

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE 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 :

**DJOUAB Amrane**

En Vue de l'obtention de diplôme de **DOCTORAT** en :

**Filière** : Génie des procédés

**Option** : Technologie Alimentaire

**THEME :**

---

**Etude du pouvoir antioxydant de deux  
variétés de dattes du nord et du sud algérien.  
Possibilité d'incorporation dans une  
margarine allégée**

---

**Devant le jury composé de :**

M <sup>r</sup> El Hadi NOURI	Professeur	UMBB	Examineur
M <sup>r</sup> Salem BENAMARA	Professeur	UMBB	Directeur de thèse
M <sup>r</sup> Elhadj Ahmed KOCEIR	Professeur	USTHB	Examineur
M <sup>r</sup> Mohamed TOUMI	Professeur	ENS	Examineur
M <sup>r</sup> Khodir MADANI	Professeur	UAMB	Examineur

**Année universitaire : 2016 /2017**

*Tout homme qui dirige, qui fait quelque chose, a contre lui:*  
- *ceux qui voudraient faire la même chose*  
- *ceux qui font précisément le contraire*  
- *et surtout la grande armée des gens, beaucoup plus sévères qui ne font rien.*  
*(J. Claretie)*

## LISTE DE PUBLICATIONS GENEREES PAR CE TRAVAIL

Amrane Djouab, Salem Benamara, Hassina Gougam, Hayet Amellal, Karima Hidous.  
Physical and antioxidant properties of two Algerian date fruit species (*Phoenix dactylifera* L. and *Phoenix canariensis* L.). Emirates Journal of Food and Agriculture, **2016**, 28 (9): 601-608 doi: 10.9755/ejfa.2015-12-1056

Salem Benamara, Amrane Djouab, Aissa Boukhiar, Larid Roza, Nadia Iguergaziz, Djedjiga Benamara. Fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L.): Fruit ordinaire ou aliment santé ?- Synthèse bibliographique.  
Date (*Phoenix dactylifera* L.) fruit: Ordinary fruit or health food ?-Review. Phytothérapie. Phytothérapie, 2017, DOI 10.1007/s10298-017-1113-4

Amrane Djouab, Salem Benamara, Hassina Gougam, Abdelbaki Benmounah, Fatiha Djamel, Oxidative Stability of Margarine Enriched with *Phoenix Canariensis* L. Date Peel Extract. Iranian Journal of chemistry and chemical Engineering. Vol. 36, No. 3, 2017.  
[http://ijcce.ac.ir/article\\_28063\\_94c7242ac214284a2ab96192e6863e29.pdf](http://ijcce.ac.ir/article_28063_94c7242ac214284a2ab96192e6863e29.pdf)

Amrane Djouab., Salem Benamara. Antioxidant potential of *Phoenix canariensis* L. date peel. Indian Journal of Experimental Biology. Soumis (en lecture).

## Résumé

L'objectif de cette thèse concerne la valorisation de la datte rouge de l'espèce *Phoenix canariensis* L. (CRD), présentement ainsi dénommée en référence à la couleur attrayante de sa pellicule externe. Cette espèce n'a fait par ailleurs objet que de très rares études scientifiques, axées sur la caractérisation physico-chimique du noyau et de son huile. Dans un premier temps, une étude comparative des propriétés physiques de CRD et de *Phoenix dactylifera* L. (cv. *Mech-Degla*) a été réalisée (Partie 1). Dans un second temps, le potentiel antioxydant de la pellicule sèche de CRD (CRDP) a été investigué (Partie 2). Puis, la stabilité oxydative des margarines enrichies avec l'extrait de la CRDP a été étudiée (Partie 3). Enfin, une dernière partie (Partie 4) a été consacrée à une synthèse bibliographique sur le fruit de datte, la problématique étant posée ici sous forme de question : Fruit de dattes (*Phoenix dactylifera*L.) : Fruit ordinaire ou aliment santé ? Les résultats obtenus montrent que la CRDP présente un pouvoir réducteur (PR) exceptionnel estimé à ~ 44 mg équivalent en acide ascorbique par g de matière sèche (mg EAA/g m.s). De plus, la margarine enrichie avec un extrait de CRDP se caractérise par : 1) une couleur intense (dans le système CIE Lab) comparé aux produits commerciaux, et 2) une stabilité oxydative variable selon la forme d'utilisation de la CRDP (milieu de dissolution : phase aqueuse de la margarine, phase grasse de la margarine et leur mélange).

**Mots clés :** *Phoenix dactylifera*L., *Phoenix canariensis* L., fruit de dattes, propriétés physiques, extrait de pellicule de datte, antioxydants naturels, microondes, activité antioxydante, margarine, modélisation de l'oxydation, rhéologie.

## **Abstract**

The objective of this thesis concern the valorization of the red date of the species *Phoenix canariensis* L. (CRD), presently named herein in reference to the attractive color of its peel. This species has also been the subject of very few scientific studies, focusing on the physicochemical characterization of the seed and its oil. In a first step, a comparative study of the physical properties of CRD and *Phoenix dactylifera* L. (cv. Mech-Degla) was performed (Part 1). In a second step, the antioxidant potential of the dried CRD peel (CRDP) was investigated (Part 2). Then, the oxidative stability of the enriched margarines with the extract of the CRDP was studied (Part 3). Finally, a last part (Part 4) was devoted to a review on the date fruit, the problem being posed here in question form: Fruit of dates (*Phoenix dactylifera* L.): Ordinary fruit or health food? The results obtained show that the CRDP has an exceptional reducing power (RP) estimated at ~ 44 mg equivalent in ascorbic acid per g dry matter (mg EAA / g d.m). In addition, margarine enriched with a CRDP extract is characterized by: 1) intense color (in the CIE Lab system) compared to commercial products and 2) oxidative stability, depending on the form of use of the CRDP (medium dissolution: aqueous phase of margarine, oil phase of margarine and their mixture).

**Keywords:** *Phoenix dactylifera* L., *Phoenix canariensis* L., date fruit, physical properties, date peel extract, natural antioxidants, microwaves, antioxidant activity, margarine, oxidation modeling, and rheology.

## المخلص

الهدف من هذه المذكرة يعنى بتثمين التمور الحمراء من فصيلة CRD, *Phoenix canariensis* L. المسماة كذلك نسبة للون الجذاب لبشرتها الخارجية. هذه الفصيلة لم تكن موضوع دراسة إلا نادرا في بعض البحوث العلمية المتمحورة حول دراسات فيزيائية كيميائية للنواة و زيتها. في مرحلة أولى. تم إجراء دراسة مقارنة للخصائص الفيزيائية لـ *Phoenix dactylifera* L. CRD (الجزء الأول). في مرحلة ثانية تم بحث الإمكانيات المضادة للأكسدة للقسرة الجافة. CRD et CRDP (الجزء الثاني). بعد ذلك تمت دراسة الاستقرار التاكسدي للمارغارين المغناة بمستخلص CRDP (الجزء الثالث). في النهاية جزء أخير(الجزء الرابع) كرس لخلاصة بيبلوغرافية حول ثمرة التمرة أين طرحت الإشكالية على شكل سؤال: ثمرة التمر. *Phoenix dactylifera* L.: فاكهة عادية أم غذاء صحي؟ النتائج المحصل عليها تبين أن CRDP تملك تأثيرا مرجعا (PR.) استثنائية مقدرة بحوالي 44مغ موافق حمض اسكوربيك من أجل 1غ من المادة الجافة (44mg EAA/g de MS). إضافة إلى أن المارغارين المغناة بمستخلص CRDP. تتميز ب:

1. لون غامق ( في نظام CIE Lab). مقارنة مع المنتجات التجارية
  2. استقرار تأكسدي متغير حسب شكل الاستخدام CRDP (وسط تحلي, الجزء المائي للمارغارين, الجزء الدسم للمارغارين, و مزجهما)
- الكلمات الدالة:** *Phoenix dactylifera* L., *Phoenix canariensis* L., ثمرة التمر, دراسة فيزيائية كيميائية, مستخلص قشرة التمر, مضاد أكسدة طبيعي, ميكروايف, نشاط مضاد للأكسدة, مارغارين, تصميم الأكسدة, ريولوجيا

# *Remerciements*

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Recherche Technologie Alimentaire (LRTA) de l'université M'hamed BOUGARA de Boumerdes (UMBB).

Je tiens à remercier en premier lieu Mr Benamara S., Professeur à l'UMBB pour avoir accepté de diriger ce travail ainsi que pour ses conseils précieux, qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier aussi, Mme Gougam H. Chargée de cours et retraitée de l'UMBB d'avoir proposé ce thème innovant et pour son implication profonde dans la supervision de ce travail.

Mr Nouri E., professeur à l'UMBB pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant mon jury et pour ses encouragements tout au long de ce travail.

Mr Madani K., professeur à l'université de Béjaïa pour avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner.

Mes remerciements vont aussi à Mr KOCEIR EA., professeur à l'USTHB d'avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner.

J'exprime ma reconnaissance à Mr TOUMI M., professeur à l'USTHB d'avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner.

Un merci indescriptible pour mon ami Aïssa BOUKHIAR enseignant à l'UMBB pour son aide précieuse et tout ce qu'il a fait pour moi durant mon absence.

Mme Amellal H., Maître de conférences A à l'UMBB pour son aide précieuse dans la réalisation de ce travail.

Je remercie également les responsables et le personnel de la bibliothèque centrale pour les efforts consentis pour l'aisance de l'accès à la documentation par internet.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. **Un grand merci.**

# *Dédicaces*

*Je dédie ce travail à :*

Ma mère et mon père pour leur soutien, leur aide et leur patience

A ma femme qui m'a énormément aidé et soutenu

A notre petit ange « Abdenour »

Mes frères

Toute ma famille et ma belle famille

Tous mes amis

## Liste des tableaux

### Partie I

- Tableau 1** : Caractéristiques physiques de MD et CDR et de leurs noyaux respectifs \_\_\_\_\_ 12
- Tableau 2** : Teneur en polyphénols totaux et le potentiel antioxydant de MD, CRD  
et de leurs différents tissus \_\_\_\_\_ 14
- Tableau 3** : Résultats de l'analyse de corrélation de MD, CRD et leurs tissus constitutifs pour  
différentes méthode d'activité antioxydante \_\_\_\_\_ 17

### Partie II

- Tableau 1** : Teneur en antioxydants, activité antioxydante et couleur de la PCDR \_\_\_\_\_ 30
- Tableau 2**: Résistance à l'oxydation de l'huile de tournesol additionnée  
de l'extrait méthanolique de la PCDR sur l'huile de tournesol :  
Test à l'étuve (à 70°C) \_\_\_\_\_ 32
- Tableau 3** : Résistance à l'oxydation de l'huile de tournesol additionnée de la PCDR :  
Test au four MO \_\_\_\_\_ 33
- Tableau 4** : Effet de la PCDR sur les paramètres de couleur de l'huile de tournesol \_\_\_\_\_ 34

### Partie III

- Tableau 1**: Paramètres des modèles rhéologiques correspondant aux échantillons  
de margarine élaborés \_\_\_\_\_ 50
- Tableau 2** : Modélisation de la cinétique d'oxydation de la margarine durant  
le stockage à 30 °C \_\_\_\_\_ 54
- Tableau 3**: Modélisation de la cinétique d'oxydation de la margarine durant  
le stockage à  $5 \pm 1^\circ\text{C}$  \_\_\_\_\_ 55
- Tableau 4**: Effet de la température sur la stabilité oxydative de la margarine, en fonction du  
facteur Q10 et de l'énergie d'activation ( $E_a$ ) \_\_\_\_\_ 57

### Partie IV

- Tableau 1**. Activité antioxydante de quelques variétés du fruit de dattes \_\_\_\_\_  
de différentes origines \_\_\_\_\_ 67

## Liste des figures

### Partie I

- Figure 1 :** *Phoenix dactylifera* L. variété Mech-Degla (a) et *Phoenix canariensis* L. datte rouge (b) avec ses différentes parties constitutives et leurs trois principales dimensions linéaires\_\_\_\_\_7
- Figure 2:** Effet synergique entre les extraits de Mech-Degla (MD) et la datte rouge de *canariensis* DRC et en termes de valeur de pouvoir réducteur (PR)\_\_\_\_\_15
- Figure 3:** Diagramme de dispersion des observations (a) du PA et de corrélation entre les variables de la composante principale (b), de MD, CRD et leurs différents tissus\_\_\_\_\_17

### Partie II

- Figure 1 :** Processus d'obtention de la poudre de pellicule de la datte rouge de l'espèce *Phoenix canariensis* L.\_\_\_\_\_26
- Figure 2 :** Profil HPLC des anthocyanes de la PCDR détecté à 520 nm\_\_\_\_\_31
- Figure 3 :** Caractéristiques CIE Lab de la CRDP comparées à celles issues d'autres fruits\_\_\_\_\_31

### Partie III

- Figure. 1:** Procédure d'obtention de la poudre de la pellicule de la datte rouge de *canariensis* (CRDP)\_\_\_\_\_42
- Figure. 2:** Diagramme de préparation de la margarine allégée expérimentale (ME) à l'échelle du laboratoire\_\_\_\_\_43
- Figure. 3:** Photographies des échantillons de ME additionnées des extraits de CRDP (a) et des paramètres de couleur correspondants dans le système CIELab\_\_\_\_\_49
- Figure 4:** Indice de peroxyde (*IP*) de la margarine allégée expérimentale (ME) par rapport au temps de stockage: (a) dans l'étuve (30 °C), et (b) dans le réfrigérateur (5 ± 1 °C)\_\_\_\_\_52

## Partie IV

<b>Figure 1.</b> Structure très schématique de la molécule de pectine _____	68
<b>Figure 2.</b> Quelques formulations à base du fruit de dattes obtenues au niveau de notre laboratoire _____	69
<b>Figure 3.</b> Comprimés de poudre du fruit de dattes _____	71
<b>Figure. 4.</b> Mécanisme d'action de l'inhibition du processus métastatique par la pectine _____	72
<b>Figure 5.</b> Différents tissus du fruit de dattes de la variété <i>Phoenix canariensis</i> _____	72

# Table des matières

<i>Avant-propos</i> .....	1
---------------------------	---

## Partie I

### Propriétés physiques et antioxydantes de deux espèces de fruit de datte d'Algérie

(*Phoenix dactylifera* L. et *Phoenix canariensis* L.)

