte

Les dattes sont riches en minéraux plastiques (Ca, Mg, P, S) et en minéraux catalytiques (Fe, Mn) et constituent de ce fait un apport important en ces éléments.

Les études réalisées par plusieurs auteurs comme Tortora *et al.* (1987) ont montré que le profil en vitamines de la datte se caractérise par des teneurs appréciables, notamment celles du groupe B. Ce dernier participe au métabolisme des glucides, des lipides et des protéines.

La datte constitue un excellent aliment, de grande valeur nutritive et surtout énergétique apportée par les sucres (environ 314 kilo-calories par 100 gramme de dattes fraîches) (Toutain, 1977; Gilles, 2000; Al Farsi et Lee, 2008).

La forte teneur en sucres confère à ce fruit une grande valeur énergétique avec une teneur intéressante en sucres réducteurs qui sont facilement assimilables par l'organisme.

En outre, les protéines de la datte, même en faible quantité, sont toutes de même plus équilibrées.

1.4. Transformation des dattes communes

La valorisation des dattes communes spécialement apparaît comme une solution privilégiée puisque cette matière première est disponible en grande quantité et à un prix relativement bas. 30 à 50 % de la production nationale est représentée par les dattes communes qui peuvent être récupérées et transformées.

Il existe deux méthodes de transformations technologiques, la transformation directe et la transformation indirecte.

1.4.1. Transformation directe

1.4.1.1. La pâte de datte

Les dattes molles ou ramollies par humidification, sont destinées à la production de la pâte de dattes. La fabrication est obtenue mécaniquement. Lorsque le produit est trop humide, il est possible de lui ajouter la pulpe de noix de coco ou la farine d'amande douce pour obtenir une pâte utilisée en biscuiterie et en pâtisserie (Espiard, 2002).

1.4.1.2. La farine de datte

Leséchage de dattes a pour objectif principal de diminuer l'activité de l'eau et d'augmenter la concentration en sucres afin d'augmenter la durée de conservation (Al-Shahib et Marshall, 2003).

La farine de datte est préparée à partir de dattes sèches. Cette farine est très riche en sucres et elle est utilisée en biscuiterie, pâtisserie, aliments pour enfants (Aït-Ameur, 2001) et yaourt (Benamara *et al.* 2004).

1.4.1.3. Le sirop

Les dattes de qualité secondaire, trop molles ou écrasées, peuvent être utilisées pour la fabrication de sirops (Benjamain *et al.* 1985). Elles sont découpées puis chauffées dans l'eau pour obtenir un sirop riche qui peut être filtré et concentré sous vide jusqu'à l'obtention d'un produit concentré à 65-70% de matière sèche.

Ce produit, bien qu'il possède un aspect sombre et stable, il est utilisé comme édulcorant dans de nombreuses préparations pâtisseries et peut également servir comme matière de base dans la production de boissons gazeuses (Hamad *et al.* 1982).

1.4.1.4. Le jus

Le jus de dattes est connu depuis longtemps dans la majorité des pays producteurs et il est connu sous le nom de « Robb » en Algérie et « Debs » en Irak. Cependant, seul l'Irak s'est orienté vers une production industrielle (Dhaia et Passat, 1979).

Son extrait est obtenu après épuisement des dattes dans l'eau chaude à 90°C pendant une heure du temps. Le jus obtenu peut être acidifié avec quelques grammes d'acide citrique.

1.4.2. Transformation indirecte

Ce type de transformation s'intéresse généralement aux dattes abîmées et aux dattes de faible valeur marchande. Ce type de dattes, pourvues d'une forte teneur en sucre, peut servir pour la production de nombreux produits.

1.4.2.1. La biomasse et les protéines unicellulaires

La production de protéines demeure un objectif essentiel pour subvenir aux besoins mondiaux. Pour ce faire, des essais de production ont été réalisés par BessahetTouzi (2001) dans un milieu à base de dattes en réalisant la culture de la levure *Saccharomyces cerevisiae*.

1.4.2.2. Les alcools

Les dattes constituent un substrat de choix pour la production de l'alcool éthylique qui rentrent dans la fabrication de bière (Al-Shahib et Marshall, 2003). Dans leur laboratoire, Kaidi et Touzi (2001) sont parvenus à partir des déchets de certaines variétés de dattes communes, à produire le bio-alcool (l'alcool éthylique à 92°) par la culture de la levure *Saccharomyces uvarum* et/ou *Saccharomyces cerevisiae*.

1.4.2.3. Le vinaigre

Les dattes peuvent être utilisées pour la fabrication du vinaigre (Ould El Hadjet *al.* 2001). Les travaux menés par Benahmed Djilali (2007), Benamara *et al.* (2008) et Boukhiar (2009) ont prouvé la possibilité de produire du vinaigre biologique à base de dattes (variété sèche *Mech-Degla et Degla-Beida*).

1.4.2.4. Aliments de bétail

Les sous-produits du palmier dattier (rebuts de dattes, pédicelles de dattes et palmes sèches) peuvent être utilisés comme aliment de bétail. En effet, une étude a été faite par Chehma et Longo (2001) sur la valeur alimentaire de ces sous-produits chez le dromadaire et le mouton. Cette étude a révélé une grande efficacité dans l'alimentation de ces animaux, dans le sens où les palmes sèches et les pédicelles de dattes sont utilisés comme aliment grossier et les rebuts comme aliment concentré.

La farine des noyaux de dattes peut être incorporée avec un taux de 10 % dans l'alimentation des poissons et des poulets sans influencer négativement leurs performances (Gualtieri et Rappaccini, 1994; Youssif *et al.* 1996; Rahman *et al.* 2007; Al-Farsi et Lee, 2008).

1.4.2.5. L'utilisation dans l'environnement

Actuellement la poudre des noyaux de dattes est utilisée en environnement comme agent de détoxification et de dépollution des eaux polluées par des substances toxiques (Alhamed, 2009). Le charbon actif des noyaux de dattes possède une capacité d'absorption élevée du chrome (Cr) (El-Nemer *et al.* 2007).

2. Généralités sur la spiruline

2.1. Définition de la spiruline

La spiruline est une algue microscopique, pluricellulaire de grande taille appartenant à la famille des Cyanophyceae. Elle se présente sous la forme d'un filament appelé trichome.

La structure du trichome est considérée comme analogue à celle présente dans la paroi des bactéries Gram négatives.

Rippka *et al.* (1979) concluent que la forme hélicoïdale de spiruline est une propriété stable du genre qui permet sa différenciation des autres groupes de Cyanobactéries filamenteuses. Le genre *Spirulina* est caractérisé par des trichomes à haute spiralisation cultivé dans des eaux fraîches avec des hautes concentrations en sels et à pH alcalin.

La classification systématique de la spiruline a été étudiée par plusieurs auteurs. Gardner (1917) a suggéré de retenir le nom 'Arthrospira' pour les formes à paroi visiblement cloisonnée et celui de 'Spiruline' pour les formes à cloisons invisibles.

Par la suite, Berguey (1994) les a classés comme suit :

Ordre : Nostocales

Famille : Oscillatoriaceae

Genre : *Spirulina*

Espèce : *S.platensis* et *S.maxima*

2.2. Valeur nutritionnelle

2.2.1. Les protéines

L'intérêt que présente cette micro-algue sur les plans alimentaire et diététique réside essentiellement dans sa richesse en protéines (60 à 70% de son poids), une valeur tout à fait exceptionnelle. Les meilleures sources de protéines végétales n'arrivent qu'à la moitié de ces teneurs. La farine de soja par exemple, contient 35% de protéines.

D'un point de vue qualitatif, les protéines de la spiruline sont complètes car elles contiennent l'ensemble des acides aminés essentiels (47% du poids total des protéines).

Autre avantage: la spiruline est beaucoup plus facile à digérer que d'autres compléments alimentaires comme les levures ou les chlorelles. Ses cellules ne sont pas protégées par d'épaisses parois cellulosiques, ce qui lui vaut un "taux de digestibilité" de l'ordre de 83 à 90% (Charpy *et al.* 2008).

2.2.2. Les minéraux

Les microalgues photosynthétiques comportent des fonctions carboxyles, sulfates, fonction ionisables et réactives qui permettent la fixation ionique ou chimique de molécules c'est justement le cas de la plupart des oligo-éléments et les métaux essentiels. Mais c'est aussi le cas des métaux toxiques comme le plomb et le mercure.

Les minéraux spécialement intéressants de la spiruline sont le fer, le calcium, le phosphore et le magnésium. La Spiruline constitue une source importante de fer (20 fois plus élevée que le germe de blé) (Belay, 2002; Shizhong *et al.* 2004 et Charpy *et al.* 2008).

2.2.3. Les vitamines

La spiruline contient une large gamme de vitamines (B1, B2, B12, E,...). Elle est quatre fois plus riche que le foie cru. Une dose de 4g / jour de spiruline séchée suffit amplement à couvrir la totalité des besoins en vitamine B12.

2.2.4. Les lipides

La spiruline est riche en acides gras insaturés oléique γ -linoléique de forme cis, seule forme biologiquement active. Ce sont des lipides essentiels non synthétisés par les animaux, nécessaires à la croissance normale, au développement de la peau, à la digestion, à la lactation et au transport du cholestérol.

L'oxydation des lipides insaturés est inhibée par la vitamine K (tocophérol) que l'on trouve aussi dans la spiruline (Falquet et Hurni, 2006).

2.2.5. Les caroténoïdes

Les caroténoïdes forment une famille de polyènes conjugués pigmentaires aux capacités antioxydantes similaires à celles des tocophérols (Coulon, 2004). Dans les conditions physiologiques (basse pression d'O₂), les caroténoïdes sont d'excellents piègeurs de radicaux libres (Fedkovic *et al.* 1993; Barros *et al.* 2007). Les caroténoïdes sont aussi capables d'inactiver l'oxygène singlet (Datta *et al.* 2004).

Ils ont aussi des activités anti-cancéreuses et anti-inflammatoires largement rapportés dans les publications scientifiques.

Des études menées pendant plusieurs années aux États-Unis et au Japon ont montré que la spiruline permet d'apporter une quantité importante d'antioxydants nécessaires à notre organisme: les caroténoïdes comme le bêta-carotène (la teneur en β -carotène est exceptionnelle, elle est 30 fois plus élevée que pour la carotte).

2.2.6. La phycocyanine

La cyanobactérie *Spirulina platensis* est une excellente source de phycocyanine. D'après Vonshak (1997), la fraction protéique pourrait contenir jusqu'à 20% de phycocyanine. Plusieurs études ont démontré le rôle primordial de la phycocyanine comme agent antioxydant et antiradicalaire (Chopra et Bishnoi, 2007; Wu et Ho, 2007; Chen et Wong, 2008).

Des études in vivo montrent que la consommation de spiruline a un impact positif sur la prévention et la réduction de pathologies comme le cancer, les maladies cardio-vasculaires, le vieillissement prématuré, les maladies infectieuses et les baisses du système immunitaire. (Manoj *et al.* 1992; Fedkovic, 1993; Reddy *et al.* 2000; Belay, 2002 ; Girardin-Andreimi, 2005).

En outre, une forte teneur en ce pigment pourrait être d'un grand intérêt industriel.

La spiruline peut être consommée sans aucun danger soit à l'état frais ou sec sous forme de poudre ou de granules. Elle gagne la popularité mondiale comme supplément alimentaire (Décret n° 2006/352 du 20 mars 2006 in Chrpy *et al.* 2008).

Son innocuité en tant que nourriture a été établie par des siècles d'utilisation humaine ainsi que par des études toxicologiques rigoureuses. Les doses préconisées vont de 5 g à 10 g/jours pour l'enfant (Branger *et al.* 2003) et de 100 g chez l'adulte (Santillan, 1974; Belay, 2002).

2.3. Utilisation de la spiruline

La spiruline est un aliment traditionnel qui présente un intérêt nutritionnel connu. Elle est exploitée depuis de milliards d'années par les populations du sud Est asiatique (Chine, Japon et la Corée), l'Afrique et l'Amérique. Elle est actuellement cultivée aussi en Europe (France).

La spiruline est intéressante en tant qu'une source riche en substances antioxydantes et antiradicalaires tels que les caroténoïdes, les polyphénols, les vitamines, les acides gras

polyinsaturés et les acides aminés. Elle est recommandée comme complément alimentaire pour lutter contre la malnutrition et les carences en acides gras essentiels, vitamines, fer et l'iode (UNICEF, 1996). Les doses préconisées vont de 5 g à 10 g/jour (Branger *et al.* 2003).

La spiruline peut être consommée mélangée avec la farine, le miel, le sucre, la soupe et les boissons...).

La spiruline rentre dans la fabrication de plusieurs produits alimentaires. Le tableau 3 regroupe les différents produits fabriqués à base de spiruline.

Tableau 3: Produits alimentaires à base de spiruline

Aliments	Références
Gâteau de nouille (0,1-10%) de spiruline ajoutée à la farine)	Brevet chinois(Xu, 1993)
Pain de spiruline	(Chen et Li, 1999)
Boisson de spiruline	Brevet chinois(Zeng et Liang, 1995)
Liquide alimentaire constitué de l'extrait de spiruline et de miel	(Jaouen <i>et al.</i> ; Liang <i>et al.</i> 2001)
Comprimés de spiruline	(Yamaguchi, 1997).

Les extraits de spiruline sont commercialisés pour leurs actions cicatrisantes, antiseptiques et régénératrices des cellules des tissus (Spolaore *et al.* 2006).

Patel *et al.* (2006), ont étudié l'effet des radicaux peroxydes et hydroxyles sur la phycocyanine isolée de trois espèces de cyanobactéries : *Lyngbya*, *Phormidium* et *Spirulina sp.* Ils ont constaté que la PC est un puissant antioxydant qui élimine à la fois les radicaux peroxydes et hydroxyles et protège contre les maladies liées au stress oxydatif.

Plusieurs études ont montré les effets bénéfiques de cette microalgue. Elle est employée en nourriture en cas de carences en acides gras essentiels (Hudson et Karis, 1974) et comme aliment thérapeutique (Degbey *et al.* 2006).

Plusieurs substances d'intérêt biotechnologique issues de *Spirulina platensis* sont disponibles sur le marché international. Ainsi les colorants alimentaires naturels riches en phycocyanine (Jaouen *et al.* 1999), les acides gras polyinsaturés, les aliments d'aquaculture (James *et al.* 2006; Kim *et al.* 2006; Habib *et al.* 2008), le biodiesel (Chisti, 2007) et autres ont suscitées une attention particulière.

2.4. Culture de spiruline

Arthrospira (*Spirulina platensis*) est un micro-algue largement cultivée dans le monde. La production mondiale de cette première a augmenté depuis 1995 de plus de 4000T/an (Statistique CUBIA, 2000).

S.platensis se développe soit dans des cultures artificielles soit dans des cultures de lac. Elle s'adapte à de nombreux biotopes (sable, eau douce, eau de mer) (Tredecchi *et al.* 1986 ; Wu *et al.* 1993; Halland, 2006).

Particulièrement, cette espèce a besoin de grandes quantités de NaCl (2 à 270g/l d'eau), du carbonate et de haut niveau de bicarbonate pour croître (Materassi *et al.* 1984; Fox, 1999).

Seule *S.platensis* peut se développer dans des conditions alcalines dont le pH est supérieur ou égal 11 (Ciferri et Tiboni, 1985). Ce pH élevé défavorise la prolifération d'autres espèces de cyanobactéries et de bactéries pathogènes.

L'Algérie a développé la culture artificielle de spiruline au sud algérien précisément la région de Tamanrasset. Cependant, la spiruline produite localement ne couvre pas les besoins des consommateurs.

Les résultats de travaux de recherche effectués principalement en Asie et sur le continent américain montrent que les souches de spiruline étudiées jusqu'à maintenant ne possèdent pas les gènes qui assurent la synthèse des cyanotoxines. D'autre part, la spiruline accumule des métaux lourds mais en dessous des seuils de toxicité. A notre connaissance, aucun cas de toxicité n'a été rapporté concernant l'utilisation de spiruline (<10g/jour) (Langlade *et al.* 2008).

Toutefois, le coût de production de spiruline en milieux artificiels est souvent très élevé entraînant un prix de vente hors de portée de la population, surtout celle touchée par la malnutrition. Ce micronutriment est classé en premier rang des compléments alimentaires (Charpy *et al.* 2008).

2.5. Définition de la phycocyanine

Le terme 'phycocyanine' vient du grec « phyco » signifiant algue et « cyanine » venant de la couleur cyan, qui est dérivée du grec « kyanos » et signifie bleu-vert (Whitton et Potts, 2000).

Elle n'a pas d'odeur particulière et elle est non toxique mais légèrement sucrée. Lors de la dissolution dans l'eau le pigment donne une couleur bleue brillante avec haute fluorescence rouge (Richmond et Grobbelaar, 1986).

2.5.1. Structure chimique de la phycocyanine

La phycocyanine appartient à un groupe de protéines photorécepteurs appelées phycobiliprotéines. Elle se présente sous forme des halo-protéines en multi-chaines composées d'apoprotéines liés par covalence avec les phycobilins (Figure 1). Ces derniers sont des chromophores en chaînes de tétrapyrrole ouvertes (Glazer, 1994; Maccoll, 1998; Sun *et al.* 2003).

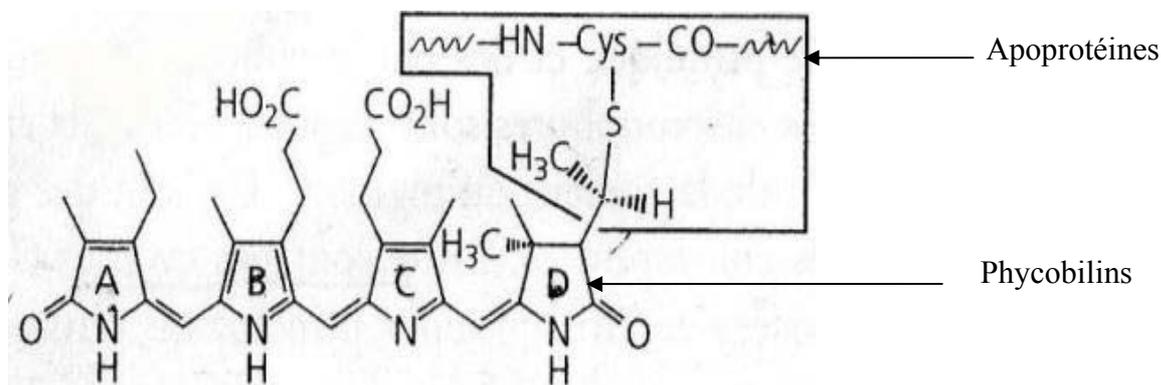


Figure 1 : Structure chimique de la phycocyanine (Bruno De Reviere, 2002)
 A, B, C, D : Les quatres cycles du noyau tétrapyrrolique ouverts.

Les phycobiliprotéines sont subdivisées en 3 groupes principaux : phycoérythrine (PE) avec des chromophores de phycoérothrobiline (PEB), phycocyanine (PC) et allophycocyanine (APC) avec des chromophores de phycocyanobiline (PCB) (Tableau 4).

Certains organismes peuvent également contenir des phycobiliprotéines qui portent plus d'un type de phycobilines.

Toutes les phycocyanines avec seulement des chromophores de phycocyanobiline sont nommées C-PC. Le tableau ci-dessous donne la composition en chromophores des phycobiliprotéines.

Tableau 4 : Composition en chromophores des phycobiliprotéines majeurs (Bruno De Reviere, 2002).

Les biliprotéines	Composition en chromophores	
	Sous unités α	Sous unités β
Allophycocyanine	1 PCB	1 PCB
C-Phycocyanine	1 PCB	2 PCB
R-Phycocyanine	1 PCB	1 PCB, 1PEB
C-Phycoérythrine	2PEB	3 PEB

La C-PC est composée de deux sous unités relativement homologues : la chaîne α avec une phycocyanobiline attachée à la cystéine 84 et la chaîne β avec deux phycocyanobilines attachées à la cystéine 84 et 155 (Figure 2) (Troxler *et al.* 1981 ; Stec *et al.* 1999 ; Adir *et al.* 2001; Contreras *et al.* 2007).

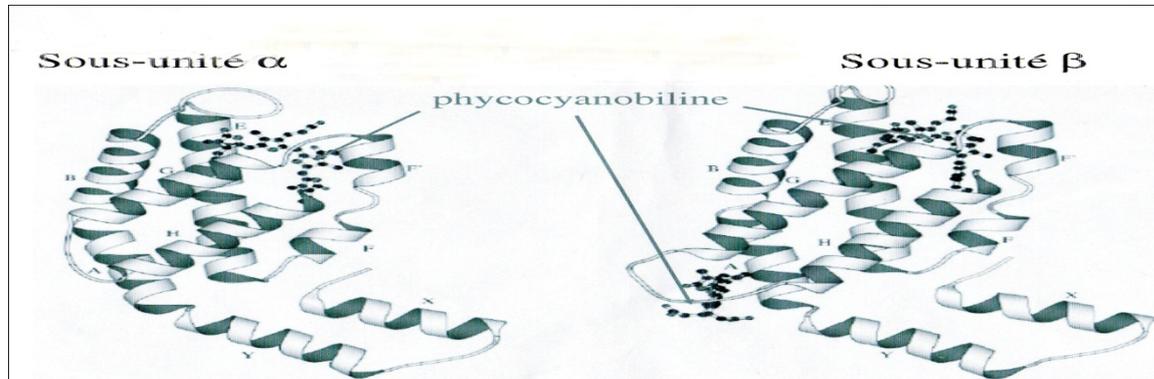


Figure 2 : La structure tridimensionnelle de la phycocyanine

De grandes similitudes dans la séquence d'acides aminés existent entre la C-PC de toutes les cyanobactéries et les algues rouges (Stec *et al.* 1999).

Les deux sous unités composant la C-CP forment des monomères $\alpha\beta$ puis s'agglutinent en trimères $\alpha_3\beta_3$ et en hexamères $\alpha_6\beta_6$ qui est l'unité fonctionnelle de la C-PC.

2.5.2. Spectre d'absorption de la C-PC

Les phycobiliprotéines sont incorporées dans des structures appelées phycobilisomes. Ces derniers absorbent la lumière dans une région spectrale extrêmement large parce qu'ils contiennent plusieurs phycobiliprotéines possédant des propriétés spectrales différentes : le maximum d'absorption pour PEB est entre (490-580nm), C-CP (550-650nm), APC (618-673nm) (Robert *et al.* 1998).

La phycocyanine absorbe et capte les photons puis elle transforme cette énergie en énergie électrochimique en absorbant la lumière rouge et orange dans des longueurs d'ondes plutôt proches de 620 nm et émet de la fluorescence à environ 650 nm (Contreras *et al.* 2007).

2.5.3. Production de la C-phycocyanine

La production de la C-phycocyanine par *Arthrospira platensis* peut se faire dans des conditions bien déterminées en suivant trois procédés :

- Production phototrophe
- Production hétérotrophe
- Production mixotrophe

Les productivités volumétriques et superficielles de la biomasse et de la C-PC dans les cultures fermées sont élevées par rapport à celles obtenues à partir des cultures ouvertes.

Le tableau 5 compare les productivités de la biomasse et de la C-PC d'*Arthrospira platensis* sous différentes conditions de culture.

Tableau 5 : Les différents types de production de C-PC par d'*Arthrospira platensis* en mode fermé et ouvert.

Types de production	Conditions de culture	Références
Phototrophe	1-Culture ouverte : -Superficies ouvertes avec une profondeur d'au moins 10-30 cm. -Mixage du milieu par des roues. -Le temps d'exposition à l'éclairage de haute intensité doit être court. 2-Culture fermée (photobioréacteur) -Augmentation de la profondeur et de la densité cellulaire	Richmond et Grobbelaar (1986) ; Tredici <i>et al.</i> (1991); Zitlli <i>et al.</i> (1996); Carlozzi (2003)
Mixotrophe	Culture fermée (photobioréacteur) -Fed-Batch -Accélération de la croissance et l'augmentation de la concentration maximale de la biomasse	Marquez <i>et al.</i> (1993); Marquez <i>et al.</i> (1995); Chen <i>et al.</i> (1996); Chen et Zhang (1997) ; Vonshk <i>et al.</i> (2000); Chojnacka et Noworyta (2004).

2.5.4. Extraction de la C-PC

Les phycobiliprotéines sont solubles dans les solvants aqueux, ce qui n'est pas le cas des chlorophylles et caroténoïdes.

L'extraction de la C-PC peut se faire par différentes méthodes (tableau 6).

Tableau 6 : Les différentes méthodes d'extraction de la phycocyanine.

Méthodes d'extraction	Références
<ul style="list-style-type: none"> - L'utilisation d'un tampon phosphate (0,1M, pH 7). - L'utilisation de (NH₄)₂SO₄ (0,5 M). - Alternance de cycle congélation (-25 à -15°C) décongélation (4 à 30°C). - Destruction mécanique. - Exposition à des pressions élevées. - l'extraction aqueuse biphasée -L'utilisation de l'anhydride carbonique. 	<ul style="list-style-type: none"> -Doke (2005);Oliveira <i>et al.</i> (2008). -Niu <i>et al.</i> (2007). -Minkova <i>et al.</i> (2003); Soni <i>et al.</i> (2006). - Schmidt <i>et al.</i> (2005). - Patil et Raghavarao (2007). -Soni <i>et al.</i> (2008).

2.5.5. Purification de la phycocyanine

La pureté de la C-PC est évaluée sur la base du rapport entre les absorbances de phycobiliprotéines à 620 nm et de tous les acides aminés aromatiques de toutes les protéines présentes dans la préparation à 280 nm.

Rito-Palmares *et al.* (2001) ont jugé que la C-PC dont le rapport A620/A280 est supérieur à 0,7 est d'une bonne qualité alimentaire.

La précipitation du sulfate d'ammonium combinée à différents principes chromatographiques ont été employés pour obtenir la C-PC pure (Soni *et al.* 2006; Niu *et al.* 2007).

Il a été récemment rapporté que l'extraction aqueuse biphasée suivie de la chromatographie d'échange d'ions a comme résultat une C-PC extrêmement pure avec un rapport A620/A280 de 6,69 (Soni *et al.* 2008).

Etude
Expérimentale

Chapitre II
Matériel et méthodes

1. Matériel végétal

1.1. Les dattes

Les deux variétés de dattes communes utilisées dans notre étude sont la sèche *Mech-Degla* (Figure (3 a)) et la molle *Ghars* (Figure (3 b)).



Figure 3 : Aspect général des dattes de la variété *Mech-Degla* (a)
Et la variété *Ghars* (b)

La variété *Mech-Degla* appartient à la catégorie de dattes sèches. Elle est achetée au marché local de la région de Boumerdès durant la période s'étalant du 21-03 au 25-04-2010. Elle est originaire de Biskra. Ladite datte est bien connue de par son abondance, sa richesse en sucres (0,8 g/g MS) et par sa faible teneur en eau (15% environ) favorisant sa conservation (Estanove, 1990).

La seconde variété *Ghars* appartient à la catégorie de dattes molles et provient de la ville de Djelfa. Elle se consomme généralement dans les régions où elle est produite, et ce en raison des difficultés de sa conservation.

En effet, elle ne peut pas être acheminée dans le reste du pays qu'après avoir subi une transformation industrielle pour obtenir, à titre d'exemple, la pâte de datte qui est utilisée à des fins culinaires.

Compte tenu de leur richesse en sucres, les dattes communes peuvent remplacer le sucre blanc commercialisé et leur valorisation pourrait représenter une forte valeur ajoutée sur l'impact socio-économique (Brac de la Perriere, 1988).

Les dattes sont stockées au réfrigérateur à 4°C jusqu'au moment de leur transformation et/ou de leurs analyses, dans le but de ralentir la respiration, les changements chimiques et physiologiques (Maskan, 2002).

1.2. La spiruline



Figure 4 : Aspect de la poudre de spiruline.

La spiruline (*Spirulina platensis*) dont on dispose est une micro-algue en forme de petits granulés secs de couleur verte. C'est un produit commercialisé en France. Elle provient de Burkina-Faso (Figure 4).

Elle est considérée parmi les ressources alimentaires non conventionnelles, elle contient jusqu'à 70 % de protéines, de sels minéraux, des oligo-éléments et vitamines (Sall *et al.* 1999).

De plus, grâce à ses qualités nutritionnelles exceptionnelles, sa facilité de culture, sa haute productivité et son faible coût de production par rapport aux autres produits aquacoles, elle a été proposée dans l'alimentation humaine comme supplément alimentaire par plusieurs scientifiques et nutritionnistes (Décret n° 2006/352 du 20 mars 2006).

Les propriétés nutritionnelles et thérapeutiques de la spiruline font d'elle une source alimentaire qui mérite une attention particulière pour son développement dans notre pays.

La poudre de spiruline est préalablement préparée, en lui appliquant un broyage puis un chauffage à 65°C pendant 2 à 3 minutes dont le but d'assurer sa bonne qualité hygiénique. Cette poudre est conservée dans une boîte fermée hermétiquement à l'abri de l'air et l'humidité.

1.3. Les additifs utilisés

Il s'agit du jus et du zeste d'oranges. La poudre du jus d'orange naturel est obtenue par lyophilisation en utilisant un lyophilisateur de marque CRYOS TELSTAR. La poudre obtenue est très hygroscopique, nécessitait une conservation dans le congélateur après conditionnement dans des boîtes teintées hermétiques.

Cette poudre a été utilisée comme agent de conservation (apport en vitamine C) et d'acidification. A préciser que la poudre du zeste d'orange est obtenue par séchage thermique à 45°C (séchoir de type MELAG). Ladite poudre ainsi obtenue est ensuite conditionnée dans une boîte teintée fermée hermétiquement à l'abri de l'air et de l'humidité. Elle sert comme agent d'aromatisation.

2. Méthodes d'analyses

Elles se rapportent aux expériences suivantes :

2.1. Caractérisation physique et morphologique du fruit de dattes

Les caractéristiques physiques et morphologiques des deux variétés de dattes ont été étudiées. Elles concernent:

- La forme, la taille, le poids et la couleur de la datte ;
- La consistance, la plasticité, le goût et la texture du mésocarpe ;
- Le poids, la forme, la taille et la couleur de la graine ;
- Rapport noyau/datte.

2.2. Caractérisation physico-chimique des matières premières

2.2.1. Caractérisation physico-chimique du fruit entier et la poudre de dattes

2.2.1.1. pH (NF V 05-108, 1970)

Dans la présente étude, a été adapté le même protocole décrit dans les cas du fruit de dattes et la poudre de dattes.

2.2.1.2. Détermination de l'acidité titrable (NF V 05-101, 1974)

L'acidité titrable est exprimée en grammes d'acide citrique pour 100 g de produit selon l'équation suivante:

$$A\% = 250 \times V_1 \times 100 / (V_0 \times M \times 10) \times 0,07 = 175 V_1 / (V_0 \times M) \dots (1)$$

Soit :

M : Masse, en grammes du produit prélevé.

V₀: Volume en millilitres de la prise d'essai.

V₁: Volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 N utilisé.

0.07: Facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide citrique.

2.2.1.3. Détermination de la teneur en eau (NF V 03-903)

La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

$$H \% = (M_1 - M_2) / P \times 100 \dots (2)$$

Soit :

H % : Humidité.

M₁: Masse de la capsule + matière fraîche avant séchage en g.

M₂: Masse de l'ensemble après séchage à 105°C(g).

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

$$\text{Matière sèche \%} = 100 - H \% \dots (3)$$

2.2.1.4. Détermination de la teneur en cendres (NF V 05-113, 1972)

La matière organique est calculée selon la formule suivante :

$$\text{MO \%} = (M_1 - M_2) / p \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

Soit :

MO % : Matière organique ;

M₁: Masse des capsules + prise d'essai (g) ;

M₂: Masse des capsules + cendres (g) ;

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

La teneur en cendres (Cd) est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Cd (\%)} = 100 - \text{MO \%} \quad \dots\dots\dots (5)$$

2.2.1.5. Détermination de la teneur en éléments minéraux par spectroscopie d'absorption atomique (NF V05-113,1972)

Les éléments minéraux (Mg, Cu, Fe, Cd, Zn, k, Na, Co, Cr, Mn, Ni, Pb et Cd) sont déterminés par le spectrophotomètre d'adsorption atomique de type (VARIAN AA 240) lié à l'atomiseur de flamme (GTA 120). En effet, la concentration en ppm des éléments minéraux a été déterminée à l'aide des courbes étalons préparées au préalable.

2.2.1.6. Détermination du taux solide soluble (TSS ou°Brix) (NF V 05-109, 1970)

La valeur du résidu sec soluble a été déterminée par le réfractomètre de type (ATAGO GO, LTD RX-500).

2.2.1.7. Dosage des sucres

Pour le dosage des sucres, la méthode est basée sur la capacité des sucres réducteurs à réduire l'hydroxyde cuivrique en oxyde cuivreux selon la réaction suivante :



Trois catégories de sucres sont mises en évidence: sucres totaux, sucres réducteurs et le saccharose.

a/Calcul de la quantité des sucres réducteurs

La teneur en sucres réducteurs (SR), exprimée en (g /l) est déterminée par la formule suivante :

$$\text{SR} = \frac{24}{V(V_1 - 0.05)} \times 10 \quad \dots\dots\dots (7)$$

Soit :

V : Volume de l'échantillon analysé (ml);

V₁ : Volume du surnageant dépensé (ml).

b/ Calcul de la quantité des sucres totaux

La teneur en sucres totaux (ST), exprimée en (g/l) est donnée par la formule suivante :

$$ST = \frac{240}{V(V_2 - 0.05)} \times 10 \dots\dots\dots(8)$$

Soit :

V : Volume de l'échantillon analysé (ml);

V₂ : Volume du surnageant dépensé (ml).

c/Calcul de la quantité du saccharose

La teneur en saccharose (S), exprimée en (g /l) est donnée par la formule suivante :

$$S = (ST - SR) \times 0,96 \dots\dots\dots(9)$$

2.2.1.8. Détermination de la teneur en protéines : Méthode de kjeldhal (NF V 04-211, 1971 AFNOR, 1999)

La teneur en azote total est déterminée par la formule suivante:

$$N\% = V. 0,0014. (100/M) \dots\dots\dots(10)$$

D'où :

M: Masse en grammes du produit prélevé ;

V : Volume d'acide sulfurique (0,1N) utilisé pour la neutralisation de l'ammoniac.

La teneur en protéines (Tp) est déterminée par la formule suivante :

$$Tp\% = N\% . 6,25 \dots\dots\dots(11)$$

2.2.1.9. Détermination de la teneur en polyphénols

L'extraction et le dosage des polyphénols ont été déterminés selon la procédure décrite par Owen et Johns (1999) et Ribereau-Gayon *et al.* (1972).

2.2.2. Caractérisation physico-chimique de la poudre de spiruline

2.2.2.1. Le pH

Le pH d'une solution de spiruline à 4% (4 g de poudre de spiruline diluée dans 100 ml d'eau distillée) a été déterminé à l'aide d'un pH mètre de type CG825 préalablement étalonné.

2.2.2.2. Détermination de la teneur en protéines

Dans cette partie du travail, le même protocole opératoire que celui utilisé pour doser la poudre de dattes, a été entrepris.

2.2.2.3. La composition chimique en acides gras

Le profil d'acides gras de la spiruline Burkinabé a été déterminé par la chromatographie phase gazeuse (C.P.G) au niveau de l'ENA El Harrach (Alger). Le tableau (7) résume les conditions opératoires respectées pour cette analyse.

Tableau 7: Les conditions opératoires de l'analyse de CPG

Chromatographe	Chrompack
Détecteur	CP9002
Injecteur	FID SPLIT 1/100
Gaz vecteur	Azote
Colonne capillaire	DB23
Longueur	30 m
Diamètre inférieur	0,32mm
Epaisseur	0,25µm
Températures	
Injecteur	250°C
Détecteur	250°C
Four	150- 220°C(4°C/mn)
Quantité injectée	0,2µL
Vitesse du papier	0,5Cm/mn

2.2.2.4. Extraction des pigments hydrosolubles

L'extraction des différents pigments de la spiruline a été réalisée selon la méthode décrite par Ruiz (2005).

2.2.2.5. Séparation des pigments par CCM

La technique adaptée pour la séparation des différents pigments de spiruline par la chromatographie couche mince est celle rapportée par Wilmotte (2007).

- L'éluant utilisé est composé de :
- Solvant (85% éther de pétrole, 10% acétone, 5 % isopropanol).
- Tampon PBS (pour 1 litre : 8 g NaCl, 0,2 g KH₂PO₄, 1,15 g Na₂HPO₄.2H₂O, 0,2 g KCl, pH 7,2)

2.2.2.6. Caractérisation spectrale des pigments

Pour ce faire, des dilutions sont réalisées si nécessaire de chaque échantillon avec l'éthanol pour ne pas avoir des absorbances supérieures à 0,8. Ensuite, l'absorbance entre 400 et 750nm pour l'enregistrement des spectres obtenus, est mesurée. Ainsi, la longueur d'onde des maxima d'absorption des différents pigments isolés, est précisée.

2.2.2.7. Quantification de la chlorophylle

Après l'extraction de la chlorophylle, la densité optique de l'extrait obtenu est déterminée à 660 nm et à 642,5 nm (Ramesh, 2000). On détermine la quantité de la chlorophylle (a) et (b) en utilisant les formules suivantes :

$$\text{Chlorophylle totale} = 7,12A_{660} - 16,8 A_{642,5} \dots \dots \dots (12)$$

$$\text{Chlorophylle (a)} = 9,93A_{660} - 0,777A_{642,5} \dots \dots \dots (13)$$

$$\text{Chlorophylle (b)} = 176A_{660} - 2,81A_{642,5} \dots \dots \dots (14)$$

2.2.2.8. Dosage colorimétrique de la phycocyanine

La teneur en phycocyanine a été déterminée par colorimétrie en mesurant l'absorbance DO à 615 nm et DO à 652 nm de la solution de spiruline préalablement centrifugée à 6000 tours/mn (Jourdan, 2006).

Soit la concentration de spiruline sèche mise à tremper dans l'eau autour de 4%.

On détermine le poids de la phycocyanine par la formule suivante :

$$\text{Taux de phycocyanine (\%)} = 1,873 \times (\text{DO } 615 - 0,474 \text{ DO } 652) \times \text{DIL}/C$$

2.2.2.9. Dosage colorimétrique des caroténoïdes

La concentration en caroténoïdes a été appréciée par colorimétrie, en mesurant la densité optique à 450 nm (Jourdan, 2006). Soit la concentration de spiruline sèche mise à tremper dans l'eau autour de 4%. Et le poids de la phycocyanine est déterminé par la formule suivante :

$$\text{Concentration en caroténoïdes totaux (mg/g MS)} = \text{DO}_{450} \times \text{DIL}/2,8/C$$

2.3. Caractérisation microbiologique des matières premières

Pour estimer l'innocuité des matières premières et la possibilité de les transformer sans porter préjudice à la santé des consommateurs, des analyses microbiologiques sont effectuées sur les différentes matières premières (les deux variétés de dattes, la poudre de dattes *Mech-Degla* et la spiruline) et les comprimés de la formulation F₁ selon les méthodes préconisées par Guiraud (2003).

2.4. Activité antibactérienne de la spiruline

L'activité antimicrobienne des différents pigments (phycocyanine, xanthophylle, caroténoïdes et la chlorophylle) extraits à partir la poudre de spiruline et de la biomasse fraîche de spiruline a été déterminée sur trois souches (*Aspergillus niger*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*). Cette technique est réalisée selon la méthode illustrée par Rahal (2005) par laquelle le diamètre d'halo d'inhibition (zone claire), est calculé.

2.5. Obtention des poudres de dattes

2.5.1. Méthodologie de séchage

Les dattes sèches contiennent souvent une quantité non négligeable d'eau (~15%) qui doit être enlevée. Le séchage des produits alimentaires est un moyen important afin d'augmenter la résistance à la dégradation. Sécher les dattes communes consiste à réduire l'humidité initiale du produit aux environ 5% (par rapport à la masse sèche) (Espiard, 2002) ce qui permet d'obtenir des poudres rhéologiques.

La figure 5, présente la méthodologie suivie pour le séchage des dattes.

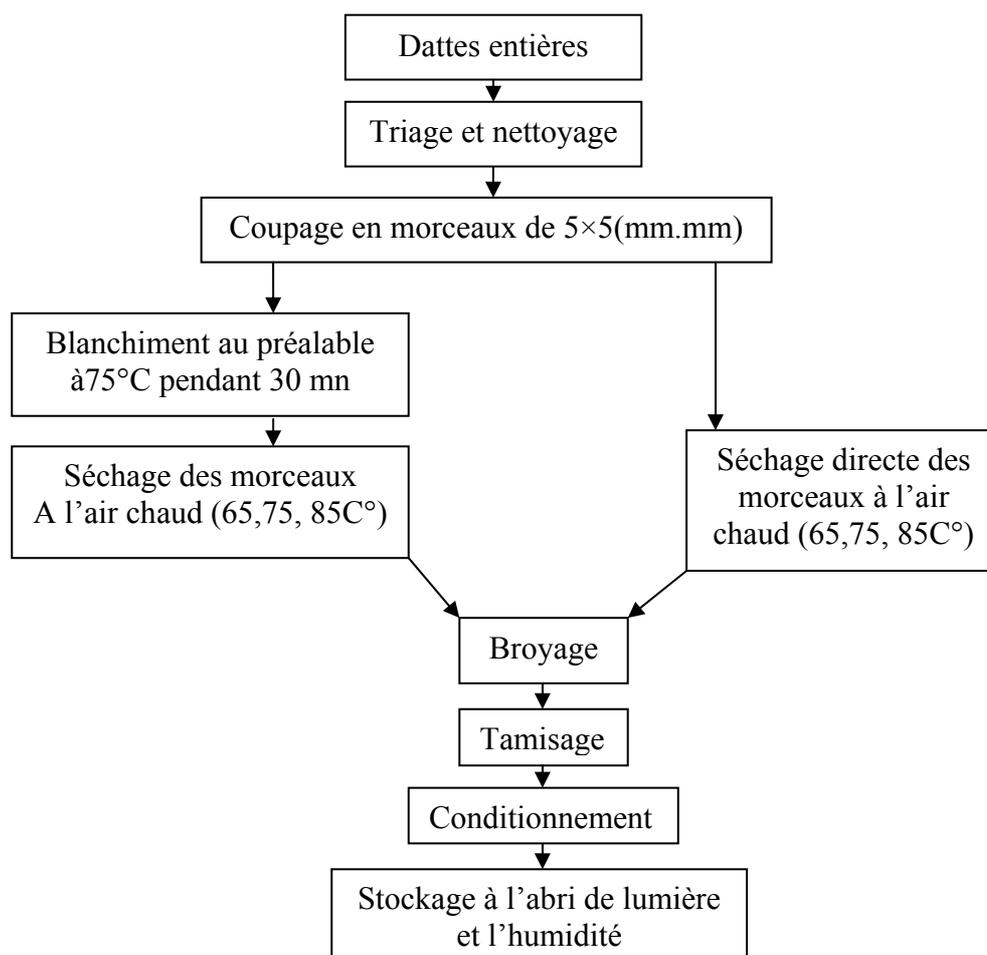


Figure 5 : La méthodologie de séchage de dattes.

Le système de séchage expérimental est composé d'une étuve avec ventilation d'air (Type MELAG 405) munie d'un thermomètre. Dans la chambre de séchage, une masse de pulpe de dattes coupées en petits morceaux (5×5 mm.mm) a été étendue sur un plateau perforé recouvert du papier aluminium lui-même perforé.

Le séchage est réalisé par le contact direct du produit avec l'air chaud circulant dans l'étuve. Les températures de l'air de séchage (65, 75 et 85°C) sont choisies selon la nature du traitement préalable.

Un contrôle de la perte d'eau a été réalisé chaque 15mn au moyen d'une balance analytique. La matière sèche des dattes a été déterminée en la laissant pendant 24 heures dans une étuve à 105°au ± 2°C.

2.5.2. Cinétique de séchage

L'influence du couple (température /temps de traitement) sur l'efficacité de séchage a été étudiée. Les études cinétiques sont nécessaires pour développer des modèles mathématiques appropriés pour prévoir l'effet du temps et de la température sur l'élimination d'eau du produit et d'autres critères de qualité de celui-ci (Labuza, 1973; Nunes *et al.*1991).

2.5.3. Paramètres qui influencent l'efficacité de séchage

2.5.3.1. Effet du blanchiment sur l'efficacité de séchage

L'effet du blanchiment (avec de la vapeur d'eau à la température de 75°C pendant 10min) sur l'efficacité de séchage a été aussi étudié.

2.5.3.2. Détermination de l'indice de couleur « indice de blancheur »

La couleur est un critère de qualité des poudres durant le séchage des aliments. Pour montrer l'effet de séchage sur la couleur de la poudre obtenue, l'indice de blancheur du produit fini a été mesuré à différents intervalles du temps.

L'indice de blancheur se définit comme étant un rapport (exprimé en pourcentage) de la radiation réfléchie par un corps à celle réfléchie par un diffuseur réfléchissant mesuré à une longueur d'onde (457nm). L'instrument d'analyse est un photomètre à réflectance photo-électrique « CARL.ZEISS ».

2.5.3.3. Efficacité (E) du séchage

Relativement aux courbes de séchage obtenues, est extrapolé le comportement des dattes au séchage pour différentes conditions de fonctionnement en appliquant la théorie de la

destruction thermique des microorganismes (le nombre de réduction décimale) en utilisant les courbes de survie modélisées par régression linéaire (modèle exponentiel) (Daudin et Duby, 2002).

L'efficacité du séchage est présentée par l'équation suivante :

$$E = \log (X_0/X) \approx 0.5 \dots (17)$$

Où : X_0 et X sont les teneurs en eau initiale et au temps de séchage correspondant à $X=5g$ d'eau /100g (MS) maximum fixée.

2.6. Obtention et caractérisation des comprimés (poudre de dattes+ spiruline)

2.6.1. Choix du mélange

Premièrement, sept formulations différentes ont été préparées (Tableau 8) donne la composition de différentes formulations utilisées.

Tableau 8 : Quantité de différents ingrédients de chaque formulation (%)

Les formulations	Poudre de dattes	Poudre de Spiruline	Poudre de jus d'orange lyophilisé	Poudre de zeste de l'orange
F ₁	80	10	5	5
F ₂	70	20	5	5
F ₃	60	30	5	5
F ₄	50	50	5	5
F ₅	10	80	5	5
F ₆	100	0	0	0
F ₇	0	100	0	0

2.6.2. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle d'un aliment joue un rôle primordial dans l'acte d'achat par le consommateur. La présente étude découle de problèmes industriels de fabrication de comprimés (aspect, procédé et matériaux) et aussi de commercialisation.

L'acceptabilité d'un produit alimentaire par le consommateur est extrêmement liée aux propriétés organoleptiques et nutritionnelles qui peuvent avoir un impact sur le prix d'achat.

Afin de choisir la bonne formulation l'analyse factorielle des correspondances AFC a été utilisée.

L'AFC est un outil qui rend compte au mieux du phénomène à étudier à l'aide du plus petit nombre possible de variables (notre étude à trois variables : l'apparence, l'odeur et le goût). Cette méthode est appréhendée pour discriminer de manière globale l'acceptabilité

générale des formulations afin de choisir la meilleure formulation sur le plan apparence, odeur et goût.

Les sept formulations citées dans le tableau 8 ont été dégustées par un panel composé de 48 sujets de différents âges, soit 24 hommes et 24 femmes puis ont été classées selon l'intensité de leur acceptabilité générale (saveur agréable) par ordre décroissant.

Pour ce faire, un questionnaire (fiche d'appréciation citée en annexe 2) est distribué à des gens de différents horizons les (universitaires, responsables et employeur de l'unité de fabrication des produits pharmaceutiques Sidal/Maison blanche Alger).

Le questionnaire adopté à cette étude rassemble aussi les données de dégustateurs (âge, taille et le poids).

Pour chaque échantillon, les dégustateurs ont noté le niveau d'acceptabilité générale à l'aide d'une échelle structurée à 7 points. Comme l'évaluation sensorielle est centrée sur l'acceptabilité générale, la note 1 correspond à une mauvaise qualité de produit sur le plan goût, odeur et apparence et la note 7 à un produit de bonne qualité. Les différentes formulations ont été servies dans des assiettes codées.

On dispose d'une matrice (48 individus, 7 formulations) correspondant au classement de 7 formulations par les individus.

2.6.3. Compression des formulations

Les comprimés sont généralement fabriqués par compression d'un volume constant de particules obtenues par la méthode de granulation. L'opération de compression nécessite des presses qui peuvent être alternatives ou rotatives. C'est l'ensemble matrice/ poinçons qui va déterminer la forme du produit fini.

Les particules sont constituées d'un ou plusieurs principes actifs additionnés ou non d'excipients tels que : diluants, liants et lubrifiants pouvant modifier le comportement de la préparation dans le tube digestif (PE, 2007).

Cependant, compte tenu des propriétés des poudres (ou mélange de poudres) qui sont très sensibles à la manutention, à la provenance ou à la manipulation, la réussite du procédé de compactage et la formation d'un comprimé conforme demande une compréhension des propriétés fondamentales des poudres. Ces propriétés, qui peuvent-être d'ordre physico-chimique et/ou mécanique, permettent d'expliquer comment une formulation pourrait se comporter en compression.

Par ailleurs, la formation d'un comprimé non conforme ou l'arrêt de production suite à une mauvaise production de comprimés ne remet pas forcément en cause la formulation. Les

paramètres du procédé tels que la vitesse de compression, la forme du comprimé, l'état de lubrification, les changements de température et d'humidité ou l'état de maintenance des outils de compression (matrices, poinçons) sont souvent responsables de perturbation de la production.

Par conséquent, la difficulté de l'écoulement de matière pour les formes complexes se retrouve dans les comprimés alimentaires.

Après avoir étudié l'importance de l'utilisation de l'analyse AFC dans le choix de la meilleure formulation, nous allons maintenant étudier les conditions de compression optimales des formulations élaborées sont aussi étudiées.

Il s'agit d'identifier les phénomènes intervenant en cours de la compression et les relier aux propriétés morphologiques et physico-chimiques d'usage : résistance au broyage (friabilité), résistance à la rupture (dureté), dissolution (libération des principes actifs).

Ensuite un modèle qui décrit le phénomène de transfert dans les milieux de dissolution, sera exposé. Cette partie expérimentale est réalisée au niveau du laboratoire de CRD Saidal El-Harrach et Maison blanche (Alger).

Dans un premier temps nous allons étudier la variation de la force de compression en fonction de la résistance à la rupture des comprimés (cohésion) pour obtenir une dissolution rapide des comprimés.

L'opération de compression est consacrée essentiellement à l'écoulement de deux poudres pures (F_6 et F_7) et d'un mélange de poudres sèches F_1 en absence d'un fluide liant.

En production, la compression des poudres est extrêmement liée aux propriétés d'écoulement des particules et leurs caractéristiques physiques (taille, forme et porosité des grains) (Demevre, 2004). Il est donc important d'analyser la distribution granulaire des poudres et la structure microscopique des particules.

A cet effet, nous avons réalisé un tamisage de tous les composants des formulations à travers d'un tamis de 200 μm pour avoir une texture relativement homogène des comprimés. La coupe inférieure du tamis utilisé est de 200 μM et la coupe supérieure varie de 250-300 μM .

Des comprimés de diamètre de 12mm, ont été préparés par compression directe à l'aide d'une comprimeuse semi-automatique alternative de marque (ED. Frogerais, OA 307) (Figure 6).

Pour choisir la force optimale de compression dans la limite de friabilité appropriée, nous avons appliqué onze forces de compression variant de 1 à 11 tonnes et le temps de saturation d'en moyenne 10 s ont été appliqués.

Selon la déformation des comprimés nous avons choisi la pression de 10 tonnes qui implique un assemblage stable à faible friabilité a été choisie. Les deux poudres de spiruline (F_7) et la poudre de dattes (F_6) présentent les propriétés des matériaux cohésifs et/ou polydispersés fournissant ainsi un avantage pour la rhéologie d'écoulement naturel.



Figure 6. Photo de la compresseuse semi-automatique alternative de marque (ED. Frogerais, OA 307).

Les comprimés ainsi obtenus présentent des résistances mécaniques suffisantes pour pouvoir être manipulés sans s'effriter, ni se briser. L'influence de la variation des forces de compression en fonction de la résistance au broyage des comprimés est portée dans le tableau suivant :

Tableau 9 : Choix de la force de compression en fonction de la friabilité des comprimés.

Forces de compression	Friabilité	Type de compresseuse
<10 tonnes	Comprimés fragiles (trop friables) avec le collage sur le piston)	Compression lente non automatique (manuelle)
>10 tonnes	Comprimés durs	Compression automatique (lente)
=10 tonnes	Pastilles de friabilité souhaitée	Compression automatique (rapide)

2.6.4. Certaines caractéristiques physico-chimiques des comprimés

La préparation des comprimés et la détermination de leurs propriétés physico-chimiques, y compris l'étude in vitro de dissolution (voir la sous-section ci-dessous), de friabilité, de dureté, de temps de désintégration en eau distillée à $37 \pm 0,5^\circ\text{C}$, de gonflement et d'érosion ont été effectuées dans les trois solutions (eau distillée, HCl 0,1N et la solution phosphatée saline tamponnée à pH 6,8).

2.6.4.1. La friabilité (perte en masse des comprimés)

Elle est déterminée au moyen d'un Friabilimètre de type (ERWEKA TA 40) (Figure 8). On fait tourner 10 comprimés de chaque formulation pendant 4 mn à une vitesse de 25 r.p.m puis on répète encore une autre fois la pesée.

La friabilité (taux d'effritement $< 1\%$) est exprimée par l'équation (18) :

$$F(\%) = (P_0 - P_1) / P_0 \cdot 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

F: La friabilité (perte en masse en %).

P_0 : Poids initial des comprimés (g).

P_1 : Poids final des comprimés (g).

En règle générale, l'essai est effectué sans répétition.



Figure 7: Photo d'un Friabilimètre de type (ERWEKA TA 40).

2.6.4.2. La dureté (résistance à la rupture)

La dureté est une caractéristique mécanique des comprimés. Cette grandeur traduit la cohésion des comprimés donc sa manipulabilité. Ce test consiste à déterminer la force nécessaire pour provoquer la rupture des comprimés par écrasement. Elle est mesurée sur 10

comprimés de chaque formulation à l'aide d'un Duromètre (ERWEKA TBH 30 MD) (Figure 8).



Figure 8 : Photo du Duromètre (ERWEKA TBH 30 MD).

2.6.4.3. Le temps de désintégration (désagrégation)

Il est appelé aussi temps de délitement. Il a été évalué au moyen d'un désintégrateur de contrôle ERWEKA ZT 31 (Figure 9) sur 6 comprimés de chaque formulation en utilisant l'eau distillée chauffée à $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ comme milieu de dissolution. La désagrégation est considérée comme atteinte lorsque les 6 comprimés sont complètement désagrégés.



Figure 9: Photo du désintégrateur (ERWEKA ZT 31).

2.6.4.4. Le gonflement

Sachant que les comprimés une fois consommés pénètrent dans le tube digestif de l'estomac et ils vont subir un processus spontané d'absorption par les macromolécules telles que (protéines, cellulose...) s'accompagnant d'une importante augmentation du volume.

Dans le but de montrer le comportement rhéologique des constituants de deux matrices solides (poudre de datte et de spiruline) au niveau de l'estomac trois milieux similaires aux liquides gastriques : l'eau distillée, solution HCl (0,1N) et la solution phosphatée saline pH 6,8 ont été proposés.

Pour réaliser ce test, les comprimés ont été pesés avec précision puis placés dans des récipients en plastique fermés tournant à 150 r.p.m en utilisant l'environnement Shaker-Incubateur (à la température de $37^{\circ}\text{C}\pm 0,5^{\circ}\text{C}$).

Après 5, 10, 20, 30, 60 et 90 mn d'incubation, chaque comprimé a été retiré du milieu et légèrement épongé avec le papier absorbant pour enlever l'excès du liquide puis repesé (W_1). On répète l'essai à 3 fois pour chaque temps et on calcule la moyenne des 3 résultats.

La prise d'eau par les comprimés a été déterminée par la méthode de gain de poids à l'équilibre en utilisant l'expression suivante :

$$\text{Changement de poids (\%)} = (W_1 - W_0) / W_0 * 100 \dots\dots\dots(19)$$

W_0 : Poids initial du comprimé (g).

W_1 : Poids final du comprimé (g).

2.6.4.5. L'érosion

L'essai d'érosion suit immédiatement le test de gonflement. Ce test consiste à déterminer le poids sec d'un comprimé humide en séchant à 80°C pendant 24 h. L'érosion des comprimés a été déterminée par l'expression suivante :

$$\text{ER(\%)} = (W_0 - W_2) / W_0 * 100 \dots\dots\dots(20)$$

W_0 : Poids du comprimé humide(g).

W_1 : Poids du comprimé après dessiccation (g).

2.6.4.6. L'humidité des comprimés

Ce test consiste à déterminer le poids sec du comprimé en séchant à 105°C pendant 05mn. L'humidité a été déterminée en utilisant un dessiccateur de type Sartorius MA 45 (Figure 10).



Figure 10: Photo du dessiccateur de type (SARTORIUS MA 45).

2.6.4.7. Cinétique de libération de la phycocyanine (test de dissolution)

En se basant sur ses propriétés pharmacologiques, la phycocyanine, étudiée ici comme substance active, mérite une attention du point de vue des phénomènes de libération à partir des comprimés immergés dans divers milieux liquides (eau distillée, HCl 0,1 N et la solution tampon de phosphate pH 6,8).

Dans cette logique, il convient de rappeler que la phycocyanine est l'un des principaux phycobiliprotéine qui pourrait exercer des propriétés thérapeutiques quand elle est seule administrée ou incorporée comme supplément diététique (Romay *et al.* 2003). Ces mêmes auteurs ont indiqué clairement que l'administration orale de la phycocyanine aux doses de 50–300 mg/kg a mené à l'activité anti-inflammatoire dans certains modèles examinés.

Ce test consiste à placer chaque comprimé dans 500 ml du liquide de dissolution dans l'appareil de dissolution ERWEKA ZT (Figure 11) muni des palettes fonctionnant à 50 r.p.m et la température du milieu est réglée à $37 \pm 0,5$ °C (PE, 2008; Sriamornsak *et al.* 2007). Cet essai est évalué sur 6 comprimés pour chaque formulation étudiée.

Le contenu de phycocyanine est calculé à différents intervalles de temps en utilisant la méthode colorimétrique décrite par Jourdan (2006) et qui consiste à mesurer l'absorbance à 615 et 652 nm (spectrophotomètre UV-VIS, type V 530-JASCO).

La concentration en phycocyanine était obtenue en accordant l'équation suivante :

$$\text{Poids de phycocyanine (\%)} = 1,873 \times (\text{DO } 615 - 0,474 \text{ DO } 652) \times \text{DIL}/\text{C} \quad (21)$$

Où : DIL et C le facteur de dilution et la concentration initiale en phycocyanine respectivement.



Figure 11: Photo de l'appareillage de dissolution (ERWEKA ZT).

2.6.4.8. L'étude de cinétique de libération de la phycocyanine

L'étude de la dissolution des comprimés a pour but de quantifier le taux de libération de principe actif (phycocyanine) dans les trois milieux de dissolution cités dans le test précédent.

Le mécanisme de transfert de phycocyanine dans le milieu de dissolution a été déterminée selon le modèle Korsmeyer Peppas (équation 22) rapporté par plusieurs chercheurs (Korsmeyer *et al.* 1983; Merchant *et al.* 2006).

$$X / X_0 = k \cdot t^n \quad \dots\dots\dots(22)$$

Où :

X_0 , X quantité de phycocyanine dans le comprimé à $t = 0$ et dans le liquide d'immersion au temps t respectivement;

k = constante caractérisant en même temps la structure et la géométrie des comprimés.

n = constante caractérisant le mécanisme de libération de la substance;

Pour les comprimés cylindriques:

$n = 0,45 \rightarrow$ le mécanisme de diffusion est Fickian.

$0,45 < n < 0,89 \rightarrow$ le mécanisme de diffusion est non-Fickian.

$n = 0,45 \rightarrow$ le type de diffusion est d'ordre 0 (Transport type II).

$n > 0,89 \rightarrow$ le transport est de type II.

Les constantes de l'équation (22) sont déduites graphiquement en utilisant log-log des coordonnées après une simple transformation :

$$\log X / X_0 = \log k + n \log t \quad \dots\dots\dots(23)$$

2.6.5. Structure granulaire des poudres

La distribution de dimension particulaire de poudre de dattes pure F₆, poudre de spiruline pure F₇ et du mélange des poudres constituant la formulation F₁ ont été étudiées en utilisant un granulomètre de diffraction laser de Malvern (Mastersizer 2000).

2.6.6. Morphologie des poudres et des comprimés

L'examen de la microstructure (structure, la taille et la forme) des deux poudres de dattes *Mech-Degla* et la poudre de spiruline pure ont été étudiées en utilisant le microscope électronique à balayage de marque Philips XL-30.

En outre, l'examen morphologique des trois types de comprimés a été exécuté pendant leur immersion dans différents médias liquides en utilisant l'appareil-photo numérique équipé de l'objectif 14,3 x (Marque Fuji, Chine).

2.6.7. Stabilité microbiologique des comprimés

L'analyse de la stabilité microbiologique des comprimés a été réalisée dans le but est de chercher une éventuelle contamination par les microorganismes pathogènes. Pour ce faire, les comprimés de la formulation F₁ ont été stockés à température ambiante de Juillet 2009 au Mai 2010. La recherche et le dénombrement des germes totaux, des levures et moisissures, et les germes pathogènes (*Salmonelles*, *Clostridium sulfitoréducteurs*, *Streptocoques fécaux* et les *Coliformes fécaux*) ont été réalisés selon les techniques décrites par Guiraud (2003).

2.6.8. Test de stabilité accélérée des gélules de la formulation F₁

En raison de certaines contraintes liées à la disponibilité des comprimés, nous avons opté dans cette partie de l'étude à recourir à des gélules pour analyser la solubilité des ingrédients qui composent les comprimés.

L'étude de la stabilité accélérée est effectuée sur des gélules de (220 à 550 mg) de la formulation F₁. L'étuvage a été réalisé dans le laboratoire de CRD/Saidal et le laboratoire de

Militaire (El-Harrach/Alger) selon la pharmacopée européenne (PE, 2007). Les gélules de la formulation F₁ ont été incubées à 22±03°C et 40±02°C pendant 06 mois (de Mai 2011 au Octobre 2011).

Dans le but de déterminer la date limite de consommation de la formulation F₁. Quelques propriétés physico-chimiques (aspect physique des gélules, temps de délitement dans l'eau distillée à 37± 0,5°C, la perte en masse), y compris l'étude in vitro de libération de la phycocyanine dans les deux solutions (eau distillée et la solution phosphatée saline tamponnée à pH 6,8) ont été analysées durant les 6 mois d'incubation.

L'aspect physique de la surface des gélules est visuellement examiné.

La stabilité est évaluée par comparaison des caractéristiques physiques des comprimés avant et après le stockage sous les différentes conditions de stockage.

2.6.9. Modélisation du taux d'extraction de polyphénols (Santoyo *et al.* 2009)

L'optimisation de l'extraction des polyphénols consiste à déterminer un mélange optimal de trois solvants (eau distillée, méthanol et éthanol pur à 90 %) à différentes températures d'extraction (30; 50 et 100 °C).

Nous avons modélisé le taux d'extraction en polyphénols dans les formulations F₁, F₇ et F₆ en appliquant un plan d'expériences mixte de type plan de mélange réduit. Ce plan permet une diminution notable de nombre d'essais.

La modélisation a pour objectif de :

- connaître la stabilité des polyphénols de la formulation F₁ au cours de stockage.
- quantifier l'influence de la température sur le taux d'extraction des polyphénols ;
- quantifier la dispersion des facteurs non prises en compte (la variance résiduelle) ;
- faire apparaître les interactions.

Pour pouvoir juger l'homogénéité des variances, la signification des paramètres des modèles, et de leur validité les tests suivants sont entrepris: le test de Cochran, le test de Student et le test de Fisher.

La construction de la matrice produite et la génération des modèles mathématiques ont été réalisées à l'aide du logiciel EXCEL.

Le traitement des résultats de la modélisation des taux d'extraction des polyphénols a été réalisé à l'aide du logiciel MINITAB.15.

2.6.10. Analyse statistique des résultats

Il faut noter que toutes les données représentent la moyenne de trois essais. Pour comparer les différents résultats obtenus, une analyse descriptive a été réalisée, à l'aide du logiciel Microsoft Office Excel 2003. Les résultats étant exprimés sous la forme de moyenne \pm écart type et la comparaison des moyennes grâce au logiciel XLSTAT-2010.

L'EXCEL et l'ORIGINE 3,5 ont été utilisés aussi pour le tracé des histogrammes et les régressions des courbes.

2.7. Essais de fabrication d'un jus Bio à base d'un sirop de dattes communes (*Mech-Degla et Ghars*) et d'un extrait de spiruline et jus de citron

Ces dernières années, l'industrie s'intéresse de plus en plus à la fabrication des produits bio à partir des déchets agricoles.

Dans ce sens et pour compléter notre travail, nous nous sommes intéressés à l'essai de fabrication d'un jus bio à base d'un extrait de spiruline. Cet intérêt est motivé d'une part que cette dernière est connue par ses vertus nutritionnelle (riche en protéines, minéraux.) et thérapeutique (polyphénols, phyco cyanine..) et d'autre part qu'elle n'a jamais fait l'objet d'une étude.

2.7.1. Choix de la formulation du jus

Le choix des proportions des ingrédients de différentes formulations des jus élaborés est basé sur certains critères de production qui sont les suivants :

-Utilisation maximale de sirop de dattes : pour satisfaire l'un de nos objectifs qui est la substitution du sucre blanc et aboutir à un jus ayant un degré Brix compris entre 10 et 12 (Codex Alimentarius, 2005) et un pH compris entre 3 et 4 (en utilisant le jus de citron ou le jus de kiwi comme agents d'acidification et de conservation).

-Aboutir à un jus riche en substances nutritives et bioactives en utilisant la spiruline (enrichissement en protéines, phyco cyanine, polyphénols..).

2.7.2. Processus de fabrication d'un jus Bio

2.7.2.1. Méthodes de préparation de sirops de dattes et l'extrait de spiruline

Le protocole utilisé pour l'élaboration des sirops des deux variétés de dattes *Mech-Degla et Ghars* (Figure 12) est celui décrit par Al-Farsi *et al.*(2007).



Figure12 : Aspect des sirops de dattes avant concentration

Les sirops obtenus sont concentrés à 60°Brix à l'aide d'un lyophilisateur dans le but de conserver toutes les propriétés thérapeutiques et les valeurs nutritionnelles des dattes. Les sirops sont stockés au congélateur.

En outre, l'extraction des substances nutritives et bioactives de la spiruline a été effectuée dans l'eau de robinet dans un bain marie à 65°C pendant 3 à 4 h. Les différents extraits de spiruline (0,2%, 0,3% et 0,5%) sont filtrés à travers le papier Wattman N°4 puis conservés à 04°C.

2.7.2.2. Élaboration des différentes formulations de jus

Les étapes de fabrication adoptées pour préparer les différentes formulations des jus naturels sont présentées dans la figure (13).

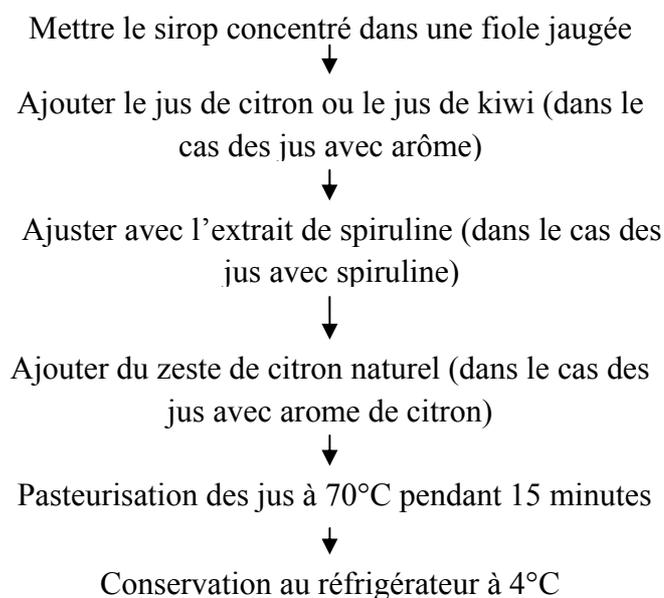


Figure13: Processus de fabrication des jus naturels (jus avec ou sans arôme naturel).

Cinq formulations ont été retenues pour la fabrication des jus naturels. La composition par litre pour chaque formulation retenue est comme suite :

-F₁ :160 ml du sirop de *Mech-Degla* + 836ml de Spiruline (0,2%) + 4ml du jus naturel de citron ;

-F₂ :160ml du sirop *Mech-Degla* + 400ml d'eau + 300ml du jus naturel de kiwi;

-F₃ : 160ml du sirop *Ghars* + 400ml d'eau + 300 ml du jus naturel de kiwi ;

-F₄ : 160 ml du sirop *Ghars* + 836ml de Spiruline 0,2% + 4ml du jus naturel de citron ;

-F₅ : Jus de référence (gout de citron) préparé selon l'unité de production des extraits de Réghaia (Boumerdès).

L'aspect des cinq formulations de jus dégustées est illustré dans la figure 14.

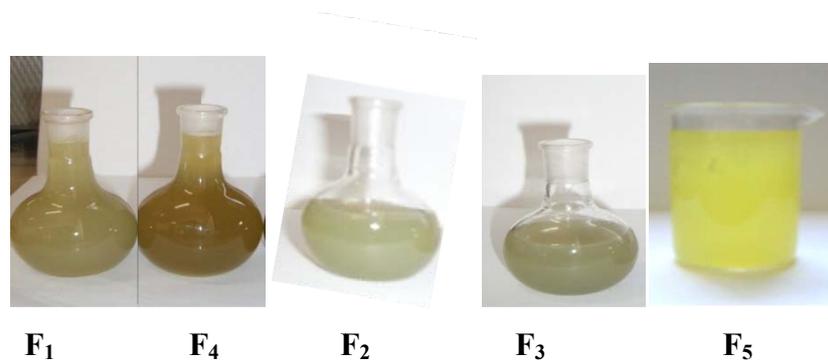


Figure 14 : Aspect des cinq jus dégustés.

2.7.3. Analyses portant sur les jus élaborés

2.7.3.1. Caractérisation physico-chimiques des jus

Les mêmes protocoles utilisés dans la caractérisation physico-chimiques des matières premières sont appliqués pour l'analyse des différentes formulations des jus obtenues, à savoir le pH, l'acidité, le taux de cendres....

2.7.3.2. Analyse sensorielle

Le choix de la meilleure formulation est basé non seulement sur les qualités nutritionnelles mais aussi sur les qualités organoleptiques ce qui nous a amené à effectuer l'analyse sensorielle.

L'analyse sensorielle des jus préparés a été réalisée entre 10 et 11 heures par un panel de dégustateurs composé d'experts du laboratoire de l'unité des extraits d'arômes de Réghaia (6 dégustateurs) ainsi que du laboratoire de l'entreprise de production des boissons EPBR de Réghaia (4 dégustateurs). Aussi, nous avons fait appel à huit autres personnes, qui sont des

responsables des laboratoires et des étudiants de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Le test de classement a été réalisé avec une épreuve de notation sur une échelle de 5 points.

Selon la procédure décrite par Derobert (1988) les résultats obtenus sont soumis au test de FRIENDMAN (Norme NF ISO 8587 Mai 1989) afin de déterminer les différences éventuelles entre les échantillons.

L'équation de FRIENDMAN est décrite par la formule suivante :

$$F = \frac{12}{n \times p(p + 1)} \times \left(\sum_{i=1}^p R_i^2 \right) - 3n(p + 1) \dots\dots\dots(23)$$

Avec : n=18, p=5

Les différentes formulations (les 5 jus élaborés) sont classées selon les trois critères apparence, odeur et gout.

2.7.3.3. Test de stabilité de jus F₄

Le test de stabilité a été effectué sur la meilleure formulation choisie lors de l'analyse sensorielle (jus F₄). Ce jus a été préparé et analysé le jour même puis analysé après incubation à 31°C pendant 21 jours.

2.8. Possibilité de culture de *Spirulina platensis* dans un milieu naturel à base de cendres de bois.

2.8.1. Réactivation de la spiruline

La réactivation (revivification) de la poudre de spiruline est une étape préliminaire qui a pour objectif d'obtenir des filaments monoalgaux utilisés comme inoculum pour la culture ultérieure. La purification des filaments peut se faire soit sur un milieu liquide soit sur milieu solide.

2.8.1.1. Réactivation en milieu liquide

La purification en milieu liquide est amenée selon la technique rapportée par Bourreley (1966).

Lors de la revivification de la souche dans l'eau bicarbonatée, les filaments se détachent les uns des autres, les grains de sables et autres débris solides se déposent au fond de la fiole. Le milieu se colore en vert-bleu dû au pigment extracellulaire de la spiruline, en particulier la phycocyanine C-PC.

2.8.1.2. Réactivation sur milieu solide

Cette technique est très peu utilisée car il est difficile d'isoler les spirulines sur un milieu solide sans savoir la structure des autres algues. De plus, la morphologie de la spiruline change selon les conditions de culture (c'est une souche polymorphe).

Nous avons réalisé un ensemencement par la technique des stries sur un milieu solide spécifique dont la composition (par litre) est comme suit : 20g Agar-Agar, 2.5g nitrate de sodium, 1g glucose, 1g peptones, le pH de ce milieu est ajusté à 10.

Après 48 heures à deux semaines d'incubation à 30°C nous avons réalisé une analyse microscopique (morphologique) au moyen d'un microscope optique lié à une caméra de type KRUSS ($\times 400$).

Une fois les filaments de spirulines localisés, on dépose dessus une goutte d'eau distillée stérile. On les prélève à l'aide d'une pipette Pasteur munie d'une poire et on aspire le liquide renfermant les filaments isolés qui servent comme préculture (Inoculum).

2.8.2. Choix des milieux naturels

Cette étude est lancée en fin de Juin 2008 au moi d'Octobre 2010. Elle concerne la production d'une spiruline Bio à partir différents milieux naturels préparés à base de plusieurs sources naturelles (déchets agricoles) (Figure 15).

Les différentes sources naturelles utilisées dans notre étude sont :

- 1-Un mélange de l'eau de mer et l'eau douce (eau de robinet) (source de sels minéraux : Na, Ca, Mg...);
- 2-Les cendres de différents bois (palmier, figuier et olivier) (source de sels minéraux : Na, Ca, Mg, SO_4 ...) et comme régulateur de l'alcalinité du milieu de culture ($pH \geq 10$);
- 3- La poudre de son d'orge (source de carbone et d'azote);
- 4- La poudre d'os de volaille (source de phosphates).

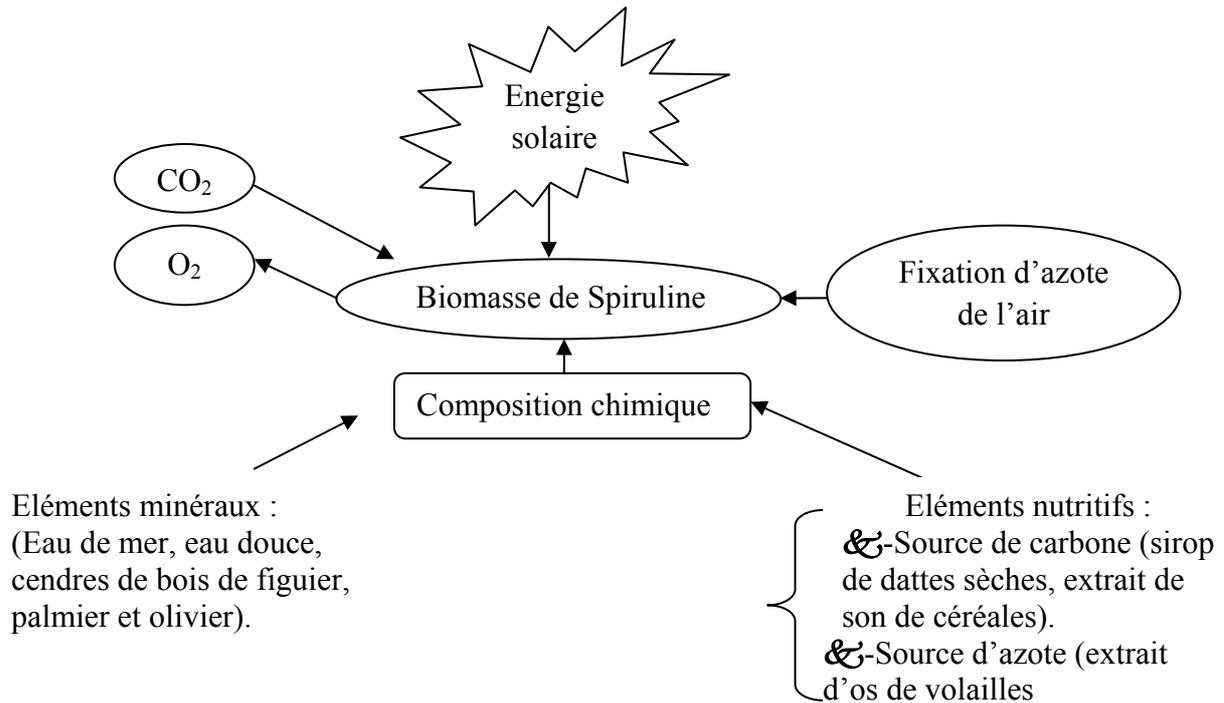


Figure 15 : Production de spirulineBio à base de déchets agricoles.

2.8.3. Culture de spiruline dans les différents milieux naturels

2.8.3.1. Adaptation de spiruline Burkinabé dans des milieux naturels

Au premier temps, l'adaptation de spirulineBurkinabé a été courue dans six milieux naturels dans des erlenmeyers de capacité 500ml tel que : M₁ : 9/1(v/v)% eau de mer/eau de robinet ; M₂ : 1% Cendres de bois de palmier; M₃= 1% de poudre de Son; M₄=1% de poudre d'Os de volailles; M₅=10/1(p/p) M₂/M₄ et M₆ = 1/3 M₁+1/3M₃+1/3 M₅.

Les mêmes conditions opératoires ont été respectées pour les premiers essais d'adaptation à savoir : la température de l'ambiance, absence d'aération, l'agitation s'effectue manuellement périodiquement et la luminosité c'était la lumière de jour.

Le volume inoculum / volume de milieu de culture respecté pour chaque milieu de culture est de 1 :100 (v/v)%. La densité initiale d'inoculum est de 0,120.

Les tableaux (51et52) (Chapitre III) donnent les paramètres physico-chimiques et la composition chimique des différents milieux naturels proposés auparavant.

2.8.3.2. Optimisation des paramètres de culture

L'objectif principal de l'optimisation est d'augmenter le rendement en biomasse toute en optimisant la composition des nutriments nécessaires à la croissance de cette microalgue et

les conditions environnementales de la croissance afin de réduire la durée de fermentation tels préconisés par plusieurs auteurs (Jourdan, 2002; Fox, 1999 et autres).

Les résultats de la première partie montrent que l'adaptation de la spiruline a été réussie seulement dans le milieu M₆ en comparaison avec l'ensemble des autres milieux utilisés la culture n'a pas eu lieu. Le milieu M₆ a montré une croissance très significative 3,244±0,031 g masse fraîche /100 ml récoltée après 106 jours.

L'optimisation de la culture se déroule en deux études :

***1^{ère} étude d'optimisation de la culture** : est consacrée à l'augmentation de la quantité d'inoculum et l'alcalinité du milieu M₆.

L'augmentation du pH a été réalisée par un enrichissement par une solution préparée à base de deux sources de cendres de bois de figuier (1%) et cendres de bois d'olivier (1%). Cette solution est préparée avec proportion (50 :50) (v/v)% des deux solutions de bois (figuier et olivier).

La culture de spiruline dans les quatre milieux M₆(a), M₆(b), M₆(c) et M₆(d) selon la 1^{ère} matrice d'expériences (Tableau 10) a été réalisée en mode Batch dans des conditions optimales de fermentation. Voir la figure (16) la photo de l'installation.

Tableau 10 : 1^{ère} matrice d'expériences

Milieux	Addition des cendres de bois de figuier et d'olivier au milieu M ₆	Quantité inoculum
M ₆ (a)	-	-
M ₆ (b)	+	-
M ₆ (c)	-	+
M ₆ (d)	+	+

Niveau (-)	0 %	1 ml
Niveau (+)	10%	10 ml

La température respectée est de l'ordre de 30±2°C, l'éclairage fût accompli à l'aide d'une lampe de fréquence de 45 W (correspondant à une intensité de 4000 lux (Kosaric *et al.*1974), pour une périodicité de 8 heures de lumière et 16 heures d'obscurité.

L'agitation plus l'aération ont été assurées par une pompe à aquarium immergée (aquarium type Boyu) avec un débit d'air de 2 L/mn pour avoir une bonne homogénéisation. Un contrôle au microscope permet de s'assurer que l'agitation n'est pas destructrice des filaments.



Figure 16: Montage utilisé pour l'optimisation de la culture M₆.

***2^{ème} étude évoquée dans l'optimisation de la culture :** est la recherche des facteurs limitant responsables du jaunissement de la biomasse (agrégats des filaments) constaté dans les milieux proposés pour la 1^{ère} matrice d'expériences.

Plusieurs facteurs peuvent expliquer le phénomène de dépigmentation de la biomasse (photolyse, chocs osmotique, manque d'azote, de soufre ou de fer, excès de bicarbonates) Pour connaître la cause du jaunissement aussi vite que possible, un autre milieu M₇ a été testé. Ce milieu est optimisé en combinant quatre solutions toute en appliquant le plan des mélanges tel que : $M_7 = 0,8 S_4 + 0,1 S_2 + 0,05 S_3 + 0,05 S_1$.

Avec $S_1 = M_1$, $S_2 = 1/1$ (p/p) son/os de volaille, $S_3 = 10\%$ Cendres de palmier et $S_4 = 10\%$ cendres de figuier.

A ce niveau, l'effet de la salinité du milieu M₇ a été étudié. Pour ce la salinité du milieu M₇ a été augmentée par l'enrichissement avec les nitrates KNO_3 à raison (2g/l) et les phosphates $(NH_4)_2SO_4$ à raison (0,08g/l) tel que préconisé pour la culture artificielle de spiruline (milieu Zarrouk) (Zarrouk, 1966, Jaurdon, 2002).

Nous avons respecté les mêmes facteurs environnementaux de culture que ceux respectés pour la 1^{ère} matrice d'expériences.

En parallèle, un autre essai de culture a été réalisé dans le milieu M₇ mais cette fois-ci la culture avait lieu dans une étuve à $30 \pm 2^\circ C$ en absence de lumière et d'agitation.

Le tableau (11) présente les paramètres physico-chimiques des différents milieux proposés pour la 2^{ème} étude d'optimisation.

Tableau 11 : Paramètres physico-chimiques des différents milieux naturels proposés pour la 2^{ème} étude d'optimisation.

Milieux naturels	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄
pH à 25°C	8,663±0,0254	7,378±0,033	11,505±0,013	11,047±0,015
Salinité (g/l)	29,4661±0,513	0,9±0,001	1,3±0,001	5,5±0,001
TDS à 20°C (mg/l)	26333,333±737,111	1049,666±3,214	1634,333±27,006	73500±2551,47
Milieux naturels	M ₇	M ₇ + KNO ₃ (20%)	M ₇ +(NH ₄) ₂ SO ₄ à (0,8%)	M ₈ = 1/3M ₇ + 1/3[KNO ₃ (20%)] +1/3[(NH ₄) ₂ SO ₄ (0,8%)]
pH à 25°C	10,418±0,004	10,406±0,0001	10,101±0,0005	10,149±0,0001
Salinité (g/l)	9,5±0,1	4,366±0,351	9,666±0,0577	10,833±0,115
TDS à 20°C (mg/l)	11650±72,111	5440±125,299	11793,333±28,867	12870±51,961

Avec :

S₁= M₁ ; S₂=1/1(p/p) son/os de volaille; S₃=10% Cendres de palmier et S₄=10% cendres de figuier.

M₇: 0,8 S₄+0,1S₂+0,05S₃+0,05S₁

M₈: 1/3M₇+ 1/3 KNO₃ (20%) +1/3 (NH₄)₂ SO₄ (0,8%)

2.8.4. Estimation de la culture dans les différents milieux naturels

2.8.4.1. Les analyses physico-chimiques

Des prélèvements ont été effectués quotidiennement afin de suivre la cinétique de production de la biomasse et les analyses physico-chimiques à savoir pH (on utilise pH-mètre de type (JENWAY 3510), salinité et TDS (en utilisant un conductivi-mètre de type JENWAY4520).

2.8.4.2. Rendement en spiruline

Enfin de culture, la biomasse est séparée du milieu de culture par centrifugation de type HERMLE (6000 tours/mn), puis lavée à l'eau physiologique stérile et à l'eau distillée stérile plusieurs fois afin d'éliminer un grand nombre de bactéries issues de la fermentation tel qu'il est recommandé par Cifferi (1983).

La pâte de spiruline obtenue contient (80-90%) d'eau en moyenne, a été séchée à 65°C pendant quelques minutes (10 mn) en utilisant une étuve de type MEMMERT pour avoir une humidité finale de l'ordre de 3 à 7 % selon Fox (1999).

La poudre ainsi obtenue est acheminée vers une cuve de stockage ou dirigée vers une structure d'extraction de composés bioactifs (la phycocyanine C-PC).

2.8.4.3. Extraction de la phycocyanine de la spiruline fraîche

La phycocyanine a été extraite selon la méthode rapportée par Doke (2005); Oliveira *et al.* (2008). Il s'agit d'une destruction mécanique dans un tampon phosphate 0,05 M (pH=6,8) comme solvant d'extraction.

Pour estimer la teneur en phycocyanine (C-PC), des mesures ont été prises à une absorbance du 618 nm du filtrat issu de la destruction mécanique à l'aide d'un spectrophotomètre UV de type (JASCO V-530).

Il est à signaler que la quantité de phycocyanine produite est liée à la croissance de spiruline (Schmidt *et al.* 2005).

2.8.4.4. Sensibilité de la phycocyanine aux souches microbiennes

La sensibilité des 3 souches (*Pseudomonas aeruginosa*, *Aspergillus niger* et *Staphylococcus aureus*) aux différents extraits de phycocyanine (C-PC) issus de la spiruline Burkinabé et produite dans le milieu M₇ a été testée. Les trois souches ont été fournies par le laboratoire de bactériologie du CHU de Tizi-Ouzou. Les trois souches ont été isolées à partir des prélèvements cliniques humains.

Pour ce faire, nous avons appliqué la même technique citée au paravent, celle rapportée par Rahal (2005).

2.8.4.5. Etude morphologique

L'étude microscopique a été effectuée en utilisant le microscope optique de type (Motic BA 300/Associé à une caméra) afin d'étudier la morphologie de cette espèce d'algue dans les

différents milieux d'adaptation, le mode de développement, l'aspect des filaments, en fonction du temps de culture.

Les structures morphologiques des poudres de la souche de référence et celle obtenue après culture ont été observées sous le MEB de type (XL 20).

2.8.4.6. Analyse de la composition chimique

L'analyse de la composition chimique des différents milieux naturels a été effectuée par la spectrophotométrie d'adsorption atomique l'appareil utilisé de type (VARIAN AA240). L'incinération a été réalisée dans le four à moufle de type NABERTHERM.

De même des échantillons de poudre de spiruline (souche de référence et la souche neuve issue du milieu M₇) ont été analysés par spectrophotomètre IR à transformée de fourrier de marque SCHIMATZU-8900 dans le but est de montrer l'absorption des différents groupements fonctionnels et la présence de nouvelles substances.

Chapitre III
Résultats et discussion

1. Caractérisation des matières premières

1.1. La datte et ses dérivés

1.1.1. Caractéristiques physiques et morphologiques des deux variétés de dattes étudiées

Les caractéristiques physiques et morphologiques des deux variétés de dattes étudiées sont présentées dans le tableau 12.

Tableau 12: Caractéristiques morphologiques et physiques de deux variétés de dattes (*Ghars* et *Mech-Degla*).

Caractéristiques morphologiques	<i>Ghars</i>	<i>Mech-Degla</i>
Forme du fruit	Allongée	Ovoïde
Couleur au stade tamar	Marron foncé	Jaunâtre
Aspect de l'épicarpe	Lisse	Rugueuse
Epaisseur de l'épicarpe	Epais	Epais
Couleur de la pulpe (mésocarpe)	Blanchâtre	Blanchâtre
Consistance	Molle	Sèche
Plasticité	Tendre	Dure
Texture	Fibreuse	Dure
Goût	Parfumé	Parfumé
Caractéristiques physiques	<i>Ghars</i>	<i>Mech-Degla</i>
Poids du fruit (g)	10,54± 0,198	6,5±0,120
Longueur du fruit (cm)	4,82 ± 0,383	3,57±0,193
Diamètre du fruit (cm)	1,76±0,164	1,53±0,123
Poids du noyau (g)	0,91±0,260	0,88±0,270
Longueur du noyau (cm)	2,67± 0,280	1,5±0,130
Diamètre du noyau (cm)	0,77±0,078	0,85±0,110
Poids de la pulpe (g)	9,48±0,179	4,7±0,107
(Poids de la pulpe/Poids du fruit frais)×100 (%)	89,94	85,92
(Poids des noyaux/ Poids du fruit frais)×100 (%)	8,63	13,53

Comme on peut voir, les différentes catégories de dattes montrent des caractéristiques morphologiques et organoleptiques différentes et notamment entre la variété molle *Ghars* et sèche *Mech-Degla*. En effet, la datte sèche *Mech-Degla* présente un aspect farineux et une texture dure; par contre la datte molle (*Ghars*) présente une texture fibreuse (Bousdira, 2007).

A noter aussi que, en matière de comparaison, la proportion du noyau par rapport à la datte constitue une caractéristique variétale : c'est une donnée d'appréciation des qualités commerciales et un critère de sélection pour les prospecteurs (Gilles, 2000). Cependant, plusieurs études ont été consacrées à la caractérisation physique des dattes

(Melgi *et al.* 1982; Mohammed *et al.* 1983; Acourene *et al.* 2001). D'après leurs résultats, la fraîcheur des dattes est conditionnée par les critères suivants :

- Un poids supérieur ou égal à 6 g;
- Un poids de la pulpe supérieur ou égal à 5 g;
- Une longueur supérieure ou égale à 3,5 cm;
- Un diamètre supérieur ou égal à 1,5 cm.

Selon ces critères, les dattes « *Ghars* » et « *Mech-Degla* » présentent une qualité physique acceptable. C'est ainsi, que dans le cas des variétés *Ghars* et *Mech-Degla*, la teneur en pulpe exprimée en pourcentage pondéral (Poids de la pulpe/Poids du fruit frais), de la variété *Ghars* est respectivement, de 89,94 et 85,92 %. Ce résultat traduit une légère supériorité à la variété *Ghars*. Toutefois, la teneur en pulpe de la datte *Mech-Degla* est observée légèrement supérieure à celle des variétés sèches algériennes *Degla-Beïda* et *Kenta* (80,78% et 80,8 % respectivement) (Acourene et Tama, 1997). Quant à la teneur en pulpe de la datte *Ghars*, elle est légèrement inférieure aux résultats obtenus par Siboukeur (1997) et Sayah et Ould El Hadj (2010) et relatifs aux variétés de dattes molles *Tanslit*, *Itma* et *Ghars* : 90,86; 88,5 et 93,07 % respectivement.

1.1.2. Caractérisation physico-chimique des dattes entières

Il est bien connu que la composition des matières premières influe significativement sur la qualité du produit fini. Les résultats de la caractérisation de certains paramètres physicochimiques des deux variétés de dattes sont résumés dans le tableau 13.

Tableau 13 : Paramètres physico-chimiques des dattes *Ghars* et *Mech-Degla*.

Paramètres Physico-chimiques	Variétés	
	<i>Ghars</i>	<i>Mech-Degla</i>
pH à 22°C	6,00±0,05	5,59±0,04
Humidité (%)	16,73±0,62	14,09±0,16
Taux de cendres (%)	1,84±0,40	1,82±0,06
Acidité titrable (g d'acide citrique pour 100g de produit)	1,84±0,40	0,13±0,01
Teneur en protéines (%)	2,66	2,76
Teneur en polyphénols totaux (% EAGou mg pour 100g de MF)	0,75±0,041	1,8±0,038

1.1.2.1. Le pH

Les résultats obtenus montrent que le pH des deux variétés de dattes étudiées se situerait entre les valeurs 5,3 et 6,3 caractérisant ainsi les dattes de qualité moyenne (dattes

communes). Ce pH est défavorable à la prolifération des bactéries, des levures et des moisissures.

Rappelons ici que les altérations provoquées par les levures et les moisissures affectent surtout la qualité organoleptique (Bourgeois *et al.* 1988 et Guiraud, 2003). Et peuvent, sous certaines conditions provoquer une production de mycotoxines ce qui rend dangereuse leur consommation.

1.1.2.2. L'acidité titrable

L'acidité titrable renseigne sur l'état physique du fruit ainsi que le pH. Notons qu'une forte acidité est souvent associée à une mauvaise qualité des dattes. En effet, il a été rapporté par Booij *et al.* (1992), que le taux d'acidité de la datte est proportionnel à la teneur en eau et donc inversement proportionnel au degré de maturité.

Dans la présente étude, les dattes ayant fait l'objet d'analyses présentent une acidité titrable qui varie entre (0,13±0,01%MS) (*Mech-Degla*) et (1,84±0,40%MS) (*Ghars*). Ladite valeur d'acidité observée, chez les deux variétés de dattes étudiées, est comparable à celle des variétés égyptiennes *Siwi* et *Amhat* qui ont été évaluées, respectivement, à 0,1 et 0,22 % (MS) (Khalil *et al.* 2002). Toutefois, nos résultats restent largement inférieurs à ceux rapportés par Al-Farsi *et al.* (2007) qui ont trouvé des teneurs s'étendant de 1,9 à 2,7%.