<i>Résumé</i> .....	3
<i>Abstract</i> .....	4
<b>I. Introduction</b> .....	4
<b>II. Matériel et méthodes</b> .....	5
II. 1. Produits chimiques et réactifs.....	5
II.2. Matériel végétal .....	6
II.3. Propriétés physiques .....	7
II.4. Préparation des extraits méthanoliques des fruits de datte.....	8
II.4.1. Teneur en polyphénols totaux.....	8
II.4.2. Pouvoir réducteur (PR) et effet synergique (ES) .....	9
II.4.3. Activité antiradicalaire (AA) (activité de piégeage des radicaux libres au DPPH) .....	9
II.6. Analyse statistique.....	10
<b>III. Résultats et discussions</b> .....	10
III.1. Les propriétés physiques des dattes entières .....	10
III.2. Potentiel Antioxydant (PA) de MD et de CRD .....	13
III.2. 1. Teneur en polyphénols totaux (PT) .....	13
III.2. 2. Pouvoir réducteur (PR) et effet synergique (SE).....	14
III.2. 3. Activité antioxydante (activité antiradicalaire au DPPH).....	16
III.2. 4. Etudes de corrélation entre la teneur PT et le PA total .....	16
<b>IV. Conclusion</b> .....	18
<b>V. Références bibliographiques</b> .....	19

## Partie II

### Potentiel antioxydant de la pellicule de la datte de l'espèce *Phoenix canariensis* L.

<i>Résumé</i> .....	23
<i>Abstract</i> .....	24
<b>I. Introduction</b> .....	24
<b>II. Matériel et méthodes</b> .....	25
II. 1. Echantillons et produits chimiques .....	25
II.2. Matériel végétal .....	25
II.3. Préparation et caractérisation phytochimique du CRDP .....	25
II.4. Stabilité à l'oxydation de l'huile de tournesol additionnée d'extraits méthanoliques de la CRDP: Essai à l'étuve .....	27
II.5. Stabilité de l'huile de tournesol additionnée de la CRDP lors de l'oxydation accélérée au MO .....	28
II.6. Analyse statistique .....	29
<b>III. Résultats et discussions</b> .....	29
III.1. Potentiel antioxydant du CRDP .....	29
III.2. Oxydation de l'huile de tournesol au cours du test à l'étuve .....	32
III.3. Oxydation accélérée au four MO .....	32
<b>IV. Conclusion</b> .....	35
<b>V. Références bibliographiques</b> .....	36

## Partie III

### Stabilité oxydative des margarines enrichies avec l'extrait de la pellicule de la datte *Phoenix canariensis* L.

<i>Résumé</i> .....	39
<i>Abstract</i> .....	40
<b>I. Introduction</b> .....	40
<b>II. Matériel et méthodes</b> .....	41
II.1. Echantillon et produits chimiques .....	41
II.2. Préparation des extraits-ingrédients (E-I) .....	42
II.3. Préparation des ME .....	43
II.4. Couleur et propriétés rhéologiques des échantillons de ME fraîchement obtenus .....	45
II.5. Stabilité oxydative des ME et modélisation .....	46

II.6. Effet de la température sur le taux d'oxydation .....	48
II.7. Analyse statistique .....	48
<b>III. Résultats et discussions .....</b>	<b>49</b>
III.1. Couleur et propriétés rhéologiques des margarines fraîchement obtenues.....	49
III.2. Stabilité oxydative des ME et modélisation.....	52
III.3. Sensibilité à la température de la stabilité à l'oxydation de ME.....	56
<b>IV. Conclusion .....</b>	<b>58</b>
<b>V. Références bibliographiques .....</b>	<b>59</b>

#### *Partie IV*

### **Fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) : Fruit ordinaire ou aliment santé ?-Synthèse bibliographique**

#### **Date (*Phoenix dactylifera* L.) fruit : Ordinary fruit or health food ?-Review**

<i>Résumé</i> .....	63
<i>Abstract</i> .....	63
<b>I. Introduction .....</b>	<b>64</b>
<b>II. Propriétés alimentaires et biologiques .....</b>	<b>65</b>
<b>III. Fibres et pectines : Applications potentielles .....</b>	<b>67</b>
<b>IV. Produits transformés et fonctionnalités.....</b>	<b>69</b>
<b>IV. Conclusion .....</b>	<b>73</b>
<b>V. Références bibliographiques .....</b>	<b>74</b>
<i>Conclusion générale</i> .....	79
Annexe .....	80

# Avant-propos

## Avant-propos

Ces dernières années la réticence des consommateurs vis-à-vis des additifs chimiques ne cesse de prendre de l'ampleur. C'est le cas notamment de certains antioxydants (butylhydroxyanisole (BHA), Butylhydroxytoluène (BHT)...) ajoutés aux aliments riches en matière grasse. En effets, des études scientifiques prouvent jour après jour leurs effets nocifs sur la santé humaine. Pour y remédier, des chercheurs du monde entier explorent d'autres substituts plus sains, issus du règne végétal (polyphénols, caroténoïdes...). Ces derniers, vont non seulement protéger l'aliment mais ils vont le doter en plus de nouvelles propriétés pour en faire un aliment fonctionnel.

L'objectif principal de cette thèse est de vérifier l'hypothèse de recherche suivante : L'enrichissement de la margarine par un extraits de la datte des espèces *Phoenix dactylifera* L. et *Phoenix canariensis* L., la protège contre l'oxydation, qui altère ses qualités organoleptiques et nutritionnelles.

Les objectifs sous-jacents suivants ont été aussi traités :

- 1- Faire une étude comparative des propriétés physiques des dattes des deux espèces étudiées et de leurs noyaux;
- 2- Etudier le potentiel antioxydant de la datte du *Phoenix dactylifera* L. et du *Phoenix canariensis* L. et de leurs tissus respectifs par diverses méthodes;
- 3-Evaluer le potentiel antioxydant de la pellicule de la datte du *Phoenix canariensis* L.
- 4- Evaluer une nouvelle méthode de détermination de l'activité antioxydante des substances apolaire sur l'huile de tournesol ;
- 5-Appliquer un nouveau procédé nommé auto-extraction en utilisant les deux phases rentrant dans la fabrication de la margarine (phase aqueuse et grasse).

Afin d'en faciliter la lecture, ce document de thèse mémoire est scindé en quatre parties structurées sous forme d'articles scientifiques publiés ou soumis.

**Partie I :** Propriétés physiques et antioxydantes de deux espèces de fruit de datte d'Algérie (*Phoenix dactylifera* L. et *Phoenix canariensis* L.)

**Partie II :** Potentiel antioxydant de la pellicule de la datte du *Phoenix canariensis* L.

**Partie III :** Stabilité oxydative des margarines enrichies avec l'extrait de la pellicule de la datte *Phoenix canariensis* L.

**Partie IV :** Fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) : Fruit ordinaire ou aliment santé ?-  
Synthèse bibliographique

# *Partie I*

**Propriétés physiques et antioxydantes de deux espèces de fruit de datte d'Algérie (*Phoenix dactylifera* L. et *Phoenix canariensis* L.**

# Propriétés physiques et antioxydantes de deux espèces de fruit de datte d'Algérie (*Phoenix dactylifera* L. et *Phoenix canariensis* L.)

Cette partie est la traduction intégrale de l'article : Physical and antioxidant properties of two Algerian date fruit species (*Phoenix dactylifera* L. and *Phoenix canariensis* L.). Emirates Journal of Food and Agriculture, **2016**, 28 (9): 601-608.

## Résumé

La présente étude comparative vise à étudier, pour la première fois, quelques propriétés physiques et antioxydantes du fruit de datte des palmiers *Phoenix dactylifera* L. (cv. Mech-Degla) (MD) et *Phoenix canariensis* L. (CRD). Les propriétés physiques des fruits de dattes entiers et des noyaux ont été analysées séparément. Tandis que le potentiel antioxydant (PA), évalué à travers la teneur en polyphénols totaux (PT), le pouvoir réducteur (PR) et l'activité antiradicalaire (AA) via le radical libre stable 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH) ont été analysés dans les différents tissus de la chaire des dattes. Les résultats ont montré que les dimensions linéaires, le diamètre équivalent, le volume, la masse, la sphéricité, la superficie, la densité apparente, la porosité, l'angle de repos et la dureté, sont statistiquement différentes ( $p < 0,05$ ) dans les deux cas considérés (fruits et noyau). Globalement, la datte rouge *canariensis* L. et ses tissus constitutifs (pellicule, tissus jaune et blanc) ont montré un plus grand PR et un plus grand effet scavenger du 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl, par rapport aux tissus de *Phoenix dactylifera* L. En outre, une corrélation linéaire positive du type de PT/ PR ( $R^2 = 0,983$ ) et PT/ AA ( $R^2 = 0,853$ ) a été observée. Ainsi, la datte rouge *Phoenix canariensis* L. qui est sous-utilisée comme fruit sauvage peut être utilisée comme additif naturel dans des formulations alimentaires et non alimentaires.

**Mots-clés:** Activité antioxydante; fruits du palmier dattier; *Phoenix canariensis* L.; *Phoenix dactylifera* L.; propriétés physiques.

## Abstract

The present comparative study aimed to investigate for the first time some physical and antioxidant properties of date fruits from *Phoenix dactylifera* L. (cv. Mech-Degla) (MD) and *Phoenix canariensis* L. (CRD) palms. The physical properties of whole date fruits and date fruit seeds were analyzed separately. But the antioxidant potential (AP), evaluated throughout total phenolic content (TPC), reducing power (RP) and antiradicalar activity (AA) towards the stable free radical 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) were analyzed in different tissues of date fruit fleshes. Results showed that linear dimensions, equivalent diameter, volume, mass, sphericity, surface area, bulk density, porosity, angle of repose and hardness, were statistically different ( $p < 0.05$ ) in the two cases considered (whole fruit and seeds). Globally, *canariensis* L. red date and its constitutive tissues (peel, yellow and white flesh parts) showed a greater RP and greater 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl scavenging effect, compared with tissues of *Phoenix dactylifera* L. date palm variety. Also, a positive linear correlation of type TPC/RP ( $R^2 = 0.983$ ) and TPC/AA ( $R^2 = 0.853$ ) was observed. So, the underused *Phoenix canariensis* L. red date as wild fruit may be employed as natural additive in food and non-food formulations.

**Keywords:** Antioxidant activity; Date palm fruit; *Phoenix canariensis* L.; *Phoenix dactylifera* L.; Physical properties.

---

## I. Introduction

Le genre *Phoenix* appartient à la famille *Arecaceae*. Il comporte 14 espèces réparties naturellement dans le Vieux Monde. Ce genre comprend le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) largement cultivé dans le monde entier et le *Phoenix canariensis* L. cultivé pour l'ornement et à des fins religieuses (Gros-Balthazard, 2013).

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) aurait été domestiqué dans la région mésopotamienne il y a plus de 6000 ans, et il est parmi les plus anciens arbres cultivés dans le monde (Johnson, 2012). Le fruit de ce palmier est un aliment de base des personnes vivant dans les régions arides et semi-arides du monde. De plus, il joue un rôle important dans le système socio-économique de ces régions (Haider et al., 2014).

En dépit de son potentiel de culture dans le secteur de la datte (Benzouche, 2013), l'Algérie n'a pas une technologie de transformation du fruit de datte conséquente qui est exclusivement limitée à la production de pâte de dattes (Ghars) et le conditionnement de la variété par excellence "Deglet-Nour". Afin de diversifier la technologie de transformation de la

datte, plusieurs travaux de laboratoire, consacrés à la valorisation des dattes communes séchés comme Mech-Degla (MD) et la variété de datte ornementale rouge *canariensis* (CRD) ont été réalisées et les résultats préliminaires ont été communiqués (Benamara et al., 2013). Parmi ces travaux, la formulation d'une margarine enrichie avec un extrait de la pellicule de la CRD comme agent colorant et antioxydant; et la production de comprimés pharmaceutiques à base de la poudre de datte de la variété MD, sont les plus prometteur.

En ce qui concerne la datte rouge de l'espèce *canariensis* (CRD), il n'y a jamais eu d'études, à notre connaissance, en dehors de la caractérisation physicochimique de ses noyaux et de sa fraction huileuse effectuées par Nehdi et al. (2010, 2011).

Le palmier *Phoenix canariensis* L. est originaire des îles Canaries et il peut se développer sur une grande variété de sols à travers le monde, en particulier dans les régions méditerranéennes (Nehdi et al., 2011). Des milliers de ces palmiers ornementaux sont largement plantés, ces dernières années en Algérie, dans les jardins et le long des rues et des avenues. Ces arbres produisent une grande quantité de fruits avec un goût astringent (en raison de leurs richesses en tanins) ce qui les rend non comestible. En outre, les fruits produits par cet arbre varient considérablement dans leurs propriétés physiques (forme, longueur, volume, couleur ...). Malheureusement, tous ces fruits finissent par pourrir sur les arbres et ensuite jetés pendant la période de taille. Cette biomasse disponible avec une grande valeur peut être valorisée en récupérant ses molécules bioactives pour une utilisation ultérieure comme ingrédient alimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

Les objectifs de cette étude sont la détermination des propriétés physiques du fruit de datte des palmiers *Phoenix dactylifera* L. et *Phoenix canariensis* L. et de leurs noyaux, ainsi que l'évaluation du potentiel antioxydant (PA) des fruits entier et de leurs différents tissus. Le PA de des fruits entiers et de leurs différents tissus a été évalué au travers de la teneur en polyphénols totaux (PT), le pouvoir réducteur (RP) et l'activité antiradicalar (AA) via le radical stable 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl libre (DPPH). En outre, le probable effet synergique de mélanges d'extraits de MD et CRD en équivalent PR, en vue de produire un puissant antioxydant naturel, a été aussi évalué.