1.1.2.3. La teneur en eau

Une des caractéristiques de transformation en industrie de transformation est la teneur en eau. La teneur en eau de la pulpe de datte varie d'une manière sensible et selon les différentes catégories de variétés. Aussi, nous savons que l'écart de variation de la teneur en eau est élevée, allant de 10 à 40 %; et il est étroitement lié à l'humidité du milieu de stockage et la situation géographique (Booij *et al.* 1992).

Selon les normes CEE-ONU DF-08 et Codex Alimentarius FAO/OMS CODEX STAN 143, le taux d'humidité requis pour la commercialisation des dattes est de 26% pour les variétés de dattes communes. Ainsi, les résultats obtenus, au cours de la présente recherche, pour la variété *Mech-Degla* sont conformes aux normes en vigueur mais légèrement inférieurs à ceux donnés par Djouab (2007), Benahmed Djilali (2007) et Amellal (2008) qui ont travaillé avec la même variété. Il en est de même pour la variété *Ghars* qui a une teneur en eau estimée à 27,40 ± 2,62% et qui est trouvée inférieure comparée à celle trouvée par Siboukeur (1997).

1.1.2.4. La teneur en cendres

Par définition, le taux de cendres représente la quantité totale en sels minéraux présents dans un échantillon. Plusieurs auteurs dont Maatallah (1970), Fethi et El Kohtani (1979), Lambiote (1983) et Favier *et al.* (1993) affirment que la datte est un fruit qui renferme, en général, des teneurs en cendres de l'ordre de 2 %.

Les valeurs trouvées chez les deux variétés de dattes étudiées à savoir *Mech-Degla* et *Ghars* sont, respectivement, de 1,82 % et 1,84%. Ces résultats sont concordants avec ceux trouvés par Acourene *et al.* (2001) qui rapportent la valeur de 1,8 % (MS) pour les dattes communes. Toutefois, Boudraa (2004) signale des teneurs de 1,74 et $2,31 \pm 0,16\%$ (MS), respectivement, pour les variétés *Mech-Degla* et *Ghars*.

1.1.2.5. La teneur en protéines

Le dosage des protéines, quant à lui, montre que les deux variétés de dattes étudiées ne renferment qu'un faible taux en protéines qui est estimé inférieur à 3%. Lesdits résultats restent similaires à ceux montrés par Al-Hooti *et al.* (1997), Khalil *et al.* (2002) et Besbes *et al.* (2003).

1.1.2.6. Le taux des polyphénols totaux

Les polyphénols qui sont des composés connus par leur effet thérapeutique, entre autres, sont estimés chez la variété *Mech-Degla* d'une valeur (1,8% EAG (MF)) en comparaison avec la variété *Ghars* (0,75 %EAG (MF)). Ces résultats restent inférieurs à ceux avancés par Khalil *et al.* (2002): 1,8 et 2,35% EAG (MF) (variétés égyptiennes *Siwi* (sèche) et *Amhat* (molle) respectivement).

Par ailleurs, Mansouri *et al.* (2005) ont analysé des variétés de dattes mures de la vallée de Ghardaïa. Ils ont montré que la datte contient globalement un taux de polyphénols faible (2,49-8,36 % EAG (MF) comparé à d'autres fruits dont les teneurs peuvent atteindre 500 % EAG(MF)(pommes, raisins ou cerises). En effet, durant le dernier stade de maturation (Tmar), les dattes se caractérisent par une faible astringence (absence des tanins) et des teneurs faibles en polyphénols totaux et par conséquent une faible activité antioxydante.

1.1.3. Cinétique de séchage des dattes coupées en morceaux blanchies et non blanchies

La figure 17 illustre les résultats trouvés.

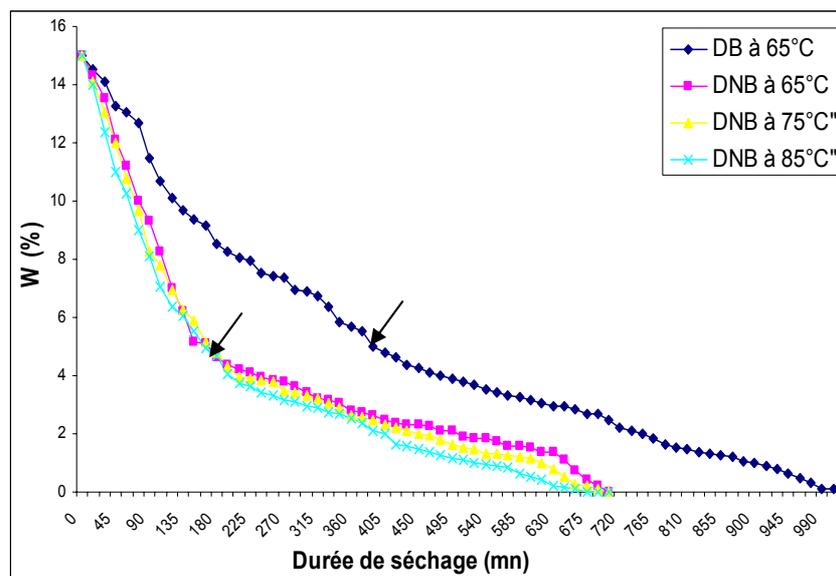


Figure 17 : Courbes de séchage des dattes *Mech-Degla* coupées en morceaux blanchies et non blanchies.

(DB : Dattes (coupées en morceaux) blanchies; DNB : Dattes coupées en morceaux non blanchies et les flèches indiquent la position du point critique.

La figure 17 montre les trois courbes de séchage de dattes non blanchies qui se superposent presque parfaitement. Mais, tous les échantillons (DB et DNB) présentent globalement deux périodes de séchage distinctes :

- période à vitesse constante qui dure environ 180 min.
- période de séchage à vitesse décroissante.

Ce changement d'allure correspond à un point critique (voir flèches sur la figure 18) lié certainement à un changement de la structure du fruit. En fait, plusieurs études montrent qu'il existe deux périodes de séchage (Bimbenet, 1978; Sainclivier, 1985; Poernomo *et al.* 1992). Ces auteurs ont travaillé sur les produits biologiques tels que les poissons salés. Par contre, Daudin et Duby (2002) ont étudié les dattes coupées en morceaux séchées à des températures supérieures à 85°C allant jusqu'à 110°C. Toutefois, notons que la période de vitesse constante n'existe pas pour la plupart des produits végétaux (Fornell *et al.* 1980; Parket *al.* 1996).

Sachant que les humidités d'équilibre sont voisines de 4%, elles sont atteintes après 165, 165, 150 min de séchage respectivement, à 65°C, 75 et 85°C. Par contre, cette durée est plus longue (390 min) pour les dattes coupées en morceaux blanchies et séchées à une température de 65°C. Lorsque l'humidité dépasse ce seuil, différentes réactions d'altération peuvent avoir lieu et dont la plus importante est la caramélisation des sucres. Notons qu'une

caramélisation non souhaitée prend lieu si le temps est ainsi prolongé ce qui influe sur le goût et la couleur de la poudre (Figure 18).

En revanche, la teneur en eau ($W=0\%$) est atteinte à des temps plus longs après 705,705, 675 mn pour les dattes coupées en morceaux non blanchies et séchées à des températures 65°C , 75°C et 85°C respectivement et après 1020 min pour les dattes coupées en morceaux blanchies et séchées à température 65°C .

La figure (18) montre les différents aspects des poudres de dattes séchées à différentes températures.

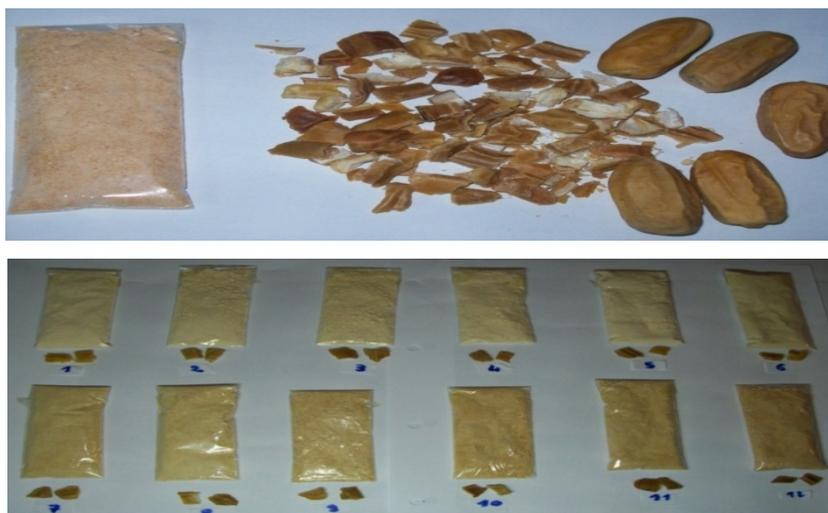


Figure 18 : Les poudres des dattes blanchies et non blanchies séchées à différentes températures de séchage (65 , 75 et 85°C).

1.1.3.1. Effet du séchage sur la couleur de la poudre

Le tableau 14 regroupe les valeurs de l'indice de couleur des différentes poudres obtenues en fonction des températures de séchage tandis que la figure 19 illustre les histogrammes de l'indice de blancheur à différentes humidités.

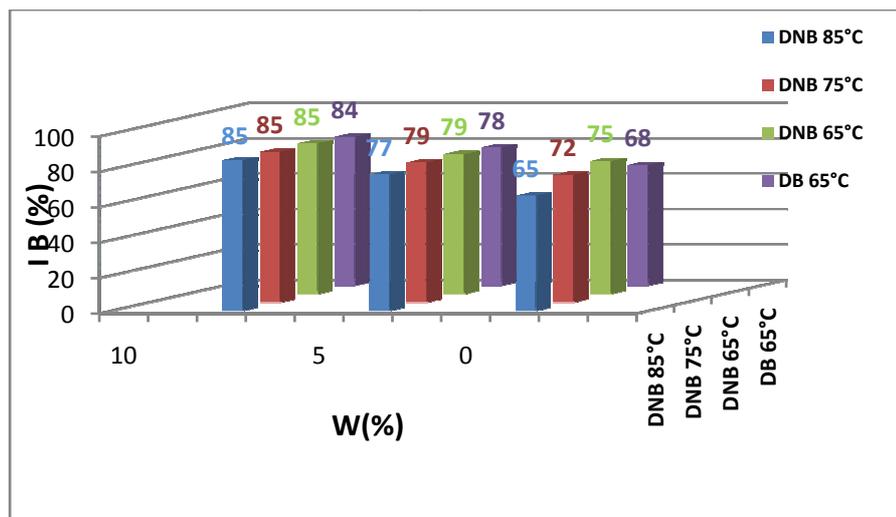


Figure 19: Variation de l'indice de blancheur des poudres des dattes blanchies et non blanchies en fonction de la température de séchage et de la teneur en eau.

Tableau 14 : Valeurs de l'indice de couleur des poudres de dattes en fonction des températures de séchage.

Nature de dattes	DNB à 85°C	DNB à 75°C	DNB à 65°C	DB à 65°C
Humidité W(%)				
10-13	 85 85		 85 84	
5	 77	 79	 79	 78
0	 65	 72	 75	 68

La caramélisation des poudres a été observée lorsque l'humidité diminue en dessous de la valeur (5%). Egalement, l'indice de blancheur marque une diminution notable de 85%

jusqu'à 65%. Ceci indique qu'en dépassant ce seuil de caramélisation nous atteindrons une altération de la qualité chimique (perte en vitamines, en acides aminés, formation des composés toxiques de la réaction de Maillard tels que les mélanoides).

1.1.3.2. Efficacité du séchage (modélisation)

D'après les valeurs qui sont mentionnées dans le tableau 15, nous constatons que le modèle exponentiel tel qu'appliqué à la stérilisation thermique s'adapte d'une manière satisfaisante aux données expérimentales obtenues pour le séchage et pour toutes les températures appliquées ($R^2 \geq 0,98$).

Tableau 15 : Valeurs de D et le coefficient de détermination (R^2).

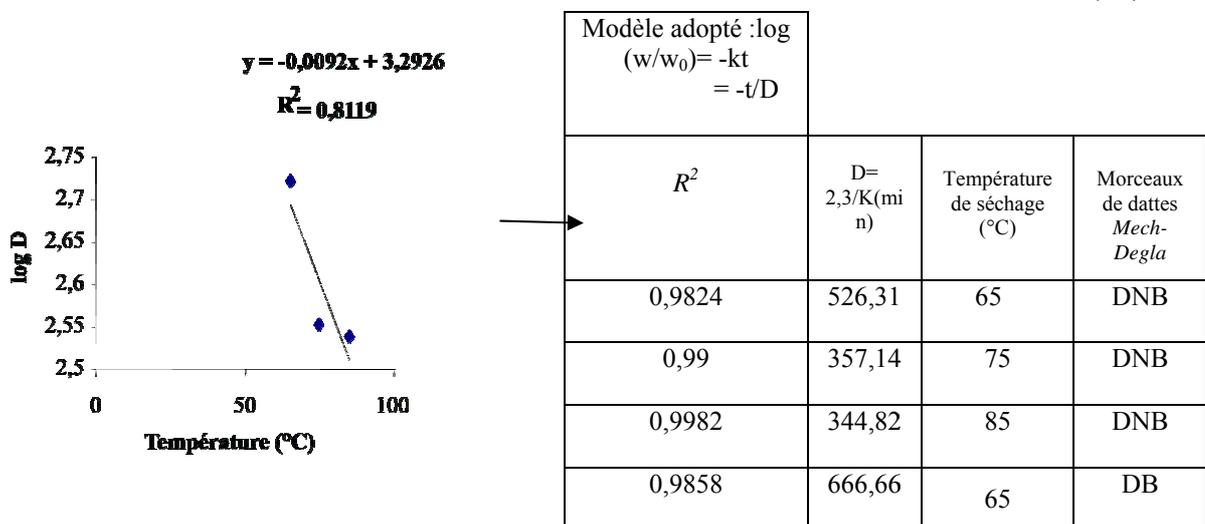


Figure 20: Variation de D en fonction de la température de séchage des dattes.

Du point de vue cinétique, nous pouvons dire que l'élimination de l'eau à partir de la pulpe du fruit de datte est conforme à une réaction de premier ordre : $dx/dt = -Kx$. Où K est la constante de cette réaction.

Les courbes de séchage obtenues se caractérisent par des coefficients de corrélation R^2 qui sont proches de 1 (Tableau 15). On peut alors tracer la courbe de variation du temps de réduction décimale D en fonction de la température en coordonnées semi-logarithmiques pour les dattes non blanchies à différentes températures.

La valeur de Z obtenue ($Z = 1/0,0092 = 108,695$ °C) (Figure 20). Elle est deux fois plus élevée que celle trouvée par Chekroune *et al.* (2008) avec la même variété de dattes mais à des températures allant de 85 jusqu'à 110°C. Cette différence est due essentiellement à la température de séchage. Nous pouvons déduire que l'élimination de l'eau n'est pas influencée par l'élévation de la température (valeur élevée de Z).

1.1.4. Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de dattes *Mech-Degla*

Les résultats obtenus concernant certains paramètres physico-chimiques de la poudre de dattes *Mech-Degla* sont résumés dans les tableaux (16 et 17).

Tableau 16 : Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de dattes *Mech-Degla*.

Paramètres physico-chimiques	Teneur moyenne	Normes
pH à T = 22°C	6,47 ± 0,03	6-7
Humidité (%)	3,71 ± 0,23	4-5
Acidité titrable (% d'acide citrique)	0,19 ± 0,06	0,1 et 0,14 (Khalil <i>et al.</i> 2002 ; Youssef <i>et al.</i> 1992)
Extrait sec soluble (%)	60 ± 0,4	60
Protéines (%)	2,1 ± 0,4	3
Taux de cendres (%)	1,44 ± 0,2	1,8 et 2,9 (Boudraa, 2004)
Matière sèche(%)	92,56	-
Matière grasse (g/100gMS)	3,144± 0,13	-
Energie brute (EB) (Kcal/brut)	3727± 2,828	Sucre blanc : 399 Kcal/ Brut (Ferrat et Vierling, 2001)

Tableau 17 : Composition minérale de la poudre de dattes *Mech-Degla*.

Minéraux	Fe	Zn	Cu	Na	K	Ni	Cd	Co	Mn	Cr	Pb
Teneur (mg/g)	0,120	0,97	0,04	4,43	321,18	<0,05	0,01	<0,05	0,04	<0,05	0,1

La poudre de dattes *Mech-Degla* présente une teneur élevée en matière sèche (92,56%) indiquant sa richesse en substances biologiques dont les minéraux (Tableau 17). En revanche, on constate qu'elle est pauvre en protéines (2,1±0,43%) et en matière grasse (3,144±0,13g/100g (MS)). De plus, cette poudre est une source importante en sucres (60⁰Brix MS). Par conséquent, elle constitue un aliment de grande valeur énergétique (3727± 2,828Kcal/brut), dont la population humaine a beaucoup besoin : personnes âgées, femmes enceintes, allaitantes, athlètes, etc.

Cette valeur est plus élevée que celle apportée par le sucre blanc (399Kcal/brut) (Ferot et Vierling, 2001). A titre indicatif, il est connu qu'au cours de la grossesse les quantités recommandées en glucides varient de 250 à 350 g/jours soit 50 à 55% de l'apport énergétique total (Nathan, 2006).

Il est à signaler que les aliments sont classés selon leur effet sur la glycémie (index glycémique). L'indice glycémique des dattes sèches est très variable, il va de modéré à élevé (Foster-Powell *et al.* 2002 ; Ali *et al.* 2009). Cette variation est attribuée aux différents facteurs tels que la variété, la composition du sol et le degré de maturité du fruit.

1.1.5. Caractéristiques physicochimiques des sirops de dattes concentrés (60°Brix)

Les sirops de dattes concentrés sont préparés pour substituer le sirop de saccharose utilisé dans le cas de la fabrication d'une boisson.

Les résultats d'analyses physico-chimiques des sirops concentrés des deux variétés sont résumés dans les tableaux 18 et 19.

Tableau 18: Caractéristiques physico-chimiques des sirops de dattes concentrés (60°Brix).

Caractéristiques	Teneur moyenne		
	Sirop de la variété <i>Ghars</i>	Sirop de la variété <i>Mech-Degla</i>	
pH à 22°C	5,64 ± 0,01	5,22 ± 0,02	
Matière sèche (%)	58,25 ± 0,12	59,92 ± 0,35	
Taux de cendres (%)	1,29 ± 0,66	1,26 ± 0,43	
Acidité titrable (g d'acide citrique pour 100g de produit)	2,10 ± 0,01	3,36 ± 0,01	
Polyphénols totaux (% EAG ou mg pour 100g de MF)	9,5 ± 0,005	9,1 ± 0,107	
Sucres (g/l)	Sucres totaux	95,28	85,10
	Sucres réducteurs	87,73	25,10
	Saccharose	7,25	57,6

Tableau 19 : Composition minérale des sirops de dattes *Mech-Degla et Ghars* (mg/g)

Sirop (60° Brix)	Fe	Zn	Cd	Ni	Pb	Mn
<i>Ghars</i>	4,7142	21,9411	0,01428	0,3	1,7142	0,9
<i>Mech-Degla</i>	3,9375	29,32	0,0125	0,075	1,25	0,575

D'après les résultats présentés dans le tableau 18, nous constatons que le sirop élaboré à base *Mech-Degla* présente un pH légèrement acide que celui de la variété *Ghars*. Le pH des deux sirops concentrés étudiés se rapproche de (5,32 ± 0,01), valeur rapportée par Cheikh-Rouhou *et al.* (2006).

La teneur en matière sèche des deux sirops est légèrement élevée par rapport à d'autres résultats de recherche indiqués par Cheikh-Rouhou *et al.* (2006). Ces auteurs ont enregistré

une teneur moyenne de l'ordre de $(21,45 \pm 0,92\%)$ pour des sirops non concentrés ($22,5^\circ$ Brix).

En ce qui concerne les sucres, la variété molle (*Ghars*) est riche en sucres réducteurs ($87,73$ g/l) alors que les dattes sèches (*Mech-Degla*) présentent une teneur relativement élevée en saccharose ($57,6$ g/l).

Il est connu selon la littérature que les sucres réducteurs favorisent le phénomène de brunissement non enzymatique qui est relativement responsable de la coloration brune des dattes. De même, un taux élevé de saccharose procurera l'aspect dur aux dattes (Cheftel et Cheftel, 1977). En fait, les sirops élaborés peuvent apporter d'autres substances bioactives de valeur telles l'arôme, les colorants et les antioxydants, surtout les polyphénols (plus de 9% EAG MF).

D'après les données du tableau 19, les deux sirops représentent une source importante d'éléments minéraux dont le besoin a été bien ressenti dans les préparations de nos jus donc ces sirops pourraient remédier à la carence en minéraux que la population connaît et notamment dans les pays en voie de développement. Les sirops ainsi obtenus peuvent être utilisés dans l'industrie des jus pour la substitution complète du saccharose ordinaire, et peuvent servir d'excipients en industrie pharmaceutique.

1.2. La spiruline et ses dérivés

1.2.1. Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de spiruline

La spiruline qui est une algue bleue est reconnue depuis longtemps par sa richesse en nutriments. En effet, sa teneur en protéines est de l'ordre de 60 à 70% de son poids sec. Ainsi, le tableau 20 présente les résultats relatifs à certains paramètres physico-chimiques de la poudre de spiruline Burkinabé étudiée et de la spiruline de référence.

Tableau 20 : Quelques indices physico-chimiques de la poudre despiruline Burkinabé

Indices physico-chimiques	Teneur moyenne	Branger <i>et al.</i> (2003)
pH à T = 22°C	6,81±0,10	-
Humidité (%)	14,34±0,46	5,4
Acidité titrable (% d'acide citrique)	19,6±3,96	-
Protéines (%)	61,745±0,0353	61,3
T aux de cendres (%)	9,41±0,03	8,6
Matière sèche(%)	89,29	-
Matière grasse (g/100gMS)	1,6165± 0,0002	0,50
Energie brute (EB) (Kcal/brut)	4670,5± 2,1213	3460

1.2.1.1. Le pH

La poudre de spiruline utilisée dans la présente recherche présente un pH légèrement inférieur à celui recommandé par les normes françaises et qui est entre 7 et 9. Cette diminution serait due aux conditions de séchage non appropriées.

En fait, la spiruline une fois séchée à une température assez élevée (60 à 65°C) et qu'elle est réhydratée, ses cellules s'éclatent, entraînant ainsi un abaissement du pH, parfois jusqu'à avoir la valeur 5. Le pH obtenu est d'autant plus bas que la spiruline est bien essorée avant séchage.

De même, l'abaissement du pH peut être dû aussi à des réactions de fermentation (Jourdan, 2006).

1.2.1.2. La teneur en eau

La spiruline possède une teneur en humidité légèrement plus élevée (14,34±0,46 %) par rapport à celle rapportée par Jourdan (2006). Cette différence est due aux facteurs extérieurs liés à la période d'entreposage.

1.2.1.3. L'acidité titrable

La spiruline présente une acidité titrable élevée. Ceci peut être lié à sa composition riche en acides organiques (Elyah, 2003). L'analyse de la composition en acides gras de la spiruline est détaillée dans un prochain paragraphe.

1.2.1.4. La teneur en cendres

La poudre de spiruline renferme un taux relativement élevé en cendres estimé à $9,41 \pm 0,03\%$, valeur qui est proche à celle rapportée par Jourdan (2006). Ce pourcentage est lié fort probablement au pouvoir d'absorption des métaux par cette souche dans les milieux de culture utilisés comme cela est souligné par plusieurs auteurs (Branger *et al.* 2003; Rangsayatorn *et al.* 2004; Chen et Pan, 2005 ; Solisio *et al.* 2006; Jagiello *et al.* 2006).

1.2.1.5. La teneur en protéines

Une autre particularité de cette microalgue réside dans sa densité en protéines. Elle contient une teneur de l'ordre de $61,745 \pm 0,0353 \%$. Cette teneur est observée supérieure à celle avancée par Branger *et al.* (2003) et Jourdan (2006). Aussi, il est à noter que cette concentration protéinique doit être supérieure à 50% (Arrêté N°13 du 21/12/1979 de la norme Française).

1.2.1.6. La composition minérale

Les résultats d'analyse de la composition minérale de la poudre de spiruline Burkinabé sont présentés dans le tableau 21 au même temps que les données de Falquet et Hurni (2006).

Tableau 21 : Composition minérale de la poudre de spiruline Burkinabé (mg/g).

	Fe	Zn	Cu	Na	K	Ni	Cd	Co	Mn	Cr	Pb
Poudre de Spiruline analysée	0,22	0,01	0,20	38	50	<0,05	0,01	<0,05	0,04	<0,05	0,010
Données de Falquet et Hurni (2006)	0,6-6*	0,21-6*	0,08-2	4,5	6,4-15,4	-	-	-	0,25-0,37	-	-

* : Valeurs obtenues par enrichissement spécifique.

Nous remarquons que la spiruline Burkinabé présente des valeurs relativement élevées en éléments essentiels pour l'organisme tels que sodium et potassium et qui sont, respectivement, de 38 et 50 mg/g MS. Cependant, la teneur en fer (0,22 mg/g MS) est inférieure par rapport aux valeurs de la littérature.

En fait, la spiruline est connue par sa richesse en fer qui peut varier entre 0,55 et 6 mg/g MS (Falquet et Hurni, 2006 et Biorigin, 2007). Notamment, certains brevets récents révèlent la possibilité d'enrichir la spiruline en fer jusqu'à des concentrations extrêmes (25 mg/g MS). Il est aussi rapporté que le fer de spiruline est mieux absorbé que celui de la viande (Puyfoulhouet *et al.* 2001). Selon le même travail, le taux de formation de ferritine après

digestion de spiruline est plus de six fois plus élevé que dans le cas d'une même quantité de fer apporté par la digestion de viande (Puyfoulhouet *et al.* 2001).

En ce qui concerne la toxicité par les métaux lourds, la spiruline analysée ne présente aucune surdose en métaux toxiques (Ni, Cd, Co, Cr et Pb), les teneurs obtenues étant conformes aux normes préconisées par les Organismes (FAO et OMS, 1972).

Du point de vue composition minérale, les espèces de spiruline se différencient parfois nettement d'une région à une autre ce qui permet de proposer des formulations très variées. Ces variations peuvent être attribuées à la nature du microclimat, de la composition du milieu de culture et de l'espèce elle-même.

Plusieurs études ont été effectuées récemment, montrant l'utilisation de la spiruline comme agent bio-adsorbant des métaux (Solisio *et al.* 2006 ; Jagiello *et al.* 2006).

Toutefois, les micro-algues photosynthétiques comprennent des fonctions carboxyles sulfates et d'autres fonctions ionisables qui permettent la fixation ionique ou chimique de molécules (cas de la plupart des oligo-éléments et des métaux essentiels). Mais les métaux toxiques comme le plomb et le mercure sont aussi concernés par ce phénomène de séquestration. Et c'est la raison pour laquelle il est important de réaliser un contrôle sur les teneurs en métaux lourds des spirulines destinées à l'alimentation humaine.

1.2.1.7. Pigments de la spiruline commerciale

Les différents extraits des pigments séparés à partir de la spiruline Burkinabé sont illustrés sur la figure 21.

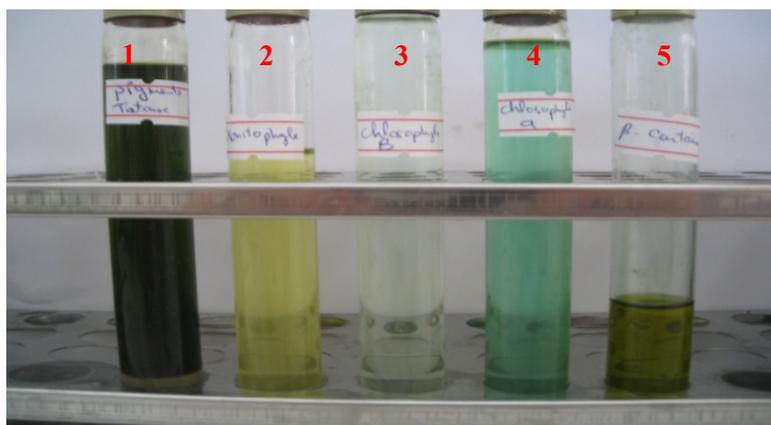


Figure 21 : Les différents extraits de pigments de la spiruline (Burkinabé).
(1): Pigments totaux; (2): Xanthophylle; (3): Chlorophylle (a); (4): Chlorophylle (b); (5): β Carotènes.

L'évolution du profil chromatographique (CCM) en fonction du temps (Figure 22) révèle une séparation nette de quatre composés à différents temps d'éluion. L'ordre

chronologique d'élution est : les xanthophylles (tache rouge)/ la phycocyanine (tache bleu-verte)/ les chlorophylles (tache verte)/ les caroténoïdes (tache jaune).

Nous pouvons déduire que la chromatographie en couche mince est efficace en ce qui a trait au pouvoir de séparation puisqu'elle permet nettement de distinguer les chlorophylles et les caroténoïdes.

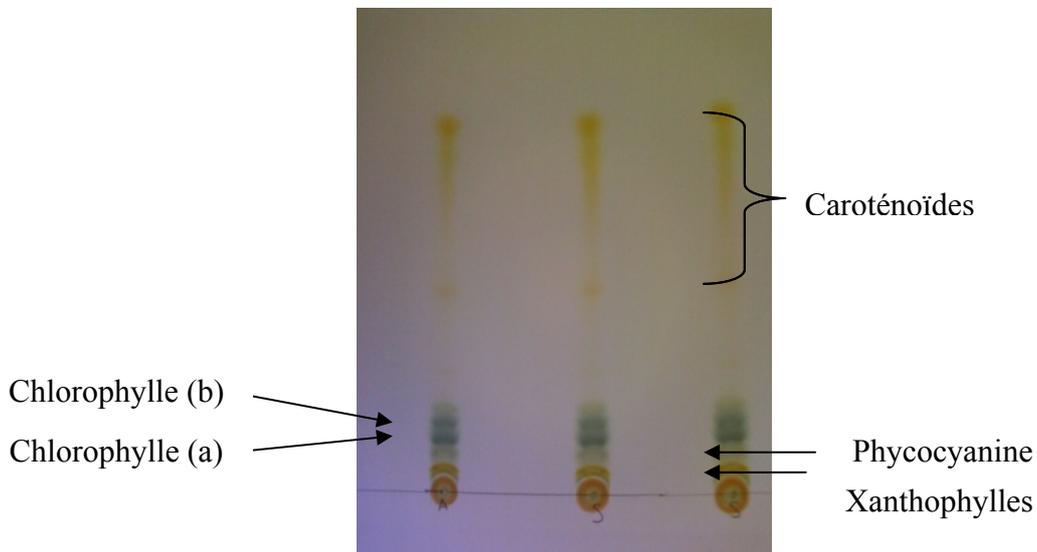


Figure 22 : Séparation des pigments hydrosolubles de la spiruline par CCM, (Éluant (85% éther de pétrole, 10% acétone, 5 % isopropanol).

NB : La détermination des Rf n'a pas eu lieu en raison de la disparition des taches qui est due à une mauvaise révélation de la plaque de CCM.

Le profil d'absorption de lumière par les différents extraits de pigments obtenus est illustré dans la figure 23.

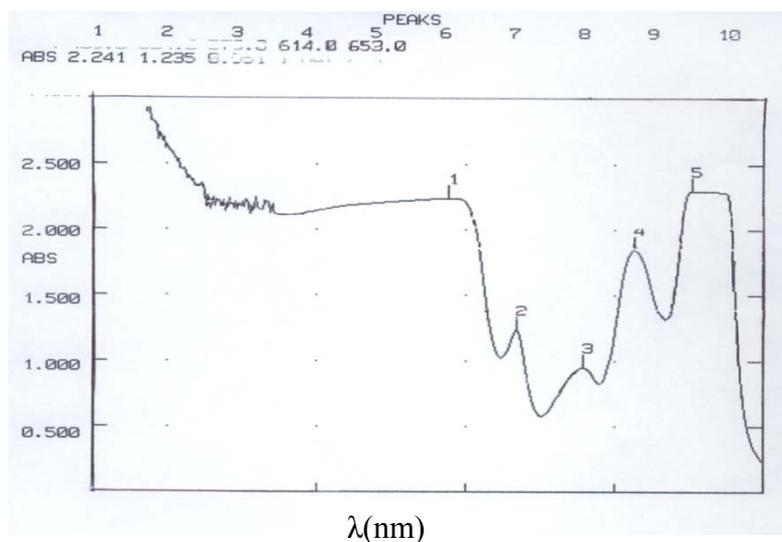


Figure 23 : Spectres d'absorption des pigments totaux de la spirulineBurkinabé.

Le tableau 22 donne la concentration de chaque pigment séparé de la spiruline Burkinabé ainsi que les références bibliographiques correspondantes.

Tableau 22 : Concentration des pigments de spiruline Burkinabé en poudre (g/100g de spiruline sèche)

	Chlorophylle totale	Chlorophylle (a)	Chlorophylle (b)	Caroténoïdes	Xanthophylle	Phycocyanine
Spiruline Burkinabé	1,0463± 0,0946	0,590± 0,0461	0,3553± 0,0427	0,1151± 0,0367	0,3378	1,7± 0,0015
Données de Liu et Liang (1999) ; Pierlovisi (2007)	0,6-1	0,61-0,75	-	0,1-04	-	3,6

L'analyse quantitative des différents extraits montre que la phycocyanine est un pigment majoritaire avec une teneur considérable (1,7±0,0015g/100g MS) (pique n°4 : zone allant de 614 à 653nm). Notons aussi qu'il y a une autre zone allant de 500-570nm contenant le pique n° 3 qui correspond à la phycoérythrine (faible intensité). En chevauchement avec deux zones citées précédemment, la bande (480-650 nm) attribuable à la chlorophylle, l'absorption est faible. La teneur en chlorophylle totale est estimée à 1,0463±0,0946g/100gMS. Ces résultats expérimentaux sont en accord avec la littérature qui présume que la phycocyanine est un pigment abondant. Parfois, il est seul présent chez les algues bleues. Toutefois, la quantité de ces pigments varie selon les conditions de culture dont l'intensité lumineuse à laquelle sont exposées les cellules constitue un paramètre important (Jahn *et al.* 1984). En effet, les algues cultivées sous une lumière verte ajustent leur composition pigmentaire en produisant de la phycoérythrine (Lüning, 1990). Également, une étude menée par Frabregas *et al.* (1998) démontre que la concentration en pigments est limitée lorsque le taux d'azote est élevé dans le milieu de culture.

En ce qui concerne la teneur en caroténoïdes trouvée (0,1151±0,0367 g/100g MS), elle est inférieure aux valeurs de la littérature. Ceci est probablement dû aux conditions de culture qui restent de toute façon améliorables (Liu et Liang, 1999). Les différents pigments séparés peuvent être utilisés comme agents de coloration, de conservation des denrées alimentaires et des produits pharmaceutiques.

1.2.1.8. Profil des acides gras de la spiruline commerciale

Les acides gras de la spiruline Burkinabé sont analysés par la Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG). Ainsi, La figure 24 illustre bien leur profil et les pourcentages des composants identifiés sont récapitulés dans le tableau 23, et ce, avec des références à l'appui.

Nous présentons ici uniquement les composants dont la teneur est supérieure à 0,05%.

Tableau 23 : Composition des acides gras de la spiruline Burkinabé

Nombre de carbone	Acide gras	Nomenclature physiologique	Teneur (%)	Teneur (%) selon Liu et Liang (1999) et Falquet et Hurni (2006)
14	Myristique	C14 :0	3,67	0,2-0,5
16	Palmitique	C16 :0	46,02	25-60
16	Palmitoléique (Oméga 6)	C16 :1	3,0742	0,5-10
18	Stéarique	C18 :0	0,26	0,5-2
18	Oléique (Oméga 6)	C18 :1	4,89	0,4-16,6
18	Linoléique (Oméga 6)	C18 :2	13,11	10-30
18	γ-Linolénique (Oméga 6)	C18 :3	9,53	8-40
22	Béhénique	C22 :0	3,42	-

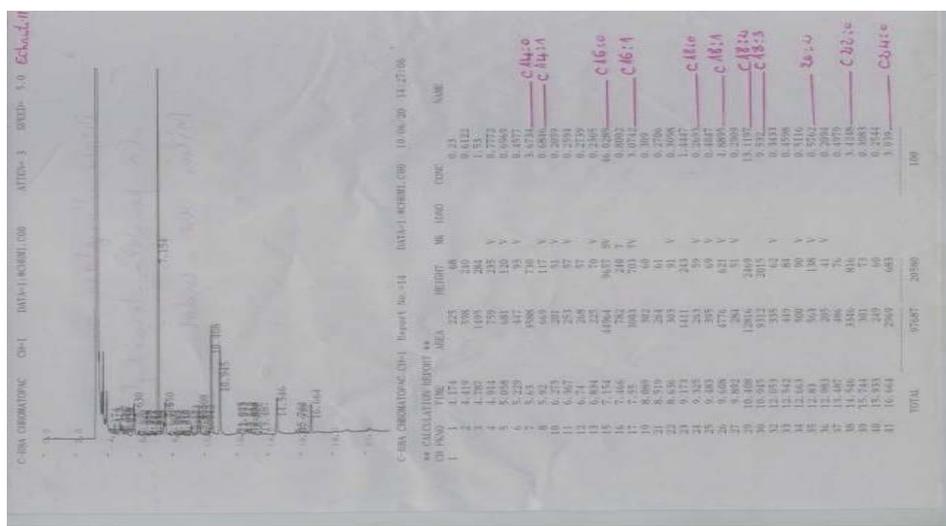


Figure 24: Profil des acides gras de la spiruline Burkinabé.

Huit acides gras sont identifiés dans la spiruline : l'acide palmitique (46,02%), l'acide linoléique oméga 6 (13,11%), l'acide gamma linoléique oméga 6 (9,53%), l'acide oléique

(4,89%). Les résultats obtenus sont en accord avec ceux trouvés dans d'autres études antérieures (Santoyo *et al.* 2006; Abd El-Baky *et al.* 2008).

Conséquemment, laspiruline étudiée possède une haute valeur biologique qui peut être due à la présence de trois acides gras essentiels, ces acides gras ne sont pas synthétisés par les animaux et les êtres humains, notamment l'acide gras γ linoléique qui est considéré comme un antibiotique actif (Santoyo *et al.* 2006).

1.2.1.9. Activité antibactérienne des pigments de la spiruline Burkinabé

L'étude microbiologique permet d'affirmer que les molécules bioactives de la spiruline présentent un large spectre d'action à la fois sur les Gram négatif (*Pseudomonas aeruginosa*) Gram positif (*Staphylococcus aureus*) et les champignons (*Aspergillus niger*). Les trois extraits de Xanthophylles, de β Carotène et de phycocyanine se caractérisent par :

-une action bactéricide contre *S. aureus* et *P. aeruginosa* : zone d'inhibition intermédiaire ;

-une action bactériostatique contre *A. niger* : zone d'inhibition réduite.

Une solution de 2mg/ml de chaque extrait suffit largement pour inhiber les souches testées. Cette activité dépend du type de spiruline et du germe lui-même. Les diamètres d'halos d'inhibition des souches testées (mesurés en mm) obtenus par la moyenne de trois répétitions sont représentés dans le tableau 24.

Tableau 24: Mesure du diamètre moyen d'halos d'inhibition (mm)

Nature de pigments	<i>P.aeruginosa</i>	<i>A.niger</i>	<i>S.aureus</i>
Pigments totaux	13,66	14,33	17,33
Xanthophylles	16,33	13,33	14
β Carotène	16	14,66	16,33
Phycocyanine	16	12	14,33
Chlorophylle (a)	12	13	11,66

(Extrait de spiruline (2mg/ml), ϕ du disque=9 mm, V=0,5 μ l).

Dans ce qui suit, la figure 25 montre uniquement les zones d'inhibition des différents extraits de molécules bioactives testées *vis-à-vis* la souche *S.aureus*.

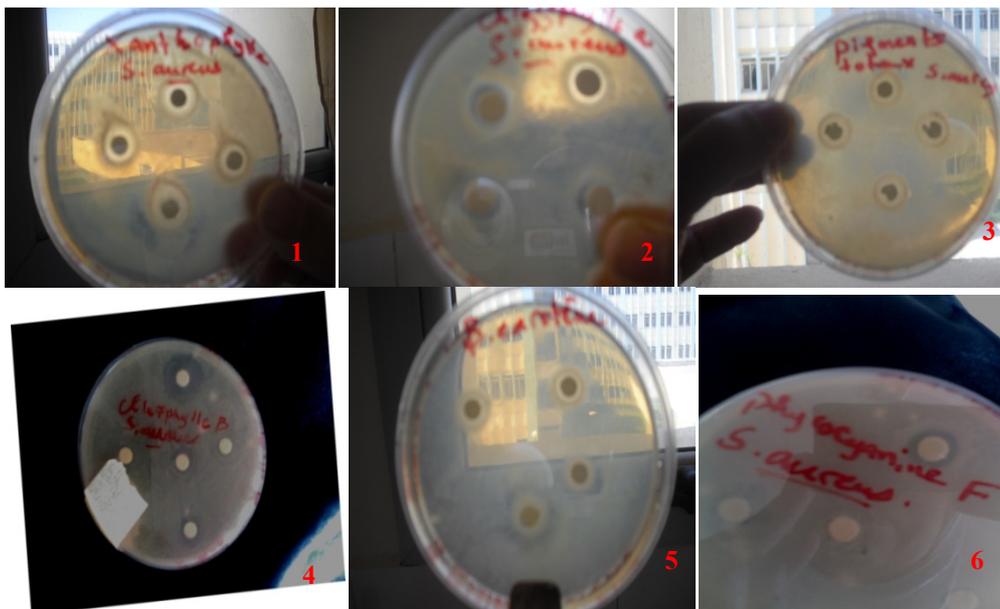


Figure 25 : Photos montrant les zones d'inhibition des différents extraits testés vis-à-vis *S.aureus*.

(1): Pigments totaux; (2): Xanthophylles; (3): Chlorophylle (a);(4):Chlorophylle (b);(5): β Carotène et (6) : Phycocyanine.

Ces résultats pourraient signifier aussi que l'activité antimicrobienne des différentes substances testées est principalement liée à l'amélioration du rendement et des conditions d'extraction. Selon Santoyo *et al.* (2009), une meilleure activité antimicrobienne est liée à la polarité du solvant utilisé. Ces mêmes auteurs ont montré que l'éthanol (comparé à l'hexane) est un meilleur solvant d'extraction à des températures élevées (cas des substances antibactériennes des microalgues). Comme il a été mis en évidence que l'activité antibactérienne des extraits de la spiruline vis-à-vis des agents pathogènes est liée à la composition des acides gras (Santoyo *et al.* 2006) et à d'autres composés volatils tels que les polyphénols (Herrero *et al.* 2006).

Ces données montrent que la spiruline contient des principes actifs ayant une activité protectrice significative et qui pourraient donc être utilisées contre les germes responsables de certaines pathologies (épidémies et infections).

2. Analyse sensorielle

2.1. Critère apparence

Au chapitre des caractéristiques organoleptiques, le tableau 25 résume le classement de différentes formulations F_1 , F_2 , F_3 , F_4 , F_5 , F_6 et F_7 selon le critère d'apparence. Le classement des formulations est interprété grâce au test de Pearson (l'AFC). A préciser aussi que le logiciel XLSTAT 7,5.2 a été appliqué avec succès.

Tableau 25: Classement des formulations (Critère apparence)

Sujets/ Apparence	F_1	F_2	F_3	F_4	F_5	F_6	F_7
f1	6	4	1	3	2	5	7
f2	2	3	4	5	6	1	7
f3	2	3	4	5	6	1	7
f4	3	2	5	4	6	1	7
f5	3	4	5	2	6	1	7
f6	6	1	2	3	4	7	5
f7	3	2	4	5	6	1	7
f8	2	3	4	5	7	1	6
f9	7	2	3	4	6	1	5
f10	6	4	3	7	2	5	1
f11	2	3	4	5	6	1	7
f12	3	4	6	5	1	2	7
f13	2	3	4	5	7	1	6
f14	1	3	2	5	4	6	7
f15	2	6	1	3	4	5	7
f16	1	6	4	5	2	3	7
f17	2	3	4	5	6	1	7
f18	2	3	5	4	7	1	6
f19	3	4	5	2	6	1	7
f20	4	2	7	3	5	1	6
f21	2	1	3	4	7	6	5
f22	1	3	4	5	6	2	7
f23	4	3	2	1	5	6	7
f24	2	3	4	5	6	1	7
H25	2	4	3	5	7	1	6
H26	3	2	3	4	7	1	6
H27	7	6	2	4	3	5	1
H28	3	4	5	6	7	1	2
H29	2	3	4	5	6	1	7
H30	1	2	4	5	6	3	7
H31	5	4	6	7	3	1	2
H32	4	3	1	2	5	7	6
H33	1	3	4	7	6	2	5

H34	2	3	4	5	6	1	7
H35	2	3	4	5	6	1	7
H36	4	3	2	7	6	1	5
H37	4	1	3	7	6	2	5
H38	5	6	2	7	4	1	3
H39	7	6	5	4	3	1	2
H40	2	4	4	5	6	6	7
H41	7	4	4	3	2	2	1
H42	3	4	4	5	6	6	7
H43	1	3	3	5	4	4	6
H44	3	1	1	2	5	5	7
H45	2	4	4	5	6	6	7
H46	2	4	4	5	6	6	7
H47	3	5	5	6	7	7	2
H48	1	4	4	5	6	6	2

L'analyse des données a conduit tout d'abord à calculer les paramètres de position et de dispersion de la série disponible (Tableau 26).

Tableau 26 : Moyenne et écart-type des formulations (Critère apparence)

Formulations	Moyenne	Ecart-type
F ₁	3,063	1,761
F ₂	3,354	1,283
F ₃	3,646	1,331
F ₄	4,604	1,425
F ₅	5,250	1,588
F ₆	2,875	2,242
F ₇	5,604	1,976

Le tableau 27 est celui des valeurs propres.

Tableau 27 : Les valeurs propres et axes factoriels

Axes	Valeurs propres	% Variance totale	% Valeurs propres cumulatives	% Cumulé
F1	2,070	29,568	29,568	46,364
F2	1,186	16,948	46,516	72,940
F3	0,718	10,264	56,780	89,035
F4	0,489	6,993	63,773	100,000

Dans notre cas, nous constatons que la première valeur propre vaut 2,070, représentant donc deux variables avec 46% de la variabilité. Cela signifie que si les données sont représentées sur un seul axe, alors nous aurons toujours 46% de la variabilité expliqués par cet axe.

Le 2^{ème} axe explique 16,948% de l'information, soit 72,940% de l'information cumulée. Les deux premières valeurs propres correspondent à un % élevé de la variabilité, si bien que la représentation sur les deux premiers axes factoriels est de bonne qualité. Il y a aussi intérêt à valider les hypothèses formulées par l'utilisation du graphe des individus sur les axes F1 et F2 (Figure 26).

L'analyse de la densité des points (consommateurs ou individus) montre qu'il y a 3 groupes de personnes :

-Le plus grand groupe appréciait l'apparence des formulations F₂, F₁ et le nuage des dégustateurs de ce groupe tend vers le centre mais s'étire vers le coté supérieur du plan (1-2).

-Le 2^{ème} groupe se caractérise par une densité moyenne des dégustateurs qui s'étire vers la coté positif de l'axe F1 et F2. Ce groupe a bien apprécié les formulations F₄, F₃, F₅ et F₇ du point de vue apparence.

-Enfin le dernier se caractérise par une faible densité des dégustateurs qui s'étire vers le coté négatif du plan (1-2). Ce groupe a bien apprécié la formulation F₆.

Par rapport à l'ensemble des formulations étudiées, l'apparence des différentes formulations a été appréciée par les hommes que par les femmes.

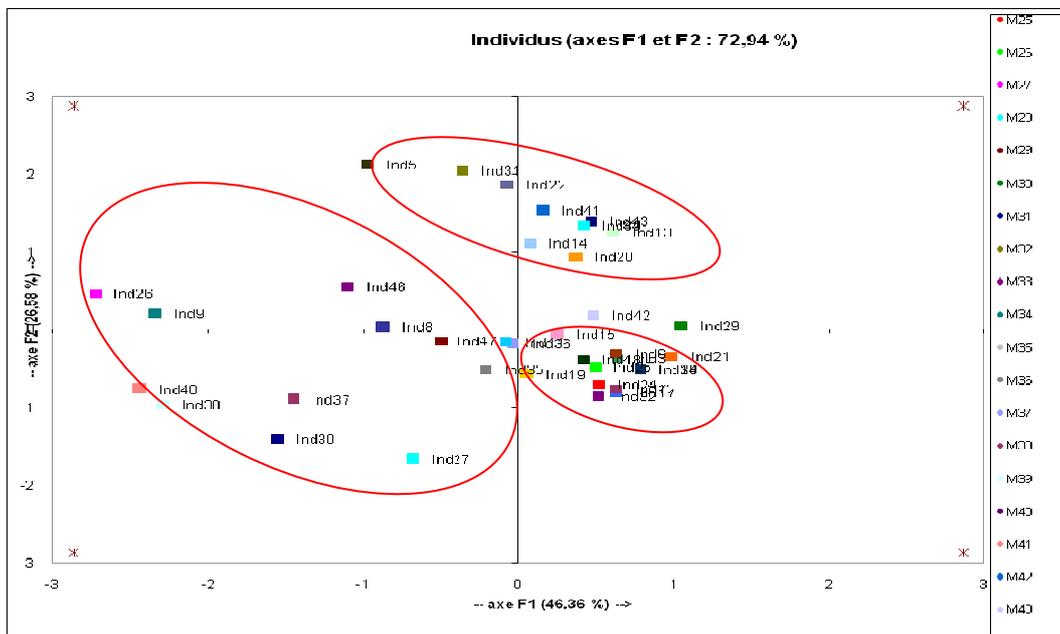


Figure 26 : Projection des individus sur le plan 1-2 selon l'AFC (Critère apparence).

Le premier résultat intéressant à analyser est la matrice de corrélations (Tableau 28). Cette dernière nous donne une première idée des associations existantes entre les différentes variables (nombre de variables ici : 7 Formulations).

En analyse de type AFC, pour qu'une variable soit significative (contributive) à l'explication de la variabilité sur les axes F1 et F2, il faut que sa corrélation et sa corrélation au carré soit élevée ($>0,5$). La corrélation utilisée est la corrélation de Pearson (Tableau 28).

Tableau 28 : Matrice de corrélation des formulations (Critère apparence).

	F ₆	F ₄	F ₁	F ₃	F ₂	F ₅	F ₇
F ₆	1						
F ₄	0,143	1					
F ₁	-0,115	0,074	1				
F ₃	-0,148	0,137	0,174	1			
F ₂	-0,467^a	-0,420^a	0,070	0,034	1		
F ₅	0,000	0,071	-0,452^a	-0,213	-0,164	1	
F ₇	-0,633^a	-0,366^a	-0,025	-0,288^a	0,345^a	-0,102	1

a : valeurs significatives (hors diagonale) au seuil $\alpha=0,050$ (test bilatéral).

Lorsque deux variables sont loin du centre du graphique. Alors si elles sont : 1) proches les unes par rapport aux autres; alors elles sont positivement corrélées et de façon significative (r proche de 1), 2) orthogonales les unes par rapport aux autres alors elles sont significativement non-corrélées (r proche de 0) et 3) symétriquement opposées par rapport au centre alors elles sont significativement (mais négativement) corrélées (r proche de -1).

Une ressemblance entre les deux produits F₁ et F₂ est due à une faible corrélation entre les deux produits. Cependant, les couples de produits (F₂ et F₆); (F₂ et F₄); (F₄ et F₇); (F₃ et F₇); (F₁ et F₅) et (F₆ et F₇) sont appréciés différemment au seuil de 5 % (corrélation négative).

Le produit F₇ est le produit le moins apprécié par les dégustateurs du point de vue apparence (corrélation négative).

En examinant plus précisément la répartition des formulations (Figure 27), nous remarquons que les formulations F₁, F₂, F₃, F₄ et F₅ sont majoritairement situées du côté positif de l'axe F₂ alors que les deux formulations F₆ et F₇ sont caractérisées par une valeur négative.

Rappel : la proximité sur le graphique d'un point de consommateur avec un axe d'une formulation indique que dans la réalité, ce consommateur a bien apprécié ce produit.

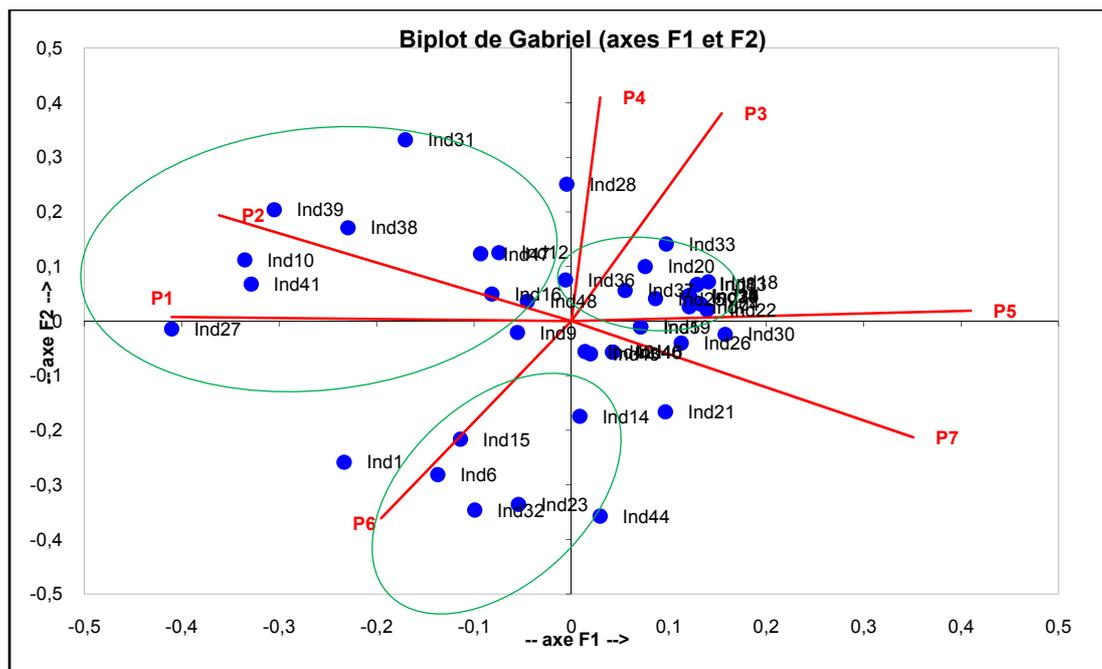


Figure 27 : Biplot de Gabriel (axes F1 et F2) (Critère apparence).

2.2. Critère odeur

Dans l'agro-industrie, l'industrie de pharmacie; l'odeur constitue un facteur déterminant dans les produits fabriqués et/ou transformés. Au cours de la présente étude, au sein des formulations mises en jeu ce paramètre a été pris en considération et le tableau 29 présente le classement des formulations du point de vue odeur.

Tableau 29 : Classement des formulations (Critère odeur)

Sujets/ Odeur	F ₁	F ₂	F ₃	F ₄	F ₅	F ₆	F ₇
f1	1	3	5	4	7	2	6
f2	2	4	3	5	7	1	6
f3	2	3	4	5	6	1	7
f4	2	3	4	5	6	1	7
f5	4	3	2	5	6	1	7
f6	2	1	3	4	6	5	7
f7	2	3	4	5	6	1	7
f8	2	1	3	4	5	6	7
f9	3	2	1	4	6	5	7
f10	2	1	3	5	6	4	7
f11	7	6	5	2	3	1	4
f12	5	4	2	3	6	1	7
f13	2	3	4	5	1	6	7
f14	2	3	4	5	6	1	7
f15	4	2	3	5	6	1	7
f16	1	2	3	6	4	5	7

f17	4	2	3	7	5	1	6
f18	1	2	3	4	6	5	7
f19	1	4	5	6	7	2	3
f20	4	5	6	3	2	7	1
f21	1	2	5	6	4	3	7
f22	3	1	2	4	6	5	7
f23	2	1	3	4	5	6	7
f24	2	1	3	4	5	6	7
H25	1	3	5	4	7	2	6
H26	2	4	3	5	7	1	6
H27	2	3	4	5	6	1	7
H28	2	3	4	5	6	1	7
H29	4	3	2	5	6	1	7
H30	2	1	3	4	6	5	7
H31	2	3	4	5	6	1	7
H32	2	1	3	4	5	6	7
H33	3	2	1	4	6	5	7
H34	2	1	3	5	6	4	7
H35	7	6	5	2	3	1	4
H36	5	4	2	3	6	1	7
H37	2	3	4	5	1	6	7
H38	2	3	4	5	6	1	7
H39	4	2	3	5	6	1	7
H40	1	2	3	6	4	5	7
H41	4	2	3	7	5	1	6
H42	1	2	3	4	6	5	7
H43	1	4	5	6	7	2	3
H44	4	5	6	3	2	7	1
H45	1	2	5	6	4	3	7
H46	3	1	2	4	6	5	7
H47	2	1	3	4	5	6	7
H48	2	1	3	4	5	6	7

Les tableaux (30 et 31) présentent les valeurs propres, les axes factoriels, les statistiques liées aux variables actives et la matrice de corrélation sur le plan odeur.

Tableau 30 : Les valeurs propres et axes factoriels et les statistiques liées aux variables actives (Critère odeur)

Axes	Valeurs propres	%Variance totale	%Valeurs propres cumulatives	% Cumulé
F1	2,558	36,536	36,536	43,972
F2	1,579	22,560	59,097	71,123
F3	1,173	16,750	75,847	91,283
F4	0,507	7,243	83,090	100,000

Nous avons opté pour les axes F1 et F2 parce qu'ils représentent une inertie de 71,12% selon le tableau 30 des valeurs propres; en d'autre terme l'information se trouve dans cette intervalle.

Tableau 31 : Matrice de corrélation (Critère odeur)

	F ₆	F ₄	F ₁	F ₃	F ₂	F ₅	F ₇
F ₆	1						
F ₄	0,489 ^a	1					
F ₁	-0,103 ^b	0,535 ^a	1				
F ₃	-0,505 ^a	-0,318	-0,019 ^b	1			
F ₂	-0,270 ^b	-0,244 ^b	-0,372 ^a	0,179 ^b	1		
F ₅	-0,269 ^b	-0,429 ^a	-0,078 ^b	-0,255 ^b	-0,472 ^a	1	
F ₇	-0,295 ^a	-0,671 ^a	-0,645 ^b	0,249 ^b	0,316 ^a	-0,087 ^b	1

a : l'odeur est différente ; b : l'odeur est la même pour les produits.

L'odeur diffère d'une formulation à une autre au seuil de 5%.

En analysant la répartition des dégustateurs, il apparaît clairement deux groupes de dégustateurs (Figure 28) : le premier groupe a bien apprécié les formulations F₁ et F₂ qui se ressemblent du point de vue odeur et le second groupe de dégustateurs s'étire vers le produit P₆.

La formulation F₁ se situe dans le graphique Biplot de Gabriel (Figure 29) à l'extrémité de la partie positive de l'axe « F2 ». L'odeur de celle-ci a été appréciée par une forte densité de dégustateurs comparativement aux formulations F₆ et F₇.

Concernant la formulation F₆ se situait à l'extrémité de l'axe F₁. L'odeur de celle-ci s'avère la meilleure. Par contre, les autres formulations (plus riches en spiruline), situées du côté négatif de l'axe « F1 » n'ont pas été appréciées par les dégustateurs (hommes et femmes) du point de vue odeur (trouvées désagréables). La spiruline connue par son odeur forte 'poisson', pour cela que l'odeur a été fortement prononcée.

2.3. Critère du goût

Le tableau 32 illustre le classement des formulations (Critère goût).

Tableau 32 : Classement des formulations (Critère goût).

Sujets/Gout	F ₁	F ₂	F ₃	F ₄	F ₅	F ₆	F ₇
f1	2	3	4	5	6	1	7
f2	5	6	2	1	3	7	4
f3	1	3	2	5	6	4	7
f4	3	2	4	5	7	1	6
f5	1	4	3	5	6	2	7
f6	2	3	4	5	6	1	7
f7	2	4	3	5	6	1	7
f8	5	2	3	4	6	1	7
f9	4	6	7	5	3	2	1
f10	3	5	7	4	6	1	2
f11	3	1	2	4	5	6	7
f12	4	2	3	7	5	1	6
f13	2	3	5	4	7	1	6
f14	3	1	5	4	7	2	6
f15	1	2	3	4	5	6	7
f16	2	3	5	4	6	1	7
f17	2	3	4	5	6	1	7
f18	1	2	3	4	6	5	7
f19	3	1	2	5	6	4	7
f20	1	2	5	4	6	3	7
f21	2	3	4	5	6	1	7
f22	1	2	3	4	6	5	7
f23	4	2	3	5	6	1	7
f24	1	2	3	4	5	6	7
H25	2	3	4	5	6	1	7
H26	5	6	2	1	3	7	4
H27	1	3	2	5	6	4	7
H28	3	2	4	5	7	1	6
H29	1	4	3	5	6	2	7
H30	2	3	4	5	6	1	7
H31	2	4	3	5	6	1	7
H32	5	2	3	4	6	1	7
H33	4	6	7	5	3	2	1
H34	3	5	7	4	6	1	2
H35	3	1	2	4	5	6	7
H36	4	2	3	7	5	1	6
H37	2	3	5	4	7	1	6
H38	3	1	5	4	7	2	6
H39	1	2	3	4	5	6	7
H40	2	3	5	4	6	1	7

H41	2	3	4	5	6	1	7
H42	1	2	3	4	6	5	7
H43	3	1	2	5	6	4	7
H44	1	2	5	4	6	3	7
H45	2	3	4	5	6	1	7
H46	1	2	3	4	6	5	7
H47	4	2	3	5	6	1	7
H48	1	2	3	4	5	6	7

Le tableau 33 présente la moyenne et l'écart-type pour les différentes formulations (Critère goût).

Tableau 33: Moyenne et écart-type relatifs au critère goût pour les différentes formulations.

Formulations	Moyenne	Ecart-type
F ₁	2,417	1,256
F ₂	2,792	1,353
F ₃	3,708	1,369
F ₄	4,458	0,999
F ₅	5,708	0,978
F ₆	2,667	2,055
F ₇	6,250	1,588

En examinant plus précisément la répartition des individus sur le plan (1-2) (Figure 31), nous remarquons qu'il existe 2 groupes de personnes :

-Le nuage des dégustateurs du 1^{er} groupe tend vers le centre mais s'étire vers le côté inférieure du plan (1-2). Ce groupe a bien apprécié les trois formulations F₁, F₂ et F₃ en comparaison avec les formulations F₄, F₅ et F₇ qui ne sont pas appréciées par les dégustateurs de point de vue goût.

-Le 2^{ème} groupe se caractérise par une faible densité des dégustateurs. Ce groupe s'étire vers le côté positif des axes F₁ et F₂. Le goût de la formulation F₆ a été bien apprécié par l'ensemble de dégustateurs de ce groupe.

En examinant plus précisément la répartition des formulations, nous remarquons que les formulations F₃, F₄ et F₅ sont majoritairement situées du côté négatif de l'axe F₂ alors que les deux formulations F₆ et F₇ sont caractérisées par une valeur positive.

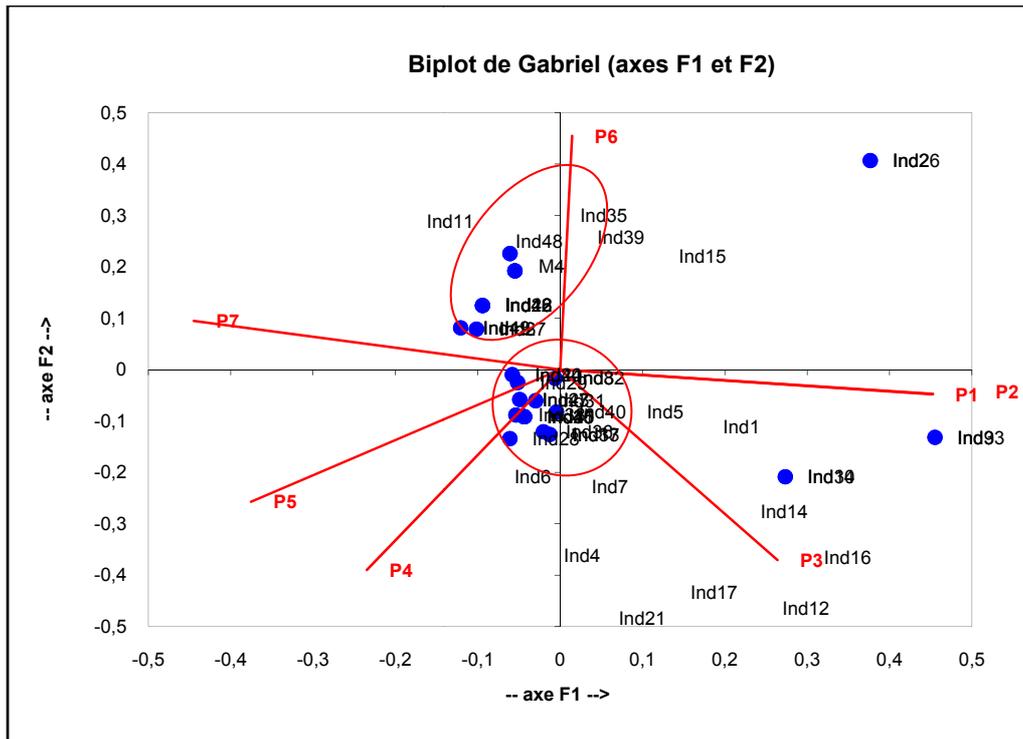


Figure 30 : Biplot de Gabriel (axes F1 et F2) (Critère goût).

La figure 31 présente le classement des formulations selon les trois critères apparence, odeur et goût.

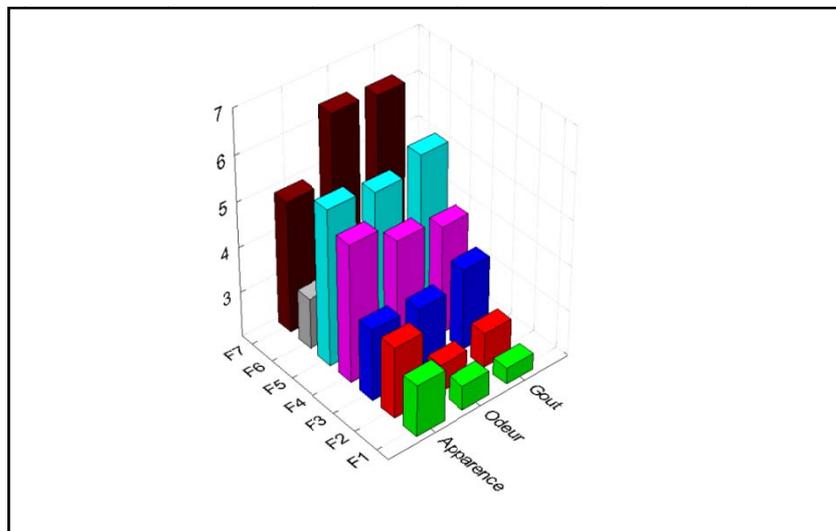


Figure 31 : Classification des sept formulations selon trois critères : apparence, odeur et goût.

Nous pouvons conclure de cette partie d'analyse que la formulation F₁[F₁=poudre de dattes (80%) + poudre de spiruline (10%) + autres additifs (poudres d'écorce et jus d'orange)(10%)] est classée comme étant la meilleure. Elle représentait une apparence et un goût

acceptables ceci se traduit par une forte densité de dégustateurs comparativement à F₆ et F₇ et ce selon le graphique Biplot de Gabriel.

En ce qui concerne le facteur odeur, F₆ elle s'avère la meilleure comparée à celle des autres groupes de produits (plus riches en spiruline) qui quant à celles se situent tous du côté négatif de l'axe « F1 ».

2.4. Calcul des besoins nutritionnels des individus (femmes et hommes)

2.4.1. Calcul de la taille et du poids moyens

Pour chaque type d'individus les tailles moyennes (T)_m et les poids moyens (P)_m sont calculés comme suit :

$$(T)_m = \sum T/N \text{ et } (P)_m = \sum P/N \dots\dots\dots(24)$$

Les résultats sont donnés dans le tableau 34.

Tableau 34 : Taille moyenne et poids moyen des individus échantillonnés

	Hommes	Femmes
Effectifs(N)	24	24
(T)_m (m)	1,396	1,605
(P)_m (Kg)	50,458	58,29

La figure 32 montre la classification des dégustateurs selon l'âge, la taille et le poids.

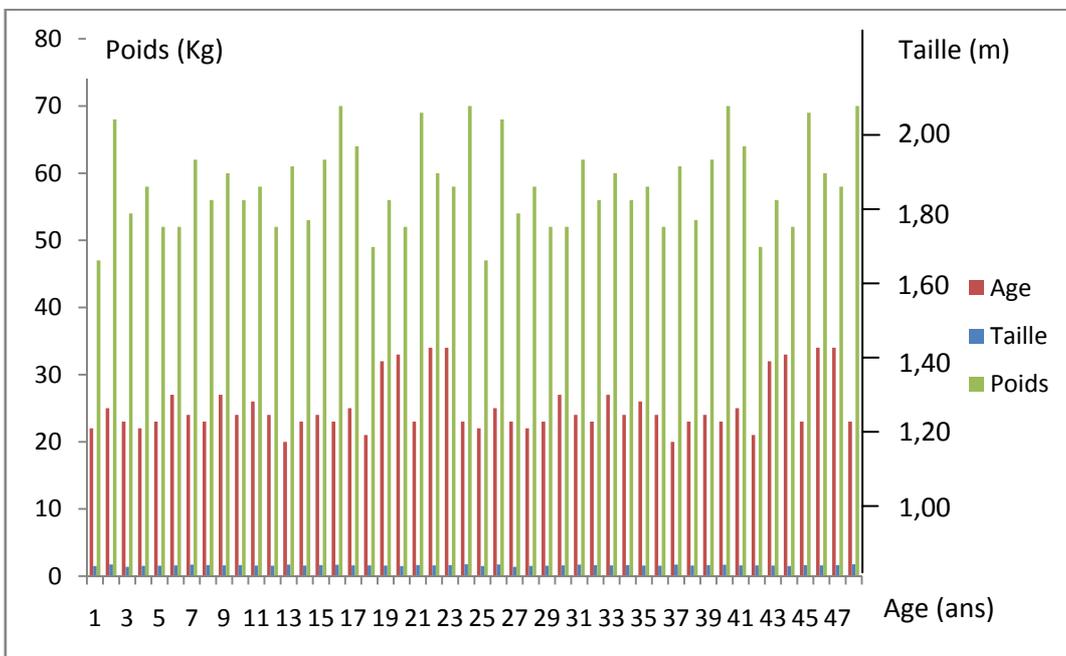


Figure 32 : Classification des dégustateurs selon l'âge, la taille et le poids.

La taille moyenne des femmes échantillonnées est proche de 1,60m, valeur considérée comme standard pour le sexe féminin (Bhat *et al.* 2004).

2.4.2. Calcul du besoin énergétique du métabolisme de base moyen (MB)

A partir des tailles et poids moyens déjà calculés dans le tableau 34, on procède au calcul du besoin énergétique du métabolisme de base (MB) à l'aide les équations données par (FAO, OMS et UNU, 1986) tableau 35.

Tableau35 : MB en fonction de l'âge (FAO-OMS –UNU 1986).

Individus	Tranche d'âge (ans)	MB (Kcal)
Hommes	18-30	64,4P-113T+3000 (15,4P-27T+717)
	30-60	47,2P+66,9T+3769 (11,3P+16T+901)
Femmes	18-30	55,6P+1397,4T+146 (13,3P+334T+35)
	30-60	36,4P-104,6T+3619 (8,7P-25T+865)

T : La taille (m) ; *P* : Poids (Kg)

2.4.3. Calcul du besoin énergétique total (BET)

D'après l'AFSSA (2001), la détermination du besoin énergétique total (BET) ou journalier se fait en multipliant les résultats du métabolisme de base moyen (MB)_m par le coefficient NAP (Niveau d'Activité Physique) (Glouchkoff, 2007).

$$BET=MB.NAP.....(25)$$

Le niveau d'activité physique (NAP) est défini comme le résultat de la division de la dépense énergétique des 24 heures par le niveau du métabolisme de base (Chapelot et Sylvestre, 2004), sachant que pour une activité moyenne, le NAP varie de 1,5 à 1,6 selon Bhat *et al.* (2004).

Tableau 36: BET des individus échantillonnés.

	BET (Kcal)	AEC(Kcal) (AFSSA 2001)	Ecart(Kcal)
Hommes	7709,01	3400	-532
Femmes	3977,2	2600	-1377,2

D'après les données du tableau 36, l'apport énergétique total ne satisfait pas les besoins énergétiques totaux des individus.

3. Obtention et caractérisation des comprimés alimentaires à base de dattes et de spiruline

3.1. Caractéristiques physicochimiques de la formulation F₁

Le tableau 37 présente certaines caractéristiques physico-chimiques de la formulation F₁.

Tableau 37 : Paramètres physicochimiques de la formulation F₁.

Minéraux	Fe	Zn	Ni	Cd	Co	Mn	Cr	Pb
Teneur (mg/g)	0,315	4,0302	0,026	0,002	0,05	0,442	0,04	0,04
Energie brute (EB)(Kcal/brut)	Protéines (%)		Matière sèche(%)		Matière organique (%)		Matière minérale(%)	
3893± 5,6568	8,97± 0,0424		91,57		96,24		3,76	

Dépendamment des résultats obtenus, la formulation F₁ confère une source de fer et de zinc de plus des apports énergétiques et protéiques importants en comparaison avec la poudre de dattes (3893± 5,6568 Kcal/brut). L'apport énergétique de la formulation F₁ est de dix fois plus élevé que celui fourni par 100g de dattes sèches (271Kcal/brut) (voir la table des compositions des aliments Annexe N°3), ce qui nécessite d'étudier l'effet de l'indice glycémique de cette formulation sur les différentes catégories de la population; car selon l'Association Canadienne du diabète, on recommande aux personnes diabétiques de consommer plus souvent des aliments à indice glycémique bas, et moins souvent des aliments à indice glycémique modéré ou élevé.

Alors, nous pouvons avancer que ladite formulation pourrait correspondre à un aliment de choix qui peut ainsi faciliter le travail musculaire chez des sportifs notamment lors d'efforts prolongés.

3.2. Modélisation du processus d'extraction des polyphénols de la formulation F₁

A cette fin, deux solvants (éthanol et méthanol) et deux températures (30 et 50°C) sont retenues.

Les résultats du dosage des polyphénols ont été traités à l'aide du logiciel MINITAB.15.

Les résultats de la matrice d'expériences sont donnés dans les tableaux (38 et 39).

Tableau 38: Matrice d'expériences pour l'extraction des polyphénols de F₁ à 30°C

N°essai	X ₁	X ₂	X ₃	Y ₁	Y ₂	Y ₃	\bar{y}	σ^2
1	1	0	0	4,085	4,004	3,924	4,004	0,00144
2	0	1	0	4,810	5,455	-	5,1325	0,0231
3	0	0	1	2,586	2,425	2,9089	2,6399	0,01349
4	1/6	1/6	2/3	3,803	3,561	-	3,682	0,00325
5	1/3	1/3	1/3	4,520	4,270	5,2538	4,395	0,0854
6	1/2	0	1/2	4,432	4,182	4,327	4,3136	0,00350
7	1/2	1/2	0	4,585	4,198	4,125	4,302	0,01358
8	0	1/2	1/2	1,611	1,732	1,772	1,705	0,00156
9	2/3	1/6	1/6	3,739	3,602	4,399	3,913	0,04035
10	1/6	2/3	1/6	1,9339	2,304	2,135	2,124	0,00762

$\Sigma=0,0193$

Tableau 39: Matrice d'expériences pour l'extraction des polyphénols de F₁ à 50°C

N°essai	X ₁	X ₂	X ₃	Y ₁	Y ₂	Y ₃	\bar{y}	σ^2
1	1	0	0	5,133	4,971	5,213	5,1056	0,0304
2	0	1	0	1,084	1,345	1,394	1,3076	0,0588
3	0	0	1	3,416	3,054	3,867	3,445	0,331
4	1/6	1/6	2/3	3,295	3,158	2,618	3,0236	0,2562
5	1/3	1/3	1/3	6,027	5,463	5,116	5,535	0,4228
6	1/2	0	1/2	4,963	4,069	5,116	4,716	0,639
7	1/2	1/2	0	4,794	5,189	5,261	5,081	0,1264
8	0	1/2	1/2	2,369	2,675	2,328	2,4573	0,0719
9	2/3	1/6	1/6	3,851	4,423	5,141	4,471	0,08356
10	1/6	2/3	1/6	3,819	3,892	3,183	3,631	0,2713

$\Sigma=2,29$
10

X₁ : eau distillée ; X₂ : éthanol ; X₃ : méthanol

\bar{y} : La moyenne; σ^2 : Variance,

Après avoir calculé les variances, le test de Cochran donne une valeur calculée $Cc = \frac{\sigma^2\{Y\}_{max}}{\Sigma\sigma^2\{Y\}} = 2,090 < Ct (v=m-1=2, \alpha = 0,05, N=10) = 0,445$, donc les variances sont homogènes et l'expérience est reproductible à 30°C.

L'extraction à 50°C a donné le même résultat (Annexe N°4).

3.2.1.1. Calcul des paramètres du modèle

Les paramètres du modèle sont résumés dans le tableau 40.

Tableau 40: Les paramètres du modèle (Polyphénols F₁ à 30°C et à 50°C)

Température (°C)	b ₁	b ₂	b ₃	b ₁₂	b ₁₃	b ₂₃	b ₁₂₃
30	4,004	5,1325	2,6399	-1,065	3,968	-8,723	30,147
50	5,1056	1,3076	3,445	7,4976	1,7628	0,324	9,855

$$\sigma^2\{Y\} = 0, \frac{0,0193}{10} = 0,00193, \sigma^2\{\bar{Y}\} = \frac{0,00193}{2} = 0,000965$$

$$\sigma^2\{b_k\} = \frac{0,000965}{10}, \quad \delta\{b_k\} = 0,00982$$

3.2.1.2. Test de signification des coefficients de régression

Les valeurs des paramètres du modèle et les coefficients de Student correspondant sont données dans le tableau 41.

Tableau 41: Les paramètres des modèles (Polyphénols de F₁ à 30°C et à 50°C) et les critères de Student calculés.

b_k		t_c		t_t		Signification	
30°C	50°C	30°C	50°C	30°C	50°C	30°C	50°C
4,004	5,1056	2780,55	167,947			S	S
5,1325	1,3076	222,186	22,238			S	S
2,6399	3,445	195,693	10,407			S	S
-1,065	7,4976	-78,424	59,316			NS	S
3,968	1,7628	1133,714	2,758			S	S
-8,723	0,324	5591,666	4,506			NS	S
30,147	9,855	353,009	23,308	2,086	2,086	S	S

La signification des paramètres est vérifiable comme suit dans le cas de la température 30°C :

Les paramètres sont jugés significatifs si $t_c > t_t (\alpha = 0,025, N=10, v = N(m-1)=20)=2,086$.

$$T_c > t_t$$

Pour la température de 50°C, nous avons abouti à la même conclusion (le détail est donné en annexe N°4).

Pour toutes les modélisations effectuées, le terme b_0 représente la moyenne des réponses de toutes les expériences du plan (c'est la constante du modèle).

Les paramètres b_1, b_2 et b_3 sont les effets moyens de l'eau distillée, de l'éthanol et du méthanol respectivement. Les autres paramètres représentent les effets d'ordre 2 et d'ordre 3.

Tous les effets des facteurs ainsi calculés sont significatifs et les modèles peuvent donc s'écrire :

Taux de polyphénols (F₁ à 30°C) = 4,004X₁ + 5,1325X₂ + 2,6399X₃ - 1,065X₁X₂ + 3,966X₁X₃ - 8,723X₂X₃ + 30,147X₁X₂X₃

Taux de polyphénols (F₁ à 50°C) = 5,1056X₁ + 1,3076X₂ + 3,445X₃ + 7,4976X₁X₂ + 1,7628X₁X₃ + 0,324X₂X₃ + 9,855X₁X₂X₃

Les données du tableau 42 permettent de conclure quant à la validation des modèles.

Tableau 42 : Les valeurs calculées pour la validation des modèles.

N° essais	\bar{y}		Y_c		$(\bar{y} - Y_c)^2$	
	30°C	50°C	30°C	50°C	30°C	50°C
1	4,004	5,1056	4,004	5,1056	0	0
2	5,1325	1,3076	5,1325	1,3076	0	0
3	2,6399	3,445	2,6339	3,445	0	0
4	3,682	3,445	2,724	3,8056	0,917	0,1300
5	4,395	5,535	3,278	4,351	1,247	1,4018
6	4,3136	4,716	3,321	4,275	0,985	0,194
7	4,302	5,081	4,568	3,2066	0,070	3,513
8	1,705	2,4573	3,885	2,376	4,752	0,0066
9	3,913	4,471	4,044	5,233	0,0171	0,580
10	2,124	2,124	3,551	3,21484	2,036	1,1898
$\Sigma=10,024$					$\Sigma=7,0152$	

Nous donnons le détail du calcul des données obtenues à 30°C.

$$s^2(\bar{y}) = \frac{\sum_{i=1}^n [(y_i - y_{1c})^2]}{(N - C)} = \frac{10,024}{8} = 1,253$$

$$F_c = \frac{s^2(\bar{y})}{s^2(y)} = \frac{0,000965}{1,253} = 0,0007$$

F_t {p=0,95, $f_1=N-C$, $f_2=N(m-1)$ } d'où { $f_1=10-2=8$; $f_2=10(3-1)=20$ }.

$$F_t = 3,15$$

$F_c < F_t$ donc le modèle est adéquat.

Nous avons déduit le même résultat à 50°C (Le détail est donné en annexe N°4).

Pour mieux rendre compte de l'influence des différents facteurs (température d'extraction, solvants d'extraction) sur les différentes variables réponses (taux de polyphénols) sont tracés les graphiques de surfaces et de contour (Figures 33, 34, 36 et 37) en se servant des modèles obtenus.

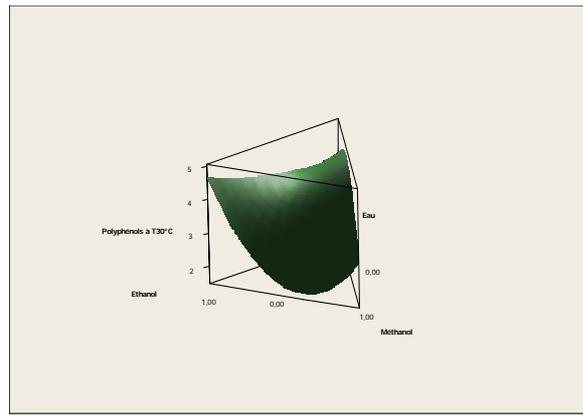


Figure 33 : Graphique de surface de réponse (Taux de polyphénols dans F₁ à 30°C)

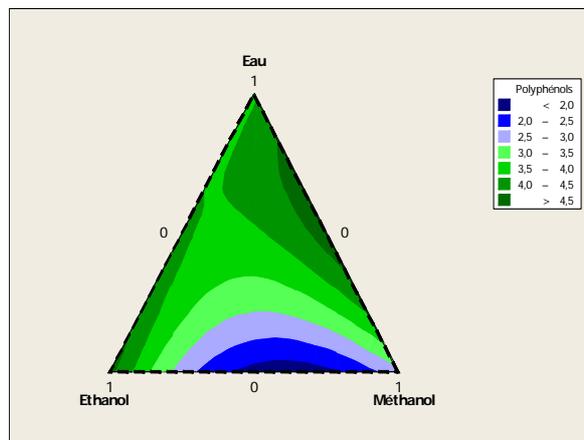


Figure 34 : Graphique de contour (Taux de polyphénols dans F₁ à 30°C)

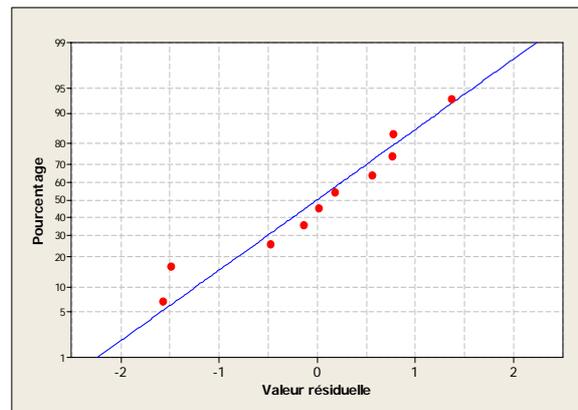


Figure 35: Droite de Henry (Taux de polyphénol dans F₁ à 30°C)

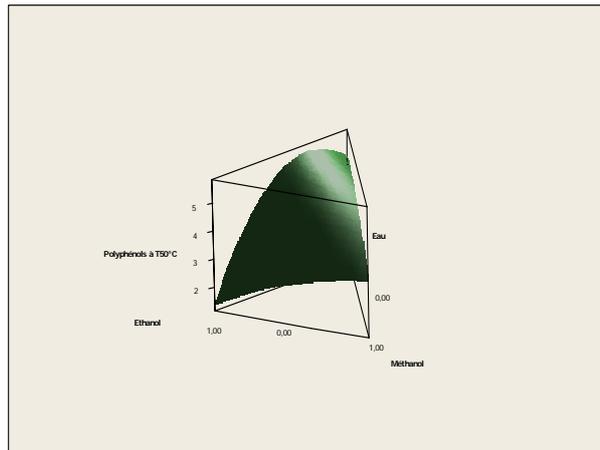


Figure 36 : Graphique de surface (Taux de polyphénols dans F₁ à 50°C).

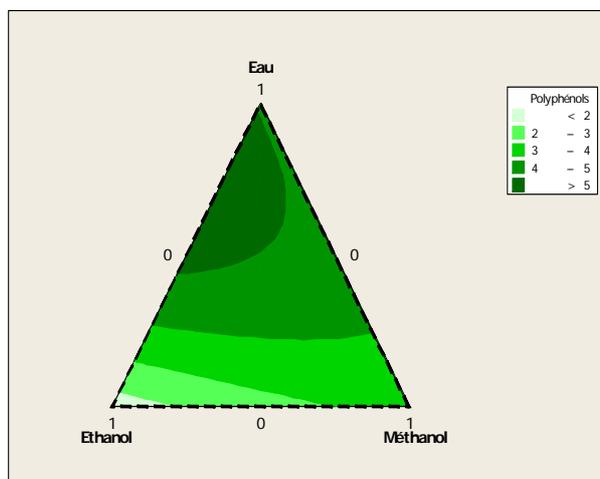


Figure 37 : Graphique de contour (Taux de polyphénols dans F₁ à 50°C).

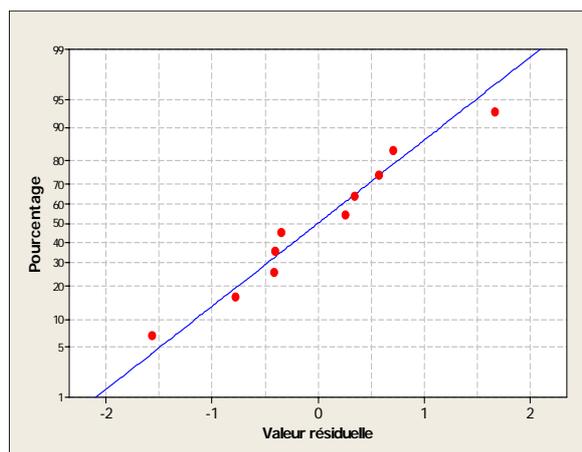


Figure 38: Droite de Henry (Taux de polyphénols dans F₁ à 50°C).

La normalité des variables (Taux de polyphenols) est vérifiée grâce à la droite de Henry (Figures35 et 38).

Nous pouvons conclure que :

Quelle que soit la température : les meilleures conditions d'extraction sont obtenues avec l'éthanol (5,1325 % EAG). Ce résultat est conforme aux données de la littérature.

En effet, la plupart des auteurs consultés précisent que le meilleur solvant d'extraction est l'éthanol (Santoyo *et al.* 2009).

Un taux d'extraction relativement élevé a été obtenu sous l'effet du mélange de trois solvants (1/3 d'éthanol, 1/3 méthanol et 1/3 eau distillée) suivi par l'eau distillée : 5,535% EAG et 5,1056% EAG respectivement.

Par ailleurs, le rendement accru avec la température d'extraction est indépendant du solvant utilisé.

L'éthanol s'avère le facteur le moins influant sur le taux d'extraction des polyphénols dans le cas de la formulation F₁ à 50°C (avec un taux d'extraction de 1,3076% EAG). Ceci peut être expliqué par l'augmentation du processus de transfert de matière sous l'action de l'agitation thermique.

3.3. Modélisation du taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 30°C et à 50°C

La même procédure d'extraction est suivie que pour la formulation F₁ (les détails sont donnés en annexe N°4 et N°5).

Les modèles déduits sont :

$$\text{Taux de polyphénols (Poudre de dattes à 30°C)} = 0,611X_1 + 0,1745X_2 + 0,4794X_3 - 0,45425X_1X_2 - 0,086X_1X_3 + 1,1198 X_2X_3 + 1,3437X_1X_2X_3$$

$$\text{Taux de polyphénols (Poudre de dattes à 50°C)} = 2,1298X_1 + 0,556X_2 + 1,2221X_3 + 3,9272X_1X_2 + 1,9878X_1X_3 + 1,493X_2X_3 - 57,3951X_1X_2X_3$$

Il s'ensuit que les rendements d'extraction obtenus à partir de la poudre de dattes à 50°C sont plus élevés avec l'eau comme solvant d'extraction : 2,2481% EAG contre 0,611% EAG à 30°C.

Ainsi, il semble que les composés phénoliques de la poudre de dattes sont plus solubles dans l'eau que dans les solvants contrairement au cas de la spiruline pour laquelle les solvants organiques donnent de meilleurs résultats.

Ces résultats sont analogues à ceux de Li *et al.* (2007) qui ont montré que l'hexane implique un meilleur rendement d'extraction de polyphénols (14,35±0.07% EAG) à partir de l'algue verte (*Chlorella protothecoides* 7#).

3.4. Microstructure des poudres

La figure 39 illustre la distribution par tamisage de la taille des différentes poudres et la distribution par diffraction au laser. La taille des particules des poudres est très variable et leur distribution est normale étant donné que la courbe de probabilité des pourcentages de passage à travers différentes mailles est une droite.

Pour ce qui concerne les poudres de fruit de datte pure (a) et de spiruline pure (b) utilisées, les dimensions particulières trouvées étaient autour 271 et 202 μm respectivement. Le mélange de poudres correspondant à la formulation F₁(d) donne une dimension de (236 μm) (Figure 39).