## **II. Matériel et méthodes**

### **II.1. Produits chimiques et réactifs**

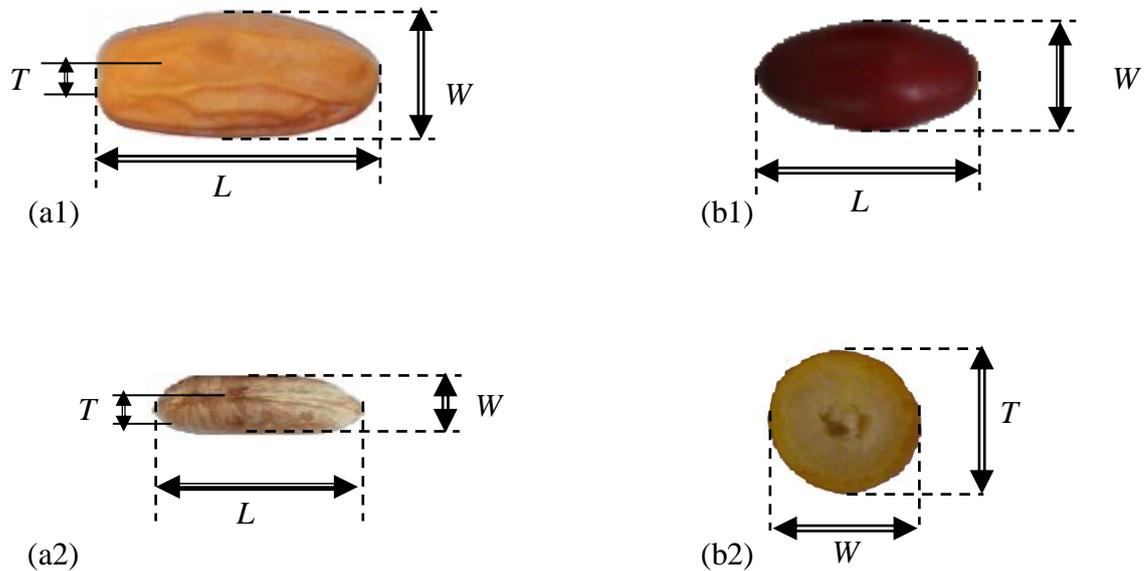
Tous les solvants utilisés et les réactifs (méthanol, l'acide trichloroacétique, le ferricyanure de potassium,  $\text{FeCl}_3$ , l'acide gallique (3,4,5-trihydroxy-benzoïque), le Folin-Ciocalteu,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et le DPPH sont de qualité analytique et ont été achetés chez Sigma Aldrich, Co (Allemagne).

## II.2. Matériel végétal

Environ 5 Kg du cultivar Mech-Degla (*Phoenix dactylifera* L.) (MD) sont achetés au marché local de Batna (400 km au Sud Est d'Alger) (figure 1 (a)), tandis que la datte rouge du *Phoenix canariensis* L. (CRD) (5Kg) (Figure 1(b)) sont récoltées à partir d'un palmier du jardin de l'Office Nationale de Recherche Minière et Géologique (ORGM) dans la région de Boumerdès (40 Km à l'Est d'Alger, Algérie). Les échantillons de dattes sont transportés au laboratoire dans des sacs en polyéthylène puis lavés avec de l'eau distillée et enfin séchés avec du papier essuie-tout. Après le nettoyage, les fruits sont conservés dans des boîtes en plastiques fermées hermétiquement à 5 °C jusqu'à analyse. Avant d'entamer les analyses, les fruits sont laissés un temps nécessaire pour atteindre la température ambiante de 22-25°C.



(b)



**Figure 1 :** *Phoenix dactylifera* L. variété Mech-Degla (a) et *Phoenix canariensis* L. datte rouge (b) avec leurs différentes parties constitutives et leurs trois principales dimensions linéaires (a1, a2, b1, b2).

### II.3. Propriétés physiques

Cent fruits de chaque variété sont aléatoirement tirés du lot de 5 Kg de fruits. Les trois dimensions linéaires (Figure (a1), (a2) (b1), (b2)), à savoir, la longueur (L), la largeur (W) et l'épaisseur (T), de chaque fruit/noyau sont mesurés à l'aide d'un pied à coulisse avec une précision de 0.01 mm.

La masse (M) est déterminée sur 100 fruits/noyaux choisis au hasard. Afin de déterminer le poids de 1000 fruits/noyaux ( $W_{1000}$ ), dix sous échantillons, chacun ayant 10 fruits/noyaux, sont choisis au hasard de l'échantillon mère puis pesés et ce poids est extrapolé au poids de 1000 fruits/noyaux (Ixtaina et al., 2008). Le poids unitaire (M) et le poids de 1000 fruits/noyaux ( $W_{1000}$ ) sont mesurés en utilisant une balance électronique de 0.001 g de précision.

Quelques autres paramètres physiques sont déterminés en utilisant les procédures décrites dans la littérature : diamètre équivalent ( $D_e$ ), diamètre moyen ( $D_g$ ), sphéricité ( $\emptyset$ ), diamètre arithmétique moyen ( $D_a$ ) et la superficie (S) (Mohsenin, 1970, 1986), le volume (V) par la

méthode du déplacement du liquide (Aydın, 2002), le volume par la méthode de calcul (Jain et Bal, 1997), le ratio d'aspect ( $R_a$ ) (Omobuwajo et al., 1999), la densité en vrac (Parrott et Thrall, 1978), la porosité (Nimkar et Chattopadhyay, 2001) et l'angle de repos (Bart-Plange et Baryeh, 2003) et.

La densité réelle, des dattes et noyaux, est calculée comme suit :

$$\rho_f = M / V$$

$\rho_f$  est nommé soit densité réelle (quand (V) est déterminé par la méthode du déplacement du liquide), ou bien densité théorique (quand (V) est déterminé par calcul).

La dureté et la couleur (dans le système *CIELab*) sont déterminées en utilisant l'analyseur de texture (TA plus LLOYD instruments) et le colorimètre Konica Minolta Color Reader (CR-10; Konica, Minolta Sensing INC., Japan) dans le mode réflectance, respectivement.

## **II .4. Préparation des extraits méthanoliques des fruits de datte**

Les différents tissus de dattes ont été séparées de la pulpe à l'aide d'un couteau de maison puis lyophilisées en utilisant un lyophilisateur (CRYODOS Telstar, Terrassa, Espagne). Les échantillons lyophilisés obtenus ont été séparément broyés en une poudre fine à l'aide d'un mortier/ pilon de laboratoire. Les polyphénols totaux sont extraits par la méthode décrite par Tounsi et al. (2009) avec une légère modification. Une quantité de 1 g de chaque poudre a été extraite à plusieurs reprises par 50 ml de méthanol pendant 30 min, et les extraits combinés ont été filtrés. L'extrait obtenu a été stocké à -20 °C jusqu'à analyse. Les PT, le PR et l'AA sont déterminées sur l'extrait final.

### **II.4.1. Teneur en polyphénols totaux (PT)**

La teneur en PT de MD, CRD et de leurs tissus respectifs est déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et al., 1999) et les résultats sont exprimés en mg équivalents d'acide gallique par 100 g de matière sèche (mg EAG/ 100g de MS). Cinq cents microlitres de chaque extrait ou d'acide gallique ont été mélangés avec 2,5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu (dilué 10 fois) pendant 5 min, puis 2 ml d'une solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (75 g/ l), on a ajouté. Tous les échantillons ont été incubés à température ambiante à l'abri de la lumière pendant 2 h. Après cela, les absorbances sont lues à 760 nm par rapport à un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre (Shimadzu UV-1800, Kyoto, Japon). Le blanc contient de l'eau à la place des extraits. Pour la courbe d'étalonnage plusieurs dilutions sont préparées à partir d'une solution mère d'acide gallique (1 mg/ ml).

#### II.4.2. Pouvoir réducteur (PR) et effet synergique (ES)

Le PR des extraits de datte est déterminé selon la méthode décrite par Oyaizu (1986). Chaque extrait méthanolique (2,5 ml) est mélangé avec 2,5 ml de 0,2 M de tampon de phosphate de sodium (pH 6,6) et 2,5 ml de 1% de ferricyanure de potassium. Le mélange est ensuite incubé à 50 °C pendant 30 min. Après 2,5 ml d'acide trichloroacétique à 10% (p/ v) sont ajoutés, le mélange est ensuite centrifugé à 3000 tr/min pendant 10 min. Le surnageant (2,5 ml) a été mélangée avec 2,5 ml d'eau déminéralisée et 1 ml de chlorure ferrique (0,5%) puis l'absorbance est mesurée à 700 nm. Quand l'absorbance est élevée le PR est élevé. Les résultats sont exprimés en équivalent acide ascorbique par 100g de MS (mg AAE/ 100g MS).

Selon Liu (2003), l'effet synergique de composés phytochimiques dans la matrice alimentaire explique pourquoi aucun antioxydant unique ne peut remplacer la combinaison de composés phytochimiques naturels pour obtenir des bienfaits pour la santé. Comme il se fait pour les médicaments (Yin et al. 2014), l'effet synergique (ES) est calculé afin de voir si le PR de deux différents extraits mélangés ensemble est supérieur à la somme du PR de chaque extrait seul. Il est évalué selon la formule appliquée par Allane et Bénamara (2010):

$$ES = PR_{exp} / PR_{cal}$$

où  $PR_{exp}$  est le PR expérimentale du mélange binaire à partir d'un extrait de tissu donné de MD et un extrait de tissu de CRD donné, quant au  $PR_{cal}$  il est calculé comme suit:

$$PR_{cal} = 0,5 \times (PR_{MD} + PR_{DRC})$$

où:  $PR_{MD}$  et  $PR_{CRD}$  sont les valeurs expérimentales du PR de MD et de CRD et de leurs tissus, respectivement et 0,5 est la fraction volumique d'un extrait donné dans le mélange.

Une valeur de  $SE > 1$  indique un effet synergique entre les extraits et une valeur de  $SE < 1$  indique un effet antagoniste. Une valeur de  $SE = 1$  signifie qu'il n'y a ni effet synergique ni effet antagoniste.

#### II.4.3. Activité antiradicalaire (AA) (activité de piégeage des radicaux libres au DPPH)

La capacité donatrice des atomes d'hydrogène ou d'électrons dans les extraits correspondants a été mesurés à partir du blanchiment de la solution méthanolique colorée en pourpre de DPPH (Cuendet et al., 1997). Après plusieurs essais, le protocole suivant a été retenu. 250 µl de chaque extrait est dilué avec 1,750 ml de méthanol, puis mélangé avec 1 ml de solution du radical DPPH dans du méthanol (0,2 mM). Le mélange est agité vigoureusement puis maintenu dans l'obscurité pendant 15 min à température ambiante ( $23 \pm 2$  °C). La diminution de

l'absorption a été mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. Le blanc consiste en un mélange de méthanol et d'une solution de DPPH sans ajout d'extraits méthanoliques de datte.

L'AA des extraits de dattes et des tissus respectifs en pourcent (%) est calculée par la formule suivante:

$$AA\% = [(A_{Témoin} - A_{Echantillon}) / A_{Témoin}] \times 100$$

où:  $A_{Témoin}$  est l'absorbance du témoin (contenant tous les réactifs sauf l'extrait à analyser,  $t=0$  min), et  $A_{Echantillon}$  est l'absorbance de la solution avec l'extrait ( $t=15$  min).

## II.5. Analyse statistique

Les résultats sont exprimés en moyenne  $\pm$  écart-type. Une analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour déterminer les différences significatives en utilisant le logiciel XLSTAT 2008. La signification statistique ( $\alpha$ ) est de 0,05. L'analyse de la composante principale (ACP) et les corrélations par paires ont été appliquées afin d'obtenir un aperçu de la principale variation dans les données et d'interpréter les relations entre les variables. Les analyses de données ont été effectuées en utilisant le logiciel JMP 7.0 (SAS Institute, Cary, NC, USA).

## III. Résultats et discussion

### III.1. Les propriétés physiques des dattes entières

Les paramètres physiques des deux dattes sont récapitulés dans le tableau 1.

Pour tous les paramètres analysés une différence significative est observée entre les deux variétés à  $p < 0,05$ . Les paramètres relevant du fruit de MD sont supérieurs à ceux de CRD, exception faite au poids de la pulpe, la sphéricité et la densité en vrac. La différence observée peut être due aux propriétés individuelles de chaque variété de datte ainsi qu'aux conditions environnementales et de culture.

Les dimensions sont un important attribut des aliments. Les dimensions linéaires de la datte entière (L, W, T) de MD sont supérieures à celles de CRD. Nos résultats sont inférieurs à ceux ((L= 38,47 ; W= 24,47 et T= 23,13 mm, et L=35,68 ; W=18,47 et T= 17,42 mm) communiqués par Jahromi et al. (2008a, 2008b) pour la variété Mazafati et Dairi.

Il est bien connu que le volume des fruits est un paramètre qui affecte significativement l'acceptabilité des consommateurs (Sahin et Sumnu 2006). Les volumes réel et théorique de MD sont significativement ( $p < 0,05$ ) supérieur à ceux de CRD. A l'opposé de CRD, il n'y a, en plus, aucune différence significative en terme de volume entre la datte entière MD et son noyau quel que soit la méthode de mesure utilisée.

La densité en vrac de fruits est un outil utile dans la conception des silos et des bacs de stockage (Varnamkhasti et al., 2008). Étant donné que la densité apparente de la variété MD est inférieure à celle de la variété CRD, celle-ci aurait besoin d'un plus grand silo par rapport à la variété MD pour un même poids.

La porosité de MD est supérieure à celle de CRD. Ceci indique que l'aération de la masse de MD est plus facile que celle des fruits de CRD, démontrant ainsi une implication favorable pour tous les procédés nécessitant des surfaces de contact élevées. Pour rappel, la porosité montre l'étendue de l'espace des pores dans la masse de matériel biologique (Ilori et al., 2011). Nos résultats se situent dans l'intervalle (30-60%) globalement révélé par Demir et Kalyoncu (2003) au sujet du cornouiller (*Cornus mas* L.) dont la forme géométrique et la couleur rappellent remarquablement celle de CRD.