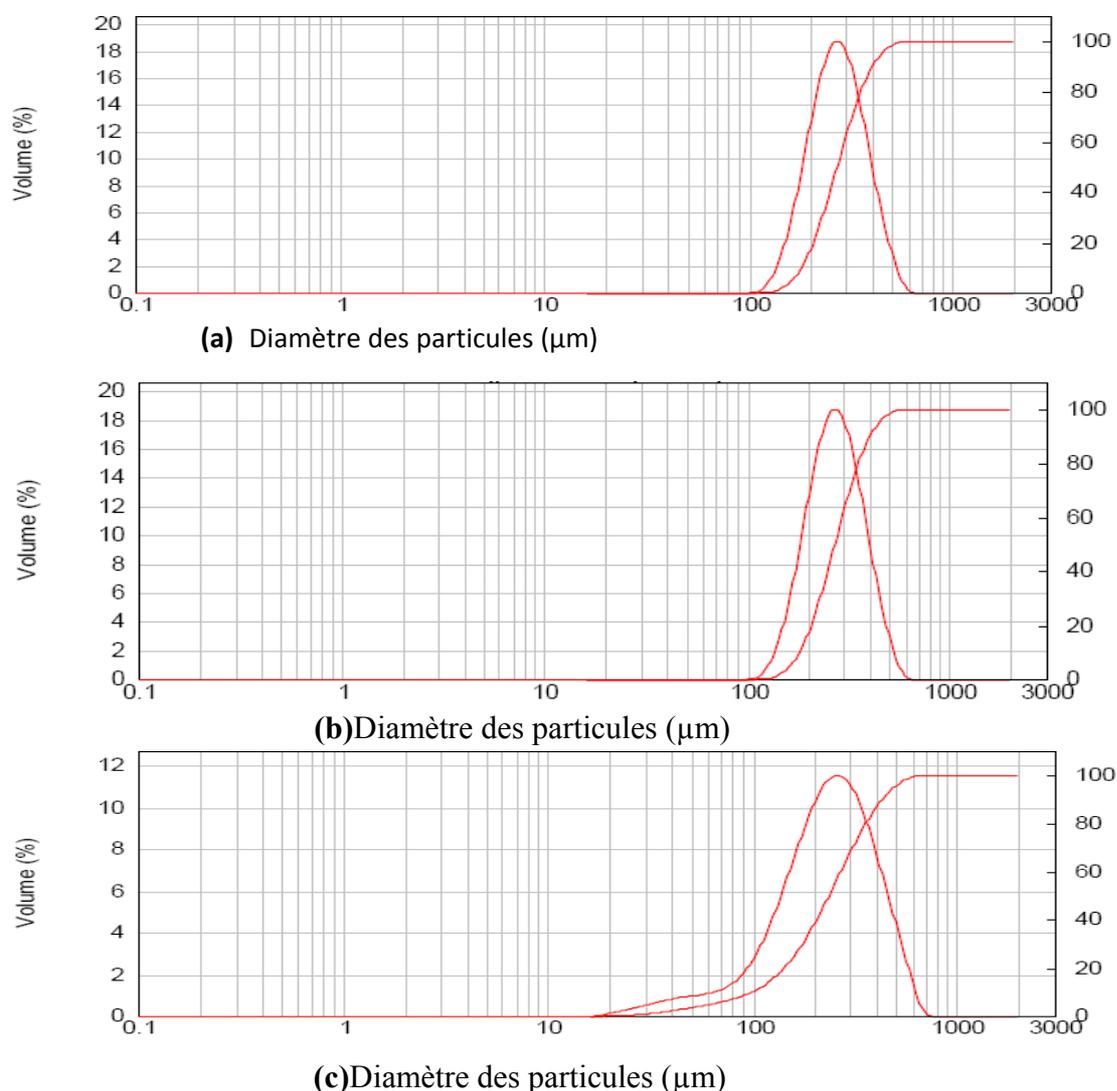
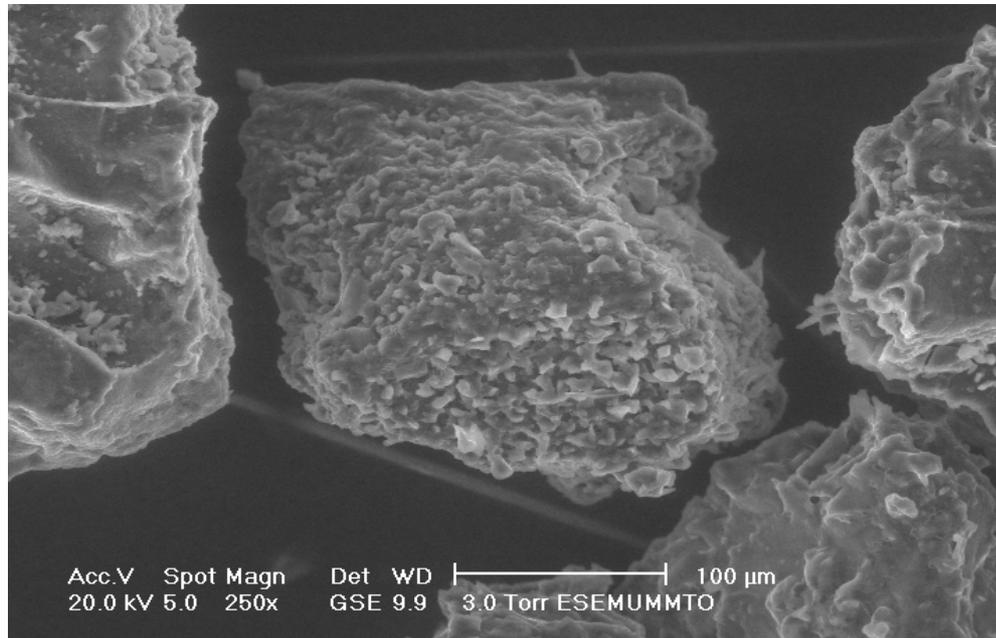


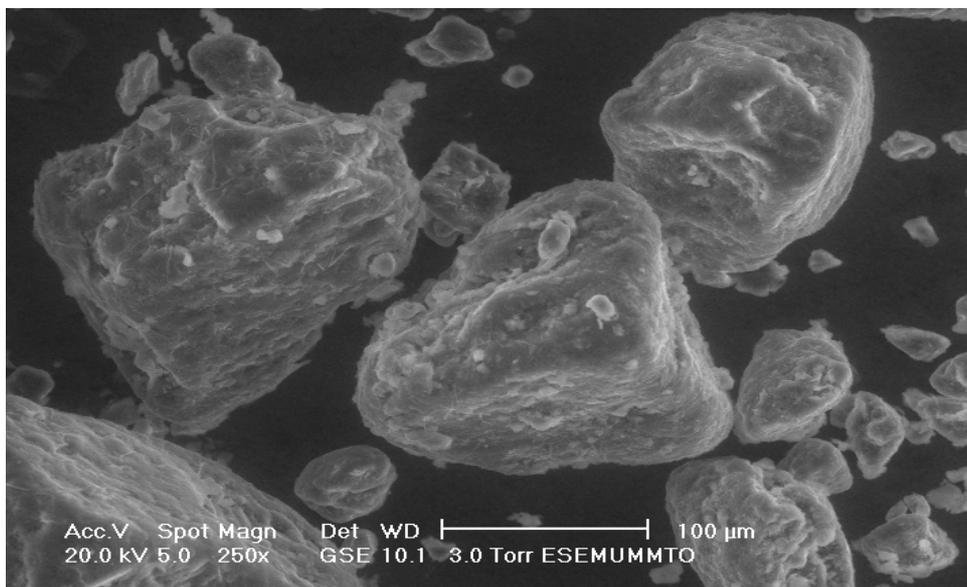
Figure 39 : Distribution de la taille des particules de la poudre de datte pure (a), la poudre de spiruline pure et la formulation F₁ (c).

En outre, grâce au microscope électronique à balayage (MEB), les photos de la poudre de dattes (a) et la poudre de spiruline (b) (Figure V.24) mettent en évidence une masse de

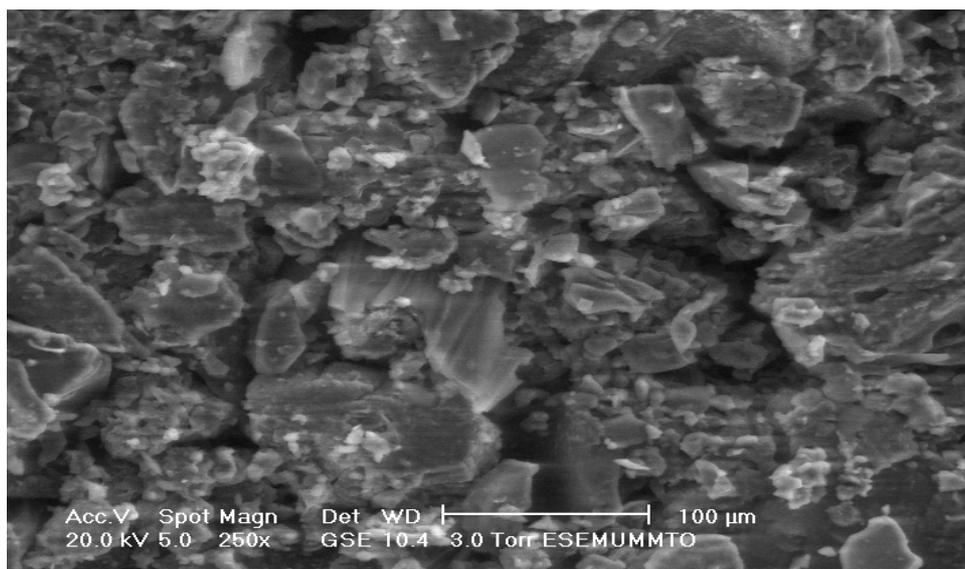
particules qui sont de type complexe avec la forme agglomérée. En tant que matériaux biologiques, les deux poudres étudiées sont constituées de diverses substances hydrophiles: sucres, protéines, colorants ce qui explique leur structure complexe.



(a)



(b)



(c)

Figure 40: Photos de la poudre de dattes *Mech-Degla* (a), la poudre de spiruline (b) et la formulation F₁ (c) observées par le microscope électronique à balayage.

En se basant sur les images de MEB, les deux poudres principales étudiées (datte et spiruline) semblent être formées à partir des particules de forme relativement irrégulières. En outre, la surface des particules observées paraît rugueuse, ceci peut-être dues à la structure poreuse des poudres. En fait, les diverses dimensions particulières et les distributions granulaires peuvent-être influencées par la composition des poudres (Xinde *et al.* 2007).

3.5. Certaines caractéristiques physico-chimiques des comprimés

Selon la caractérisation mécanique préliminaire, la valeur 10 T s'est avérée la force optimale pour obtenir des comprimés avec la friabilité acceptable: en dessous de 10 T, les comprimés sont très friables; au-dessus de cette valeur, les comprimés sont excessivement durs. En fait, il est bien connu que la force de compression, est le facteur principal qui détermine le taux d'érosion.

Les résultats de quelques propriétés physico-chimiques de trois types des comprimés (F₁, F₆ et F₇) sont récapitulés dans le tableau 43.

Tableau 43 : Quelques propriétés physico-chimiques des comprimés

Formules	F ₁	F ₆	F ₇
Poids (g)	0,425± 0,0195	0,429± 0,0739	0,484± 0,0501
Dureté (KP)	49,96 ± 0,1286	49,94 ± 0,0994	6,971± 0,8219
Epaisseur (mm)	3,474± 0,0554	3,673 ± 0,4318	3,10± 0,2514
Diamètre (mm)	11,89± 0,1273	11,983 ± 0,1809	12,085± 0,0119
Friabilité (%)	0,084	0,53	1,058
Temps de désintégration (mn)	6mn et 48S	4 mn et 39 S	> 2h
Humidité (%)	5,73 ± 1,605	4,81± 0,570	7,83± 0,373

D'après ces résultats, il devient facile d'observer que les dimensions de comprimés sont équivalentes ce qui peut faciliter la comparaison de leurs propriétés physiques.

Les comprimés de la formulation F₇ présente une dureté inférieure (6,971± 0,8219KP) comparativement aux comprimés des formulations F₁ et F₆ pour lesquels la dureté est identique (49±0,1286kP). Ce comportement mécanique peut-être dû à la composition chimique de la poudre de dattes (sucres, pectine, cellulose) puisqu'il est bien connu que les sucres possèdent des propriétés d'agrégation (cohésion).

Les valeurs élevées obtenues pour les comprimés F₁ représentent un avantage en termes de compactage et du transport des comprimés sachant que la dureté requise pour certains comprimés pharmacologiques doit être au moins égal à 45 N (Pasqualoto *et al.* 2007). Cependant, la dureté élevée de la formulation F₁ est confirmée par la valeur de friabilité qui est de 5 à 10 fois plus faible, respectivement, que celles de formulations F₆ et F₇. En particulier, les comprimés de la spiruline pure se désagrègent complètement pendant l'essai de friabilité ce qui indique la non possibilité de formuler les comprimés purs de spiruline sans substances liantes. En outre, les % de friabilité de comprimés F₁ et F₆ se trouvent dans l'intervalle (0,07–0,8%) similaires pour des comprimés non alimentaires obtenus à partir d'extraits de *Rhinacanthus nasutus* contenant des ingrédients chimiques (Rongsriyama *et al.* 2006).

A l'opposé, nos valeurs sont inférieures (0,64–0,91%) à celles des comprimés de paracétamol additionné de gomme et de gélatine en tant que substances liantes (Okoye *et al.* 2009). D'autres chercheurs ont préparé des comprimés d'édulcorant (lactose+amidon) ayant une friabilité comprise entre 1 à 60% avec un temps de dissolution en dessous de 30 s (Lefevre et Dupas, 2003).

A signaler de même que la poudre de spiruline pure possède un temps de coulabilité (écoulement) élevé (60 s) ce qui peut être dû à son hygroscopicité. Cette dernière propriété est responsable de l'agglomération et le tassement pendant le stockage ce qui induit un effet indésirable du point de vue compactage (Emami et Tabil, 2007). En fait, cet inconvénient devient un avantage dans la formation des comprimés (Bimbenet *et al.* 2002).

Somme toute, la comparaison de ces résultats aux données de la littérature montre que la poudre de datte possède des propriétés physiques satisfaisantes pour son utilisation comme excipient (agent liant) dans la technologie de formation des comprimés.

3.5.1. Essai de désintégration

L'étude de la dissolution des comprimés est généralement précédée par l'essai de désintégration. Ce dernier est adopté pour contrôler la dose des minéraux et des vitamines libérées dans l'eau distillée à 37°C (Löbenberg et Steinke, 2006).

Dans notre cas, le temps de désintégration examiné pour nos comprimés immergés dans l'eau distillée s'est avéré en concordance avec ceux trouvés par certains auteurs au sujet des comprimés d'autres natures: 6–12 minutes (comprimés d'*ilicifolia de Maytenus*) (Soares *et al.* 2005) et 0,31–11,28 minutes (comprimés du paracetamol) (Lefevre, et Dupas, 2003). Les comprimés correspondant à la formulation F₇ (spiruline pure) présentent une texture dure et subissent une prise d'eau continue sans érosion (Figure 40) tandis que les deux autres formulations (F₁ et F₆) se désagrègent rapidement dans tous les milieux liquides appliqués. Ce phénomène est confirmé par l'examen morphologique des comprimés pendant l'immersion dans l'eau distillée (a), la solution tampon de phosphate pH 6,8 (b) et HCL 0,1N (c) (Figure 41).

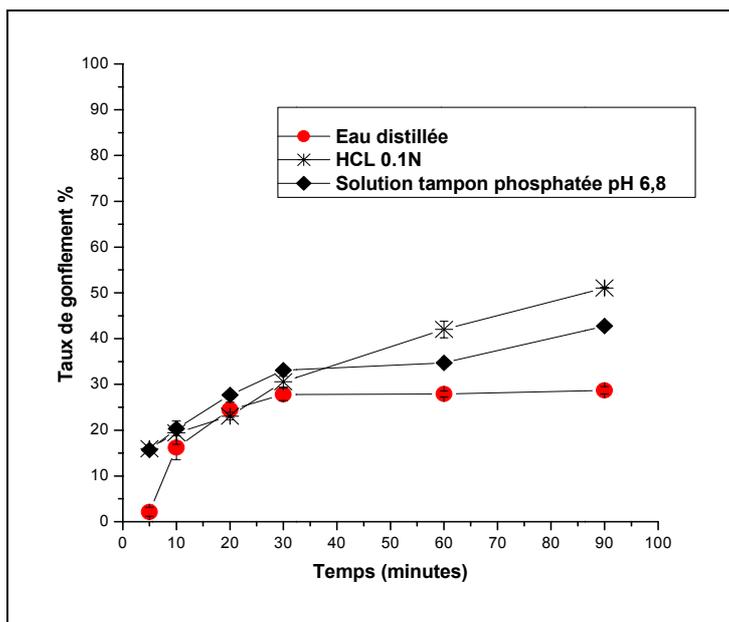


Figure 41: Taux de gonflement des comprimés de la formulation F7 dans l'eau distillée, la solution tampon phosphatée pH 6,8 et HCl 0,1N (c) (n = 6).

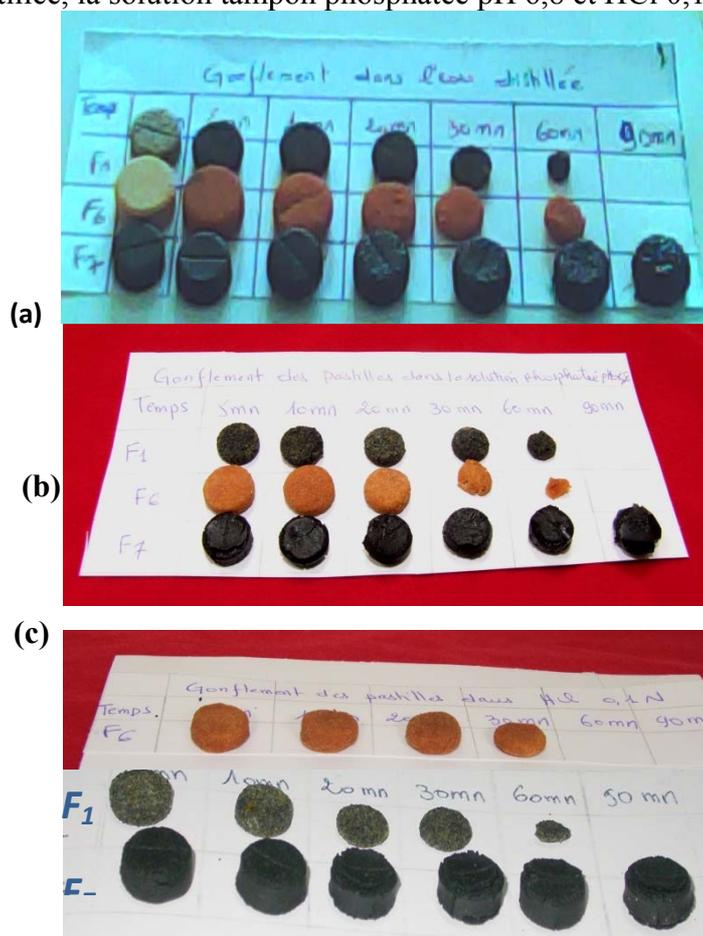


Figure 42 : Aspect morphologique des comprimés F1, F6 et F7 lors de l'immersion dans l'eau distillée (a), la solution tampon phosphatée pH 6,8 (b) et HCl 0,1N (c).

Il faut aussi préciser que la composition des comprimés peut influencer considérablement le phénomène d'érosion. Après 60 minutes d'immersion dans les trois milieux de dissolution, les taux d'érosion peuvent être déduits comme suit:

1) eau distillée: > 90% (F₁), 80–90% (F₆) et < 30% (F₇); 2) HCl 0,1 N: > 90% (F₁), ~70% (F₆) et < 20% (F₇); 3) solution tampon phosphatée à pH 6,8: ~70% (F₁), ~90% (F₆) et < 30% (F₇).

Les capacités à l'érosion peuvent expliquer le temps de désintégration des comprimés dans un liquide donné (l'eau distillée dans ce travail).

Les figures (42, 43 et 44) illustrent les graphiques d'évolution des taux d'érosion des comprimés des formulations F₁, F₆ et F₇ dans les différents milieux de dissolution (eau distillée, HCl 0,1N et la solution tampon phosphatée pH 6,8 respectivement).

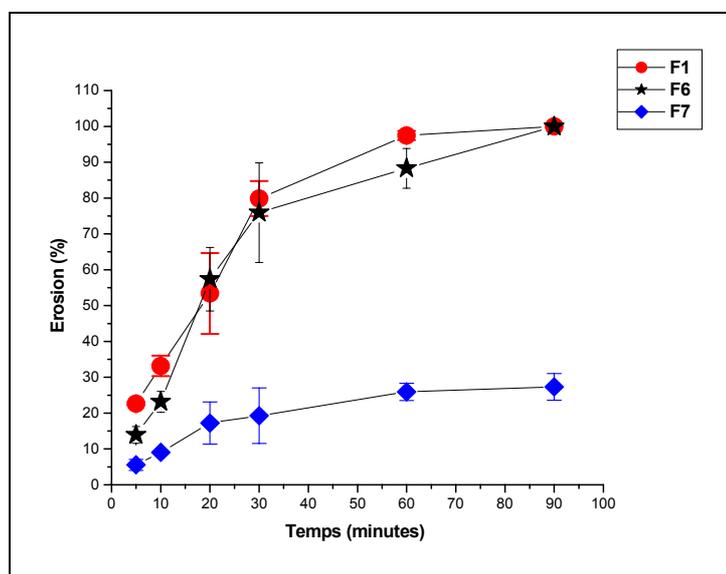


Figure 43: Taux d'érosion des comprimés des formulations F₁, F₆ et F₇ dans l'eau distillée (n = 6).

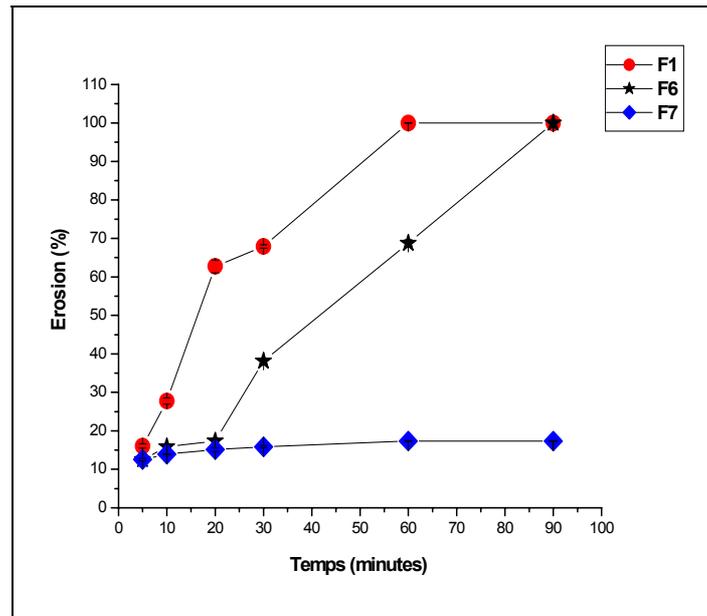


Figure 44: Taux d'érosion des comprimés des formulations F₁, F₆ et F₇ dans HCl 0,1 N (n = 6).

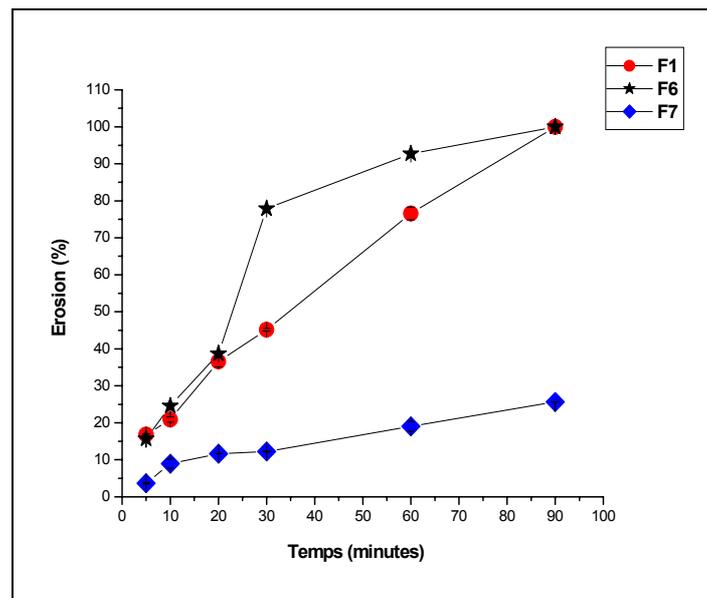


Figure 45: Taux d'érosion des comprimés des formulations F₁, F₆ et F₇ dans la solution tampon phosphatée pH 6,8 (n = 6).

3.5.2. Dissolution de la phycyanine

Le processus de dissolution est naturellement influencé par les capacités des comprimés à l'érosion et à la désintégration. Le taux de libération de la phycyanine de comprimés de la formulation F₁ (Figure 45) augmente considérablement dans l'eau distillée comparé aux deux autres liquides examinés. Ce qui pourrait être dû à la structure moléculaire de la substance étudiée. Mais le bas taux de libération (16% en 45 minutes) de la phycyanine est un facteur

importantes en termes de ses propriétés thérapeutiques puisque une faible dose de phycocyanine est plus efficace comme substance anti-inflammatoire (Degbey *et al.* 2006) ;[1].

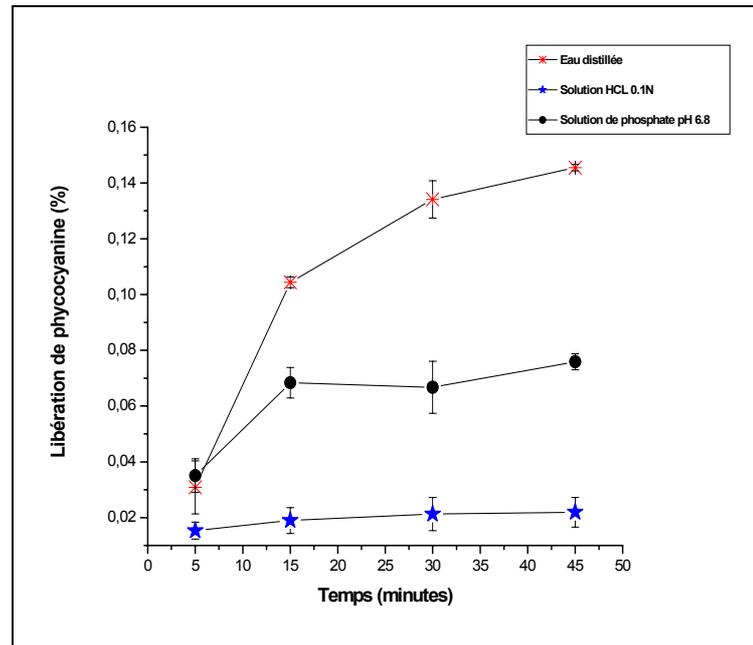


Figure 46 : Taux de libération de phycocyanine en fonction du temps d'immersion dans les différents milieux. (Cas des comprimés de la formulation F_1 ($n=6$)).

D'autre part, ce résultat est en accord avec les investigations au sujet de différentes solutions d'extraction de la phycocyanine (Mahady, 2005). Cet auteur a constaté que la concentration la plus élevée a été obtenue avec la solution tampon de phosphate à pH 6,8 tandis que HCl 0,1 N mène à un taux de diffusion de phycocyanine négligeable.

Par ailleurs, plusieurs études ont montré les % de libération après 1 h de 30% pour le paracétamol (Parojic *et al.* 2008) et de 12% pour metronidazole (Limmatvapirat *et al.* 2008). Ce comportement rend les comprimés plus intéressants pour la fonte dans la bouche (pH neutre).

Quant à la modélisation, l'équation Korsmeyer–Peppas décrit convenablement les données expérimentales ($R^2 = 0,846$) pour tous les milieux d'immersion utilisés (Figure 46).

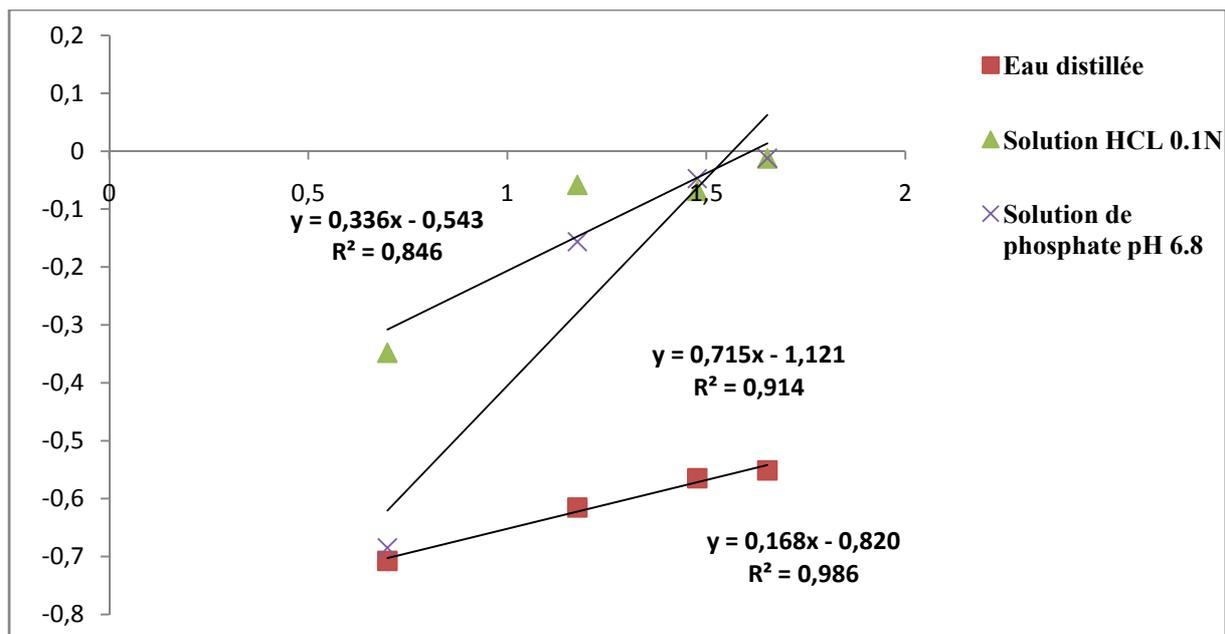


Figure 47 : Libération de la phycocyanine dans les coordonnées log-log. (Cas des comprimés de la formulation F₁).

Tableau 44 : Constantes de l'équation de Korsmeyer-Peppas appliquée sur les comprimés de la formulation F₁ (n = 6).

Milieu De Dissolution	Coefficient de corrélation R ²	k	n	Type de diffusion	Temps de dissolution
Eau distillée	0,986	0,151	0,168	Fickian	45 mn
Solution HCl 0,1N	0,846	0,286	0,336	Fickian	45 mn
Solution tampon phosphatée pH 6,8	0,914	0,0756	0,715	Non – Fickian	45 mn

D'après les valeurs qui sont mentionnées dans le tableau 44, nous avons constaté que la diffusion de la phycocyanine est de type de Fickian dans le cas de l'eau distillée et/ou HCl 0,1alors que la dissolution dans la solution tampon phosphatée pH 6,8, le phénomène devient de type non-Fickian. Nos résultats sont en concordance avec ceux trouvés avec certaines drogues incorporées dans divers comprimés (Polymères hydrophiles, alginates et différentes pectines) (Sriamornsak *et al.* 2007; Korsmeyer *et al.* 1983).

3.6. Stabilité microbiologique des comprimés de la formulation F₁

Bien qu'on ait signalé que le risque microbiologique de la contamination est possible dans les produits secs (Fine et Gervais, 2003), les comprimés de la formulation F₁ présentent de bonnes capacités à la conservation puis qu'aucun germe n'a été détecté pendant 11 mois de stockage à la température ambiante. Ce résultat pourrait être expliqué par l'activité antibactérienne des micro-algues comme cela a été rapporté dans la littérature (Kaushik et Chauhan, 2008).

Cette activité a été aussi démontrée par Santillan (1974) et Earhrise (1986); ces auteurs confirment l'absence totale de germes pathogènes tels que *Salmonella*, *Shigella* ou staphylocoques dans les spirulines produites industriellement.

En outre, le jus d'orange, composant employé ici comme ingrédient de conservation est connu pour avoir un spectre antibactérien plus large contre, entre d'autres, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et les *Bacilles* (Kaushik et Chauhan, 2008).

3.7. Stabilité accélérée des gélules de la formulation F₁

Dans la continuité de notre étude sur les comprimés et afin de déterminer la date limite de consommation de la formulation F₁ le test de stabilité accélérée a été réalisé. Nous avons analysé seulement les échantillons incubés pendant 5 et 6 mois vu les travaux réalisés au cours cette période d'incubation au niveau de l'unité de production des produits pharmaceutiques Biogalé.

Le tableau 45 présente les résultats des quelques paramètres physico-chimiques des gélules de la formulation F₁.

Tableau 45 : Résultats du test de stabilité accélérée des gélules de la formulation F₁

Durée d'incubation	5 mois		6mois		Normes (PE, 2007)
	Température d'incubation (°C)	22±2	40±2	22±2	
Perte de masse des gélules (n=20) (ΔP%)	0,552	0,5132	0,66	0,65	<1
Temps de délitement des gélules (n=6)	3mn et 34s	4mn et 45s	5mn et 36s	3mn et 16s	<30mn
Taux de libération de phycocyanine (mg/ gélule) (n=6)	0,027				
Aspect des gélules	Gélules non déformantes de couleur jaune				Pas de déformation
Poids moyen des gélules (n=20) (mg)	220 à 550				

Les gélules utilisées dans notre étude se sont des capsules dures de surface sèche et brillante de forme oblongue et de couleur jaune constituées de la gélatine. Après 6 mois d'incubation à 25±2°C et à 40±2°C les gélules de la formulation F₁ ont gardé le même aspect et la même couleur jaune, elles sont non déformantes.

Le temps de délitement des gélules est conforme aux normes de la (PE, 2007) et la perte en masse est inférieure à 1%. En ce qui concerne le taux de libération de la phycocyanine des gélules préincubées dans les deux milieux de dissolution (eau distillée et la solution phosphate tampon pH 6,8) est presque le même il n' y a pas une grande différence nous avons constaté le même taux de libération (0,027 mg en moyenne) pour un poids moyen des gélules qui varie de 220 à 550 mg. Nous pouvons conclure que notre formulation F₁ est stable et la durée de validité proposée est de 36 mois.

4. Caractéristiques physicochimiques des jus élaborés à base de spiruline

Les résultats des analyses des cinq formulations élaborées sont résumés dans le tableau 46.

Tableau 46 : Les caractéristiques physicochimiques des jus élaborés.

Paramètres	Teneurs moyennes					Norme (AFNOR, 1982)	
	F ₁	F ₂	F ₃	F ₄	F ₅		
pH à 22°C	3,6	4,01	3,98	3,48	2,83	3-4	
°Brix (%)	11,16	13,21	14,08	11,24	11,35	10-12	
Matière sèche (%)	10,61± 12,10 ⁻²	15,79± 4,10 ⁻²	15,78± 11,10 ⁻²	11,19± 15,10 ⁻²	11,51± 17,10 ⁻²	≥10.5	
Acidité titrable (g d'acide citrique pour 100g de produit)	5,6± 10 ⁻²	4,37± 10 ⁻¹	3,5± 2,10 ⁻²	5,6 ± 5,10 ⁻²	2,24± 10 ⁻¹	(5-6)	
Teneur en polyphénols (% EAG ou mg d'acide gallique pour 100g de MF)	8,75± 2,10 ⁻³	9± 24,10 ⁻³	8,8± 17,10 ⁻³	9,3± 12,10 ⁻³	0,4± 9,10 ⁻³	/	
Teneur en protéines (%)	2,8	0,37	0,28	2,8	0	/	
Teneur en vitamine C (mg/100g de jus)	36,2	43,75	52,5	50,5	3,15	30-70	
Teneur en sucres (g/l)	Sucres totaux	71,29	63,29	50,50	88,03	128,2	66-95
	Sucres réducteurs	7,62	22,01	34,78	48,97	3,43	44,94
	Saccharose	61,12	39,62	15,09	37,49	119,77	66,17

-F₂ : 160ml du sirop *Mech-Degla* +400ml d'eau+300ml du jus naturel de kiwi;

-F₃ : 160ml du sirop *Ghars* +400ml d'eau+300 ml du jus naturel de kiwi;

-F₄ : 160 ml du sirop *Ghars* +836ml de Spiruline 0,2%+4ml du jus naturel de citron ;

-F₅ :Jus de référence (gout de citron) préparé selon l'unité de production des extraits de Réghaia (Boumerdès).

Le degré Brix de toutes les formulations préparées dépasse 11% en moyenne. Néanmoins les formulations F₃ et F₂ présentent un degré Brix un peu élevé (14,08% et 13,21%). Cependant, les valeurs du Brix des trois formulations F₁, F₄ et F₅ sont conformes aux normes exigées par le (Codex Alimentarius, 2005).

Les deux formulations F₂ et F₃ présentent la même teneur en matière sèche de l'ordre de 15% en moyenne. Cette teneur est supérieure à celles des trois formulations F₁, F₄ et F₅ de l'ordre (11% environ). Cette différence est en relation avec la composition chimique du kiwi.

Les formulations F₁ et F₄ présentent une acidité très élevée (5,6 g d'acide citrique/ 100 g de jus)comparativement aux autres formulations (F₂, F₃ et F₅). Cette différence est due certainement à l'acidité élevée de spiruline (19,6 %).

En fin de compte, nous pouvons déduire que la spiruline entre dans la composition des jus en jouant le rôle d'agent d'acidification et d'enrichissement en substances nutritives en même temps.

Toutes les formulations préparées sont riches en polyphénols et en vitamine C. Cette teneur élevée en vitamines C provient bien évidemment de la présence du jus de kiwi (F₂ et F₃) et du jus de citron (Formulations F₁ et F₄).

La formulation F₄ renferme un taux important en sucres réducteurs (48,97g/l) en comparaison avec les autres jus F₁ (7,62), F₂ (22,01) et F₃ (34,78). Cette première (F₄) constitue un jus naturel qui répond aux qualités des jus naturels selon la norme AFNOR (1982).

4.1. Analyse sensorielle des jus (Test de dégustation)

Comme l'évaluation sensorielle est réalisée par un panel de sujets de différents âges, il apparaît l'existence d'une différence dans la classification des jus de point de vue goût, odeur et apparence (Tableau 47). Les différentes formulations de jus sont appréciées différemment au seuil de 5 %.

Tableau 47 : Classement des formulations selon le test de FRIDMEN

Critères organoleptiques	Constante de FRIDMEN (F)	σ	Classement des formulations (*)
Apparence	34,82	3,6	F ₁ , F ₂ , F ₄ , F ₃ , F ₅
Odeur	38,75	3,66	F ₂ , F ₁ , F ₃ , F ₄ , F ₅
Goût	32,57	3,66	F ₁ , F ₂ , F ₃ , F ₄ , F ₅

(*) : Les différentes formulations ont été classées du moins agréable au plus agréable.

Les résultats des analyses physico-chimiques et de l'analyse sensorielle des 5 jus élaborés révèlent que la formulation F_{4a} a été choisie comme étant la meilleure. Celle-ci est appréciée par les dégustateurs pour son goût acide. Cette acidité peut être considérée comme étant dans les normes requises pour la commercialisation (Codex Alimentarius, 2005).

4.2. Test de stabilité du jus F₄

Les résultats du test de stabilité résumés dans les tableaux (48 et 49) sont interprétés selon les normes définies par l'arrêté du 24/01/98 paru dans le Journal Officiel de la République Algérienne n° 35.

Tableau 48 : Résultats de l'examen physicochimique la formulation F₄.

Examen préliminaire	Nature du produit		Type d'emballage		Etiquetage		Inscription réglementaire		Code
Contrôle de la stabilité	Jus en bouteilles à 25 °C				Jus en bouteilles à 30 °C pendant 21 jours				Abs.
Examen macroscopique organoleptique et physico-chimique	Aspect	Couleur	Odeur	pH du jus témoin (pH _t)	Aspect	Couleur	Odeur	pH du jus étuvé (pH _e)	pH _e - pH _t = 0,02
	Pas de bombage	vert - Jaune	/	3,48	Pas de bombage	Vert - Jaune	/	3,5	
Examen microscopique	n ₀				N				R = n ₀ / n

Tableau 49: Résultats de l'examen microbiologique de la formulation F₄ étuvée à 30°C

Désignation	Echantillons témoins		Echantillons étuvés	
	T ₁	T ₂	E ₁	E ₂
Germes totaux à 30 °C / ml	Abs	Abs	Abs	Abs
Coliformes totaux à 37 °C	Abs	Abs	Abs	Abs
Levures à 30 °C	Abs	Abs	Abs	Abs
Moisissures à 30 °C	Abs	Abs	Abs	Abs

La formulation F₄ est jugée stable. L'absence de la flore microbienne dans les échantillons étuvés n'est qu'une confirmation des résultats de l'examen physico-chimique, en particulier l'aspect physique (absence de bombage des bouteilles).

La variation du pH ne dépasse pas 0,5 unité. Ceci peut être attribué à la qualité des matières premières (présence des substances bioactives tels que les polyphénols), l'efficacité du traitement thermique appliqué au jus de datte et au jus final avant étuvage ainsi qu'aux bonnes conditions d'hygiène lors de la préparation et de l'analyse.

Avec une marge bénéficiaire de 25 %, le prix de vente du jus F₄ (soit 47,4 DA) (Tableau 50) est inférieur à celui des jus fruités retrouvés actuellement sur le marché sauf que le premier renferme des qualités nutritionnelles tels que les sucres réducteurs (48,97%), vitamine C (50,5mg/100g de jus), protéines (2,8%) et fort probablement des qualités thérapeutiques meilleures ($9,3 \pm 12 \cdot 10^{-3}$ % EAG ou mg d'acide gallique pour 100g de MF)

Tableau 50 : Prix de revient des différents ingrédients intervenant dans le prix du jus F₄

	Ingrédients	Prix de revient (DA)
Matière première	Extrait de datte : 165 g	1,9
	Concentré de jus de citron: 5 g	1
	Spiruline: 2g	24
	Eau : 836 g	0,0208
	Emballage Tetrapack d'1 litre	11
	Prix de revient du jus F₄	37.92

Conclusion

A la lumière de ces résultats, nous préconisons un approfondissement de la présente étude en tenant compte d'autres facteurs qui pourraient contribuer à une meilleure conservation des qualités organoleptiques (brunissement) ou nutritionnelles (dégradation des vitamines).

5. Evaluation de la culture dans les différents milieux naturels

5.1. Evaluation de la culture dans les différents milieux naturels proposés dans un premier essai

Les tableaux (51 et 52) donnent les paramètres physico-chimiques et la composition chimique des différents milieux naturels proposés.

Tableau 51 : Paramètres physico-chimiques des différents milieux naturels proposés.

Milieux naturels	M ₁	M ₂	M ₃	M ₄	M ₅	M ₆
pH à 25°C	8,66±0,02	11,396±0,0057	7,34±0,095	8,86±0,192	8,19±0,0264	8,04±0,0321
Salinité (g/l)	7,56±0,057	0,9±0,001	0,3±0,001	0,6±0,0014	0,6±0,001	6,366±0,0577
TDS à 20°C (mg/l)	8000±0,092	863,666±2,516	39,06±3,666	429,33±4,618	388,333±0,02	6062±0,563

M₁ : 9/1(v/v) eau de mer/eau de robinet ; M₂ : 1% Cendres de bois de palmier; M₃= 1% de poudre de Son; M₄ =1% de poudre d'Os de volailles; M₅=10/1(p/p)M₂/M₄ et M₆ = 1/3 M₁+1/3M₃+1/3 M₅.

Tableau 52 : Composition minérale des différents milieux naturels (mg/100ml).

Milieux naturels	Fe	Cu	Zn	Na	k	Mn	Cd	Ni	Cr	Pb	Co
M ₁	0,482	0,075	0,587	2,28	2,59	0,225	0,165	0,125	<0,05	0,55	<0,01
M ₂	0,843	<0,06	0,823	23,74	14,23	0,04	<0,01	<0,05	<0,05	<0,10	<0,01
M ₃	0,241	<0,04	0,599	12,80	4,23	0,133	0,01	<0,06	<0,05	<0,10	<0,10
M ₄	0,25	0,291	0,428	-	-	<0,04	<0,01	<0,05	<0,05	<0,10	<0,10
M ₅	0,337	<0,04	0,371	9,33	12,68	<0,04	<0,01	<0,06	<0,05	<0,10	<0,05
M ₆	1,687	<0,04	0,823	44,90	19,68	0,375	<0,01	0,188	<0,05	<0,10	<0,05

Comme résultats préliminaires de la première partie, le milieu M₆ a été considéré comme étant un milieu optimal (3,244±0,031gMasse Fraiche /100 ml) pour le développement de la spiruline dans ces conditions de culture sachant que ce milieu est caractérisé par une forte salinité [6,366±0,0577 g/l]et par son pH qui est autour de (8,04±0,0321). Cette valeur de pH présente la limite inférieure requise pour le développement de spiruline.

En plus, il renferme des concentrations en ions Na⁺, K⁺ et en Fe qui sont légèrement plus hautes (44,90, 19,68 et 1,687 mg/100 ml respectivement) en comparaison avec les autres milieux M₁, M₂, M₃, M₄ et M₅. L'inhibition de la croissance dans ces différents cas est due à une faible salinité : (0,9±0,001; 0,3±0,001; 0,6±0,0014 et 0,6±0,001 (g/l) respectivement).

D'ailleurs, c'est un point positif si l'on arrive à prouver la faisabilité de la culture de spiruline en eau de mer sans réaliser un traitement préliminaire de précipitation de Ca et Mg tel que préconisé par Jarisoa *et al.* (2004). Ces derniers ont cultivé la spiruline Malgache dans un milieu constitué de l'eau de mer traitée. Ils ont alors constaté que le calcium et le magnésium gênent la croissance de la spiruline.

Ces mêmes auteurs ont aussi testé la possibilité de cultiver une souche (Paracas) poussant naturellement dans des eaux riches en calcium et en magnésium en utilisant de traitements allégés. Les deux souches poussent en milieu marin non traité mais la biomasse augmente en fonction du degré de traitement de l'eau de mer au bout de 15 jours.

D'où l'idée de réaliser un enrichissement par les autres sources naturelles ce qui va faire chuter le coût de l'investissement.

5.2. Evaluation de la culture de spiruline dans le milieu M₆ enrichi

L'arrêt de la culture (dépigmentation) a été constaté après 5 jours dans les quatre milieux M₆(a), M₆(b), M₆(c) et M₆(d) (Tableau 53).

Tableau 53 : Résultat de la culture de spiruline dans le milieu M₆ enrichi

Milieux	M ₆ + [50/50 (v/v) cendres de bois d'olivier (1%) / bois de figuier (1%)	Quantité inoculum	Quantité de spiruline
M ₆ (a)	-	-	Jaunissement de la biomasse après 5 jours
M ₆ (b)	+	-	Jaunissement de la biomasse après 5 jours
M ₆ (c)	-	+	Jaunissement de la biomasse après 5 jours
M ₆ (d)	+	+	Jaunissement de la biomasse après 5 jours

Niveau (-)	0 %	1 ml
Niveau (+)	10%	10 ml

Les figures (48 et 49) illustrent l'évolution de la salinité et le pH dans les quatre milieux proposés (en présence de lumière et d'agitation).

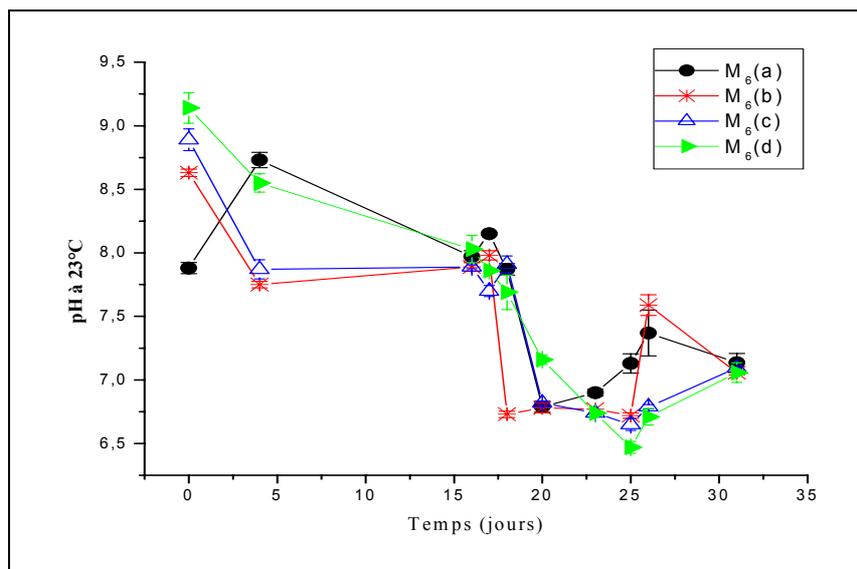


Figure 48 : Evolution du pH en fonction du temps dans les différents milieux naturels M₆(a), M₆(b), M₆(c), M₆(d) (en présence de lumière et d'agitation).

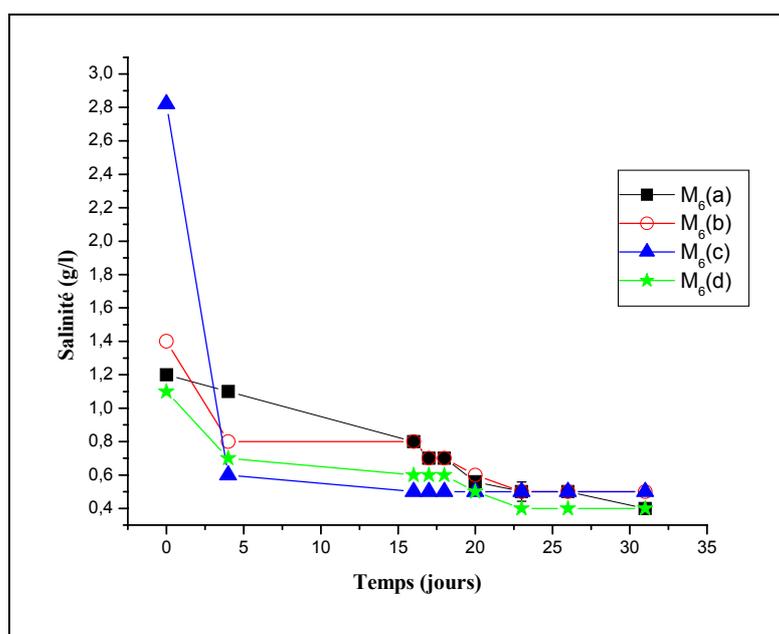


Figure 49: Evolution de la salinité en fonction du temps dans les différents milieux naturels M₆(a), M₆(b), M₆(c), M₆(d) (en présence de lumière et d'agitation).

M₆(a): 1/10 (M₆/[50/50 (v/v) cendres de bois d'olivier (1%)/bois de figuier (1%) + 10 ml Inoculum de Spirulina.

M₆(b): 1/10 (M₆/[50/50 (v/v) cendres de bois d'olivier (1%)/bois de figuier (1%) + 1 ml Inoculum de Spiruline.

M₆(c): M₆+10 ml Inoculum de Spiruline.

M₆(d): M₆+ 1 ml Inoculum de Spiruline.

En considérant la variation de la composition des milieux de culture de notre espèce *S.platensis*, le jaunissement de la biomasse peut s'expliquer par plusieurs causes :

- une intensité de lumière élevée (photolyse);
- un abaissement du pH'est-à-dire une faible alcalinité dans les milieux;
- une insuffisance de la salinité ;
- unecarence en éléments nutritifs (azote, soufre ou le fer) ;
- et plus particulièrement à une forte carence en ion sodium.

Notre étude a révélé que le pH des solutions préparées à base de cendres de différents bois (palmier, figuier et olivier) prend une valeur de 11 en moyenne. Les résultats rapportés sur la culture *S. platensis* dans l'eau de mer au Maroc, l'abaissement du pH a été expliqué par l'absence des nitrates ou des phosphates dans les milieux ce qui aurait induit à la formation des grumeaux de couleur jaune-brin (EPS : exopolysaccharides) et à uneinhibition de la photosynthèse de substances vertes (chlorophylles, phycocyanine C-PC) (Jarisoa *et al.* 2004).

Notre souche se développe dans le milieu M₇. La biomasse verte de spiruline a été obtenue après 21 jours de culture. Elle est ensuite conservée au réfrigérateur (pendant 106 jours) avant d'être récupérée et séparée du milieu de culture M₇ (Figure 50).

Une meilleure productivité $1,287 \pm 0,01 \text{g}/100 \text{ml}$ de spiruline sèche a été atteinte (Tableau 54) dépassent les résultats rapportés par Jarisoa *et al.* (2004).

Tableau 54 : Rendement en spiruline cultivée dans le milieu M₇ dans une étuve

Durée de culture da spiruline dans le milieu M ₇	Densité de l'inoculum initial	Masse fraîche (g)	Masse après séchage à 65°C (g)	Humidité (%)	Taux de cendres (%)
21 jours	0,120	$3,390 \pm 0,0051$	$1,287 \pm 0,05$	$97,64 \pm 0,01$	$17,92 \pm 0,011$



Figure 50 : Aspect de la culture de spiruline cultivée à Boumerdès dans le milieu naturel M₇.

Nos résultats coïncident avec les résultats de Zeng et Vonshak (1998). Ces derniers ont montré qu'à des hautes intensités de lumière et dans des conditions de stress de salinité, l'espèce *Spirulina platensis* a montré une faible intensité de photosynthèse. Cependant notre souche n'a pas changé de morphologie (structure hélicoïdale du trichome) (Figure 51). Ceci peut être mis en relation avec la concentration de NaCl dans le milieu.

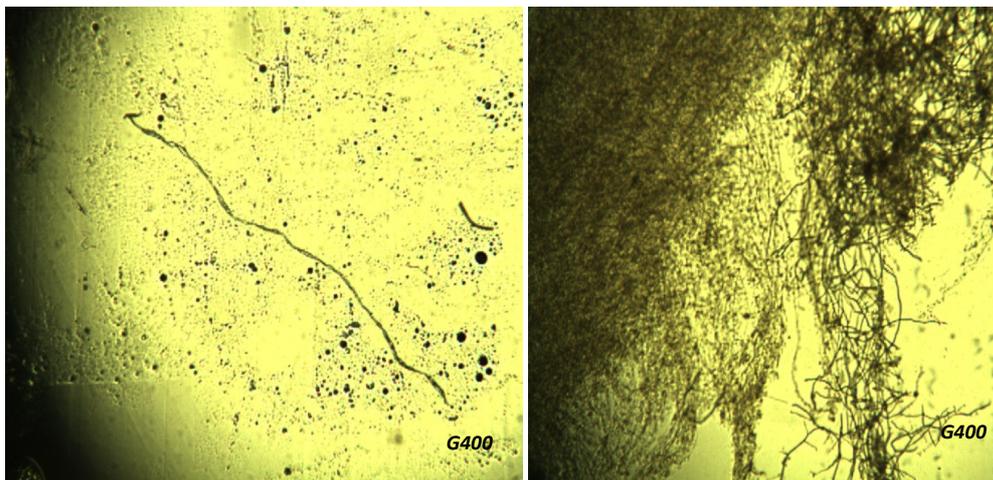


Figure 51: Structure hélicoïdale du trichome de *S.platensis* cultivée dans le milieu M₇
(Photo prise avec un microscope photonique lié à une camera).

En fait, il existe une corrélation entre la photosynthèse, la salinité et la morphologie de spiruline. La figure 52 montre l'apparition des grumeaux des EPS dans la structure morphologique de la spiruline déjà adaptée au stress de salinité dans les milieux (M₆(a), M₆(b), M₆(c) et M₆(d) proposés dans le premier essai de culture. Une comparaison peut être effectuée avec les deux structures de la souche de référence et celle obtenue à partir du milieu M₇ (Figures 52 et 53 respectivement)

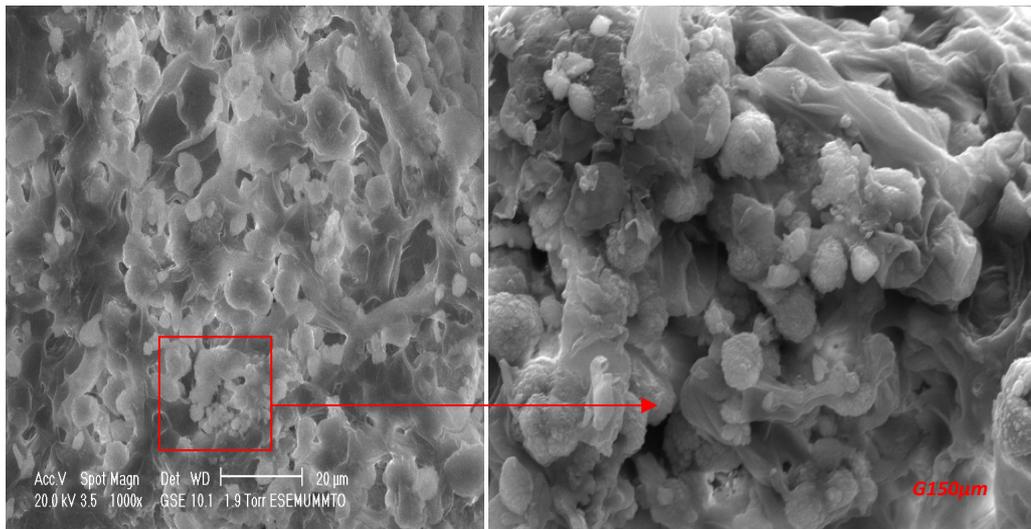


Figure 52 : Structure morphologique de *S.platensis* produite à Boumerdès et cultivée dans le milieu M₆ en présence de lumière et d'agitation.

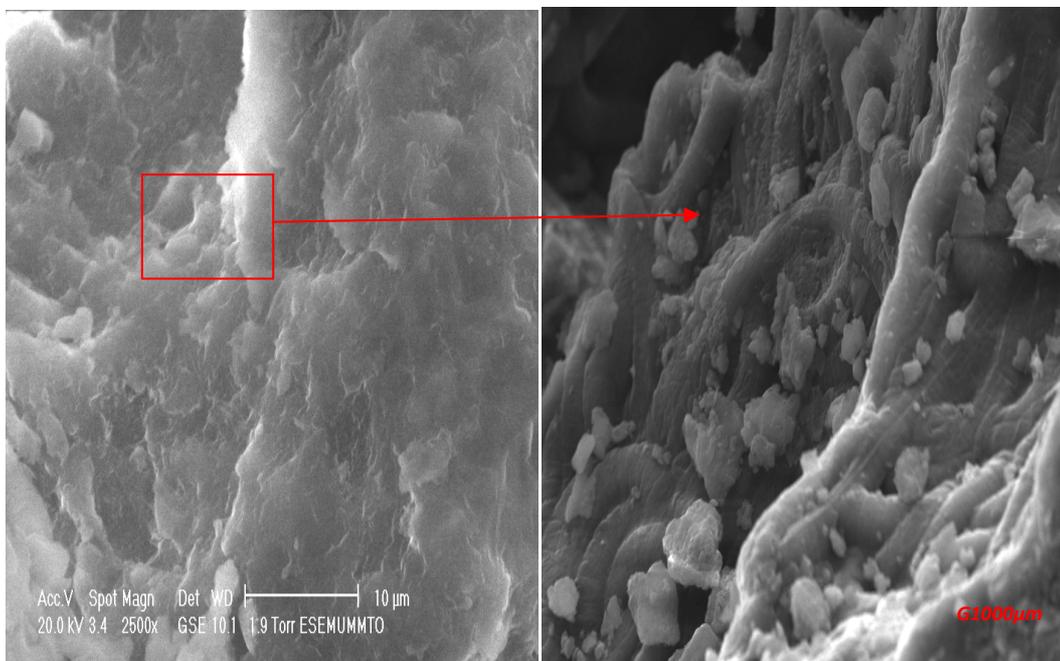


Figure 53: Structure morphologique de la spiruline Burkinabé.

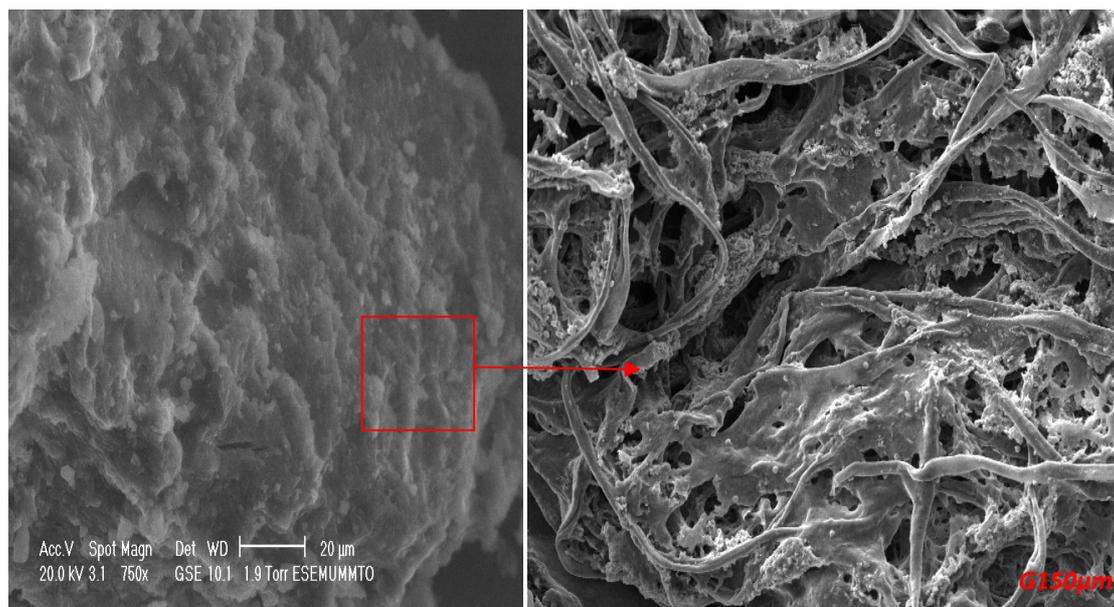


Figure 54 : Structure morphologique de *S.platensis* produite à Boumerdès cultivée dans le milieu M_7 (récoltée après 21 jours de culture).

Nos résultats sont similaires à ceux trouvés par Lewin (1980), Jeeji Bai (1985) et BenDhiab *et al.* (2007) qui ont montré que NaCl joue un rôle important dans la modification de la morphologie de la spiruline. Celle-ci change sa forme hélicoïdale du trichome à la forme stratifiée.

En effet, la concentration élevée de NaCl inhibe le développement de la structure hélicoïdale et favorise la structure stratifiée. En outre, Brownell (1979) montre le rôle du sodium qui entre dans l'assimilation du carbone et du nitrogène, une insuffisance de sodium dans le milieu (même dans des conditions alcalines) favorise le phénomène de jaunissement de la biomasse.

De même Kol'chugina et Markarova (2005) ont suggéré que le sodium est un élément critique (facteur limitant) pour la croissance de spiruline. D'après Skulachev (1989), *S. platensis* est classée génétiquement comme étant un microorganisme qui nécessite le sodium comme un cation qui participe au transfert membranaire des cellules. En particulier, plusieurs auteurs ont montré son rôle dans la photosynthèse et que son remplacement avec d'autres éléments monovalents (K^+ , Na^+ ...) est impossible.

Actuellement, la phycocyanine C-PC est produite par trois types de cultures : phototrophes, hétérotrophes et mixotrophes. Les productivités volumétrique et superficielle de la biomasse et de la C-PC se différencient d'une culture à une autre.

Des études ont été réalisées par Chen *et al.* (1996) montrant que la productivité des cultures microalgales hétérotrophes n'est pas limitée par les intensités lumineuses plus élevées en comparaison aux cultures phototrophes qui en dépendent fortement.

Actuellement l'*Arthrospira platensis* se développe également mixotrophiquement dans des réacteurs fermés. Ce type de culture entraîne l'accélération de la croissance et l'augmentation de la concentration maximale de la biomasse par rapport aux cultures phototrophes (Marquez *et al.* 1995; Vonshk *et al.* 2000).

Il a été par ailleurs démontré que l'alimentation de la culture en Fed-Batch d'*Arthrospira platensis* par le glucose a permis d'augmenter la concentration finale de la biomasse au dessus de 10 g/L (Chen et Zhang, 1997). De leur côté, Marquez *et al.* (1993) ont constaté aussi que le taux de croissance des cultures mixotrophes développées sur le glucose correspond à la somme des taux de croissance spécifiques phototrophes et hétérotrophes.

Sur un autre plan la figure 55 montre le développement de la spiruline (concentration initiale d'environ 0,2%) dans une solution préparée à base d'une solution mixte (50% d'éther de pétrole et 50% l'eau distillée). Cette culture a été réalisée à 4°C dans le but de réaliser la macération pour extraire les polyphénols à froid.



Figure 55 : Aspect de la biomasse de spiruline cultivée dans une solution mixte à 4°C. (50% d'éther de pétrole + 50% d'eau distillée) à 04°C et avec une concentration de l'inoculum de 0,2%.

5.3. Résultats d'analyse infrarouge des poudres de spiruline

L'analyse infrarouge d'un échantillon d'origine biologique est une méthode qualitative rapide qui permet de révéler la présence de certains groupements fonctionnels caractéristiques. La figure 56 présente l'empreinte infrarouge de spiruline d'origine de

Burkina-Faso (Figure 56(a)) et celle cultivée à Boumerdès dans le milieu naturel M₇ (Figure 56(b)).

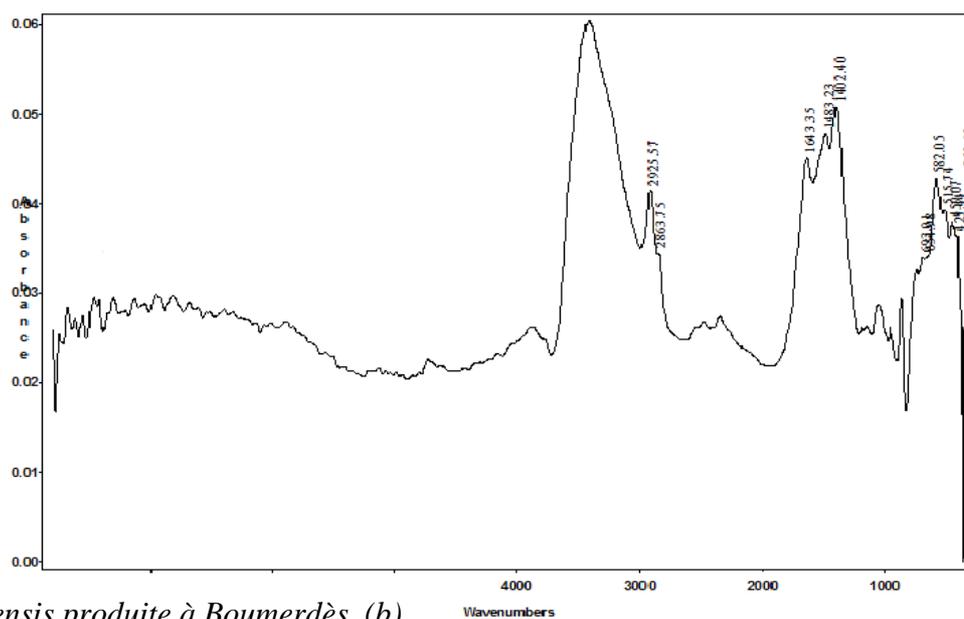
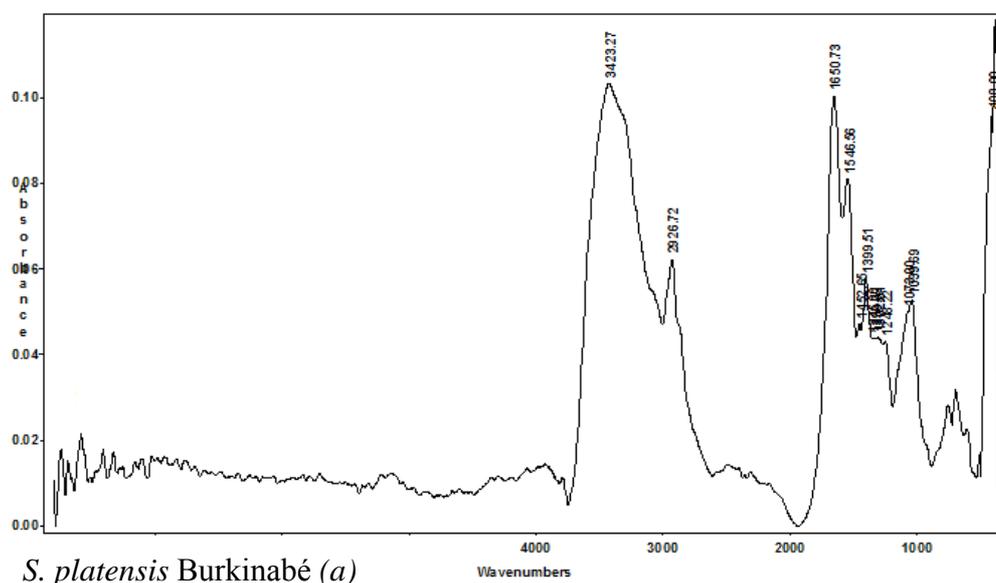


Figure 56 : Spectre d'absorption IR de spiruline Burkinabé (a) et celle cultivée à Boumerdès(b) dans le milieu naturel M₇.

Les spectres IR de la spiruline Burkinabé (Figure 56 (a)) et de celle cultivée dans le milieu naturel M₇ (Figure 56(b)) révèlent que les deux espèces contiennent majoritairement les groupements amino, carboxylique, hydroxyle et les phosphates. Nos résultats confirment les résultats d'études de la composition de plusieurs espèces d'algues (Saitoh *et al.* 2001; Nakbanpate *et al.* 2002; Loukidou *et al.* 2004 et Doshi *et al.* 2006).

L'analyse IR montre une différence dans la position et l'intensité des pics des deux espèces. Cette différence est attribuée aux conditions de culture et les propriétés génétiques des deux espèces.

En effet, la concentration des métaux change d'un milieu à un autre ce qui créera soit le stress enzymatique des cellules (l'insuffisance des métaux) soit une amorce dans le système de transfert membranaire des cellules (accumulation des métaux). Nous pouvons déduire qu'un pic intense signifie une faible absorption des métaux.

Les spectres IR montrent une bande caractéristique à 3423cm^{-1} approximativement pour les deux espèces analysées. Cette bande est attribuée à la structure de groupe hydroxyle $\nu(\text{O-H})$. L'intensité du pic de l'espèce Burkinabé est plus importante en comparaison avec celle de la souche neuve. La présence des groupes hydroxyles indique la teneur en humidité absorbée par les deux espèces. L'espèce de référence apparaît très humide (de l'ordre de 8% en moyenne) en raison certainement des conditions de conservation.

Les spectres indiquent aussi la présence d'une bande localisée à 2926cm^{-1} approximativement pour les deux espèces. L'intensité du pic de l'espèce de (Burkina-Faso) est plus importante en comparaison avec celle de l'espèce neuve obtenue à partir du milieu M_7 . Dans cette région les groupes amines absorbent le métal Cu^{+2} comme rapporté par Doshi *et al.* (2006). Ceci explique la faible quantité des groupements amines dans l'espèce neuve.

On peut déduire que le milieu de culture adopté modifie donc l'intégrité de la paroi cellulaire.

La bande d'absorption située à 1650cm^{-1} est attribuée à la présence d'une large bande de vibration $\nu(\text{C=O})$ (sels d'acide) et à la vibration antisymétrique (eau résiduelle dans les deux espèces analysées). Une large bande de vibration $\nu(\text{C=O})$ (acides uroniques) est indiquée aussi vers 1640cm^{-1} . Nous remarquons toujours une différence dans l'intensité des pics. Cette différence est expliquée par les interactions entre le groupement fonctionnel C=O et les deux ions Ni^{+2} et Cu^{+2} qui se trouvent en quantité suffisante dans le milieu naturel utilisé M_7 .

Selon Doshi *et al.* (2006), les pics dans l'ordre de 1532 à 1560cm^{-1} et 1430 à 1443cm^{-1} correspondent respectivement aux structures asymétrique et symétrique de la fonction carbonyle suite à une absorption du Cu^{+2} et Ni^{+2} . Nos résultats sont analogues avec ceux précédemment rapportés.

L'espèce neuve révèle deux bandes à 1402 et 1483cm^{-1} approximativement. Elles sont spécifiques à la bande d'élongation symétrique du groupe carbonyle. D'où une accumulation probable des ions Cu^{+2} et Ni^{+2} par cette espèce.

Par contre, l'espèce de référence possède les deux elongations symétrique et asymétrique de la fonction carbonyle à 1452 et 1471 cm^{-1} et à 1546 cm^{-1} respectivement. La particularité du groupement carbonyle réside essentiellement dans l'accumulation des métaux tels que Cu^{+2} , Cd^{+2} , CO^{+2} et Zn^{+2} (Doshi *et al.* 2006).

Une autre explication : les amides sont caractérisés par les vibrations relatives aux groupements C-N et N-H qui absorbent essentiellement aux alentours de 1425 et 1640 cm^{-1} respectivement. Notre espèce de référence possède le groupement amide (bandes caractéristiques à 1452- 1650 cm^{-1} approximativement. Egalement, l'espèce neuve renferme les amides située à 1643 et 1402 cm^{-1} .

L'analyse IR révèle l'apparition d'une autre bande d'absorption à 1546 cm^{-1} (présente seulement dans l'espèce de référence) attribuable au groupement nitrile NO_2 .

Loukidou *et al.* (2004) ont attribué la bande d'absorption à 1021 cm^{-1} à la présence de groupement P-O dans l'espèce *Chlorella*. Ce groupe est plus prédominant que le groupe $\text{P}=\text{O}$. Dans cette zone il y a une forte absorption de ce dernier. Cette bande est présente dans l'espèce de référence à 1039,69 cm^{-1} ou à 1073,90 cm^{-1} ce qui explique la faible concentration des groupements $\text{P}=\text{O}$ dans cette espèce.

5.4. Résultats de l'analyse antibactérienne de la spiruline

Le tableau 55 montre les diamètres d'halo d'inhibition.

Tableau 55: Diamètre moyen d'halo d'inhibition en mm d'extrait de spiruline (2mg/ml) $\varnothing=7$ mm, V=10 μl).

Nature de phycocyanine	<i>P. aeruginosa</i>	<i>A.niger</i>	<i>S.aureus</i>
Spiruline cultivée dans M ₇	10	9	10,66
Spiruline cultivée à Tamerrest	13,33	10,66	11
Spiruline Burkinabé	14	10	10,66

L'extrait de phycocyanine de la souche issue du milieu M₇ montre des faibles zones d'inhibition : (9,10 et 10,66 mm) en comparaison avec la souche de référence (14,10 et 10,66). Ceci est en relation avec la composition du milieu qui est faible en azote (N). L'activité antibactérienne est attribuée à la présence des substances actives.

Néanmoins, le phénomène de fixation des métaux par la souche implique une diminution dans la teneur des substances organiques telles que les composés lipidiques et phénoliques. Nos résultats sont en accord avec ceux de Hanna *et al.* (2008).

5.5. Conclusion :

Nous pouvons conclure que la lumière est un facteur limitant de la culture de la spiruline.

Le milieu M₇ est un milieu optimal pour la croissance de cette dernière. Il présente tous les éléments essentiels de croissance.

La spiruline est parmi les espèces les plus répandues dans le monde, raison pour laquelle beaucoup de fluctuations ont été remarquées dans sa composition chimique. Ces variations sont dues aux différences de microclimat et de composition du milieu de culture.

*Conclusion
générale*

Conclusion générale

Au vu des résultats obtenus, l'élaboration d'un produit alimentaire nouveau de type fonctionnel à base de poudres de datte (*Mech-Dgla*) et de spiruline s'avère possible.

Cette étude de recherche a permis la caractérisation physico-chimique et microbiologique des poudres de dattes et de spiruline sont : 1) pour ce qui est de la spiruline : elle est riche en protéines ($61,745 \pm 0,0353$; $n=3$), en acides gras essentiels (C14 :O (46,02%), C18 : 2 (13,11 %) C18 : 3 (9,53%), C18 : 2 (13,11 %) et en substances bioactives : phycocyanine ($1,7 \pm 0,0015$ g/100g MS; $n=3$); chlorophylle totale ($1,0463 \pm 0,0946$ %; $n=3$) et en cendres ($9,41 \pm 0,03$ %; $n=3$); 2) pour ce qui est de la datte : elle est riche surtout en sucres (TSS= $60 \pm 0,4$ % $n=3$) mais elle est pauvre en protéines ($2,1 \pm 0,4$ %; $n=3$) et en minéraux comparativement à la spiruline ($1,44 \pm 0,2$ %; $n=3$). Les deux poudres sont révélées, dans les conditions expérimentales de bonnes qualités microbiologiques.

L'analyse factorielle des correspondances (AFC) a montré que la formulation F₁ (80% poudre de dattes + 10% poudre de spiruline + 5% poudre d'écorce d'orange + 5% poudre de jus d'orange lyophilisé) est appréciée, ce qui est traduit par une forte densité de dégustateurs comparativement à F₆ et F₇ et ce selon le graphique Biplot de Gabriel.

En ce qui le facteur odeur, F₆ elle s'avère la meilleure comparée à celle des autres groupes de produits (plus riches en spiruline) qui quant à celles se situent tous du côté négative de l'axe « F1 ».

A noter aussi que certaines propriétés physiques (dureté, friabilité, temps de désintégration et érosion) des trois types de comprimés relatives aux formulations F₁, F₆ et F₇ ont été analysées. Les comprimés de la formulation F₁ ont montré une dureté de ($49 \pm 0,1286$ kP) identique à celle de F₆ mais constatée très élevée par rapport à F₇ ($3,10 \pm 0,25$ kP).

Par ailleurs, la force optimale de compression requise pour avoir une friabilité acceptable est de 10N.

Un autre paramètre jugé utile est le temps de désintégration des comprimés immergés dans l'eau distillée est similaire à celui trouvé dans d'autres recherches concernant certains comprimés pharmaceutiques. De même, la faible vitesse de libération de la phycocyanine (16% en 45 mn) est un facteur important en termes de propriétés thérapeutiques puisque une faible dose de ce principe actif serait plus efficace comme substance anti- inflammatoire.

En matière de stabilité après 6 mois de mise en stabilité à $25 \pm 2^\circ\text{C}$ et à $40 \pm 2^\circ\text{C}$ les gélules de la formulation F₁ ont gardé le même aspect et la même couleur jaune, elles sont non déformantes. La dite formulation est stable et la durée de validité proposée est de 36 mois.

D'ajout le jus 'J₄' (160 ml du sirop de la variété de dattes *Ghars* + 836 ml de l'extrait aqueux de spiruline (0,2%) + 4ml du jus naturel de citron)/1000 ml a été choisi de point de vue gout comme meilleur jus en comparaison avec les cinq formulations testées. La formulation du jus 'J₄' présente des qualités nutritionnelles meilleures en vitamine C (50,5 mg/100g de jus), en protéines (2,8 %) et en substances bioactives polyphénols $9,3 \cdot 10^{-3}$ (% EAG ou mg d'acide gallique pour 100g de MF)

A préciser ici que l'essai de culture dans le milieu M₇ (pH=10,4, salinité 9,5 g/l) utilisant différents types de cendres de bois où le son d'orge où la poudre d'os de volaille a donné un rendement en biomasse de spiruline de $1,287 \pm 0,050$ gMS/100ml après 21 jours de culture dans le milieu M₇.

Alors au chapitre de l'identification des groupements fonctionnels par IR de la poudre de spiruline obtenue et un produit de commerce révèle la prédominance pour les deux espèces des groupes hydroxyles, des liaisons C-H aldéhydiques, des amines/amides, des liaisons C-C aromatiques, des groupes C-N et enfin C-I dans le cas de la spiruline du laboratoire.

Et enfin, la sensibilité de trois souches (*Pseudomonas aeruginosa*, *Aspergillus niger* et *staphylocoques aureus*) vis-à-vis de l'extrait de phycocyanine (C-PC) issue de la spiruline obtenue a été aussi déterminée. Les diamètres moyens d'inhibition sont de 10, 9 et 10,66 mm respectivement pour la spiruline obtenue contre 14,10, 10,66 mm respectivement pour la spiruline Bur-kinabé.

Compte tenu des résultats intéressants obtenus, il paraît d'une grande utilité de poursuivre la présente étude tout en touchant, dans le futur, à différents axes dans le but d'approfondir les connaissances scientifiques et technologiques et par conséquent contribuer à tirer plus d'informations et de renseignements mettant au clair le rôle alimentaire et sanitaire des produits que nous avons élaborés. Alors, nous envisageons entreprendre les différentes activités de recherche suivantes :

- Etude de l'effet de l'indice glycémique de la formulation F₁ sur les différentes catégories de la population.
- Culture de spiruline dans des bassins à grande échelle.
- Identification taxonomique et caractérisation biochimique de la souche neuve.
- Application de la poudre de datte comme un agent liantet comme support universel des principes actifs en industrie pharmaceutique.
- Utilisation de différentes substances bioactives de la spiruline dans les différentes productions alimentaires et pharmaceutiques.
- Valorisation d'autres produits de rejets « biodéchets alimentaires » pour la culture de spiruline.

*Références
bibliographiques*

Références Bibliographiques

- Abbou-Zeid, A.A., Abderrahman, N., Baghlef, A.O., (1991).**The formation of oxytetracycline in date coat medium. *Bioresource. Technology*. Vol 148, pp 213-221.
- Abd El-Baky, H.H., El Baz, F.K., and El Baroty, G.S., (2008).** Characterization of nutraceutical compounds in blue green alga *Spirulina maxima*. *Journal. Medicinal. Plants. Research*. Vol 2, N° 10, pp 292-300.
- 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. *Revue Recherche Agronomique*, N° 8, Ed. INRAA, pp19-39.
- Acourene, S., Tama, M., (1997).** Caractérisation physico-chimique des principaux cultivars de dattes de la région des Zibans. *Recherche Agronomique*, Vol 1, pp 59-66.
- Adir, N., Dobrovetsky, Y., et Lerner, N., (2001).**Structure of C-phycoey; in: "production of phycocyanin" from thermophilic cyanobacterium *Synechococcus vulcanus* at 2.5 Å: structural implications for thermal stability in phycobili- some assembly. *Journal. Mol. Biol.* Vol 313, pp 71–81.
- AFNOR (NF), (1982).** Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. Ed. AFNOR, pp 325.
- AFSSA (2001).** Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments. Le bateau de référence. www.cyes.info
- AFSSA, (2005).** Agence Française de Sécurité des Aliments. Le bateau de référence. www.cap-sciences.net
- Aït-Ameur, L., (2001).** L'Evolution de la qualité nutritionnelle des protéines de biscuits modèles au cours de la cuisson au travers d'indicateurs de la réaction de Maillard: intérêt de la fluorescence frontale. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris Grignon, (<http://pastel.paristech.org/2269>).
- Alanzi, F.K., (2010).** Utilization of date syrup as a tablet binder, comparative study. *Saudi. Pharm. Journal*. Vol 18, pp 81–89.
- Al-Farsi, M. A., & Lee, C.Y., (2008).** Nutritional and functional properties of dates: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, Vol 48, pp 877–887.
- Al-Farsi, M., 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. *Journal of Food Chemistry*. Vol 104, pp 943–947.

- Alhamed, Y.A., (2009)**. Adsorption kinetics and performance of packed bed and sorber phenol removal using activated carbon from dates stones. *Journal.Hazard.Mater.* Doi 10.1016/J.05.002.
- Al-Hooti, S., Sidhu, J.S., Qabazard, H., (1997)**. Physicochemical characteristics of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Journal Plants Foods for Human Nutrition*, Vol50, pp 101-113.
- Ali, A., Al Kindi, Y.S., Al Said, F., (2009)**. Chemical composition and glycemic index of three varieties of Omani dates. *International. Journal. Food. Science. Nutrition*. Vol 60, N°4, pp51-62.
- Al-Shahib, W., et Marshall, R. J., (2003)**. The fruit of the date palm: Its possible use as the best food for the future. *International Journal of Food Science and Nutrition*, Vol 54, pp 247–259.
- Amellal, H., (2008)**. Aptitudes technologiques de quelques variétés communes de dattes : formulation d'un yaourt naturellement sucré et aromatisé. Thèse de Doctorat. Université de Boumerdès.
- Amellal, H., Benamara, S., (2008)**. Vacuum drying of common date pulp cubes. *Drying.Technol.* Vol 26, N°3, pp 378–382.
- Amidon, G.E., (1995)**. Physical and mechanical property characterization of powders. In: Brittain, H.G. *Physical Characterization of Pharmaceutical solids*, Ed Marcel Dekker, New York, Vol.70 pp.281-319.
- Arrêté interministériel du 17 Novembre (1992)**. Norme pour les variétés communes fixée par le Ministère de l'Agriculture.
- Assoc. (JANA)**. Consumer Protection and innovation in the real world. 5 th International Congress on Food Technology. Proceeding. Vol 2. Ed Evangelos S Lazos. Vol 5, N°2, pp26–48.
- Baléo, J. N., Bourges, B., Courcoux, Ph., Faur-Brasquet, C., & Le Cloirec, P., (2003)**. Méthodologie Expérimentale, Méthodes et outils pour les expérimentations scientifiques. Ed Tech & Doc Lavoisier, Paris. pp 361.
- Barros, L., Ferreira, MJ., Queiros, B., Ferreira, ICFR., Baptista, P., (2007)**. Total phenols, ascorbic acid, b-carotene and lycopene in Portuguese wild edible mushrooms and their antioxidant activities. *Journal Food Chem*, Vol 103, pp 413–419.
- Belay, A., (1993)**. Current knowledge on potential health benefits of *Spirulina platensis*. *Journal. Appl. Phycol.* Vol 5, pp 35–240.

- Belay, A., (2002).** The potential application of *Spirulina (Arthrospira)* as a nutritional and therapeutic supplement in health management (review). *Journal. Am. Nutraceutical*
- Ben Dhiab, R., Ben Ouada, H., Boussetta, H., Franck, F., Elabed, A., Brouers, M., (2007).** Growth, fluorescence, photosynthetic O₂ production and pigment content of salt adapted cultures of *Arthrospira (Spirulina) platensis*. *Journal. Appl. Phycol.* Vol 19, pp 293-301.
- Benahmed Djilali, A., Benrachedi, K., Benamara, S., Megdoud, DJ., (2007).** Etude et optimisation d'un processus de fabrication traditionnel du vinaigre à partir de deux variétés de dattes communes cultivés dans le Sud algérien'. 5th International Congress on : Food, Technologie, Consumer Protection through Food Process in Prvement and Innovation in the Real Word. Communication Internationale publiée dans Thessaloniki Proceedings; Vol 1, Ed Evangelos S. Lazos.
- Benahmed Djilali Adiba ^{a,1}, Benamara Salem ^{b,□}, Saidi Nabil ^{c,2}, Meksoud Abdelhakim ^d(2011).** Preliminary characterization of food tablets from date (*Phoenix dactylifera L.*) and spirulina (*Spirulina sp.*) powders. *Journal. Powder. Technology.* Vol 208, pp 725–730.
- Benamara, S., Gougam, H., Amellal, H., Djouab, A., Benahmed Djilali, A., Noui, Y., (2008).** Some Technologic proprieties of common date (*Phoenixdactylifera L.*) fruits. *Am. Journal. Food.Technol.* Vol 3, N°2, pp 79–88.
- Benamara, S., Khireddine, H., Amellal, H., Djouab, A.,(2009).** Drying and browning of date pulp during hot air and microwave drying, *AJFAND.* Vol 9, N°5, pp 1161–1173.
- Benchabane, A., (1996).** Rapport de synthèse de l'atelier 'technologique et qualité de la datte' in Options Méditerranéennes. Ed IAM Zaragoza Spain. pp 205-210.
- Benjamain, N.D., Al Khalidi, M.S., (1985).** The effect of cold storage conditions on the quality of six date fruit cultivars at rutab stage I.n : *Date. Palm .Journal.* Vol 4, N° 1, pp 1-17.
- Berguey, S., (1994).** Manual of Determinative Bacteriology. Ed Ninth, pp 1711-1807.
- Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N.E., Attia, H., (2003).** Date seeds: Chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Journal Food Chemistry.* Vol 84, pp 577-584.
- Bessah, R., et Touzi,, (2001) .** Production de Protéines d'Organismes Unicellulaires (P. O. U) à partir des Déchets de Dattes. *Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation–Biomasse,* pp 37-40.
- Bhat C.R., Guo, J.Y., Srinivasan, S., Sikumar, A., (2004).** A comprehensive econometric Microsimulator for Daily Activity Travel Patterns. Conference on Progress in activity based Analysis. Maastricht. Vol 28, pp 30.

- Bimbenet, J. J., (1978).** 'Case drying in Agricultural and Food Industries'. Book of the Food Industrial Engineering, EdSEPAICParis.
- Bimbenet, J.J., Duquenoy, A., Trystram, J., (2002).** Génie des Procédés Alimentaires. Ed Dunot, RIA, Paris.
- Biorigin, (2007).** "Azina" et "Ferrina", spiruline enrichie en zinc ou en fer. <http://www.biospirulina.ch>.
- Booij, I., Pionbo, G., Risterucci, J. M., Coupe, M., Thomas, D., Ferry, M., (1992).** Etude de la composition chimique de dattes à différents stades de maturité pour la Caractérisation variétale de divers cultivar de palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*). *Journal. Fruits*, Vol 47, N° 6, pp 667-677.
- Boudraa, S., (2004).** La production de biomasse '*Saccharomyces cerevisiae*' cultivée sur un milieu à base de datte sèche *Mech-Degla*. Mémoire d'Ingénieur Agronome Département d'Agronomie Batna. pp 60.
- Boudrar, C., Bouzid, L., Nait Larbi, H., (1997).** Etude des fractions minérale et glucidique de la datte Deglet- Nour au cours de la maturation. Mémoire d'Ingénieur I NA El Harrach, pp 60.
- Boughnou. N., (1980).** Essai de production de vinaigre à partir de déchets de dattes. Thèse de Magister INA Alger.
- Boukhiar, A., (2009).** Analyse du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation. Ed. Université M'Hamed Bougara, Magister : Technologie alimentaire : Boumerdès.
- Bourgeois, C. M., Mescle, J. F., Zucca, A J., (1988).** Microbiologie Alimentaire. Aspect microbiologique de la sécurité et de la qualité alimentaire. Tome 1, Ed. Lavoisier, Paris, pp 9.
- Bourreley, (1966).** Initiation à la systématique :les algues vertes. Ed Nboué et Cie. Tome 1, pp 51.
- Bousdira, K., (2007).** Contribution à la connaissance de la biodiversité du palmier dattier pour une meilleure gestion et une valorisation de la biomasse : Caractérisation morphologique et biochimique des dattes des cultivars les plus connus de la région du Mzab, classification et évaluation de la qualité. Mémoire de Magister en Génie Alimentaire. Université de Boumerdès.
- Brac de la Perriere, R.A., (1988).** Les recherches sur les ressources génétiques du palmier dattier en Algérie. Annales Institut National Agronomique El-Harrach. Vol 12, N°493, pp 106.

- Branger, B., Cadudal, J.L., Delobel. M., Ouoba. H., Yameogo, P., Ouedraogo, D., Guerin, D., Valea, A., les personnels des CREN, Zombre, C., Ancel, P., (2003).** La spiruline comme complément alimentaire dans la malnutrition du nourrisson au Burkina-Faso. *Archives de Pédiatrie*, Vol 10, pp 424-431.
- Bruno De Reviers, (2002).** Biologie et phylogénie des algues.GDI:Berlin, Tome:1, pp 119-120.
- Buelguedj, M., (2001).** Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du Sud – Est Algérien. *Revue Annuelle. INRAA. El- Harrach Alger*, N° 11, pp 289.
- Canadian Diabetes Association.** The glycemc indexClinical practice guidelines for the prevention and management of diabetes in Canada.
- Carlozzi, P., (2003).** Dilution of solar radiation through “culture” lamination in photobioreactor rows facing South–North: a way to improve the efficiency of light utilization of cyanobacteria (*Arthrospira platensis*). *Journal. Biotechnol.Bioeng.*Vol 81, pp 305.
- Chapelot, D., et Louis-Sylvestre, J., (2004).** Les comportements alimentaires (Coll S.T.A.A). Sciences et Technologies Agroalimentaires. Ed Tech et Doc Lavoisier Paris. pp 470.
- Charpy, L., Langlade, M.J., Alliod, R., (2008).** La Spiruline peut-elle être un atout pour la santé et le développement en Afrique ? Vol 6, N°17, pp 31-41.
- Cheftel, J. C., et Cheftel, H., (1977).** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Vol1, pp 9-373.Ed. Lavoisier, Paris.
- Chehma, A., et Longo., H.F., (2001).** Valorisation des sous produits du palmier dattier en vue de leur utilisation en alimentation du bétail. *Revue des énergies renouvelables« U.N.E.S.C.O »* .Numéro spécial ; *Biomasse : production et valorisation.* pp59 – 64.
- Cheikh-Rouhou, S., Baklouti, S., Hadj-Taieb, N., Besbes, S., Chabouni, S., Blecker, C., Attia, H., (2006).** Elaboration d’une boisson à partir d’écart de triage de dates: clarification par traitement enzymatique et microfiltration. *CIRAD/EDP Sciences.Fruits* Vol 61. pp389-399.
- Chekroune, M., Derradji, N., Amellal, H., Abdellaoui, R., Akbibouche, N., Allane, T., Hammoudi, N., Ait –Ameur, L., et Benamara, S., (2008).**Effect of Couple Time-Temperature on the Effectiveness of the drying. Case of Dates *Mech-Degla, Agro Alimentary Industry.* Vol125, N°3, Vol 04, pp 22-25.
- Chen, Y.Z., et Li, Y.M., (1999).** Developpment of nutritious *spirulina* noodle.*Niang. Jiu.* Vol 4, pp 58-59.

- Chen, F., Zhang, Y., et Guo, S., (1996).** Growth and phycocyanin formation of *Spirulina platensis* in photoheterotrophic culture. *Biotechnol Lett*, N°18, pp 603–608.
- Chen, F., et Zhang, Y., (1997).** High cell density mixotrophic culture of *Spirulina platensis* on glucose for phycocyanin production using a fed-batch system. *Journal. Enzyme. Microb Technol.* Vol 20, pp 221–224.
- Chen, H., et Pan, S., (2005).** Bioremediation potential of spirulina : toxicity and biosorption studies of lead. *Journal. Zhejiang Univ.SCI.* Vol 3, pp 171-174.
- Chen, T., and Wong, Y.S., (2008).** In Vitro Antioxidant and Antiproliferative Activities of Selenium-Containing Phycocyanin from Selenium-Enriched *Spirulina platensis*. *Journal Agric Food Chemistry.*, Vol 56, N°12, pp 4352–4358.
- Chen, X., Li, D., (2009).** Food powder technology, *Journal. Food Eng.* Vol 94, pp 129.
- Cheynier, V., et Sarni-Manchado, P., (2006).** Les polyphénols en agroalimentaire. Sciences et Techniques Agroalimentaire. Ed Tec et Doc Lavoisier, Paris.
- Chisti, Y., (2007).** Biodiesel from microalgae. *Biotechnology Advances.* Vol 25, pp294–306.
- Chojnacka, K., et Noworyta, A., (2004).** Evaluation of *Spirulina sp.* Growth in photoautotrophic, heterotrophic and mixotrophic cultures. *Journal. Enzyme. Microb. Technol.* Vol 34, pp 461–465.
- Chopra, K., Bishnoi, M., (2007).** Antioxydant Profile of *Spirulina*: A Blue-Green Microalga in *Spirulina* In Gershwin & Belay (Ed.) *Spirulina in Human Nutrition and Health.* pp 101-118.
- Ciferri, O., (1983).** *Spirulina*, the edible microorganism. *Microbiological Reviews.* Vol 47, pp 551-578.
- Ciferri, O., and Tiboni, O., (1985).** The biochemistry and industrial potential of *spirulina*. *Annu.Rev.Microbiol.* Vol 39, pp 503-526.
- Contreras-Martel, C., Matamala, A., Bruna, C., Poo-Caamano, G., Almonacid, D., Figueroa, M.,Martinez-Oyanedel, J., et Bunster, M., (2007).** The structure at 2 Å resolution of phycocyanin from *Gracilaria chilensis* and the energy transfer network in a PC–PC complex. *Journal. Biophys. Chem.* Vol 125, pp 388–396.
- Coulon, L., (2004).** Effet d'un hydroperoxyde lipidique et des LDL oxydées sur les enzymes impliquées dans la libération de l'acide arachidonique des phospholipides plaquettaires. Thèse de Doctorat. Institut. National des Sciences Appliquées (Lyon), pp 59-70.
- Datta, AG., Bandyopadhyay, D., Chattopadhyay, A., and Ghosh, G., (2004).** Oxidative stress induced ischemic heart disease: protection by antioxidants. *Curr Med Chem*, Vol 11, N° 3,pp369-387.