Le poids de 1000 fruits, l'angle de repos et la dureté de MD sont plus élevés que ceux de CRD. La surface lisse et la rondeur de CRD, par rapport aux dattes MD, sont apparemment responsables des valeurs relativement faibles de l'angle de repos. Par conséquent, le fruit présente une facilité de glisser l'un sur l'autre.

La datte MD est 2 fois plus dure que CRD. Nous pensons que cette dissemblance est due à la présence d'un noyau dur dans le cas de MD. Ben Ismaïl et al. (2013) ont trouvé la dureté de 17 variétés de dattes tunisiennes avec leurs noyaux entre 1,4 et 5,9 kg, tandis que les fruits sans noyaux se situaient entre 1,1 et 5,2 kg. Bien qu'il soit impossible de comparer les résultats trouvés avec les nôtres, les auteurs ont conclu que la datte sèche (Kentichi) a la plus grande valeur tandis que la molle (Tezerzit Safra) a la plus faible.

**Tableau 1** : Caractéristiques physiques de MD et CRD et de leurs noyaux respectifs.

Caractéristiques	N	Datte entière		Noyau	
		MD	CRD	MD	CRD
Longueur (mm)	100	36,26±2,35 <sup>a</sup>	32,67±1,37 <sup>b</sup>	24,68±2,25 <sup>a</sup>	19,96±3,55 <sup>b</sup>
Largeur (mm)	100	18,38±2,86 <sup>a</sup>	16,78±1,59 <sup>b</sup>	7,84±0,70 <sup>a</sup>	2,75±0,01 <sup>b</sup>
Epaisseur (mm)	100	16,51±2,56 <sup>a</sup>	15,64±1,02 <sup>b</sup>	6,58±0,73 <sup>a</sup>	1,77±0,29 <sup>b</sup>
Diamètre équivalent ( $D_e$ )(mm)	100	22,22±2,123 <sup>a</sup>	20,46±1,12 <sup>b</sup>	10,85±0,89 <sup>a</sup>	4,63±0,82 <sup>b</sup>
Diamètre Géométrique moyen ( $D_g$ mm)	100	22,16±2,10 <sup>a</sup>	20,45±1,10 <sup>b</sup>	10,82±0,90 <sup>a</sup>	4,55±0,70 <sup>b</sup>
Diamètre arithmétique moyen ( $D_a$ mm)	100	23,72±1,87 <sup>a</sup>	21,70±1,05 <sup>b</sup>	13,03±1,01 <sup>a</sup>	8,20±1,31 <sup>b</sup>
Diamètre arithmétique moyen ( $D_a$ mm)	100	5,94±0,80 <sup>a*</sup>	4,89±0,63 <sup>b*</sup>	0,73±0,15 <sup>*</sup>	Nd
Volume (cm <sup>3</sup> ) (Réel)	100	5,91±1,99 <sup>a*</sup>	4,53±0,79 <sup>b**</sup>	0,68±0,14 <sup>a*</sup>	0,05±0,016 <sup>b</sup>
Volume (cm <sup>3</sup> ) (théorique)	100	6,12±0,84 <sup>a</sup>	4,61±0,61 <sup>b</sup>	0,98±0,22 <sup>a</sup>	0,04±0,02 <sup>b</sup>
Poids (g)	100	5,19±0,76 <sup>a</sup>	4,54±0,71 <sup>b</sup>	Nd	Nd
Poids de la pulpe (g)	100	0,61±0,06 <sup>a</sup>	0,63±0,03 <sup>b</sup>	0,44±0,04 <sup>a</sup>	0,24±0,08 <sup>b</sup>
Sphéricité	100	0,51±0,08 <sup>a</sup>	0,51±0,05 <sup>a</sup>	0,32±0,04 <sup>a</sup>	0,15±0,10 <sup>b</sup>
Ratio d'aspect ( $R_a$ )	100	1557,22±310,68 <sup>a</sup>	1317,29±144,19 <sup>b</sup>	370,22±54,26 <sup>a</sup>	66,46±21,06 <sup>b</sup>
Surface (mm <sup>2</sup> )	100	1,03±0,06 <sup>a*</sup>	0,94±0,04 <sup>b*</sup>	1,34±0,22 <sup>*</sup>	Nd
Densité réelle (g/cm <sup>3</sup> )	100	1,11±0,50 <sup>a*</sup>	1,03±0,07 <sup>a**</sup>	1,44±0,25 <sup>a**</sup>	0,79±0,16 <sup>b</sup>
Densité théorique (g/cm <sup>3</sup> )	10	0,59±0,01 <sup>a</sup>	0,61±0,01 <sup>b</sup>	0,69±0,02	Nd
Densité en vrac (g/cm <sup>3</sup> )	10	43,31±1,23 <sup>a</sup>	34,80±0,67 <sup>b</sup>	48,40±1,42	Nd
Porosité (%)	10	5236,5±408,64 <sup>a</sup>	4791,2±132,61 <sup>b</sup>	1051,1±58,35	Nd
Poids de mille fruits ( $W_{1000}$ ) (g)	10	29,1±2,31 <sup>a</sup>	20,1±1,20 <sup>b</sup>	17,6±2,12	Nd
Angle de repos (degré.)	10	27,46±7,45 <sup>a</sup>	12,98±3 <sup>b</sup>	Nd	Nd
Dureté (N)	10	27,46±7,45 <sup>a</sup>	12,98±3 <sup>b</sup>	Nd	Nd
Couleur :					
$L^*$	3	57,27±0,31 <sup>a</sup>	31,80±0,85 <sup>b</sup>	Nd	Nd
$a^*$	3	16,13±0,93 <sup>a</sup>	37,80±1,53 <sup>b</sup>	Nd	Nd
$b^*$	3	38,17±0,80 <sup>a</sup>	10,20±0,46 <sup>b</sup>	Nd	Nd

MD: Mech-Degla (*Phoenix dactylifera* L.); CRD: *Phoenix canariensis* L. datte rouge,

Les résultats sont en valeur moyenne ± écart type. Les valeurs moyenne au sein de la même ligne ayant la même lettre ne sont pas significativement différentes à  $p < 0,05$ .

\*Pas de différence significative et \*\* la différence est significative à  $p < 0,05$  dans la même colonne pour les dattes entières et noyaux.

n: nombre d'échantillons.

Nd: non déterminé.

L'apparence des fruits est un facteur déterminant de l'acceptation des consommateurs (Francis et Clydesdale, 1975). Le tableau 1 présente les valeurs CIELab ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) des dattes MD et CRD. Les deux variétés étudiées montrent une différence significative ( $p < 0,05$ ) dans les paramètres de couleur, CRD étant particulièrement rouge. Nos résultats sont globalement plus élevés que ceux ( $L^*$ : 24,5 à 51,1,  $a^*$ : 2,4 à 17,6,  $b^*$ : 1,7 à 36,6) communiqués par Ben Ismaïl et al. (2013) concernant 17 variétés de dattes tunisiennes. En particulier, CRD présente une valeur de  $a^*$  plus élevée que d'autres fruits communs, généralement nommés fruits rouges: fraises: (Crecente-Campo et al., 2012) 28, orange: 37 (Topuz et al., 2005), tomates: ~ 25 (Liu et al., 2009) et cornouiller: (Nalbandi et al., 2001) (16,88 - 24,72). En termes d'un rapport  $a^*/b^*$ , exprimant en même temps la rougeur (Min et Zhang, 2003) et la teneur en anthocyanes (Ercisli et al., 2011), la valeur trouvée (3,70) est plus élevée que celles présentées pour le cornouiller (1,44-2,70) (Ercisli et al., 2011), jus de fraise (2,8-3,0) (Aguiló-Aguayo et al., 2009). La couleur de la pellicule des fruits peut être liée avec le °Brix comme cela a été démontré par Khandaker et al. (2012) pour la cire rouge du fruit de pomme (*Syzygium samarangense*). Pour nous, cette couleur intense est pratiquement l'unique critère de qualité qui soulève notre intérêt pour la valorisation de ce fruit de datte.

En ce qui concerne tous les paramètres étudiés, les noyaux de MD ont les valeurs les plus élevées par rapport à CRD ( $p < 0,05$ ) (voir tableau 1). En outre, la masse élevée de CRD qui est vingt-cinq fois plus basse que celle de MD mérite d'être mentionnée.

## **III.2. Potentiel antioxydant (PA) de MD et de CRD**

### **III.2.1. Teneur en polyphénols totaux (PT)**

La teneur en PT de MD, CRD et de leurs différents tissus varie entre 66,63 et 2600,5 mg EAG/100g de MS (tableau 2). La classification en fonction de la teneur en PT est comme suit: CRD > TJCRD > PCRD > TBCRD > PMD > MD > TBrMD > TBMD. D'après les résultats, il est clair que la pulpe de CRD et de leurs différents tissus ont la plus forte teneur en PT par rapport à celle de MD et de leurs tissus. En outre, le TB est le plus pauvre en termes de PT par rapport aux autres tissus.

La teneur en PT de MD et de leurs différents tissus est plus élevée que celles d'autres dattes algériennes rapportées dans la littérature: 2,49-8,36 mg EAG /100g de poids frais (PF) (Mansouri et al., 2005) et 41,8-84,73 mg EAG/100g (MS) (Zineb et al., 2012). En outre, nos valeurs sont supérieures à celles (2,89-141,35 mg EAG/100g MS) communiquées par Biglari et al. (2009) au sujet de variétés iraniennes. Ces différences observées peuvent être expliquées par divers facteurs tels que la variété, la croissance et les conditions expérimentales.

**Tableau 2** : Teneur en polyphénols totaux et le potentiel antioxydant de MD, CRD et de leurs différents tissus.

Echantillon	<i>n</i>	Teneur en polyphénols (mg EAG/100g MS)	Pouvoir réducteur (mg EAA/100g MS)	Activité antiradicalaire (%)
MD	3	206,24±0,35 <sup>c,d</sup>	431,12±35,55 <sup>c</sup>	52,89±0,60 <sup>b,c</sup>
PMD	3	247,33±22,05 <sup>c,d</sup>	342,64±71,09 <sup>c</sup>	61,21±5,98 <sup>b</sup>
TBrMD	3	185,20±27,30 <sup>c,d</sup>	281,31±56,87 <sup>c</sup>	44,78±11,47 <sup>c</sup>
TBMD	3	66,63±14,35 <sup>d</sup>	187,81±12,80 <sup>c</sup>	12,69± 1,40 <sup>d</sup>
CRD	3	2600,50±110,27 <sup>a</sup>	2527,60±327,03 <sup>a</sup>	94,41±0,16 <sup>a</sup>
PCRD	3	1525±31,50 <sup>b</sup>	1994,73±28,44 <sup>b</sup>	91,82± 0,60 <sup>a</sup>
TJCRD	3	1698,27± 182,03 <sup>b</sup>	2228,49±53,32 <sup>a,b</sup>	94,22± 0,9 <sup>a</sup>
TBCRD	3	315,40±17,50 <sup>c</sup>	461,28±48,34 <sup>c</sup>	58,60± 7,48 <sup>b</sup>

MD, PMD, TBrMD et TBMD = Mech-Degla (*Phoenix dactylifera* L.) pulpe entière, pellicule, tissu brun et tissu blanc, respectivement. CRD, PCRD, TJCRD, TBCRD = *Phoenix canariensis* L. datte rouge pulpe entière, pellicule, tissu jaune, tissu blanc, respectivement. *n*: nombre d'essais. MS : matière sèche. Les résultats sont donnés en moyenne ± écart-type. Les valeurs moyennes dans la même colonne ayant les mêmes lettres ne sont pas significativement différentes à  $p < 0,05$ .

A notre connaissance aucune donnée n'est disponible dans la littérature concernant le PA du fruit de la datte *Phoenix canariensis* L. À partir du tableau 2, on peut remarquer que la teneur en PT de CRD est d'environ 13 fois supérieure à celle de MD. En comparaison avec d'autres espèces de fruits, la teneur en PT de la pulpe de CRD est plus élevée que celles (11,88-585,52 mg EAG/100g MS) de fruits communs chinois (Fu et al., 2011).

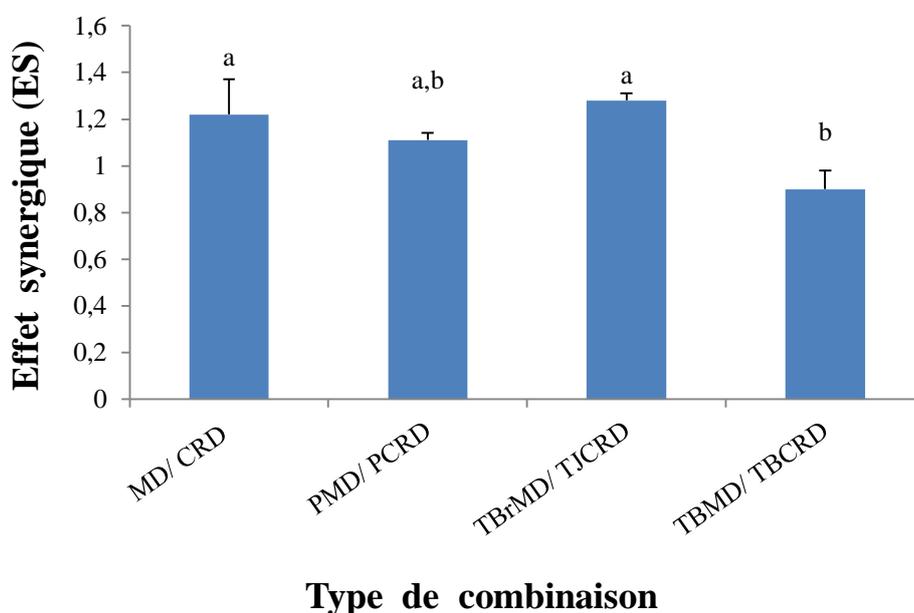
Sur la base de ces constatations, il est clair que les substances phénoliques sont localisées dans la pellicule et les tissus jaune/marron. Cette observation est soutenue par Guo et al. (2003) concernant 28 fruits communs consommés en Chine, y compris la datte, l'orange et la cerise ; et Arazo et al. (2011) sur le fruit jaune de mangoustan.

### III.2.2. Pouvoir réducteur (PR) et effet synergique (ES)

Le PR de MD, de CRD et de leurs tissus (Tableau 2) donne la classification suivante: CRD>TJCRD> PCRD> TBCRD> MD >PMD> TBrMD> TBMD. La valeur du PR de la pulpe entière de CRD est ~6 fois plus élevée que celle de MD. Ce résultat est confirmé par la teneur élevée en PT de CRD. Le PR de CRD (2527,60 mg EAA/100g) est supérieur à celui (500 à 2049 mg EAA/100g de MF et 210 à 681 mg EAA/100g de MS) trouvé par Allane et Benamara (2010) au sujet de 27 fruits communs et sauvages d'Algérie ; et Ouchemoukh et al. (2012) concernant différents fruits secs et sauvages, respectivement. En utilisant la méthode au phosphomolybdène

pour la quantification de l'AA, Kchao et al. (2013) ont obtenu une AA de 77,47-105,45 et 89,55-109,67 mg EAA/g MF pour des variétés de dattes tunisiennes.

Dans le but d'améliorer le potentiel antioxydant de l'extrait de MD qui est destiné à être utilisé comme additif dans une margarine enrichie, l'étude du probable effet synergique des mélanges d'extraits de MD et de CRD est explorée. L'effet synergique en termes de valeur du PR du mélange (ratio 1 :1) de MD et de CRD (pulpe entière et tissus constitutifs) est illustré dans la figure 2. Les résultats donnent le classement suivant : TBrMD/ TJCRD > MD/ CRD > PMD/ PCRD > TBMD/ TBCRD. Ainsi, à part le mélange TBMD/ TBCRD pour lequel l'effet antagoniste a été observé ( $ES < 1$ ), toutes les autres combinaisons montrent un bon effet synergique ( $ES > 1$ ). Allane et Benamara (2010) ont trouvé un ES de 1,29-2,24 pour plusieurs extraits de pellicules de fruits.



**Figure 2:** Effet synergique entre les extraits de Mech-Degla (MD) et la datte rouge de *canariensis* CRD en termes de valeur de pouvoir réducteur (PR).

MD, PMD, TBrMD et TBMD = Mech-Degla (*Phoenix dactylifera* L.) pulpe entière, pellicule, tissu brun et tissu blanc, respectivement. CRD, PCRd, TJCRD, TBCRD = *Phoenix canariensis* L. datte rouge pulpe entière, pellicule, tissu jaune, tissu blanc, respectivement. Les barres représentent la moyenne  $\pm$  l'écart-type. Les barres ayant la même lettre ne sont pas significativement différents ( $p < 0.05$ ).

### III.2.3. Activité antioxydante (activité antiradicalaire au DPPH)

Le test au DPPH est couramment utilisé pour la détermination de l'activité de piégeage des radicaux libres par les antioxydants. Le DPPH est un radical libre organique très stable et il présente la capacité d'accepter un électron ou un radical d'hydrogène.

L'AA quantifiée par le biais de l'activité antiradicalaire (DPPH) de MD et de CRD et de leurs tissus (Tableau 2) donne le classement suivant : CRD>TJCRD> PCRD> PMD> TBCRD> MD> TBrMD> TBMD. En particulier, l'activité antiradicalaire élevée de CRD mérite d'être soulignée étant donné qu'elle est ~1,8 fois plus élevée que MD.

Concernant le fruit de CRD et de ses différents tissus les résultats obtenus sont proches des valeurs (57,54-90,12%) rapportées par Kchaou et al. (2013) au sujet de quelques variétés de dattes tunisiennes en utilisant l'acétone/H<sub>2</sub>O et le méthanol/H<sub>2</sub>O comme solvants d'extraction. Tandis que Benmeddour et al. (2013), travaillant sur dix variétés de dattes algériennes, ont obtenu une moyenne d'activité antiradicalaire (32- 86%) sensiblement inférieure à nos valeurs.

En comparaison à d'autres fruits secs communs consommés en Algérie, Ouchemoukh et al. (2012) ont rapporté des valeurs maximales (en %) de : *i*) 87,7 (prune d'Agén), 87,0 (prune), 63,3 (abricot), en utilisant le méthanol/eau (1 :1, v/v) comme solvant d'extraction, et *ii*) 92,2 (raisin) and 55,9 (figue), en utilisant l'éthanol/eau (1:1, v/v) comme solvant d'extraction. De ces résultats, il nous paraît clair que MD, étant un fruit sec, est relativement moins riche en substances antioxydantes.

### III.2.4. Etudes de corrélation entre la teneur PT et le PA total

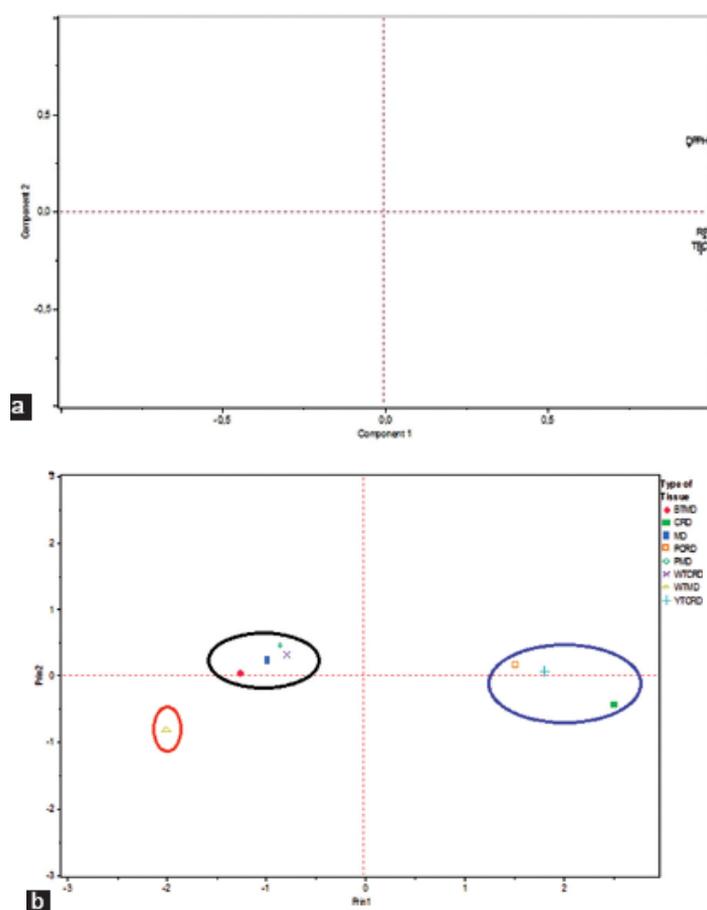
Il est important d'étudier la corrélation entre la teneur en PT, et le PA total. Certains auteurs ont rapporté qu'il n'y a pas de corrélation entre la teneur en PT et PA total, tandis que d'autres ont trouvé à l'opposé (Moure et al., 2001). Une corrélation linéaire positive élevée entre la teneur en PT et le PA total (PR:  $R^2 = 0,983$ , DPPH:  $R^2 = 0,853$ ) est observée, comme il est indiqué dans le tableau 3, respectivement ( $p < 0,05$ ). Ce résultat indique que les composés phénoliques contribuent de manière substantielle, dans le cas de PT/ PR en particulier, au PA de du fruit de datte. Sanda et al. (2015) ont trouvé une corrélation positive entre la teneur en PT/ DPPH (activité antiradicalaire) ( $R^2 = 0,811$ ) et PT/ PR ( $R^2 = 0,707$ ) de deux espèces de *Daphne* issues de la Turquie. En outre, Abbès et al. (2013) ont observé une corrélation positive entre l'AA et la teneur en PT du sirop de dattes.

**Tableau 3:** Résultats de l'analyse de corrélation de MD, de CRD et de leurs tissus constitutifs pour différentes méthode d'activité antioxydante.

	PT	DPPH	PR
PT	1,000	0,853	0,983
DPPH	0,853	1,000	0,883
PR	0,983	0,883	1,000

PT: polyphénols totaux, DPPH: activité anti-radicalaire, PR : pouvoir réducteur.

La première et de la deuxième composantes principales (CP1 et CP2) de la teneur en PT et du PA sont de 93,79% et 5,75% de la variance, respectivement (Fig. 3a). Le diagramme de dispersion des observations (Fig. 3b) isole trois groupes entre les échantillons étudiés. En effet, le premier groupe (CRD, TJCRD et PCRD) sont les plus riches en PT et ayant un PA le plus élevé, le deuxième groupe (PMD, MD, TBrMD et TBCRD) sont moins riches en PT et ont une PA moyen, tandis que TBMD se distingue avec sa pauvreté en PT et un PA faible.



**Figure 3:** Diagramme de dispersion des observations (a) du PA et de corrélation entre les variables de la composante principale (b), de MD, CRD et leurs différents tissus.

#### **IV. Conclusion**

D'après les résultats, on peut en déduire que les variétés de dattes MD et CRD, ainsi que leurs noyaux sont statistiquement différentes ( $P < 0,05$ ) dans les principales propriétés physiques telles que les dimensions linéaires, l'angle de repos et la dureté. Globalement, CRD et ses tissus constitutifs (pellicule, tissu jaune et tissu blanc) ont montré une activité antioxydante plus élevée en termes de PR et d'AA (essai au DPPH), par rapport à la variété MD. En outre, une corrélation linéaire positive entre le pouvoir antioxydant et la teneur en polyphénols a été observée ( $R^2 = 0,983$  dans le cas du PR). Enfin, l'effet synergique entre les extraits de tissus de MD et de CRD, en terme de PR, sont presque toujours  $> 1$ . Ainsi, la datte rouge de *Phoenix canariensis* L. un fruit sauvage sous-utilisé peut être employé comme additif naturel dans les formulations alimentaire et non alimentaire.

## V. Références

- Abbès, F., S. Besbes, B. Brahim, W. Kchaou, H. Attia and C. Blecker. 2013. Effect of concentration temperature on some bioactive compounds and antioxidant properties of date syrup. *Food. Sci. Technol. Int.* 19:323–333.
- Aguiló-Aguayo, I., G. Oms-Oliu, R. Soliva-Fortuny and O. Martín-Belloso. 2009. Changes in quality attributes throughout storage of strawberry juice processed by high-intensity pulsed electric fields or heat treatments. *LWT – Food. Sci. Technol.* 42:813–818.
- Allane, T. and S. Benamara. 2010. Activités antioxydantes de quelques fruits communs et sauvages d’Algérie. *Phytothérapie.* 8:171–175.
- Arazo, M., A. Bello, L. Rastrelli, M. Montelier, L. Delgado and C. Panfet. 2011. Antioxidant properties of pulp and peel of yellow mangosteen fruits. *Emir. J. Food Agric.* 23:517–524.
- Aydın, C. 2002. Physical properties of hazel nuts. *Biosyst. Eng.* 82:297–303.
- Bart-Plange, A. and E. A. Baryeh. 2003. The physical properties of Category B cocoa beans. *J. Food Eng.* 60:219–227.
- Ben Ismaïl, H., N. Djendoubi, A. Kodia, D. Ben Hassine and M. Ben Slama. 2013. Physicochemical characterization and sensory profile of 7 principal Tunisian date cultivars. *Emir. J. Food Agric.* 25:331–341.
- Benamara, S., A. Boukhiar, A. Djouab, T. Aksil, T. Allane, N. Iguergaziz, D. Megdoud, S. Babouri, M. Bouda, R. Djenhia, K. Kechadi, S. Letrache, W. Nakib, F. Ouamrane, K. Ressioui and S. Sekkak. 2013. New functional food formulations from Algerian agro-ressources. The 16<sup>th</sup> annual Vitafoods Europe conference, Palexpo, Geneva, Switzerland, 14–16 May 2013.
- Benmeddour, Z., E. Mehinagic, D. Le Meurlay and H. Louaileche. 2013. Phenolic composition and antioxidant capacities of ten Algerian date (*Phoenix dactylifera* L.) cultivars: A comparative study. *J. Funct. Foods.* 5:346–354.
- Benziouche, S. E. 2013. The sector of dates in Algeria, role in national economy and position on the international market. *Acta Hort. (ISHS).* 994:155–162.
- Biglari, F., A. F. M. AlKarkhi and A. M. Easa. 2008. Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Iran. *Food Chem.* 107:1636–1641.
- Crecente-Campo, J., M. Nunes-Damaceno, M. A. Romero-Rodríguez and M. L. Vázquez-Odériz. 2012. Color, anthocyanin pigment, ascorbic acid and total phenolic compound determination in organic versus conventional strawberries (*Fragaria × ananassa* Duch, cv Selva). *J. Food Compos. Anal.* 28:23–30.
- Cuendet, M., K. Hostettmann and O. Potterat. 1997. Iridoid glucosides with free radical scavenging properties from *Fagraea blumei*. *Helv. Chim. Acta.* 80:1144–1152.