- Daudin, J.J., et Duby, C., (2002).**Statistical models for the microbiological risks. Dervin, C
In: Mathematical techniques for agro alimentary industry'. Ed Tech &Doc Lavoisier,Paris.
- De Souza, T.P., Bassani, V.L., González Ortega, G., Dalla Costa, T.C.T., Petrovick, P.R., (2001).** Influence of adjuvants on the dissolution profile of tablets containing high dose of spray-dried extract of *Maytenus ilicifolia*. *Pharmazie*. Vol 56,pp 730–733.
- Décret n° 2006/352 du 20 mars 2006,** publié au Journal Officiel du 25 mars 2006, in Charpy, L., Langlade, MJ., Alliod, R., (2008). La Spiruline peut-elle être un atout pour la santé et le développement en Afrique ? Vol 6, N°17, pp 31-41.
- Degbey, H., Hamadou, B., Oumarou, H., (2006).**Evaluation de l'efficacité de la supplémentation en Spiruline du régime habituel des enfants atteints de malnutrition sévère. In Charpy et al.(2008). Ed. International Symposium on Cyanobacteria for Health, *Science and Development* .pp 104-108.
- Demevre, J.F., (2004).**Mécanismes et dynamique du mélange des poudres et caractérisation de l'homogénéité de mélanges de poudres.Centre des poudres et procédés. Ecole des Mines 81013 ALBI Cedex 09.
- Devshony, S., Eteshola, E., Shani, A., (1992).** Characteristics and some potential application of date palm (*Phoenix dactylifera L*) seeds and seed oil. *JAOCS*. Vol 69 , N° 6, pp 595-597.
- Dhaia, J.H., et Passat, J., (1979).** Production de sirop de dattes(Debs). *Projet Régional de Recherche sur les Palmiers Dattiers et les Dattes*. Le Proche-Orient et l'Afrique du Nord FAO Baghdâd. pp 2-8 .
- Djerbi, M., (1994).** Précis de Phoeniciculture FAO. pp 192.
- Djouab, A., (2007).** Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Mémoire de magister. Université de Boumerdès, 120p.
- Document IRD UR 167 (CYROCO), (2008).** La Spiruline peut-elle être un atout pour lasanté et le développement en Afrique ?http://www.com.univ-mrs.fr/IRD/cyroco/pdf/expertise_spiruline/Spirumap.pdf.
- Doke, J.H., (2005).** An improved and efficient method for the extraction of phycocyanin from *Spirulina sp.* *Journal. Food. Eng.* Vol1, pp 2.
- Doshi, H., Ray, A., Kothari, I.L., Gami, B., (2006).** Spectroscopic and scanning electron microscopy studies of bioaccumulation of pollutants by algae. *Current. Microbiology*. Vol 53, pp 148-157.
- Earthrise Farms Spirulina (1986).** Product Typical Analysis Earthrise Farms Spirulina, San Rafael, USA.

- El-Nemer, A., Khaled, A., Abdellwhab, O., El. Sikaily A., (2007).** Treatment of wastewater containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed. *Journal. Hazard. Mater.* Doi 10, 1016.
- Elyah, A., (2003).** Quel avenir pour la spiruline. Mémoire Bibliographique Université de Montpellier II, pp 30.
- Emami, S., Tabil, L.G., (2007).** Friction and compression characteristics of chickpea flour and components, *Powder Technol.* Vol 75, pp 14–21.
- Erikson, M. and Alderborn, G., (1995).** The effect of particle fragmentation and deformation on the interparticulate bond formation process during powder compaction. *Pharm. Res.* Vol 12, pp 1031-1039.
- Espiard, E., (2002).** Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Tech et Doc Lavoisier, pp 147-155.
- Estanove, P., (1990).** Note technique : Valorisation de la datte. CIHAEM. Options Méditerranéennes, Série. A n° 11, Les Systèmes Agricoles Oasiens.
- Foster-Powell, K., Holt, SH., Brand-Miller, J.C., (2002).** International table of glycemic index and glycemic load values: 2002. *Am Journal Clin Nutr.* Vol 76, pp 5-56.
- Fornell, A., Bimbenet, J.J., Almin, Y., (1980).** Experimental Study and Modelisation for Air Drying of Vegetable Products, *Lebensm. Wiss. U-Technol.* Vol 14, pp 96-100.
- Fabregas, J., Garcia, D., Morales, E., Dominguez, A., Otero, A., (1998).** Renewal rate of
- Falquet, J., et Hurni., (2006).** Spiruline : aspects nutritionnels. *Antenna Technologies.*
- FAO 2007.** La production des dattes dans le monde. Statistiques Agricoles.
- FAO.** A review on culture, production and use of Spirulina as food for humans and feeds for domestic animals and fish. <http://www.fao.org>.
- Favier, J.C., Ireland, R.J., Laussucq, C., Feinberg, M., (1993).** Répertoire général des aliments, table de composition des fruits exotiques, fruits de cueillette d'Afrique. Tome 3. Ed ORSTOM Lavoisier INRA. pp 27-28.
- Fedkovic, Y., Astre, C., Pinguet, F., Gerber, M., Ychou, M., Pujol, H., (1993).** *Spirulina* and cancer. *Bull. Inst. Oceano., Monaco* NS 12. pp 117-120.
- Fernet et Vierling., (2001).** Tables de Composition et Nutrition des aliments. 5^{ème} Edition, revue de Germany.
- Fethi, H.A., et El Kohtani, M .N., (1979).** Production des dattes dans le monde arabe et islamique. Université Ain Chems, pp 533-541.
- Fine, F., Gervais, P., (2003).** Décontamination des poudres alimentaires: revue bibliographique et nouvelles perspectives. *Sci. Aliment.* Vol 23, pp 367–394.

- Flemming, J., and Mielck, J. B., (1995).** Requirements for the production of microtablets: suitability of direct compression excipients estimated from powder characteristics and flow rates. *Drug Dev. Ind. Pharm.* Vol 21, pp 2239-2251.
- Fox, RD., (1999).** La Spiruline: Technique, Pratique et Promesse. EDISUD, Aix en Provence. N°246.
- Jaccot, B., Campillo, B., (2003).** Nutrition humaine. Ed MASSON, Paris, pp 311.
- Jagiello, M., Minta, E., Chojnacka, K., et Kafarski, P., (2006).** Mode of biosorption of chromium (III) by *Spirulina* Species cells from aqueous solutions. *Water Environnement Research.* Vol 78, N° 7, pp 740-743.
- Jahn, W., Steinbeiss, J., Zetsche, K., (1984).** Light intensity adaptation of phycobiliprotein content of the red alga *Porphyridium*. *Planta*, Vol 161, pp 536-539.
- James, R., Sampath, K., Thangarathinam, R., Vasudevan, I., (2006).** Effect of dietary *spirulina* level on growth, fertility, coloration and *leucocyte* count in red swordtail, *Xiphophorus helleri*. *Israeli Journal of Aquaculture Bamidegeh.* Vol 58, pp502-503.
- Jaouen, P., Lépine, B., Rossignol, N., (1999).** Clarification and concentration with membrane technology of phycocyanin solution extracted from *Spirulina platensis*. *Biotechnology Technique* Vol 13, pp 877-881.
- Jarisoa, T., Charry, L., Vicente, N., Langlade, M.J., (2004).** Adaptation des souches de spiruline du sud de MADAGASCAR à la culture en eau de mer. Thèse de Doctorat.
- Jeeji Bi, N., (1985).** Comparative exclusion or morphological transformation. A case study with *Spirulina fusiformis*. *Arch. Hydrobiol Suppl. Algal Stud.* Vol 71, N°191, pp 38-39.
- Jourdan, J. P., (2002).** Compte rendu du Mini- Colloque du Mialet sur la production de la spiruline artisanale. pp 1-7.
- Jourdan, J.P., (2006).** Cultivez votre spiruline. Manuel de culture artisanale pour la production de spiruline. *Antenna Technologie* Paris ; <http://www.antenna.ch/publications.html>
- Juntachote, T., Berghofer, E., Siebenhandl, S., Bauer, F., (2006).** The antioxidative properties of Holy basil and Galangal in cooked ground pork. *Meat. Sc*, Vol 72, pp 446-456.
- Habib M.A.B., Parvin M., Huntington T.C., Hsen M.R. (2008).** A Review on culture, production and use of spirulina as food for humans and feeds for domestic animals and fish. *FAO Fisheries and Aquaculture Circular.* N° 1034. Rome, pp 33.
- Halland., (2006).** Energie-Green-algae for carbon capture and Biodiesel ISIS.
- Hamad, A., Mustapha, A.L., El Kahtani M.S., (1982).** Possibility of utilizing dates syrups as sweetening and flavoring agent in ice cream making. *Proceeding of the first Symposium on the Date Palm.* Saudi Arabia 23-25 Mars, pp 544-549.

- Hannachi, S., Khitri, D., Benkhalifa, A., Brac De Perriere, R. A., (1998).** Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Inventaire variétal de la palmeraie algérienne.
- Henk, J., Zwir, E., Rik, L., (2003).** Caroténoïdes et flavonoïdes contre le stress oxydatif. *Arome. Ingrédients. Additifs* N°44, pp 42-45.
- Herrero, M., Cifuentes, A., Ibanez, E., (2006).** Sub-and Supercritical fluid extraction of functional ingredients from different naturel sources: plantes, food by products algae and microalgae. *A Review. Food. Chemistry.* Vol 98, N°1, pp 136-148.
- Hours, M.C., Peggy, N., Linares T.T. Phan and Filali-Moulim, R., (1998).** Photosynthetique Microorganisms enriched with Biologically Active Molecules, Preparation, Method thereof and uses of same. *Biotechnology Letters*, Vol 20, N° 6, pp 557-560.
- Hudson, B. J. F., et karis, I.G., (1974).** The lipids of the alga spirulina. *Journal. Sci. Food Agric.* Vol 25, pp 759-763.
- Guattieri, M., et Rappaccini, S., (1994).** Date Stones in broilers' feeding. In Technologie de la date. *Ed Gridao*, pp 35.
- Gilles, P., (2000).** Cultiver le palmier dattier. Ed CIRAS, pp. 110.
- Girardin-Andréani, C., (2005).** Spiruline: Système Sanguine, Système Immunitaire et Cancer. *Phytother* . Vol 4, pp158–161.
- Glazer, A.N., (1994).** Phycobiliproteinsa family of valuable, widely used fluorophores. *Journal Appl Phycol.* Vol 6, pp 105–112
- Glouchkoff, A., (2007).** Toute la diététique. Calcul des besoins journaliers en calories. www.i-diéticien.net
- Goupy, J., (2001).** Introduction aux plans d'expériences. Dunod, Paris, 2^{ème}Ed , pp293.
- Guiraud, J.P., (2003).** Microbiologie Alimentaire. Ed DUNOD, Paris.
- Kaidi, F., et Touzi, A., (2001).** Production de bioalcool à partir des déchets de dattes. *Revue Energie Renouvelable Production et Valorisation : Biomasse.* pp75-78.
- Kaushik, P., Chauhan, A., (2008).** In vitro antibacterial activity of laboratory grown culture of *Spirulina platensis*. *Indian .Journal. Microbiol.* Vol 48, N°3, pp 348–352.
- Kechaou, N., Bagane, M., Mâalej, M., Kapseu, C.,** Empirical approach of the kinetics of drying of dates. *Sc of food.* Vol.16, N°6, pp 593-606.

- Keey R.B, (1972).** Drying Under Constant External Conditions, *In Drying Principles and Practices*. Oxford, pp 203.
- Kendri, S., (1999).** Caractéristiques biochimiques de la biomasse 'Saccharomyces cerevisiae' produite à partir des dattes variété Ghars. Mémoire d'Ingénieur Agronome. Département d'Agronomie Batna. pp51.
- Khalil, K.E., Abd-El-Bari, M.S., Hafiz, N.E., Entsar, Y.A., (2002).** Production, evaluation and utilization of date syrup concentrate (Debis). *Egypt Journal. Food. Scs.* Vol 30 N° 2, pp 179-203.
- Khenfar, B., (2004).** Contribution à l'étude de quelques caractéristiques morphologiques de quatre cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) dans la région de droh (Wilaya de Biskra). *Mémoire d'Ingénieur. Département d'Agronomie.* Batna, pp 87.
- Kim, C.J., Yoon, S.K., Kim, H.I., Park, Y.H., Oh, H.M., (2006).** Effect of *Spirulina platensis* and probiotics as feed additives on growth of shrimp *fenneropenaeus chinensis*. *Journal. Microbiol. Biotech.* Vol 16, pp1248-1254.
- Kol'chugina I.B., et Markarova E.N., (2005).** Role of sodium ions and their uptake by cells of cultured blue-Green algae, *Spirulina platensis* and *Spirulina maxim.* *Microbiology.* Vol 74, N°6, pp 646-649.
- Korsmeyer, R.W., Gurny, R., Docler, E., Buri, P., (1983).** Peppas, Mechanism of soluterelease from porous hydrophilic polymers. *Int. Journal.Pharm.* Vol 15, pp 25–35.
- Kosaric, N., Nguyen, H.T., Bergougnou, M. A., (1974).** Growth of *Spirulina maxima* algae in influents from secondary waste-water treatment plants. *Biotech. and Bioengineer.* VolXVI, pp 881-896.
- Labuza, TP., (1973).** Effects of dehydration and storage, *Food Technol*, Vol 27, pp 20–26.
- Langlade, M.J., Alliod, R., Charpy, L., (2008).** Utilisations de la spiruline autrement que pour traiter la malnutrition. URCYROCO, IRD, COM. Paris.
- Lapornik, B., Prosek, M., Wondra, A.G., (2005).** Comparaison of extracts prepared from plant by products using different solvents and extraction. *Journal of Food Engineering.* Vol 71, N° 2, pp 214-222.
- Lavallée Côté, L., et Dubost-Bélaïr, M., (2000).** Dans : Chagnon Decelles D., Daignault Gélinas M., Lavallée Côté L. et coll. Manuel de Nutrition Clinique, 3^{ème} Ed. Montréal, Ordre professionnel des diététistes du Québec.
- Lefevre, P., Dupas, H., (2003).** Method for preparing a sweetening tablet and resulting sweetening tablet, *WIPO Patent Application*, WO/2003/00192.

- Lewin, R.A., (1980).** Uncoiled variants of *Spirulina platensis* (Cyanophyceae: Oscillatoriaceae). *Arch. Hydrobiol. Suppl. Algal Stud.* Vol 60, N° 26, pp 48-52.
- Li, H.B., Cheng, K.W., Wong, C.C., Fan, K.W., Chen, F., Jiang, Y., (2007).** Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fractions of selected microalgae. *Food. Chemistry.* N°102, pp 771-776.
- Liang, C.M., (1999).** Treatment of vascular Leakage and related syndrome such as asptic shack by administration of metalloproteinase inhibitors. *Us. Pateni.* N° 5, pp 866-570.
- Liang, A.C. and Chen, L. I. H., (2001).** Fast-dissolving intraoral drug delivery systems: a review. *Expert.Opin. Ther. Patents.* Vol 11, pp 981-986.
- Limmatvapirat, S., Limmatvapirat, C.H., Puttipipatkachorn, S., Nunthanid, J., Luangtana-anan, M., Sriamornsak, P., (2008).** Modulation of drug release kinetics of shellacbased matrix tablets by in-situ polymerization through annealing process. *Eur. Journal. Pharm. Biopharm.* Vol 69, pp1004–1013.
- Löbenberg, R., Steinke, W., (2006).** Investigation of vitamin and mineral tablets and capsules on the Canadian market. *Journal. Pharm. Pharm. Sci.* Vol 9, N°1, pp 40–49. www.cspsCanada.org.
- Loukidou, M.X. Zouboulis, A.I., Karapantsios, T.D., Matis, K.A., (2004).** Equilibrium and kinetic modeling of chromium (VI) biosorption by *Aeromonas caviae*. *Colloids and surface A. Physico. Chem. Eng. Aspects.* Vol 242, pp 93 – 104.
- Lüning, K.,(1990).** Seaweed. Their environment, biogeography, and ecophysiology. *In: Yarish, C., Kirkman, H. (Ed), Wiley, New York, USA,* pp 572.
- Manoj G., Venkataraman L.V., Srinivas, L., (1992).** Antioxydant properties of spirulina (*Spirulina platensis*). *Seshadri and Bai Spirulina MCRC.* pp 48-154.
- Maskan, M., (2002).** Effet of processing on hydration kintics of three weat products of the same variety. *Journal of Food Engineering.* Vol 52, pp 337-341.
- Maccoll, R., (1998).** Cyanobacterial phycobilisomes. *Journal. Struct. Biol.* Vol 124, pp 311–334.
- Mahadev, G.B., (2005).** Global harmonization of herbal health claims. *Journal of Nutrition.* Vol 131, N° 3, pp 35-11205.
- Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E., Kefalas, P., (2005).** Phénolique profil and antioxydant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoeinix dactylifera*). *Journal Food Chemistry.* Vol 89, pp 411-420.

- Marquez, FJ., Nishio, N., et Nagai, S., (1995).**Enhancement of biomass and pigment production during growth of *Spirulina platensis* in mixotrophic culture. *Journal. Chem. Tech. Biotechnol.*Vol 62, pp159–164.
- Marquez, FJ., Sasaki, K., Kakizono, T., Nishio, N., et Nagai, S., (1993).**Growth characterization of *Spirulina platensis* in mixotrophic and heterotrophic conditions. *Journal. Ferment. Bioeng.*Vol 76, pp 408–410.
- Matallah, S., (1970).**Contribution à la Valorisation de la **Datte** Algérienne', Thèse Ingénieur. INA, El Harrach, pp103.
- Materassi, R., Tredici, M., Ballon, W., (1984).**Spirulina culture in sea water. *App. Microbiol. Biotechnol.* Vol 19, pp 384, 386.
- Mélard, G., (1991).**Statistique et mathématiques appliquées : Méthodes de prévision à court terme. Ed Ellipses, Paris, pp. 171-389.
- Melgi, M.A, Sourial, G.F., (1982).**Fruit quality and general evaluation of some cultivars grown under conditions of barrage region. Ed First Symposium on the Date Palm, Saudi Arabia, 23-25 March, pp 212-220.
- Merchant, H.A., Shoaib, H.M., Tazeen, J., Yousuf, R.L.,(2006).** Once-daily tablet formulation and in vitro release evaluation of cefpodoxime using hydroxypropyl methylcellulose:a technical note, AAPS. *Pharm. Sci. Tech.* Vol 7, N° 3, pp 1–6.
- Messar, E.M., (1996).** Le secteur phoenicicole algérien : Situation et perspectives à l'horizon 2010. Options Méditerranéennes : Série A. *Séminaires Méditerranéens* : n°28.
- Miller, M., (1959).** 'Use of Denitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar'. *Anal Chem.* Vol 31. N° 3, pp 426-428.
- Minkova, K.M., Tchernov, A.A., Tchorbadjieva, M.I., Fournadjieva, S.T., Antova, R.E., et MCH (2003).** Purification of C-phycocyanin from *Spirulina (Arthrospira) fusiformis*. *Journal. Biotechnol.*Vol 102, pp55–59.
- Mohammed, S., Shabana, H.R., Mawloud, E.A., (1983).** Evaluation and identification of Iraqi date cultivars. Fruits characteristics of fifty cultivars. *Journal. Date. Palm.* Vol 2, pp 27-55.
- Nakbanpate W., Thiravetyan P., Kalambaheti C., (2002).** Comparison of gold adsorption by *Chlorella vulgaris*, rice husk and activated carbon. *Miner. Eng.*Vol15, pp 549-552.
- Nathan, P., (2006).** Le guide de l'alimentation à l'usage des familles. Une alimentation équilibrée.www.alimentation france.com

- Ndindayino, F., (2002)**. Isomalt comme excipient dans la fabrication des comprimés. Thèse de Doctorat en Sciences Pharmaceutiques Vakgroep Geneesmiddelenleer Harelbekestraat 72, B-9000 Gent.
- Nelson, N., (1944)**. A photometric adaptation of de somoggi method of determination. *Journal. Biol. Chem.* Vol 153, pp 375-380.
- NF V December 05-109,(1970)**. Produced agriculture. Products derived from the fruits and vegetables. Conventional determination of the soluble dry residue, Refractometric method.
- Niu, J.F., Wang, G.C., Lin, X.Z., et Zhou, B.C., (2007)**. Large-scale recovery of C-phycocyanin from *Spirulina platensis* using expanded bed adsorption chromatography. *Journal. Chromatogr. B.* Vol 850, pp 267–276.
- Norme CEE-ONU DF-08**. ‘Norme concerne la commercialisation et le contrôle de la qualité commerciale des dattes entières’.
- Norme **Codex Alimentarius., (2005)**. Norme générale Codex pour les jus et les nectars de fruits. Codex Stan 247, pp1-19.
- Norme CODEX STAN 143 (1985)**. ‘Codex Alimentarius’. Ré 1-1991. Vol 1.
- Norme NF ISO 8587 Mai (1989). Test de Friedman. Classification des produits deux à deux.
- Nunes, R.V., Rhim, J.W., Swartzel, K.R., (1991)**. Kinetic parameter evaluation with linearly increasing temperature profiles: integral methods. *Journal. Food. Sci.* Vol 56, pp 1433–1437.
- Okoye, E.I., Onyekweli, A.O., Ohwoavworhua, F.O., Kunle, O.O., (2009)**. Comparative study of some mechanical and release properties of paracetamol tablets formulated with
- Oliveira, E.G., Rosa, G.S., Moraes, M.A., et Pinto, L.A.A., (2008)**. Phycocyanin content of *Spirulina platensis* dried in spouted bed and thin layer. *Journal. Food. Process. Eng.* Vol 31, pp 34–50.
- Ould El Hadj, M.D., Sebihi, A.H., Siboukeur, O., (2001)**. Qualité hygénique et caractéristique physico-chimique du vinaigre traditionnel de quelques variétés de dattes de la cuvette de Ouargla. *Revue. Energies. Renouvelables. Production et valorization. Biomasse.* pp 87-92.
- Owen, P.L., Johns, T., (1999)**. Xanthine oxidase inhibitory activity of north eastern North America cashew tree gum, povidone and gelatin as binders, *Afr. Journal. Biotechnol.* Vol 8, N°16, pp 3970–3973.
- Park, K.J.; Alonso, L.F.T., Godoi, L.F.G. Beans., (1996)**. (*Phaseolus vulgaris* L.) Characteristic drying curve, Proceedings of the 10th International Drying Symposium Drying’. Vol 96, pp 1001-1008.

- Parojcic, J., Vasiljevic, D., Ibric, S., Djuri, Z., (2008).** Tablet disintegration and drug dissolution in viscous media: paracetamol IR tablets. *Int. Journal. Pharm.* Vol 355, pp 93–99.
- Pasqualoto, K.F.M., Teofilo, R.F., M. Guterres, M., Pereira, F.S. Ferreira, M.M.C. (2007).** A study of physicochemical and biopharmaceutical properties of Amoxicillin tablets using full factorial design and PCA biplot, *Anal. Chim. Acta.* Vol 595, pp 216–220.
- Patel, A., Mishra, S., Pawar, R., et Ghosh, P.K., (2006).** Antioxidant potential of phycocyanin isolated from cyanobacterial species. *Indian. Journal. Biochemistry & Biophysics.* Vol 43, pp 25-31
- Patil, G., et Raghavarao, K., (2007).** Aqueous two phase extraction for purification of C-phycocyanin. *Journal. Appl. Mic. Biotech.* Vol 77, pp 69-75.
- PE, Juin (2007).** Pharmacopée Européenne. Sixième édition Tome 1, N°50.
- Pierlovisi, C., (2007).** L'Homme et la Spiruline: Un avenir commun? Composition chimique,
- Pisha, E., et Pezzuto, J.M., (1994).** Fruits and vegetables containing compounds that demonstrate pharmacological activity in humans. *Economic. Medicinal Plant. Research.* Vol 6, pp 189- 233.
- Poernomo, A.; Giyatmi Fawzya, Y.N., Ariyani, F., (1992).** Salting and Drying of Mackerel (*Rastrelliger kanaguta*), *ASEAN .Food .Journal.* Vol 17, N° 3, pp 141-146.
- Puyfoulhou, G., Rouanet, J.M., Besançon, P., Baroux, B., Baccou, J.C., Caporiccio, B., (2001).** Iron availability from iron-fortified spirulina by in vitro digestion/ Caco-2 cell culture model. *Journal. Agri. Food. Chem.* Vol 49, pp 165-169.
- Rahal, K., (2005).** Standardisation de L'antibiogramme en Médecine Humaine à l'Echelle Nationale selon les recommandations de l'OMS, 4^{ème} édition, Ed Ministère de la Santé, de la Population et de la Réforme Hospitalière.
- Rahman, M.S., Kasapi, S., Al. Kharusi, N.S.Z., Al Marhubi, I.M., Khan, A .J., (2007).** Composition, characterization and thermal transition of date pits powders. *Journal. Food. Engineering.* Vol 80, pp 1-10.
- Ramesh, M.N., (2000).** Effet of cooking and drying on the thermal conducting of rice. *Int. Journal. Food. Properties.* Vol 3, N°1, pp77-92.
- Rangsayatorn, N., Pokethitiyook, P., Upatham, ES., Lanza, GR., (2004).** Cadmium biosorption by cells of *Spirulina platensis* TISTR 8217 immobilized in alginate and silica gel. *Environ Int.* Vol 30, N° 1, pp 57-63.
- Razi, M., (1993).** Contribution à l'étude de la valeur nutritive du jus de quatre varieties dattes molles (*Ghars, Itma, Tanslit, Takermoust*) en comparaison avec le miel d'abeille. *Mémoire d'Ingénieur Agronome.* I.T. A.S. Ouargla, pp 66.

- Reddy, C.M., Bhat, V.B., Kiranmai, G., Reddy, M.N., Reddanna, P., Madyastha, K.M., (2000).** Selective inhibition of cyclooxygenase-2 by C-phycoyanin, a biliprotein from *Spirulina platensis*, *Biochem. Biophys. Res. Commu.* Vol 3, pp 599–603.
- Reynes, M., Bouabidi, H., Piombo, G., Risterrucci, A., (1994).** Characterisation des principales variétés des dattes cultivées dans la région de Tozeur. *Fruits.* N° 49, pp 289-298.
- Ribereau-Gayon, J., Peynaud, E., Sudraud, P., Ribéreau-Gayon, P., (1972).** Sciences et Techniques. Tome 1. Ed Dunod Paris. pp 671.
- Richmond, A., et Grobbelaar, J.U., (1986).** Factors affecting the output rate of *Spirulina platensis* with reference to mass cultivation. *Biomass.* Vol 10, pp253–264.
- Rippka, R., Deruelles, J., Waterbury, J.B., Herdman, M., and Stanier, R.Y., (1979).** Generic assignments, strain histories and properties of pure cultures of Cyanobacteria. *Journal. Gen. Microbiol.* Vol 111, pp 1-61.
- Rito-Palomares, M., Nunez, L., et Amador, D., (2001).** Practical application of aqueous two-phase systems for the development of a prototype process for C-phycoyanin recovery from *Spirulina maxima*. *Journal. Chem. Techn. Biotechnol.* Vol 76, pp1273–1280.
- Robert, D., et Roland., (1998).** Biologie végétale. Caractéristiques et stratégie évolutive des plantes. Organisation cellulaire. Vol 1, pp151.
- Romay, C.H., González, R., Ledón, N., Ramirez, D., Rimbau, V., (2003).** C-phycoyanin: a biliprotein with antioxidant, anti-inflammatory and neuroprotective effects. *Curr. Prot. Pept. Sci.* Vol 4, pp 207–216.
- Ruiz, G., (2005).** Extraction, Détermination Structurale et Valorisation Chimique de Phycocolloïdes d'Algues Rouges. Thèse N°: 58-2005. Chimie appliquée-Chimie des Substances Naturelles. Université de Limoges.
- Sainclivier, M., (1985).** Halieutic Food Industry, Scientific and Technical bulletin of the ENSAR, Vol 2, pp163-218.
- Saitoh T., Nakagaki N., Uchida Y., Hiraide, M., (2001).** Spectrophotometric determination of some functional group on *Chlorella* for the evaluation of their contribution to metal uptake. *Anal Sci.* Vol 17, pp 793-795.
- Sall, M., Dankoko, B., Badiane, M., Ehua, E., Kuakuwi, N. (1999).** La spiruline: une source alimentaire à promouvoir. Médecine d'Afrique Noire. Vol 46, N° 3.
- Santillan C., (1974).** Cultivation of the Spirulina of Human Consumption and for Animal Feed *International Congress of Food Science and Technologie.* Madrid (Spain) September.

- Santoyo, S. M., Herrero, F.J., Senorans, A., Cifuentes, E., Ibanez and Jaime, L., (2006).** Functional characterization of pressurized liquid extracts of *spirulina platensis*. *Eur.Food. Res. Technol.* Vol 224, pp 75-81.
- Santoyo, S., Rodriguez-Meizoso, I., Cifuentes, A., Jaime, L., Garcia-Blairsy Rina, G., Senorans, F.G., Ibanez, E., (2009).** Green processes based on the extraction with pressurized 3 fluids to obtain potent antimicrobials from *Haematococcus pluvialis* microalgae. *Food.Sciences Technology.* Vol 42, pp 1213-1218.
- Sayah, Z., et Ould El Hadj, MD., (2010).** Etude comparative des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques des dattes de la cuvette d'Ouargla. *Annales des Sciences et Technologie* Vol. 2, N° 1, Juin 2010
- Schimmerling, P., Sisson, J.C., & Zaidi, A., (1998).** Pratique des plans d'expériences. Tech & Doc Lavoisier, Paris. pp 61-438.
- Schmidt, R.A., Wiebe, M.G., et Eriksen, N.T., (2005).** Heterotrophic high cell-density fed-batch cultures of the phycocyanin producing red alga *Galdieria sulphuraria*. *Biotechnol Bioeng.* Vol 90, pp77–84.
- Shizhong, L., Xueming, L., Feng, C., et Zijian, C., (2004).** Current microalgal health food R & D activities in China. *Hydrobiologia.* Vol 512, pp 45–48.
- Siboukeur, O., (1997).** Qualité nutritionnelle, hygiénique et organoleptique du jus de dattes. Thèse Magister INA El-Harrach, Alger, pp 106.
- Skulachev V.P., (1989).** Bioenergetika :Membrannye preobra-zovateli energii. *Bioenergetics : Membrane Energy Converters. Moscow : Vysshaya Shkola.* p271.
- Soares, L.A.L., Ortega, G.G., Petrovick, P.R., Schmidt, P.C., (2005).** Dry granulation and compression of spray-dried plant extracts. *AAPS. Pharm. Sci. Tech.* Vol 6, N° 3, pp 359–366.
- Solisio, C., Lodi, A., Torre, P., Converti, A., Del Borghi, M., (2006).** Copper removal by dry and rehydrated biomasse of *Spirulina platenis*.
- Soni, B., Kalavadia, B., Trivedi, U., et Madamwar, D., (2006).** Extraction, purification and characterization of phycocyanin from *Oscilla- Dwarka*, Gujarat, India. *Journal. Process Biochem.* Vol 41, pp 2017–1023.
- Soni, B., Trivedi, U., et Madamwar, D., (2008).** A novel method of single step hydrophobic interaction chromatography for the purification of phycocyanin from *Phormidium fragile* and its characterization for antioxidant property. *Bioresour Technol.* Vol 99, pp188–194.
- Spolaore, P., Joannis-Cassan, C., Duran, E., Isambert, A., (2006).** Commercial Applications of Microalgae. *Journal .Bioscience. Bioengineering.* Vol 101, pp 87-96.

- Sriamornsak, P., Thirawong, N., Weerapol, Y., Nunthanid,J., Sungthongjeen, S., (2007).** Swelling and erosion of pectin matrix tablets and their impact on drug release behavior. *Eur. Journal. Pharm. Biopharm.* Vol 67, pp 211–219.
- Statistique CUBIA (2000).** Projet de Développement de la production de spirulines. Tractebel Consult en Association avec le Centre Universitaire de Biotechnologie Algale (CUBIA). www.fao.org.
- Stec, B., Troxler, RF., et Teeter, M.M., (1999).** Crystal structure of C- phycocyanin from *Cyanidium caldarium* provides a new per-spective in phycobilisome assembly. *Biophys Journal.* Vol 76, pp 2912–2921.
- Sun, L., WAang, S., Chen, L., et Gong, X., (2003).** Promising fluorescent probes from phycobiliproteins. *IEEE Journal. Sel. Top. Quantum. Electron.* Vol 9, pp177–188.
- Tortora, G.J., et Anagnostokos,N.P., (1987).** Principes d’anatomie et de physiologie. Ed INC 5^{ème} édition. pp 688-693.
- Toutain, G., (1977).** Eléments d’Agronomie Saharienne : de la Recherche au Développement. Ed Jouve. Paris Vol 276.
- Tredecì ,MR., Papuzzo, T., Tomaselli, L., (1986).** Outdoor mass culture of *Spirulina maxima* in sea-water. *Appl Microbiol. Biotech.* Vol 24, pp 47-50.
- Tredici, MR., Carlozzi, P., Zittelli, GC., et Materassi.,(1991).**A vertical alveolar panel for outdoor mass cultivation of microalgae and cyanobacteria. *Journal.Bioresour.Technol.*Vol 38,pp 153-159.
- Troxler, R.F., Ehrhardt., M.M., Brown-Mason, A.S., et Offner, G.D., (1981).** Primary structure of phycocyanin from the unicellular rhodophyte *Cyanidium caldarium*. II. Complete amino acid sequenc of the b subunit. *Journal. Biol. Chem.* Vol 256, pp12176–12184
- UNICEF, (1996).** Spiruline contre la mal nutrition. Ann. Rep. pp 49-51
- Vercautern , J., Cheze, C., Triau, J., (1996).**Polyphenols. Ed INRA. Vol 96, pp 31-43.
- Vinson JA, Zubik L, (2005).**[Dried fruits: excellent in vitro and in vivo antioxidants.](#) *Journal. Am. Coll. Nutr.* Vol 24, pp 44-50.
- Vonshak, A., (1997).***Spirulina platensis (Arthrospira): physiology Cell Biology and Biotechnology.* Taylor & Francis LTD. Hants- Landon.
- Vonshak, A., Cheung, SM., et Chen, F., (2000).**Mixotrophic growth modifies the response of *Spirulina (Arthrospira) platensis* (Cyanobacteria) cells to light. *Journal Phycol.* Vol36, pp 675–679.

- Wihitton , B.A., et Potts, M., (2000).**Introduction to the cyanobacteria, 1-11, in"The Ecology of Cyanobacteria : their diversity in time and space". Ed Boston, Kluwer Academic publishers.
- Wilmotte, A., (2007).** Les cyanobactéries, comment exploiter au mieux la lumière? *In: Probio Service. Recueil trimestriel. 26^{ème} année. N°3, pp 219-230. Association des professeurs de biologie PROBIO ASBL. (Belgium).*
- Wu, B., Tseng, CK., Xiang, W., (1993).** Large-scale cultivation of *Spirulina* in seawater based culture medium. *Bot Mar. Vol36, pp 99-102*
- Wu, L.C., Ho, J.A., (2007).** Antioxoydative and Hepatoprotective Effects of *Spirulina* In Gershwin & Belay (ed.) *Spirulina in Human Nutrition and Health.* pp 119-151.
- Yahiaoui, K., (1998).**Caractérisation pjysico_chimique et l'évolution du brunissement de la datte Deglet-Nour au cours de la maturation. Thèse de Magister. INA El Harrach Alger, pp 103.
- Yamaguchi, K., (1997).**Recent advances in microalgal bio-science in Japan, with special reference to utilization of biomass and metabolites: a review, *Journal. Appl. Phycol.*Vol 8, N°6, pp 487–502.
- Youssef, M.K.E., El-Geddawy, M.A.H., El-Rify, M.N.N., Ramadan, B.R., (1992).** ‘Study of Amino Acide-organic Acide and Free Sugar Compostion of New Valley Dates and Certain Date Produits’. *Acta Aliment.* N° 221. pp 325-335.
- Youssif, O.M., Osman, M.F., Alhadrami, G.A., (1996).** Evaluation of dates and date pits as dietary in ingredients in tiapia(*Oreochromis aureus*) dites differing protein sources. *Bioressource.Technology.* Vol 57, pp 81-85.
- Xinde, X., Shanjing,Y., Ning, H., Bin, S.H., (2007).** Measurement and influence factors of theflowability of microcapsules with high content β carotene, *Chin. Journal. Chem. Eng.* Vol 15, N°4, pp 579–585.
- Xu, C.W., (1993).** An instant algal noodle and its production method, Chinese PatentCN1077857A.
- Zarrouk, C., (1966).** Contribution à l'étude d'une cyanophycée: influence de divers facteurs physiques et chimiques sur la croissance et la photosynthèse de *Spirulina maxima* (Setch et Gardna) Geitler. Thèse Doctorat. Faculté des Sciences. Université de Paris.
- Zeng, M. T., et Vonshak, A., (1998).**Adapatation of spirulina platensis to salinity stress. *Comp. Biochem. Physiol. Part. A. Mol. Integr. Physiol.* Vol 120, pp 113-118.
- Zeng, Z., Liang, M.S., (1995).**Production of Spirulina drink,(in Chinese).*Food. Sci.* Vol 16, N°7, pp39–418.

-Zitelli, G.C., Tomasello, V., Pinzani, E., et Tredici, M.R., (1996).Outdoor culture of *Arthrospira platensis* during autumn and winter in temperate climate. *Journal. Appl. Phycol.* Vol 8, pp 293–301.

-Zuurman, K., Van der Voort Maarschalk, K., Bolhuis, G.K., (1999).Effect of magnesium stearate on bonding and porosity expansion of tablets produced from materials with different consolidation properties. *Int. Journal. Pharm.* Vol 179, pp 107-115.

Sites web

[1] Les algues AFA (<http://www.patou.biz/afa.htm>).

Annexes

ANNEXE N°1

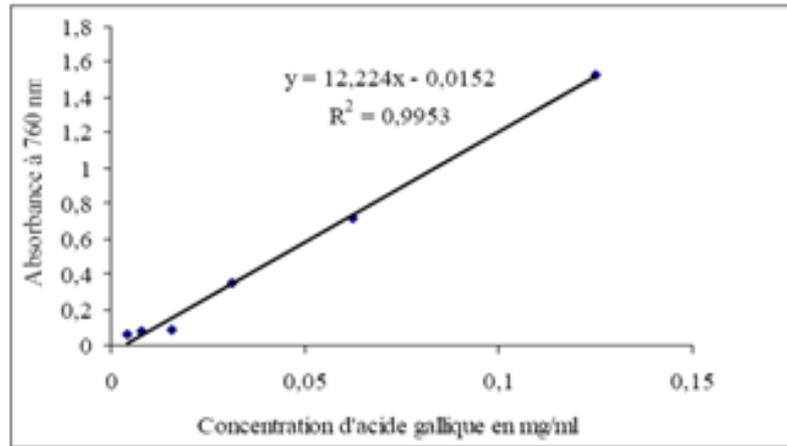


Figure 1 : Absorbance en fonction de la concentration en acide gallique

ANNEXE N°2

Fiche d'appréciation

Nom :

Date

Prénom :

Age : poids : taille

Cinq échantillons de poudres sont disposés chacun sur une assiette blanche.

Les cinq poudres sont classées par 48 sujets selon l'intensité de leur saveur

(L'acceptabilité générale) par ordre décroissant.

ANNEXE N° 3

Tableau 3 : Composition moyenne des principaux aliments ur 100g de partie comestible (PRENOT et VERLING, 2001)

Aliments	Energie métabolisable (énergie après digestion et absorption)	Eau	Éléments minéraux										Vitamines hydrosolubles							Vitamines liposolubles							
			Protides	Lipides	Glucides assimilables	Sodium	Potassium	Phosphore	Calcium	Magnésium	Fer	Zinc	Acide ascorbique (C)	Thiamine (B1)	Riboflavine (B2)	Amide nicotinique (PP)	Pyridoxine (B6)	Acide folique (B9)	Cobalamine (B12)	Carotène (provit. A)	Ascorputol (A)	Calcérolol (D)	Activité vit. E (α tocophérols)	Total des fibres végétales			
KJ	Kcal	g	g	g	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	g		
Céréales et dérivés																											
Avoine (fibres)	1455	350	10	7	61,2	5	335	391	54	139	46	4,6	4,4	0	0,59	0,15	1	0,16	2,4	0	0	0	0	0	0	0	6,6
Blé	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	0	10,6
Blé dur (fibres)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	0	10,6
Blé tendre (type 55)	1003	242	35	8,2	1,2	51,6	500	130	30	30	0,95	0,5	0,5	0	0,14	0,06	0,5	0,04	1,5	0	0	0	0	0	0	2,80	
Blé tendre (type 70)	841	201	37,5	6,7	41,6	553	177	111	17	17	1,7	3,5	3,5	0	0,14	0,07	1,2	0,095	1,5	0	0	0	0	0	0	4,10	
Blé tendre (type 85)	825	197	41,7	7,6	40,7	380	270	26,5	65	9,2	2,2	2,1	2,1	0	0,12	0,05	1,3	0,06	4,0	0	0	0	0	0	0	6,30	
Blé tendre (type 90)	1384	318	8,5	1,0	4,3	75,6	350	160	6,0	6,0	0,2	0,2	0,2	0	0,11	0,05	1,3	0,06	4,0	0	0	0	0	0	0	6,30	
Blé tendre (type 95)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 100)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 105)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 110)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 115)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 120)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 125)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 130)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 135)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 140)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 145)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 150)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 155)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 160)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 165)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 170)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 175)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 180)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 185)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 190)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 195)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 200)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 205)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 210)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 215)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 220)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 225)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 230)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 235)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 240)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 245)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 250)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 255)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 260)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 265)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 270)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 275)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 280)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 285)	1327	296	13,5	1,5	7,1	2,8	292	406	42,7	147	3,3	4,1	4,1	0	0,11	0,08	0,5	0,10	1,6	0	0	0	0	0	0	10,6	
Blé tendre (type 290)	1327	296																									

ANNEXE N°4

1. Modélisation du taux d'extraction des polyphénols dans F₁ à T50°C.

Les résultats obtenus du dosage des polyphénols de la formulation F₁ à 50°C sont donnés dans le tableau 1.

Tableau 1: Matrice d'expériences pour l'extraction des polyphénols dans F₁ à T 50°C.

N°essai	X ₁	X ₂	X ₃	Y ₁	Y ₂	Y ₃	\bar{y}	σ^2
1	1	0	0	5,133	4,971	5,213	5,1056	0,0304
2	0	1	0	1,084	1,345	1,394	1,3076	0,0588
3	0	0	1	3,416	3,054	3,867	3,445	0,331
4	1/6	1/6	2/3	3,295	3,158	2,618	3,0236	0,2562
5	1/3	1/3	1/3	6,027	5,463	5,116	5,535	0,4228
6	1/2	0	1/2	4,963	4,069	5,116	4,716	0,639
7	1/2	1/2	0	4,794	5,189	5,261	5,081	0,1264
8	0	1/2	1/2	2,369	2,675	2,328	2,4573	0,0719
9	2/3	1/6	1/6	3,851	4,423	5,141	4,471	0,08356
10	1/6	2/3	1/6	3,819	3,892	3,183	3,631	0,2713
								$\Sigma=2,29$ 10

Le test de Cochran donne une valeur calculée

$C_c = \frac{\delta^2\{Y\}_{\max}}{\Sigma\delta^2\{Y\}} = 0,278 < C_t (v=m-1=2, \alpha = 0,05, N=10) = 0,445$, donc les variances sont homogènes et l'expérience est reproductible.

1.1. Paramètres du modèle

Le tableau 2 illustre les paramètres du modèle (F₁ à 50°C)

Tableau 2 : Les paramètres du modèle (F₁ à 50°C)

b ₁	b ₂	b ₃	b ₁₂	b ₁₃	b ₂₃	b ₁₂₃
5,1056	1,3076	3,445	7,4976	1,7628	0,324	9,855

$$\delta^2\{Y\} = \frac{2,2913}{10} = 0,23, \quad \delta^2\{\bar{y}\} = \frac{0,23}{2} = 0,115$$

$$\delta^2\{b_k\} = \frac{0,115}{10}, \quad \delta\{b_k\} = 0,1072$$

1.2. Test de signification des coefficients de régression

Les valeurs des paramètres du modèle et les coefficients de Student correspondant sont données dans le tableau 3.

Tableau 3: Les paramètres du modèle (polyphénols de F₁ à 50°C) et leurs critères de Student calculés

b_k	t_c	t_t	Signification
5,1056	167,947	2,086	S
1,3076	22,238		S
3,445	10,407		S
7,4976	59,316		S
1,7628	2,758		S
0,324	4,506		S
9,855	23,308		S

Les paramètres sont jugés significatifs si $t_c > t_t$ ($\alpha = 0,025$, $N=10$,
 $v = N(m-1)=20$)=2,086.

$T_c > t_t$

Tous les effets des facteurs ainsi calculés sont significatifs et le modèle peut donc s'écrire :

$$\text{Taux de polyphénols (F}_1 \text{ à 50°C)} = 5,1056X_1 + 1,3076X_2 + 3,445X_3 + 7,4976X_1X_2 + 1,7628X_1X_3 + 0,324X_2X_3 + 9,855X_1X_2X_3$$

Tableau 4 : Les valeurs calculées pour la validation du modèle

N° essais	\bar{y}	Y_c	$(\bar{y} - Y_c)^2$
1	5,1056	5,1056	0
2	1,3076	1,3076	0
3	3,445	3,445	0
4	3,445	3,8056	0,1300
5	5,535	4,351	1,4018
6	4,716	4,275	0,194
7	5,081	3,2066	3,513
8	2,4573	2,376	0,0066
9	4,471	5,233	0,580
10	2,124	3,21484	1,1898
			$\Sigma=7,0152$
			10

1.3. La validité du modèle (test de Fisher)

$$\delta_1^2\{y\} = \frac{\Sigma(\bar{y}-y_c)^2}{N-C} = \frac{7,0152}{8} = 0,8769$$

$$F_c = \frac{\delta^2\{\bar{y}\}}{\delta_1^2\{y\}} = \frac{0,115}{0,8769} = 0,131$$

F_t { $p=0,95$, $f_1=N-C$, $f_2=N(m-1)$ } d'où { $f_1=10-2=8$; $f_2=10(3-1)=20$ }.

$F_t = 3,15$ $F_{C} < F_t$ donc le modèle est adéquat.