- Demir, F. and I. H. Kalyoncu. 2003. Some nutritional, pomological and physical properties of cornelian cherry (*Cornus mas* L.). J. Food Eng. 60:335–341.
- Ercisli, S., S. O. Yilmaz, J. Gadze, A. Dzibur, S. Hadziabulic and J. Aliman. 2011. Some fruit characteristics of cornelian cherries (*Cornus mas* L.). Not. Bot. Horti. Agrobi. 39: 255–259.
- Francis, F. J. and F. M. Clydesdale. 1975. Food Colorimetry: Theory and Applications. AVI Publishing Company, Inc., Westport, CT, USA.
- Fu, L., B. T. Xu, X. R. Xu, R. Y. Gan, Y. Zhang, E. Q. Xia and H. B. Li. 2011. Antioxidant capacities and total phenolic contents of 62 fruits. Food Chem. 129:345–350.
- Gros-Balthazard, M. 2013. Hybridization in the genus *Phoenix*: A review. Emir. J. Food Agric. 25:831–842.
- Guo, C., J. Yang, J. Wei, Y. Li, J. Xu and Y. Jiang. 2003. Antioxidant activities of peel, pulp, and seed fractions of common fruits as determined by FRAP assay. Nutr. Res. 23: 1719–26.
- Haider M. S., I. A. Khan, M. J. Jaskani, S. A. Naqvi and M. M. Khan. 2014. Biochemical attributes of dates at three maturation stages. Emir. J. Food Agric. 26:953–962.
- Ilori, T. A, O.B. Oradugba and A. O. Raji. 2011. Physical properties of Mexican sunflower seed. Int. Agrophys. 25:299–302.
- Ixtaina, V. Y., S.M. Nolasco and M.C. Tomás. 2008. Physical properties of chia (*Salvia hispanica* L.) seeds. Ind. Crop Prod. 28:286–293.
- Jahromi, M. K., S. Rafiee, A. Jafari, M. R. Ghasemi Bousejin, R. Mirasheh and S. S. Mohtasebi. 2008b. Some physical properties of date fruit (cv. Dairi). Int. Agrophys. 22:221–224.
- Jahromi, M. K., S. S. Mohtasebi, A. Jafari, R. Mirasheh and S. Rafiee. 2008a. Determination of some physical properties of date fruit (cv. Mazafati). Journal of Agricultural Technology. 4:1–9.
- Jain, R. K. and S. Bal. 1997. Properties of pearl millet. J. Agr. Eng. Res. 66:85–91.
- Johnson, D. V. 2012. Enhancement of date palm as a source of multiple products: Examples from other industrialized palms. Emir. J. Food Agric. 24:408–414.
- Kchaou, W., F. Abbès, C. Blecker, H. Attia and S. Besbes, 2013. Effects of extraction solvents on phenolic contents and antioxidant activities of Tunisian date varieties (*Phoenix dactylifera* L.). Ind. Crop Prod. 45:262–269.
- Khandaker, M. M., N. Osman, A. S. Hossain and A. N. Boyce. 2012. Effects of the phloemic stress on the growth, development and quality of wax apple (*Syzygium samarangense*) cv. Jambu madu. Sains Malays. 41:553–560.

- Liu, L. H., D. Zabaras, L. E. Bennett, P. Aguas and B. W. Woonton. 2009. Effects of UV-C, red light and sun light on the carotenoid content and physical qualities of tomatoes during post-harvest storage. *Food Chem.* 115:495–500.
- Liu, R. H. 2003. Health benefits of fruits and vegetables are from additive and synergistic combination of phytochemicals. *Am. J Clin. Nutr.* 78:517S–520S.
- Mansouri, A., G. Embarek, E. Kokkalou and P. Kefalas. 2005. Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chem.* 89:411–420.
- Min, S. and Q. H. Zhang. 2003. Effects of commercial-scale pulsed electric field processing on flavor and color of tomato juice. *J. Food Sci.* 68:1600–1606.
- Mohsenin, N. N. 1970. Physical properties of plant and animal materials. Vol. 1. Physical characteristics and mechanical properties. New York: Gordon and Breach.
- Mohsenin, N. N. 1986. Physical properties of plant and animal materials, second ed. Gordon and Breach Science Publishers, New York.
- Moure, A., J. M. Cruz, D. Franco, J. M. Domínguez, J. Sineiro, H. Domínguez, M. J. Núñez and J. C. Parajó. 2001. Natural antioxidants from residual sources. *Food Chem.* 72:145–171.
- Nalbandi, H., S. Seiedlou, J. Hajilou, M. Moghaddam and M. Adlipour. 2011. Physical properties and color characteristics of Iranian genotypes of cornelian cherry. *J. Food Process Eng.* 34:792–803.
- Nehdi, I. A., H. Zarrouk, S. I. Al-Resayes. 2011. Changes in chemical composition of *Phoenix canariensis* Hort. Ex Chabaud palm seed oil during the ripening process, *Sci. Hortic.* 129:724–729
- Nehdi, I, S. Omri, M.I. Khalil, S.I. Al-Resayes. 2010. Characteristics and chemical composition of date palm (*Phoenix canariensis*) seeds and seed oil. *Ind Crops Prod.* 32:360–365.
- Nimkar, M. P and K. P. Chattopadhyay. 2001. Some physical properties of green gram. *J. Agr. Eng. Res.* 80:183–189.
- Omobuwajo, T. O., A. E. Akande and L. A. Sanni. 1999. Selected physical, mechanical and aerodynamic properties African Breadfruit (*Treculia africana*) seeds. *J. Food Eng.* 40:241–244.
- Ouchemoukh, S., S. Hachoud, H. Boudraham, A. Mokrani and H. Louaileche. 2012. Antioxidant activities of some dried fruits consumed in Algeria. *LWT - Food. Sci. Technol.* 49:329–332.
- Oyaizu, M. 1986. Studies on products of browning reaction: antioxidative activity of products of browning reaction. *Jpn. J. Nutr.* 44:307–315.

- Parrott, M. E. and B.E. Thrall. 1978. Functional properties of various fibers: physical properties. J. Food Sci. 43:759–763.
- Sahin, S. and S. G. Sumnu. 2006. Physical properties of food. Ed Springer Science+Business Media, LLC. 257p.
- Sanda, M. A., G. Zengin, A. Aktumsek and Y. S. Cakmak. 2015. Evaluation of antioxidant potential of two *Daphnes* species (*D. gnidioides* and *D. pontica*) from Turkey. Emir. J. Food Agric. 27:488–494.
- Singleton, V. L., R. Orthofer and R. M. Lamuela-Raventos. 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin–Ciocalteu reagent. Method. Enzymol. 299:152–178.
- Topuz, A., M. Topakci, M. Canakci, I. Akinci and F. Ozdemir. 2005. Physical and nutritional properties of four orange varieties. J. Food Eng. 66:519–523.
- Tounsi, M. S., I. Ouerghemmi, W. A. Wannes, R. Ksouri, H. Zemni, B. Marzouk and M. E. Kchouk. 2009. Valorization of three varieties of grape. Ind. Crop Prod. 30:292–296.
- Varnamkhasti, M. G., H. Mobli, A. Jafari, A. R. Keyhani, S. H. Soltanabadi, S. Rafiee and K. Kheiralipour. 2008. Some physical properties of rough rice (*Oryza Sativa* L.) grain. J. Cereal Sci. 47:496–501.
- Yin, N., W. Ma, J. Pei, Q. Ouyang, C. Tang, and L. Lai. 2014. Synergistic and antagonistic drug combinations depend on network topology. PLoS One 7: (e93960) 1–7.
- Zineb, G., M. Boukouada, A. Djeridane, M. Saidi and M. Yousfi. 2012. Screening of antioxidant activity and phenolic compounds of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Algeria. Med. J. Nutrition Metab. 5:119–126.

*Partie II*

**Potentiel antioxydant de la pellicule de la datte de l'espèce**

*Phoenix canariensis L.*

## Potentiel antioxydant de la pellicule de la datte de l'espèce *Phoenix canariensis* L.

Cette partie est la traduction intégrale de l'article : Antioxidant potential of *Phoenix canariensis* L. date peel. Indian Journal of Experimental Biology.

### Résumé

Le présent article a pour but d'étudier le potentiel antioxydant de la pellicule de la datte rouge de l'espèce *Phoenix canariensis* L. (CRDP). Dans la première étape, on a étudié la composition phytochimique, le pouvoir réducteur (PR) et les paramètres de couleur (dans le système CIELab) de la CRDP. Dans la deuxième étape, le potentiel antioxydant de la CRDP a été étudié via la stabilité à l'oxydation de l'huile de tournesol dans laquelle elle a été ajoutée sous différentes formes. Pour ce faire, les deux groupes de paramètres suivants ont été analysés: 1) l'indice de *p*-anisidine (IpA), l'oxydation totale (TOTOX) et le score de flaveur (F), dans le cas du test au four, et 2) l'activité antioxydante, calculée sur la base de la valeur de l'indice de peroxyde (IP),%), l'indice de protection (IPr,%) et les paramètres de couleur CIELab, dans le cas d'un test d'oxydation accéléré par micro-ondes (MO). Les résultats ont montré que la CRDP possède un pouvoir réducteur exceptionnel (PR) de 43,81 mg équivalent d'acide ascorbique (EAA) par g de matière sèche (ms). L'essai à l'étuve a montré que la stabilité à l'oxydation de l'huile de tournesol enrichie en extrait méthanolique de la CRDP est supérieure à celle du témoin. En ce qui concerne l'oxydation accélérée par les MO, on a constaté que les valeurs d'AA d'échantillons d'huile de tournesol enrichis en CRDP à 1% et 0,02% en BHA (butyl hydroxyanisole, antioxydant synthétique) n'étaient pas significativement différentes ( $p < 0,05$ ). Ces résultats démontrent la possibilité d'utilisation des extraits de la CRDP comme ingrédient antioxydant dans les produits alimentaires.

**Mots clés:** Stabilité oxydative, extrait, tournesol.

## Abstract

The present paper aims to investigate the antioxidant potential of *canariensis* red date peel (CRDP). First, the phytochemical composition, reducing power (RP) and color parameters (CIELab system) of CRDP were investigated. In the second step, the antioxidant potential of CRDP was studied throughout oxidative stability of sunflower oil in which it was added in different forms. For this, the two following groups of parameters were analyzed: 1) *p*-anisidine value (*p*-AV), total oxidation (TOTOX) and flavor score (F), in the case of oven test, and 2) antioxidant activity (AA, calculated on peroxide value (PV) basis, %), protective index (PI, %) and CIELab color parameters, in the case of microwave (MW)-accelerated oxidation test. Results showed that the CRDP possesses an exceptional reducing power (RP) of 43.81 mg ascorbic acid equivalent (AAE) per g of dry matter (DM). The oven test showed that the oxidative stability of sunflower oil enriched with CRDP methanolic extract was higher than that of control. Concerning the MW-accelerated oxidation, it was found that the AA values of sunflower oil samples enriched with 1 % CRDP and 0.02 % BHA (butylated hydroxyanisole, synthetic antioxidant) were not significantly different ( $p < 0.05$ ), suggesting the possibility of use of CRDP extracts as antioxidant ingredient in processed.

**Keywords:** Oxidative stability, extract, sunflower.

---

## I. Introduction

Les antioxydants naturels comme les polyphénols sont des métabolites secondaires qui ont un large éventail d'activités biologiques et pharmacologiques et ils sont considérés comme très importants dans la nutrition et la santé humaine (Romano et al., 2009). En plus de leur activité antioxydante, ils peuvent servir d'agents antimicrobiens et/ ou de colorants (Shahidi et al., 2003).

Le palmier *Phoenix canariensis* L. appartient à la famille des palmacées qui compte plusieurs espèces. Il est originaire des îles Canaries mais il est largement cultivé dans le monde entier pour son élégance le long des avenues et dans les jardins. Comme le fruit d'autres dattiers, celui des îles Canaries est aussi comestible, mais il a un goût désagréable qui le rend impropre à la consommation (Nehdi et al., 2010). À notre connaissance, aucun travail n'a été rapporté dans la littérature sur le potentiel antioxydant de la CRDP.

Le présent article a pour but d'étudier le potentiel antioxydant de la pellicule rouge de l'espèce *canariensis* (CRDP). Tout d'abord, on a étudié la composition phytochimique, le pouvoir réducteur (PR) et les paramètres de couleur (système CIELab) de la CRDP. Dans la

deuxième étape, le potentiel antioxydant de la CRDP a été étudié au travers de la stabilité à l'oxydation de l'huile de tournesol dans laquelle elle a été ajoutée sous différentes formes. Pour ce faire, les deux groupes de paramètres suivants ont été analysés: 1) la valeur de l'indice de *p*-anisidine (*IpA*), l'oxydation totale (TOTOX) et l'indice de flaveur (F), dans le cas du test au four, et 2) l'activité antioxydante, calculée sur la base de l'indice de peroxyde (IP), l'indice de protection (IPr,%) et les paramètres de couleur CIELab, dans le cas d'un test d'oxydation accéléré par micro-ondes (MO).

## **II. Matériel et méthodes**

### **II.1. Echantillons et produits chimiques**

L'huile de tournesol a été gracieusement fournie par COGB LaBelle SPA (Corps Gras de Béjaïa, Société par Actions, Algérie). Tous les solvants et réactifs utilisés sont de qualité analytique (méthanol, HCl, *n*-hexane, acide acétique, acide trichloroacétique, chloroforme, *p*-anisidine, ferricyanure de potassium, Folin-Ciocalteu, acétone, AlCl<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> et FeCl<sub>3</sub>) et ils sont achetés chez Sigma-Aldrich, Co (Allemagne).