Les graphiques de surface et la droite de Henry du modèle sont illustrés dans les figures (1, 2 et 3).

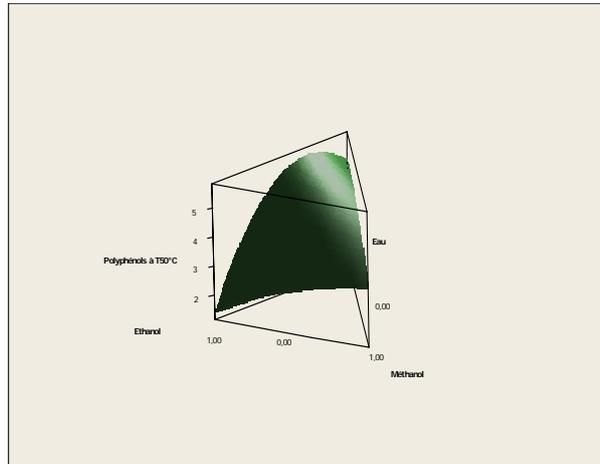


Figure 1 : Graphique de surface (taux de polyphénols de F₁ à 50°C)

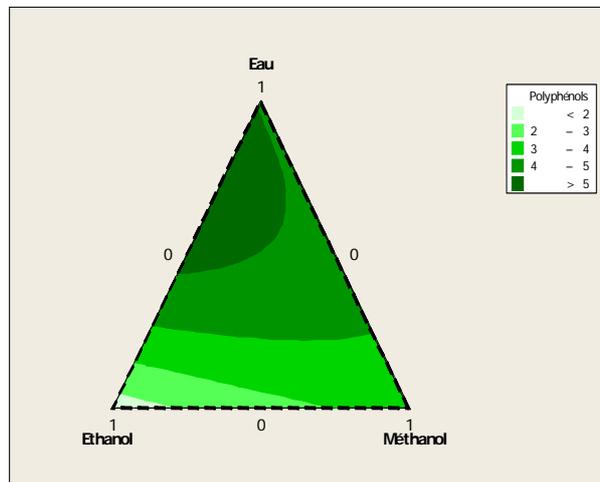


Figure 2 : Graphique de contour (taux de polyphénols dans F₁ à 50°C).

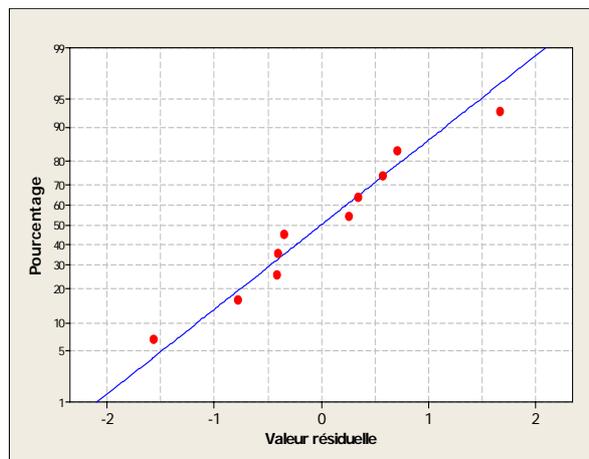


Figure 3: Droite de Henry (polyphénols dans F₁ à 50°C).

ANNEXE N°5

2. Modélisation du taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 30°C

Le tableau 5 regroupe les résultats des taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 30°C.

Tableau 5 : Taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 30°C.

N°essai	X ₁	X ₂	X ₃	Y ₁	Y ₂	Y ₃	\bar{y}	σ^2
1	1	0	0	0,7010	0,560	0,5121	0,6110	0,00135
2	0	1	0	0,2256	0,1208	0,1772	0,1745	0,00344
3	0	0	1	0,4593	0,7574	0,4996	0,4794	0,00867
4	1/6	1/6	2/3	1,5273	1,3698	0,9186	1,2719	0,02218
5	1/3	1/3	1/3	0,4915	0,5801	-	0,5358	0,000436
6	1/2	0	1/2	0,5318	0,5882	0,4512	0,5237	0,00105
7	1/2	1/2	0	0,2175	0,3303	0,2900	0,2792	0,000726
8	0	1/2	1/2	0,6365	0,5640	0,6204	0,6069	0,000322
9	2/3	1/6	1/6	0,0161	0,00805	-	0,0120	0,00001
10	1/6	2/3	1/6	0	0	0	0	0
								$\Sigma=0,0374$

Le test de Cochran donne une valeur calculée

$$C_c = \frac{\delta^2\{Y\}_{\max}}{\Sigma\delta^2\{Y\}} = 0,5930 < C_t (v=m-1=2, \alpha = 0,05, N=10) = 0,445, \text{ donc les variances sont}$$

homogènes et l'expérience est reproductible.

2.1. Paramètres du modèle

Les paramètres du modèle sont résumés dans le tableau.6.

Tableau 6: Les paramètres du modèle (F₁ à T=50°C).

b ₁	b ₂	b ₃	b ₁₂	b ₁₃	b ₂₃	b ₁₂₃
0,611	0,1745	0,4794	-0,4542	-0,086	1,198	1,3437

$$\delta^2\{Y\} = \frac{0,0374}{10} = 0,00374, \quad \delta^2\{\bar{y}\} = \frac{0,00374}{2} = 0,00187$$

$$\delta^2\{b_k\} = \frac{0,00187}{10}, \quad \delta\{b_k\} = 0,01367$$

2.3. Test de signification des coefficients de régression

Les valeurs des paramètres du modèle et leurs coefficients de Student figurent dans le tableau 7.

Tableau 7: Les paramètres du modèle (polyphénols dans la poudre de datte à 30°C et leurs critères de Student calculés.

b_k	t_c	t_t	Signification
0,611	452,592	2,086	S
0,174	50,726		S
0,4794	55,294		S
-0,4542	625,619		S
-0,086	81,904		S
1,198	3720,496		S
1,3437	301,88		S

Les paramètres sont jugés significatifs si $t_c > t_t$ ($\alpha = 0,025$, $N=10$,

$$v = N(m-1) = 20 = 2,086.$$

$$T_c > t_t$$

Tous les effets des facteurs ainsi calculés sont significatifs et le modèle peut donc s'écrire :

$$\text{Taux de polyphénols (poudre de dattes à 30°C)} = 0.611X_1 + 0.1745X_2 + 0.4794X_3 - 0.45425X_1X_2 - 0.086X_1X_3 + 1.1198 X_2X_3 + 1.3437X_1X_2X_3$$

Tableau 8 : Les valeurs calculées pour la validation du modèle.

N° essais	\bar{y}	Y_c	$(\bar{y} - Y_c)^2$
1	0,6110		0
2	0,1745		0
3	0,4794		0
4	1,2719	0,5527	0,5172
5	0,5358	0,486	0,00248
6	0,5237	0,5452	0,00046
7	0,2792	0,3927	0,00227
8	0,6069	0,3269	0,0784
9	0,0120	0,4874	0,2260
10	0	0,3696	0,1366
			$\Sigma = 0,9634$

2.4. La validité du modèle (test de Fisher)

$$\delta_1^2\{y\} = \frac{\Sigma(\bar{y} - y_c)^2}{N-C} = \frac{0.9634}{8} = 0,120$$

$$F_c = \frac{\delta^2\{\bar{y}\}}{\delta_1^2\{y\}} = \frac{0,00187}{0,120} = 0,01558$$

$F_t\{p=0,95, f_1=N-C, f_2=N(m-1)\}$ d'où $\{f_1=10-2=8; f_2=10(3-1)=20\}$.

$F_t = 3,15$ $F_c < F_t$ donc le modèle est adéquat.

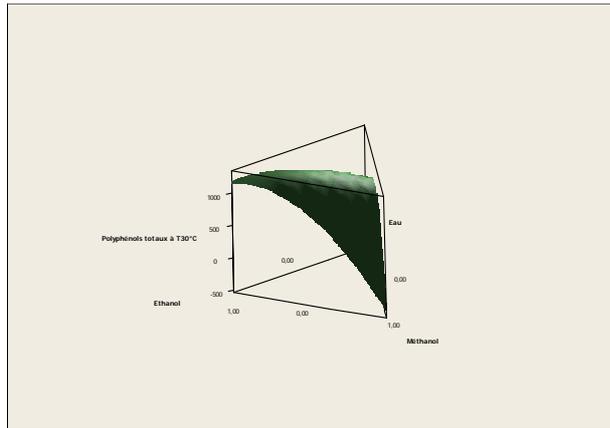


Figure 4 : Graphique de surface de réponse (polyphénols dans la poudre de dattes à 30°C).

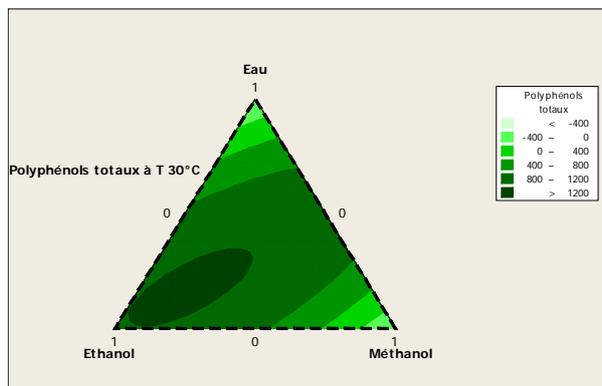


Figure 5: Graphique de contour (taux de polyphénols dans la poudre de dattes à 30°C).

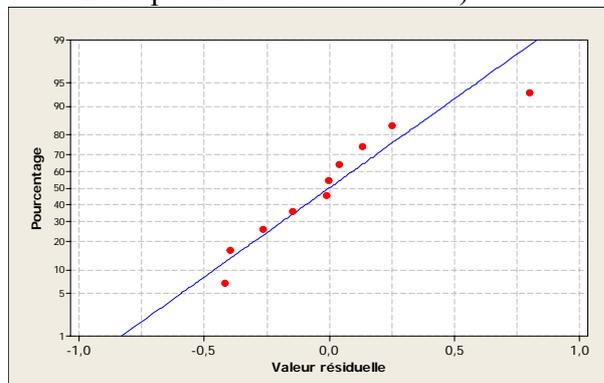


Figure 6 : Droite de Henry (taux de polyphénols Dans la poudre de dattes à 30°C).

ANNEXE N°6

3. Modélisation du taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 50°C

Le tableau 9 résume les résultats des taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 50°C.

Tableau.9 : Taux d'extraction des polyphénols dans la poudre de datte à 50°C.

N°essai	X ₁	X ₂	X ₃	Y ₁	Y ₂	Y ₃	\bar{y}	σ^2
1	1	0	0	1,990	2,1515	2,2481	2,2498	
2	0	1	0	0,5721	0,4996	0,5962	0,556	
3	0	0	1	1,386	1,2409	1,0394	1,2221	
4	1/6	1/6	2/3	1,498	1,9822	1,5713	1,6838	
5	1/3	1/3	1/3	0	0	0	0	
6	1/2	0	1/2	2,3609	2,3609	1,7969	2,1729	
7	1/2	1/2	0	2,1434	1,5060	-	2,3247	
8	0	1/2	1/2	0,8138	2,1595	0,8138	1,2623	
9	2/3	1/6	1/6	1,9017	2,1031	2,1595	2,0547	
10	1/6	2/3	1/6	0,4029	0,4754	0,4190	0,4324	

De la même manière nous avons déterminé le modèle d'extraction des polyphénols dans la poudre de dattes à 50°C. Le modèle ainsi obtenu est comme suit :

$$\text{Taux de polyphénols (poudre de dattes à 50°C)} = 2,1298X_1 + 0,556X_2 + 1,2221X_3 + 3,9272X_1X_2 + 1,9878X_1X_3 + 1,493X_2X_3 - 57,3951X_1X_2X_3$$

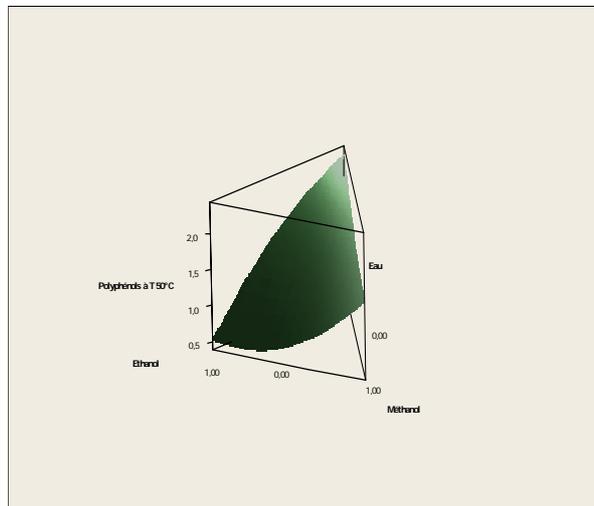


Figure 7: Surface de réponse poudre de dattes à 50°C

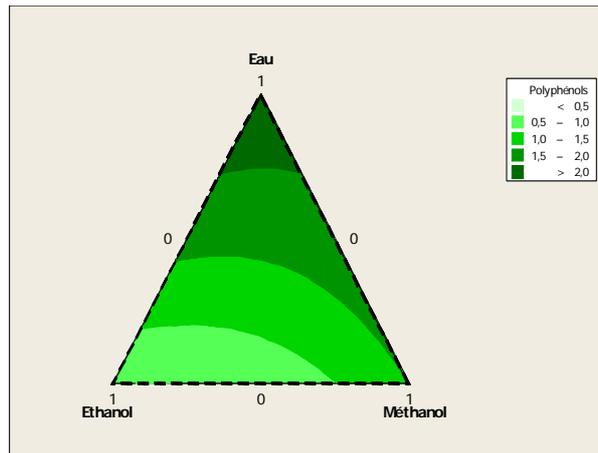


Figure 8: Surface de contour poudre de dattes à 50°C

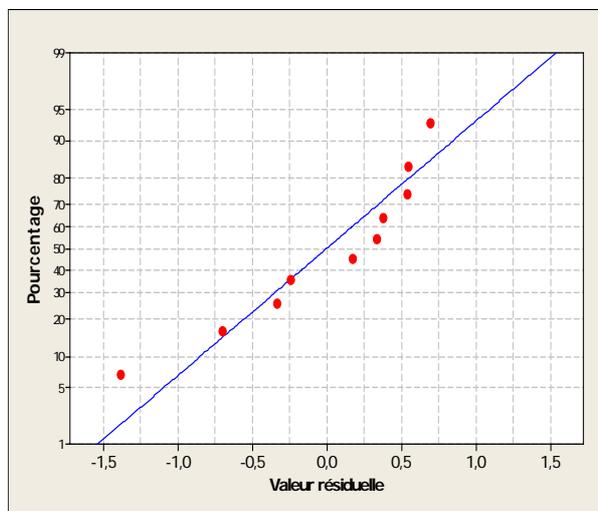


Figure 9: Droite de Henry poudre de dattes à 50°C

Production Scientifiques

1-Benahmed Djilali, A., Benrachedi, K., Benamara, S., Megdoud, DJ., (2007). Etude et optimisation d'un processus de fabrication traditionnel du vinaigre à partir de deux variétés de dattes communes cultivés dans le Sud algérien'. 5th International Congress on : Food, Technologie, Consumer Protection through Food Process in Prvement and Innovation in the Real Word. Communication internationale publiée dans Thessaloniki Proceedings; Vol 1, Editor Evangelos S. Lazos.

2-Benahmed Djilali, A., Benrachedi, K., Benamara, S., (2007). Etude et optimization d'un processus de fabrication traditionnelle du vinaigre à partir de deux varieties de dates communes cultivées dans le Sud Algérien. Séminaire National sur la gestion intégrée des déchets. Communication Nationale Orale. ENSET Oran SNGID 07 les 28-31 Mai, 2007.

Amina Hellal , **Adiba Benahamed Djilali** and Abdelkader Naamane (2007). Biodegradation of phenolic wastewaters by immobilized pseudomonas in calcium alginate. Conférence Internationale sur les Biotechnologies Microbiennes et leurs Applications. Communication par affiche. Université de Moulay Ismail Meknès Maroc les 24 et 25 Octobre 2007.

3-Benahmed Djilali, A., Naaman . A, Hellal. A, (2007). Biodegradation du phenol par Pseudomonas aeruginosa immobilisées dans l'Alginate de calcium. Conférence Internationale sur le Génie des Procédés. Communication Nationale Orale. Université de Béjaia les 28-30 Octobre, 2007.

4-Benahmed Djilali, A., Benrachedi, K., Benamara, S., (2007). Qualité du vinaigre de dattes obtenu par le procédé traditionnel du Sud Algérien : Composés Volatils. 2^{ème} Colloque International sur la Sécurité Alimentaire : Réalité et Perspectives. Communication Nationale Orale. Université d'Adrar les 18-20, 2007.

5-Benahmed Djilali, A., Naaman . A, Hellal. A, (2007). Biodégradation du phénol par des cellules immobilisées dans l'alginate de calcium. 1^{er} Colloque International de Chimie CICI. Communication Nationale par Affiche. Université de Batna les 21-23 Novembre 2007.

6-Benahmed Djilali, A., Benrachedi, K., Benamara, S., (2007). Possibilité de formulation d'un vinaigre biologique à partir de deux dates communes cultivées dans le Sud Algérien. 3^{ème} Journées Nationale de Biologie. Communication Nationale Par Affiche. Université de Boumerdès les 19-20 Novembre, 2007.

7-Benahmed Djilali, A., Naaman, A., Hellal, A., (2007). Traitement d'élimination du phénol par des cellules immobilisées dans l'alginate de calcium. Colloque International sur : Les

Matériaux Emergents CIME C-1. Communication Nationale Orale. Université de Sétif les 18-19 Février 2008.

8-Benahmed Djilali, A., Naaman. A, Hellal. A, (2007). Contribution à l'étude de l'immobilisation des cellules dans un gel d'alginate de sodium pour le traitement d'élimination du phénol. Congrès International et Photocatalyse et Environnement. Communication Nationale Orale. Université de Constantine les 6 et 7Mai, 2008.

9-BENAHMED DJILALI, A, BOULAGHMEN, N, NADIR, A, BENCHAMA, A (2008). Contribution à la synthèse de l'acide citrique par deux substrats (mélasse et le mout de bière) à partir d'une moisissure sauvage « *Aspergillus niger* ». Séminaire International sur la Biotechnologie au service du secteur Agroalimentaire. Communication Orale. Université de Blida les 17-18 Juin 2008.

10-BENAHMED DJILALI ADIBA¹, ABED HASSINA², KHECHEKHOUCHE ASSIA³, BENAMARA SALEM⁴. Obtention et incorporation d'une poudre de dattes dans un dessert lacté. 2^{ème} Séminaire Maghrébin sur les Sciences et les Technologies de Séchage. Communication Orale. SMSTS Alger les 20, 21 et 22 Décembre, 2008.

11-Benahmed Djilali, A. Benamara, S., (2009). Rôle des polyphénols et autres antioxydants en industries Alimentaires. Journée Scientifique sur : Les Matériaux Ecologie et Développement Durable. Communication par Affiche. Université de Boumerdès 19Mai 2009.

12-BENAHMED DJILALI A., BENRACHEDI K., BENAMARA S., (2009). Isolement des bactéries acétiques à partir d'un vinaigre de dates vieilli fabriqué selon le processus traditionnel. XI^{èmes} Journées Nationales de Microbiologie. Communication par Affiche. Université de Béjaia les 15 et 16 Novembre 2009.

13-A.BENAHMED DJILALI ⁽¹⁾, N. SAIDI ⁽²⁾, A. MEKSOU D ⁽³⁾, C. MAIGA ⁽⁴⁾, S.BENAMARA ⁽⁵⁾ (2009). Possibilité de culture d'*Arthrospira spirulina* aux différents milieux naturels. Congrès International sur la Santé et l'Agro-Alimentaire. Communication par Affiche. CISA Alger les 02 et 03 Décembre 2009.

14-Benahmed Djilali Adiba ⁽¹⁾ Amrani Malika ⁽²⁾ Azouaou Mélissa ⁽³⁾, Damir Amel ⁽⁴⁾ Benamara Salem ⁽⁵⁾. Possibilité de fabrication d'un jus naturel à base d'un sirop de dattes communes et d'un extrait de spiruline et jus de citron naturel. 4^{ème} Symposium International sur les Plantes Aromatiques et Médicinales. Communication orale. SIPAM4 Mohammedia-Maroc ; les 12-13 Mai 2011.

15-Adiba BENAHMED DJILALI⁽¹⁾, Nabil SAIDI ⁽²⁾, Abdelhakim MEKSSOUD ⁽³⁾ et Salem BENAMARA⁽⁴⁾. Possibilité d'élaboration des comprimés alimentaires à base de poudres de

dattes (*Mech-Degla*) et de spiruline. Les 3^{ème} Journées Scientifiques de l'ATT Toxicologie-Environnement- Santé. Communication Orale. Université Jendouba Tabarka Tunisie les 03-05 Février 2012.

-Encadrement d'une vingtaine de mémoire de fin d'études.

-Publication Internationale

-Benahmed Djilali Adiba ^{a,1}, Benamara Salem ^{b,□}, Saidi Nabil ^{c,2}, Meksoud Abdelhakim ^d(2011).Preliminary characterization of food tablets from date (*Phoenix dactylifera L.*) and spirulina (*Spirulina sp.*) powders. *Journal. Powder. Technology.* Vol 208, pp 725–730.



Preliminary characterization of food tablets from date (*Phoenix dactylifera* L.) and spirulina (*Spirulina* sp.) powders

Benahmed Djilali Adiba^{a,1}, Benamara Salem^{b,*}, Saidi Nabil^{c,2}, Meksoud Abdelhakim^d

^a Faculty of Biological and Agronomical Sciences, University Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Laboratory of Research in Food Technology (FSI), University MHamed Bougara, 35000, Algeria

^b Department of Food Technology (FSI), Laboratory of Soft Technologies, Valorization, Physico-chemistry of Biological Materials and Biodiversity (LTDVPMB), FS, University of Boumerdes, 35000, Algeria

^c Unit of Research and Stewardship Development, Beaulieu, Algiers 16000, Algeria

^d Centre for Research and Development of Pharmaceutical Products (SAIDAL), Dar-El-Beida, Algiers 15000, Algeria

ARTICLE INFO

Article history:

Received 8 July 2010

Received in revised form 24 December 2010

Accepted 27 January 2011

Available online 3 February 2011

Keywords:

Tablets

Dates

Powder

Spirulina

Phycocyanin

Formulation

ABSTRACT

In this work, some physical properties (hardness, friability, disintegration time and erosion) of food tablets containing various food powders obtained from dates (*Phoenix dactylifera* L.), spirulina (*Spirulina* sp.) and oranges (juice and zest) were investigated. Also, experimental data related to the release kinetic of phycocyanin (antioxidant substance of spirulina) into different liquid mediums correctly fit the Korsmeyer–Peppas model since the coefficient of determination R^2 ranged from 0.84 (HCl 0.1 N solution) to 0.98 (distilled water). So, the date and spirulina powder-based food tablets could be of various uses: 1) consumption as such by all categories of consumers, 2) feeding of patients for whom it is difficult to chew or swallow food, knowing that these tablets can be either sucked or swallowed, and 3) as natural and cheap drug delivery carriers.

© 2011 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

With above 500,000 t per year, Algeria is one of the first producers of date (*Phoenix dactylifera* L.) fruits in the world. From this production, common dates (including dried varieties) represent on average 1600 t [1].

While the dietary importance of date fruits has been widely documented [2], there is a serious disappearing risk for certain native dried varieties like *Mech-Degla* because of their low commercial value.

Spirulina (*Spirulina* sp.), a multicellular and filamentous blue-green microalgae, is used in many countries of Africa as human food collected from natural water, at the same time in many regions of Asia it is used as human health food [3]. The food potential of these microalgae, as source of complete proteins (60–70% w/w), unsaturated fatty acids, group B vitamins and various minerals, has been reported [4]. Apart from chlorophyll, spirulina contains phycocyanin which is a blue pigment known to have an interesting antioxidant power [5]. In fact, various studies demonstrated the role of spirulina in

the prediction of pathologies as cancer, cardio-vascular disease and premature ageing [6,7]. As a result, there are many applications of spirulina in human feed: instantaneous noodles for children [8], beverages [9] and tablets [10].

In previous works, we have reported on the *Mech-Degla* date variety ability to undergo a complementary hot or microwave drying in view to obtain powders and then food tablets [11–14]. On the other hand, it has been also revealed the convenience of date syrup as binder and flavoring in pharmaceutical tablets processing [15]. So far, an understanding of the behavior of powder is imperative to deliver the final product of most favorable quality, in physical terms particularly [16].

Presently, we attempt principally to formulate date and spirulina powder-based food tablets, investigate some of their physical-chemical characteristics and show subsequently their possible applications for feeding of the patients who have difficulty chewing food as well as for formulation of drug carriers in pharmacology. It must be recalled that the therapeutic potential of spirulina has been already reported [17]. That is why the parameters considered here are those applied for pharmaceutical tablets. Beginning, a sensory analysis has been performed (not presented here) with view to chose the better date powder/spirulina powder ratio (weight/weight). In addition, the strong flavor of dried spirulina has been already underlined and the possibility to avoid it has been suggested by two ways: consuming it fresh or mixing it with other dishes

* Corresponding author. Tel.: +213 0778870718.

E-mail addresses: kasikahina@yahoo.fr (B.D. Adiba), sbenamara2001@yahoo.fr

(B. Salem), nabil_1210@hotmail.com (S. Nabil), mekoudhakim@yahoo.fr (M. Abdelhakim).

¹ Tel.: +213 0791421548.

² Tel.: +213 0661202110.

[17,18]. Hence there is an interest to incorporate it in date powder-based tablets.

We recall that the direct compression of dried plant extracts is even applied to safeguard the active components against the temperature and humidity effects [19]. Unfortunately, we did not find any work devoted to the tableting processing related to the whole fruit powders.

2. Materials and methods

2.1. Date and spirulina powders

The date fruits used belong to the dried varieties, named *Mech-Degla* which are grown in M'zab valley (Algerian's Sahara) and commercialized in Boumerdès town (eastern suburbs of Algiers capital) during March 2009. The fruits were kept at 4 °C until use.

To obtain fruit powder in laboratory, the dates were first cleaned, pitted and cut in small size pieces. The latter were then complementary hot dried at 65 ± 2 °C in laboratory oven (type MELAG 405) to reduce their water content from about 0.16 to 0.05 g/g. The dried mass was grinded using an electric disintegrator (Mammolex, 242 W) and then sieved to obtain a powder with granulometry sufficiently fine (size ≤ 200 μm) (sieve of type Euromatest-Sintoo, NFX11-501). The final product is conditioned into hermetic glass jars.

Spirulina powder of Burkina Faso origin is purchased in France. Before use, the microalgae powder was again treated by drying it at 65 °C during 2–3 min and then sieved as has been done to date powder.

The particle size distribution (Fig. 1) and microstructure examination (size and shape structure) (Fig. 2) of both powders were investigated using Malvern laser diffraction granulometer (Mastersizer 2000) and Philips XL-30 scanning electron microscope respectively.

2.2. Some physical–chemical characteristics of tablets

The preparation of the tablets and determination of their physical–chemical properties, including in-vitro release study (see subsection below), friability, hardness, disintegration time in distilled water at 37 ± 0.5 °C, swelling and erosion were performed in laboratory of CRD/SAIDAL (El-Harrach/Algiers) according to the European Pharmacopoeia (EP) [20] and those adapted from United States Pharmacopoeia by other authors [21]. Briefly, the tests consist of the following:

- The friability was determined on 10 tablets of each formulation using the friability tester of type ERWEKA TA 40.
- The hardness consists in the determination of crushing strength of 10 tablets for each formulation using a hardness tester ERWEKA TBH 30 MD.
- The disintegration time was evaluated (by means of disintegrator tester ERWEKA ZT 31) on 6 tablets/each formulation. The disintegration is reached when the 6 tablets were completely disintegrated.
- The swelling ability was quantified through liquid uptake by the tablets which were placed in 3 different mediums heated at 37 ± 0.5 °C (distilled water, HCl 0.1 N and phosphate buffer pH 6.8). The erosion test immediately following the swelling, consists in the determination of the dried weight of wet tablet by drying at 80 °C during 24 h.

Besides, morphological examination of the three types of tablets was performed during their immersion in different liquid mediums using digital camera equipped with lens 14.3× (Mark Fuji, China).

Firstly, seven different formulations were prepared (Table 1) before selecting the convenient tablets with respect to their sensory (no presented here) properties.

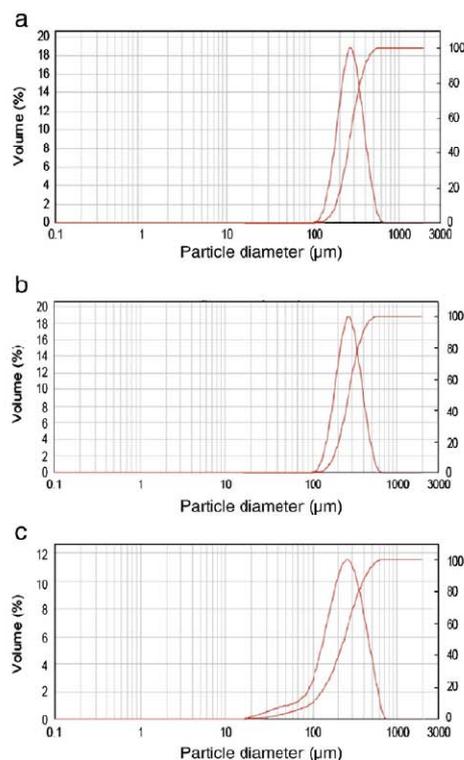


Fig. 1. Particle size distribution of different powders: (a) pure date; (b) pure spirulina and (c) date-spirulina mixture (constituting the F₁-tablets).

The dried orange zest and lyophilized orange juice are used as aromatizing and stabilizing ingredients. All the tablet components were passed in a 200 μm sieve before mixing.

Tablets, with 12 mm diameter, were prepared by direct compression using alternative semi-automatic tablet press (Mark ED.Frogerais, type OA 307). To choose the optimal compression force in term of suitable friability, the tableting was processed at each of 11 compression forces applied, from 1 to 11 t and dwell time of on average 10 s.

2.3. Release kinetic of phycocyanin

Based on its pharmacological properties, the phycocyanin is assimilated here as an active ingredient which deserves attention from point of view of release phenomena from tablets immersed in various liquid mediums (distilled water, HCl 0.1 N and tampon buffer pH 6.8). In this logic, it should be recalled that phycocyanin as phycobiliprotein might exert therapeutic property when it is administered alone or incorporated in the microalgae used as dietary supplement [22]. These same authors have made it clear that oral administration of phycocyanin at doses of 50–300 mg/kg led to anti-inflammatory activity in the models tested.

Each table was placed in 500 ml of the dissolution liquid at 37 ± 0.5 °C using the dissolution apparatus ERWEKA ZT provided with paddles operating at 50 r.p.m. [20,21]. This test is evaluated on 6 tablets for each studied formulation. The phycocyanin content was calculated at different time intervals using colorimetric method [18]; the absorbance was measured at 615 and 652 nm (spectrophotometer

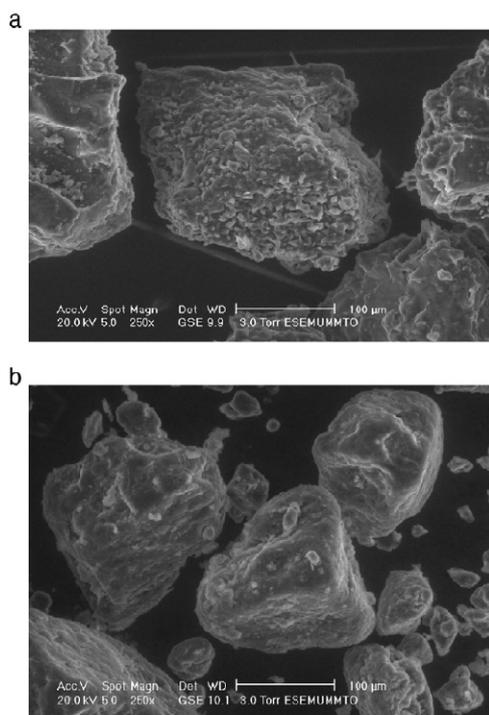


Fig. 2. Scanning electronic microscopic (SEM) images of pure Mech-Decla date (a) and pure spirulina (b) powder samples.

UV-VIS, type V 530-JASCO) and the phycocyanin concentration was obtained according the following equation [18]:

$$\text{Phycocyanin content (\%)} = 1.873 \times (\text{DO}_{615} - 0.474 \text{DO}_{652}) \times \text{DIL} / \text{C}$$

where DIL and C = dilution coefficient and initial phycocyanin concentration, respectively.

The kinetic study of the phycocyanin released was performed according to the Korsmeyer–Peppas equation [23,24], taking into account the proportion of phycocyanin released in the medium:

$$X / X_0 = k.t^n$$

where X_0 , X = phycocyanin content in the table at $t=0$ and in the immersion liquid at time t , respectively; k = constant characterizing

at the same time the structure and geometry of the tablets and n = constant characterizing the release mechanism of the substance; for cylindrical tablets: $n=0.45$ → Fickian diffusion mechanism, $0.45 < n < 0.89$ → non-Fickian mechanism, $n=0.89$ → order 0 typical diffusion (Case II transport) and $n > 0.89$ → super Case II.

The constants in the equation are deduced graphically using log–log coordinates after simple transformation:

$$\log(X / X_0) = \log(k) + n \log(t)$$

2.4. Microbiological analysis

The microbiological stability of F_1 -tablets stored at ambient temperature during 11 months was analyzed by measurement of total germs, molds and yeasts, Salmonella, sulfite-reducing Clostridium, Streptococcus and coliforms according to [25].

3. Results and discussion

3.1. Microstructure of powders

Concerning date fruit and spirulina powders employed, mean particle sizes found were around 271 and 202 μm , respectively, whereas that of powder mixture corresponding to the 1-formulation lies between the previous values (236 μm) (Fig. 1). In addition, the scanning electron images (SEM) (Fig. 2) showed that the particles studied are of complex type with agglomerated form because, as full biological materials, the powders are constituted of various hydrophilic fibrous substances: sugars, proteins, pigments. Based on the SEM images, both key powders investigated (date and spirulina) seem to be of relatively irregular form-shaped particles. Also, the easily observed rough surface of the particles maybe due to the porous and fibrous structure of the powders. It must be recalled that the various particle sizes and size distributions maybe caused by the different compositions of the powders [26].

3.2. Some physical–chemical characteristics of tablets

Before physical–chemical characterization, a sensory analysis (not presented here) with regard to the general acceptability of the flavor allowed to select the F_1 -formulation by none-trained panel. At the same time, formulations F_6 (pure date powder) and F_7 (pure spirulina powder) were taken as references.

Some physical–chemical properties of three types of investigated tablets are recapitulated in Table 2.

According to the preliminary mechanical characterization, 10 t-strength was found to be the optimal value required to obtain tablets with acceptable friability: below 10 t, the tablets are very friable; above this value, the tablets are excessively hard. In fact, it is well known that the compression force, main factor of the tableting

Table 1
Compositional characteristics of different tablets tested (% w/w).

Formulation	Date powder	Spirulina powder	Orange juice lyophilized	Orange zest powder
F_1	80	10	5	5
F_2	70	20	5	5
F_3	60	30	5	5
F_4	50	50	5	5
F_5	10	80	5	5
F_6	100	0	0	0
F_7	0	100	0	0

Table 2
Some physical–chemical properties of three types of tablets.

Parameter	Formulation		
	F_1	F_6	F_7
Weight (g)	0.425 ± 0.0195	0.429 ± 0.0739	0.484 ± 0.0501
Hardness (KP)	49.96 ± 0.1286	49.94 ± 0.0994	6.971 ± 0.8219
Thickness (mm)	3.474 ± 0.0554	3.673 ± 0.4318	3.10 ± 0.2514
Diameter (mm)	11.89 ± 0.1273	11.983 ± 0.1809	12.085 ± 0.0119
Friability (%)	0.084	0.53	1.058
Disintegration time (min)	6.8	4.65	>120
Mean moisture content of tablets (% dry basis)	5.73 ± 1605	4.81 ± 0.570	7.83 ± 0.373

process, directly influences tablet hardness, friability, disintegration time. So, other authors have already applied, like us, a force of 10 t (for 30 s) to develop tablets suitable for the administration of Galantamine on buccal mucosa [27].

From results, it becomes easy to observe that the dimensions of tablets are equivalent what can facilitate the comparison of their physical properties.

The F_7 -tablets present a lower hardness, comparatively to F_1 - and F_6 -tablets for which the crushing strength is identical. This mechanical behavior maybe due to the sugar and pectin composition of date powder since it is well known that sugars possess binding properties. The high values obtained for F_1 -tablets represent an advantage in terms of handling and transport of tablets, knowing that the hardness required for certain pharmacological tablets must be at least equal to 45 N [28].

The greater crushing strength of F_1 -formulation was confirmed by the friability value which is of 5 and 10 fold lower than those of F_6 - and F_7 - formulations, respectively. In particular, the pure spirulina tablets disintegrate completely during the friability test what indicates the non-feasibility to formulate pure spirulina tablets without convenient binders. Furthermore, the % of friability of F_1 - and F_6 -tablets ranged in the interval (0.07–0.8%) found for non-food tablets obtained from *Rhinacanthus nasutus* extracts containing chemical ingredients [29]. In opposite, our values are lower than those (0.64–0.91%) of paracetamol tablets added with cashew gum, pavidone and gelatin as binding substances [30]. Other researchers have finalized edulcorant tablets (lactose + starch) having a friability ranging from 1 to 60% with a dissolution time below 30 s [31].

In our case, the spirulina pure powder has a high flowability (60 s), whereas the date powder, owing to its hygroscopicity, rapidly loses it. In fact, an intrinsic difficulty with food powders is their agglomeration and compaction during storage which is undesirable from the point of view of handling [32], whereas this disadvantage becomes an advantage when it comes to obtain tablets [33]. We recall here that free flowing powder granules from other date varieties have been already produced by using a mixing technique with maltodextrin followed by drying [34]. In the present work, the equilibrium between stickiness of date powder and flowability of spirulina powder was achieved optimizing the proportions of the components (F_1 formulation).

The disintegration test is generally adopted with view to control the quality of the dose forms of minerals and vitamins for which there is no requirement in terms of dissolution [35]. Anyway, the disintegration time, tested with our tablets immersed in distilled water, was found to be in concordance with those found by certain authors concerning tablets having various compositions: 6–12 min (tablets from *Maytenus ilicifolia*) [36] and 0.31–11.28 min (tablets from paracetamol) [31].

The tablets corresponding to the F_7 -formulation (pure spirulina) presented a tough texture and undergo a continual water uptake without erosion, while the two other formulations (F_1 and F_6) disintegrate speedily in all liquid mediums applied, which is confirmed by the morphological examination of the tablets during immersion in distilled water (Fig. 3). This indicates that the date powder makes the



Fig. 3. Physical aspect of tables corresponding to F_1 (80% date, 10% spirulina, 5% lyophilized orange juice and 5% orange zest), F_6 (pure date powder) and F_7 (pure spirulina powder) formulations during immersion in distilled water.

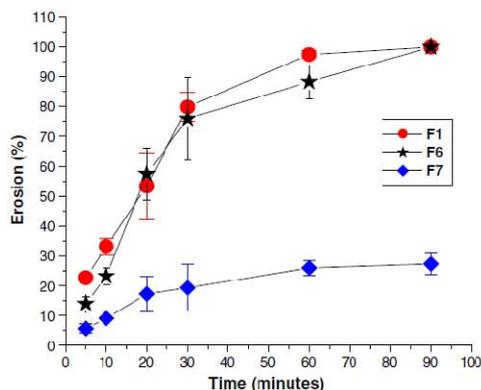


Fig. 4. Erosion % versus immersion time ($n=5$) in distilled water. Case of F_1 (80% date, 10% spirulina, 5% lyophilized orange juice and 5% orange zest), F_6 (pure date powder) and F_7 (pure spirulina powder) formulations.

tablets erosion faster, which represents a mechanical property highly sought for patients who refuse to chew foods, as well as for the formulation of drug carriers in the pharmaceutical field [37].

Figs. 4, 5 and 6 reveal that the immersion mediums as well as composition of the tablets are able to influence considerably the erosion phenomena. After 60 min immersion, the following erosion percents can be deduced: 1) distilled water: >90% (F_1), 80–90% (F_6) and <30% (F_7); 2) HCl 0.1 N: >90% (F_1), ~70% (F_6) and <20% (F_7); 3) phosphate buffer pH 6.8: ~70% (F_1), ~90% (F_6) and <30% (F_7). The ability to erosion can explain the disintegration time of tablets in any given liquid (water in this work).

Both the erosion and disintegration, as physical properties determine the possible uses of tablets: 1) consumption as such by all categories of consumers, 2) feeding of patients for whom it is difficult to chew or swallow food, knowing that these tablets can be either sucked or swallowed, and 3) as natural and cheap drug delivery carriers.

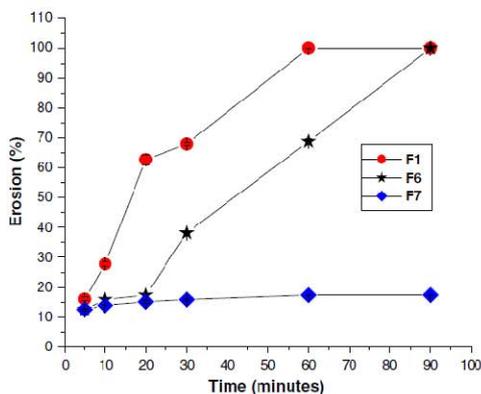


Fig. 5. Erosion % versus immersion time ($n=6$) in HCl 0.1 N. Case of three formulations: F_1 (80% date, 10% spirulina, 5% lyophilized orange juice and 5% orange zest), F_6 (pure date powder) and F_7 (pure spirulina powder).

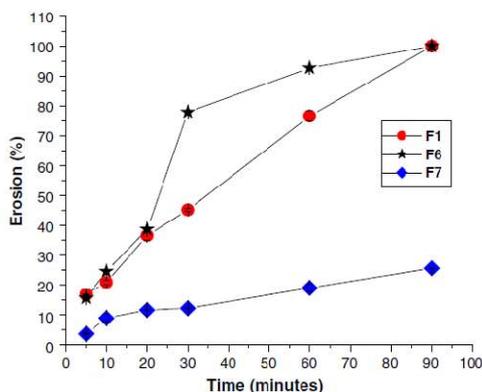


Fig. 6. Erosion % versus immersion time in phosphate buffer, pH 6.8. Case of three formulations: F₁ (80% date, 10% spirulina, 5% lyophilized orange juice and 5% orange zest), F₆ (pure date powder) and F₇ (pure spirulina powder); n = 6.

3.3. Dissolution of phycocyanin

The dissolution process is naturally influenced by the ability of the tablets to the erosion and to the disintegration. Concerning F₁-tablets, the dissolution rate of phycocyanin (Fig. 7) increases dramatically in case of distilled water, compared with the two other liquids tested what might be due to the molecular structure of the substance. But the low rate (16% in 45 min) of release of phycocyanin is an important factor in terms of its therapeutic properties since it was argued that low dose of phycocyanin is more effective as anti-inflammatory [38]. On the other hand, this result is in agreement with the investigations concerning different extraction solutions to obtain maximum recovery in phycocyanin from spirulina powders [39]. This author has found that the highest concentration was obtained with the phosphate buffer at pH 7.0, whereas HCl 0.1 N leads to a negligible diffusion rate of phycocyanin. Our findings are moreover supported by certain bibliographical data related to the drug release under specific

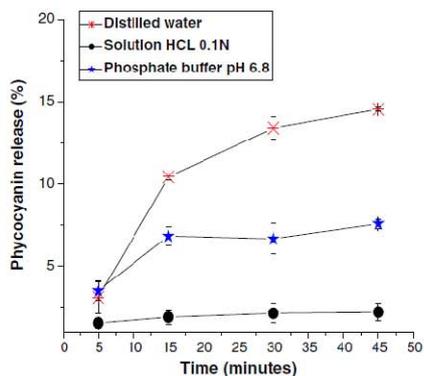


Fig. 7. Release proportion of phycocyanin versus immersion time, in various liquids. Case of tablets from F₁ (80% date, 10% spirulina, 5% lyophilized orange juice and 5% orange zest) formulation (n = 6).

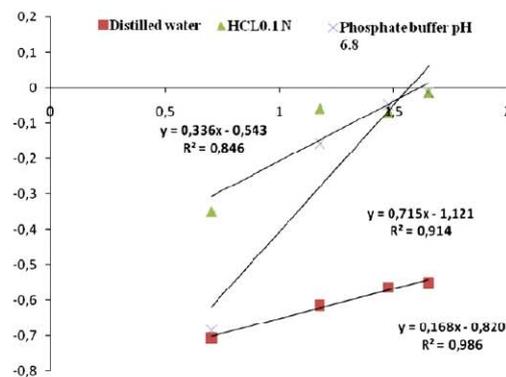


Fig. 8. Phycocyanin release proportion in log-log coordinates. Case of F₁ (80% date, 10% spirulina, 5% lyophilized orange juice and 5% orange zest) tablets.

conditions: % release after 1 h of 30% for paracetamol [40] and 12% for metronidazole [41]. This behavior makes the tablets more interesting to let them melt in mouth (neutral pH). Also, Korsmeyer–Peppas equation suitably fits experimental data with $R^2 \geq 0.846$ for all immersion mediums used (Fig. 8).

The phycocyanin diffusion is of Fickian type when the dissolution takes place in distilled water and/or 0.1 HCl medium but it becomes non-Fickian in phosphate buffer pH 6.8 (Table 3). Concerning this latter case, the combined effect of erosion and diffusion might be the cause, as that has been reported in other circumstances and for other substances [42]. Our results are in concordance with those found with certain drugs incorporated in various tablet types (hydrophilic polymers, alginates and different pectins) [21,24].

3.4. Microbiological stability

Although it was reported that the risk of microbiological contamination is possible in the dried products [43], the tablets corresponding to the F₁-formulation show a good ability to the conservation since no germ has been detected during 11 months of storage at ambient temperature. This result might be explained by the antibacterial activity of the microalgae as that has been reported in the literature [44]. Also, the orange juice, added here as preservative ingredient, is known to have a wider antibacterial activity spectrum against among others, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, and *Bacillus* [45].

4. Conclusion

Novel formulation consisting in date fruit and spirulina powder-based food tablets was obtained. The flavor of the final product is thus enhanced, compared with that of pure spirulina. The latter is known to be of great biological value since it contains among others, phycocyanin which displays an interesting antioxidant activity, recognized for its effects against various degenerative diseases. Date

Table 3
Constants of Korsmeyer–Peppas equation applied for F₁-tablets (n = 6).

Middle	R ²	k	n	Release type	Dissolution time (min)
Distilled water	0.986	0.151	0.168	Fickian	45
HCl 0.1 N	0.846	0.286	0.168	Fickian	45
Buffer (pH 6.8)	0.914	0.0756	0.715	Non-Fickian	45