### **II.2. Matériel végétal**

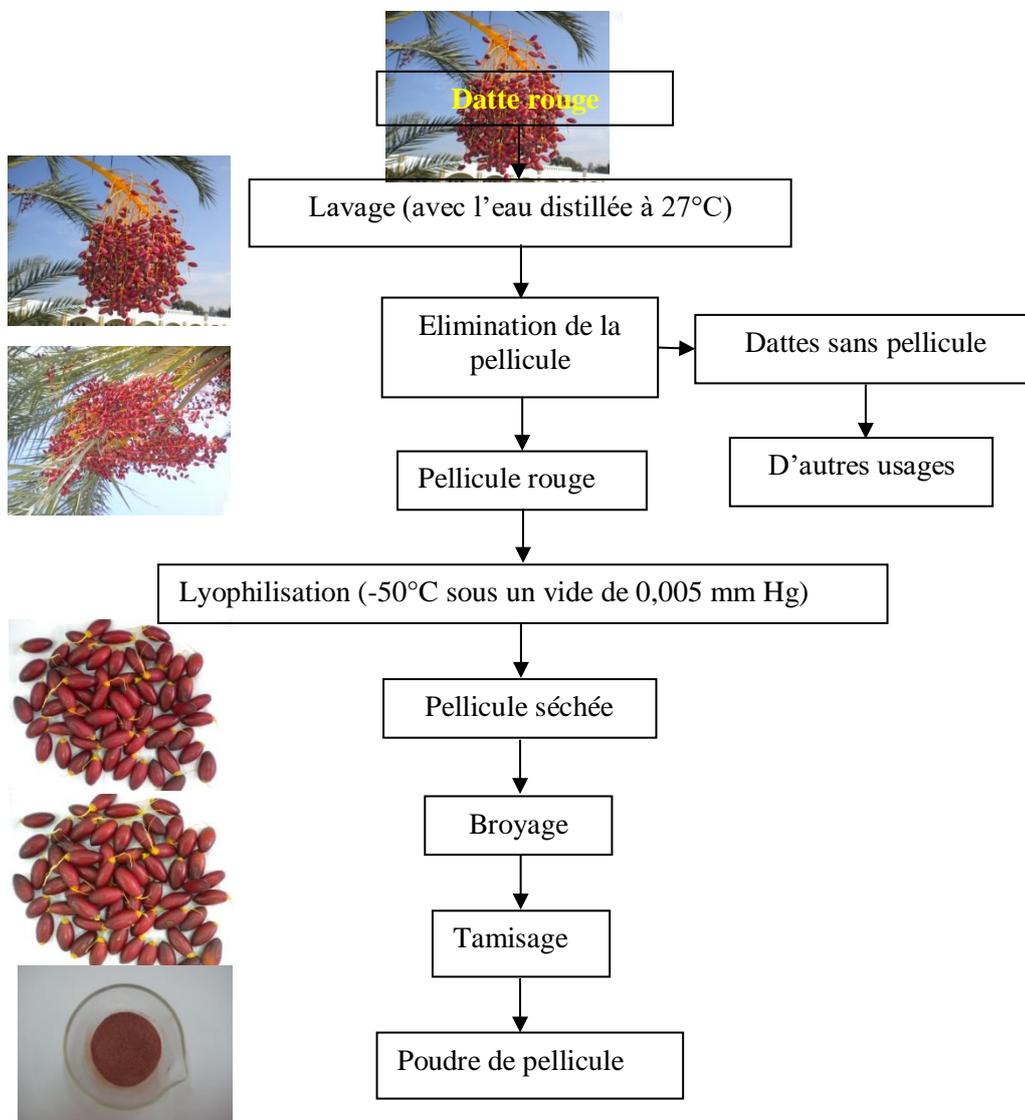
Le fruit de la datte de l'espèce *Phoenix canariensis* L. a été collecté sur un palmier du jardin de l'ORGM (Office National de Recherche Géologique et Minière), dans la ville de Boumerdès (40 km à l'est d'Alger). Les échantillons de fruits ont été transportés au laboratoire dans des sacs en polyéthylène pour éviter toute contamination externe et sont ensuite stockés à 5 °C jusqu'à l'analyse.

### **II.3. Préparation et caractérisation phytochimique de la CRDP**

La CRDP est obtenue selon le diagramme de la figure 1. La pellicule a été récupérée par grattage manuel à l'aide d'un couteau de maison tandis que la cryodessiccation elle a été effectuée à l'aide d'un lyophilisateur CRYODOS Telstar (Terrassa, Espagne).

La CRDP a été caractérisé en termes de polyphénols totaux (Singleton et al., 1999), de flavonoïdes (Zhishen et al., 1999), d'anthocyanes (Ganjewala et al., 2008), de caroténoïdes (Talcott et Howard, 1999) et de couleur (CIELab, colorimètre CR-10 Konica, Minolta, Japon). Différents solvants ont été utilisés pour l'extraction des différents composés phytochimiques: méthanol pur (polyphénols totaux et flavonoïdes), acétone/ éthanol (1: 1, v/v) (caroténoïdes) et méthanol acidifié avec du HCl (0,1N) (anthocyanes).

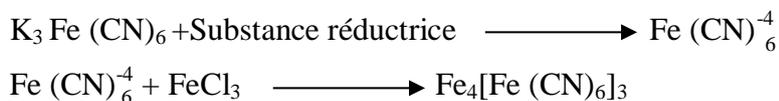
En outre, selon la procédure décrite par Yang et al. (2008), on a essayé d'élucider le profil des anthocyanines au moyen d'une HPLC en phase inverse, HP-1100 (Agilent, USA) équipée d'une colonne en phase inverse C18 (5 $\mu$ m), 4,6 $\times$ 250 mm di (Agilent, Etats-Unis). La détection a été effectuée à  $\lambda_{\max}$  = 520 nm.



**Figure 1** : Processus d'obtention de la poudre de pellicule de la datte rouge de l'espèce *Phoenix canariensis* L.

Le PR a été évalué selon la méthode décrite par Oyaizu (1986), le méthanol étant utilisé comme solvant d'extraction. Tout d'abord, l'extrait de méthanol a été obtenu en mélangeant 1 g de la CRDP avec 50 ml de méthanol sous agitation continue pendant 30 min. L'opération a été répétée deux fois et les différents extraits obtenus ont été combinés. La capacité de réduction de l'extrait méthanolique de la CRDP est directement proportionnelle à l'intensité de

la couleur produite (bleue de Prusse), résultat de la réduction du complexe  $\text{Fe}^{3+}$ / ferricyanure en ( $\text{Fe}^{2+}$ ). L'intensité de cette réduction a été estimée en mesurant l'absorbance à 700 nm (Gülçin, 2005; Veigas et al., 2007). Le mécanisme de réaction peut se résumer comme suit (Bursal et Köksal, 2011):



Une aliquote (1ml) de l'extrait de la CRDP a été mélangé avec 2,5 ml de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 2,5 ml de solution aqueuse d'hexacyanoferrate de potassium  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  à 1%. Après 30 min d'incubation à 50 °C, 2,5 ml de la solution d'acide trichloracétique à 10% ont été ajoutés au mélange suivi d'une centrifugation à 10000 tr/mn pendant 10 min (centrifugeuse SIGMA 2-16 PK). 2,5 ml du surnageant ont été combinés avec 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de solution aqueuse de  $\text{FeCl}_3$  à 0,1% avant de mesurer l'absorbance à 700 nm (spectrophotomètre UV/VIS-JASCO V-530, Japon). Une absorbance élevée indique une activité antioxydante élevée de la CRDP. Les résultats, ont été exprimés en mg équivalents d'acide ascorbique (mg EAA/g de MS).

#### **II.4. Stabilité à l'oxydation de l'huile de tournesol additionnée d'extraits méthanoliques de la CRDP: Essai à l'étuve**

L'indice de peroxyde (IP) de l'huile de tournesol a été déterminé selon la méthode AOCS (1990). En outre, trois autres paramètres ont été déterminés, à savoir l'indice de *p*-anisidine (*IpA*) (Durmaz et al., 2010), l'oxydation totale (TOTOX) (Mabaleha et al., 2007) et la valeur de flaveur (F) (List et al., 1974). Les deux derniers paramètres sont définis comme suit:

$$\text{TOTOX} = \text{IpA} + 2 \times \text{IP}$$

$$\text{F} = 7,7 - 0,35 \times \text{TOTOX}$$

Brièvement, 15 ml de l'extrait méthanolique de la CRDP ont été ajoutés à 20 g d'huile de tournesol. Le mélange a été chauffé dans une étuve de laboratoire à 70 °C pendant 3 jours avec agitation périodique. Après une dernière agitation et un refroidissement, le mélange a subi une décantation.

Les indices précités ont été déterminés sur la phase grasse. Pour mieux estimer l'effet de l'extrait de la CRDP sur la vitesse d'oxydation de l'huile de tournesol, il nous a semblé intéressant d'introduire le concept de pourcentage (%) d'inhibition de la formation de produits secondaires d'altération (en utilisant *IpA*), le taux de réduction du TOTOX et de la flaveur (F), selon l'équation suivante:

$$\% \text{ d'inhibition} = 100 \times [(Valeur_{Témoin} - Valeur_{Echantillon}) / Valeur_{Témoin}]$$

où : Valeur *Témoin* : valeur de l'IpA, de TOTOX ou de F du témoin.

Valeur *Echantillon* : valeur de l'IpA, de TOTOX ou de F de l'échantillon.

En effet, par rapport à l'expression originale (en valeur absolue) de TOTOX et de F, la formule adaptée (en % d'inhibition) exprime plus explicitement la signification de l'effet antioxydant de la CRDP, cet effet étant calculé comparativement au témoin.

## **II.5. Stabilité de l'huile de tournesol additionnée de la CRDP lors de l'oxydation accélérée au four MO**

Dans cette étude, l'IP de l'huile de tournesol (comme solvant d'extraction des antioxydants de la CRDP et du colorant) oxydée par l'énergie des MO est proposée pour la première fois comme moyen plus rapide pour évaluer l'AA de la CRDP. Cette méthode évite l'utilisation excessive de solvants toxiques et permet un gain de temps par rapport à l'essai au four et à la méthode d'oxygène actif (AOM), par exemple. À notre connaissance, seuls Cañizares-Macías et al. (2004) proposent l'utilisation de l'énergie des MO comme moyen d'oxydation accélérée pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles d'olive en mesurant le coefficient d'extinction *K232* et *K270*. Pour ce faire, quatre suspensions avec des proportions massiques différentes (en %) de CRDP/ huile de tournesol ont été préparé (0: témoin négatif, 0,25, 0,5 et 1%) en plus de la solution de référence (huile contenant 0,02% de BHA). Toutes ces solutions, préalablement soumises à une agitation magnétique continue pendant 20 min à température ambiante (23 °C), ont été introduite dans le four MO (LG Grill, Intellowave, Corée du Sud) à une puissance de 480 W pendant 20 minutes. Après décantation, on a séparé l'extrait d'huile de tournesol de la suspension puis on l'a refroidit à 23 ± 2 °C. L'IP de l'huile a été ensuite déterminée.

L'AA (%) a été déterminé par l'équation suivante:

$$AA = 100 \times [(IP_{Témoin} - IP_{Echantillon}) / IP_{Témoin}]$$

*IP<sub>Témoin</sub>* : indice de peroxyde du témoin (huile de tournesol sans ajout d'antioxydant)

*IP<sub>Echantillon</sub>* : indice de peroxyde de l'échantillon (avec ajout d'antioxydant)

En plus de l'AA, l'indice de protection (IPr) a été aussi calculé:

$$IPr = IP_{Témoin} / IP_{Echantillon}$$

En fait, ce test permet d'évaluer la puissance antioxydante du mélange (huile de tournesol + huile de palme).

Les paramètres de couleur (système CIELab) ont également été analysés. La différence de couleur totale ( $\Delta E^*$ ) a en outre été estimée en utilisant l'expression suivante:

$$\Delta E^* = [(L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2]^{1/2}$$

où  $L_0^*$ ,  $a_0^*$ ,  $b_0^*$  et  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  sont les paramètres de couleur avant et après oxydation, respectivement.  $L^*$  définit la luminosité = 10 (~ noir) à 100 (blanc),  $a^*$  = rouge (+) à vert (-),  $b^*$  = jaune (+) à bleu (-). De plus, la corrélation entre les types  $L^*$ / teneur en pellicule et la teneur en  $b^*$ / pellicule a été établie dans l'huile colorée avant oxydation aux MO, en utilisant le logiciel Excel.

Afin d'estimer l'efficacité de l'extraction des pigments à partir de la CRDP, le résidu de l'extraction (CRDP + huile résiduelle, contenant du pigment) a été lavé trois fois avec 50 ml d'hexane. Après évaporation sous vide, l'huile résiduelle (HR) est soumise à l'analyse de couleurs.

## II.6. Analyse statistique

Les résultats en triplicata ont été exprimés en moyenne  $\pm$  écart-type. L'analyse de variance (ANOVA) a été effectuée en utilisant le logiciel XLSTAT 2011 pour déterminer les différences significatives au niveau de  $p < 0,05$ .

## III. Résultats et discussion

### III.1. Potentiel antioxydant de la CRDP

Il est nécessaire de rappeler que les antioxydants des fruits et autres produits végétaux jouent un rôle important dans la santé humaine, empêchant de nombreuses maladies dangereuses, y compris le cancer (Oroian et Escriche, 2015). Récemment, Novello et al. (2015) ont démontré l'effet protecteur de l'extrait de palmier de Juçara (*Euterpe edulis* Mart.), contre les dommages liés au stress oxydatif chez la souris. Il faut également souligner que les antioxydants présents en quantités physiologiques dans les aliments naturels combattent souvent les radicaux libres nocifs, par opposition à l'effet pro-oxydant des suppléments antioxydants (Soni, 1995).

Le potentiel antioxydant de la CRDP a été exprimé via certaines molécules antioxydantes et le pouvoir réducteur (Tableau 1), ces deux critères sont connus pour être positivement corrélé (Guo et al., 1997).

La teneur en polyphénols de la CRDP est supérieure à celle des différentes peaux de fruits (mg/g, ms): pomme: ~ 1,4 et 5,11 (Tsao et al., 2005 ; Rupasinghe et al., 2008), kembayau (*Dacryodes rostrata*): ~ 17,78 (Kong et al., 2011) et l'aubergine: ~  $0,14 \times 10^{-2}$  –  $0,29 \times 10^{-2}$  (selon le solvant d'extraction) (Boulekbache-Makhlouf et al., 2013). Cependant, la valeur trouvée est inférieure à celles (188 et 134,3 mg/g de ms) de la peau de grenade (*Punica granatum* L.) (Saad et al., 2012).

La teneur en flavonoïdes de la CRDP est plus faible (24,13-31,22 mg/g, ms) de la peau du fruit de kembayau (*Dacryodes rostrata*) (Kong et al., 2011), mais elle est supérieure à celle (0,16-0,19 mg/g de ms) de la peau d'aubergine (Boulekbache-Makhlouf et al., 2013).

**Tableau 1** : Teneur en antioxydants, activité antioxydante et couleur de la CRDP.

Paramètres	<i>N</i>	Teneurs moyennes
Polyphénols totaux <sup>(1)</sup>	3	24,67 ± 0,81
Flavonoïdes <sup>(1)</sup>	3	12,82 ± 0,05
Anthocyanines <sup>(1)</sup>	3	1,67 ± 0,72
Caroténoïdes <sup>(1)</sup>	3	0,282±0,005
Activité antioxydante <sup>(2)</sup>	3	43,81±0,17
Couleur CIELab <i>L</i> *	3	20,20±0,17
<i>a</i> *	3	12,50±0,20
<i>b</i> *	3	4,40±0,10

<sup>(1)</sup> La teneur en polyphénol, flavonoïdes, anthocyanes et caroténoïdes est exprimée en mg/g ms.

<sup>(2)</sup> L'activité antioxydante est exprimée en mg EAA/g ms.

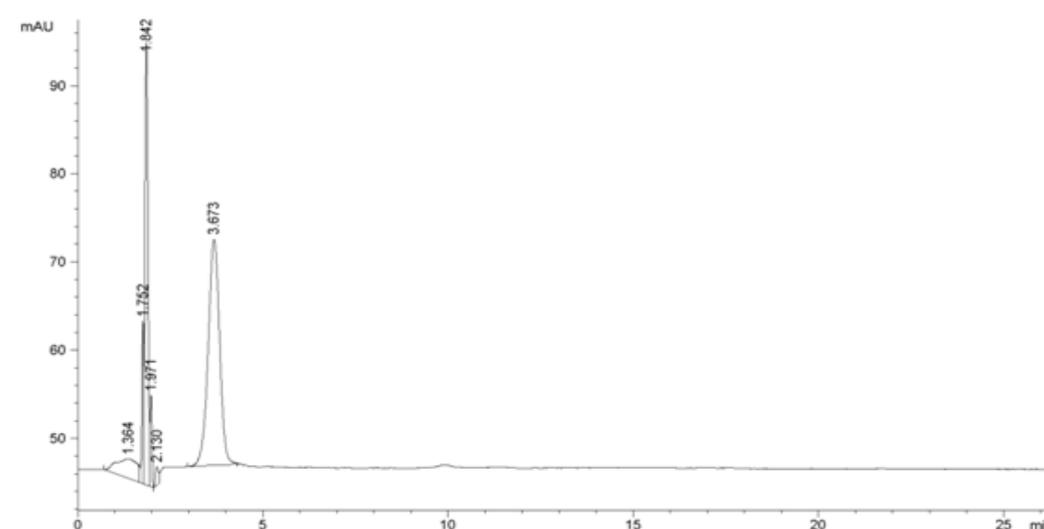
*n* : nombre d'essais.

La teneur en anthocyanes de la CRDP se situe dans la plage des valeurs (1,22 à 4,04 mg/g) rapportée par Kong et al. (2011) pour la peau du fruit de kembayau (*Dacryodes rostrata*), mais elle dépasse celles (0,52-0,83 mg/g, ms) de la peau d'aubergine (Boulekbache-Makhlouf et al., 2013).

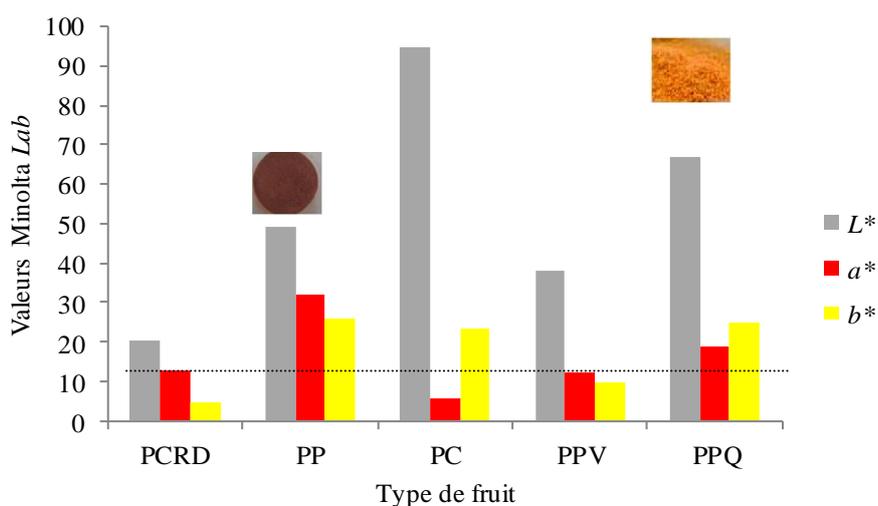
Le chromatogramme des anthocyanes de la CRDP est donné dans la figure 2. Un total de six pics apparaît sur le chromatogramme. Parmi ces pics deux (avec des temps de rétention

de 1,84 et 3,67 min) sont prédominants, représentant 27,03 et 53,65% des anthocyanes totales. Sur la base des données disponibles dans la littérature scientifique, ces deux temps de rétention peuvent correspondre respectivement au delphinidine-3,5-diglucoside et au cyanidine-3,5-diglucoside (Santiago et al., 2014).

En ce qui concerne la couleur, le résultat le plus intéressant concerne le pigment rouge ( $a^*$ ) dont l'intensité est dans la fourchette des données rapportées dans la littérature (figure 3). Cette constatation corrobore celle des anthocyanes connues pour être responsables de la couleur rouge et bleu violette des fruits et des fleurs, en fonction du pH du milieu (Alkema et Seagerl, 1982). Sur la base de ces données, l'extrait de la CRDP peut être utilisé comme agent colorant dans les produits alimentaires.



**Figure 2 :** Profil HPLC des anthocyanes de la CRDP détecté à 520 nm.



**Figure 3 :** Caractéristiques CIELab de la CRDP comparées à celles issues d'autres fruits : PP : paprika (Topuz et al., 2009), PC : cantaloup (Solval et al., 2012), PPV : poivron (Kim et al., 2014), PPQ : pastèque (Quek et al., 2007).

Le PR de la CRDP est beaucoup plus élevé que les valeurs (4,21-7,9 mg EAA/ g mf) trouvées par Allane et Benamara (2010) au sujet des peaux de différentes variétés de dattes algériennes et les baies d'arbousier. En effet, plusieurs auteurs ont souligné que, par rapport à la pulpe, les peaux de fruits présentent souvent une activité antioxydante plus élevée (Chinnici et al., 2004 ; Nile et Park, 2015). Cela confirme le fait que les polyphénols les plus communs sont concentrés dans la peau des fruits (Kammerer et al., 2014).

### III.2. Oxydation de l'huile de tournesol au cours du test à l'étuve

Les résultats de l'oxydation de l'huile de tournesol sont résumés dans le tableau 2. L'IP et le l'IpA ont été utilisés comme indicateurs de l'oxydation primaire et secondaire de l'huile de tournesol, respectivement. La température appliquée (70 °C) a été choisie en considérant la dégradation rapide des peroxydes à haute température (Mariod et al., 2010). L'extrait méthanolique de la CRDP présente un effet inhibiteur incontestable sur l'oxydation de l'huile de tournesol quel que soit le critère choisi. De plus, une différence significative a été observée ( $p < 0,05$ ) entre le témoin et l'huile additionnée de l'extrait de la CRDP pour tous les paramètres étudiés. Les valeurs de 2-29 (IP), ~ 3-23 (IpA) et 8-80 (TOTOX) d'huile de tournesol traitées dans des conditions de friture sont mentionnées dans la littérature (Rani et al., 2010).

**Tableau 2:** Résistance à l'oxydation de l'huile de tournesol additionnée de l'extrait méthanolique de la CRDP sur l'huile de tournesol : Test à l'étuve (à 70°C).

Indice	<i>n</i>	Huile (témoin)	Huile + extrait de CRDP	% d'inhibition
Indice de peroxyde	3	28,12 ± 0,25 <sup>a</sup>	22,83 ± 0,66 <sup>b</sup>	18,82
Indice de <i>p</i> -anisidine	3	2,55 ± 0,03 <sup>a</sup>	0,90 ± 0,41 <sup>b</sup>	64,7*
TOTOX	3	57,89 ± 0,12 <sup>a</sup>	46,56 ± 0,58 <sup>b</sup>	19,57*
Note de flaveur <i>F</i>	3	12,56 ± 0,01 <sup>a</sup>	8,59 ± 0,23 <sup>b</sup>	31,6*

\* représente le % d'inhibition de l'indice de *p*-anisidine, du TOTOX et de la note de flaveur calculée en %. *n* : nombre d'essais. Les différentes lettres en exposant dans la même ligne indiquent une différence significative entre les valeurs ( $p < 0,05$ ).

### III.3. Oxydation accélérée au four MO

Le tableau 3 montre les l'IP, l'AA et IPr de l'huile de tournesol. Nous remarquons que l'AA augmente avec la concentration en pellicule. Les valeurs de l'AA relatives à 1% de la CRDP et de 0,02% de BHA ne sont pas significativement différentes ( $p < 0,05$ ).

**Tableau 3** : Résistance à l'oxydation de l'huile de tournesol additionnée de la CRDP :

Test au four MO.

Additif	<i>n</i>	IP	AA (%)	IPr
Pellicule (0,25%)	3	5,38 ± 1,12 <sup>a,b</sup>	28,39± 1,00 <sup>c</sup>	1,40±0,02 <sup>b</sup>
Pellicule (0,5%)	3	4,89 ± 1,06 <sup>a,b</sup>	34,89± 0,89 <sup>b</sup>	1,54±0,09 <sup>a,b</sup>
Pellicule (1%)	3	4,33 ± 0,81 <sup>a,b</sup>	47,89± 0,44 <sup>a</sup>	1,74±0,07 <sup>a,b</sup>
BHA (0,02%)	3	3,81 ± 0,90 <sup>a,b</sup>	49,27± 0,60 <sup>a</sup>	1,97±0,17 <sup>a</sup>
Témoin après oxydation	3	7,52 ± 0,56 <sup>a</sup>	/	0,33 <sup>(a)</sup> ±0,01 <sup>c</sup>
Témoin avant oxydation	3	2,48 ± 0,35 <sup>b</sup>	/	/

IP : indice de peroxyde, AA : activité antioxydante, Indice de protection IPr : = IP témoin/ IP échantillon. L'exposant (a) correspond à l'IPr (autoprotection) de l'huile de tournesol = IP du témoin avant oxydation/ IP du témoin après oxydation. *n* : nombre de répétition. Les différentes lettres en exposant dans la même ligne indiquent une différence significative entre les valeurs ( $p < 0,05$ ).

L'IPr de l'huile de tournesol à différentes concentrations en CRDP (0,25%, 0,5% et 1%) est respectivement de 4,2, 4,7 et 5,3 fois plus élevé que l'indice d'auto-protection de l'huile de tournesol. Ces résultats se situent dans la gamme des valeurs trouvées pour certains extraits végétaux: 1,06 et 2,98 pour les extraits de perilla et de sauge à une concentration de 0,1%, respectivement (Povilaitytė et Venskutonis, 2000); 1,01 (graines de goyave) et 1,87 (feuilles de goyave) à une concentration de 1% pour cette espèce végétale (El Bedaweyet al., 2010). Pokorný et Korczak (2001) ont, de leur côté, communiqué un IPr exceptionnel avec une valeur de 24 dans le cas de l'extrait de sauge à une concentration de 1,25% (p/ p) testé sur du saindoux à 110 °C. Nous pensons qu'en plus de la méthode d'extraction, les espèces végétales peuvent influencer de manière significative l'IPr.

En ce qui concerne la couleur (mesurée avant et après l'oxydation de l'huile), les données du tableau 4 montrent qu'avant l'oxydation, la présence de la CRDP améliore certains paramètres, en particulier le pigment jaune ( $b^*$ ). C'est le paramètre pour lequel l'effet de la concentration de la CRDP est le plus important. En particulier, la valeur  $b^*$  pour 1% de la CRDP est la plus élevée et présente une différence significative ( $p < 0,05$ ) avec tous les autres échantillons, sauf celle de HR. Ce résultat indique la sélectivité de l'huile testée vis-à-vis des pigments spécifiques tels que les caroténoïdes. Ces molécules contribuent, avec les anthocyanes, au phénomène de co-pigmentation des tissus.

De plus, la corrélation négative  $L^*$ -teneur en pellicule et la corrélation positive  $b^*$ -pellicule sont suffisamment claires à partir du tableau 4. Il semble utile de souligner l'analogie entre les intensités de ces corrélations. Les lignes de tendance (non représentées ici) sont décrites par les équations suivantes (les valeurs comparables des pentes sont à noter):

$$L^* = -1,293 x + 65,16 ; (R^2 = 0,877)$$

$$b^* = 1,226 x + 0,52 ; (R^2 = 0,968)$$

où  $x$  est la proportion pondérale de pellicule dans l'huile analysée.

**Tableau 4 :** Effet de la CRDP sur les paramètres de couleur de l'huile de tournesol.

Echantillon	Couleur avant oxydation			Couleur après oxydation			$\Delta E^*$
	$L^*$	$a^*$	$b^*$	$L^*$	$a^*$	$b^*$	
HT	64,57±0,70 <sup>a</sup>	-	2,03±0,21 <sup>c</sup>	64,77±0,40 <sup>a</sup>	-	4,43±0,25 <sup>c,b</sup>	2,51±0,18 <sup>c</sup>
Pellicule 0,25%	61,37±0,60 <sup>b</sup>	-	2,60±0,10 <sup>c</sup>	65,77±0,21 <sup>a</sup>	-	5,83±0,06 <sup>b</sup>	1,67±0,14 <sup>b</sup>
Pellicule 0,5%	62,97±0,46 <sup>b</sup>	-	3,97±0,23 <sup>b</sup>	64,33±0,15 <sup>a</sup>	-	5,70±0,00 <sup>b</sup>	3,38±0,04 <sup>b</sup>
Pellicule 1%	60,57±0,32 <sup>c</sup>	-	5,87±0,21 <sup>a</sup>	65,23±0,51 <sup>a</sup>	-	7,03±0,29 <sup>a</sup>	3,65±0,37 <sup>a</sup>
BHT	62,00±0,46 <sup>b</sup>	-	1,87±0,06 <sup>c</sup>	64,80±0,61 <sup>a</sup>	-	5,30±0,17 <sup>b,c</sup>	2,23±0,24 <sup>b,c</sup>
BHA	62,20±0,26 <sup>b</sup>	-	1,40±0,10 <sup>d</sup>	65,00±0,17 <sup>a</sup>	-	5,00±0,17 <sup>b,c</sup>	2,27±0,40 <sup>b,c</sup>
HR	58,50±0,20 <sup>d</sup>	-	6,53±0,59 <sup>a</sup>	60,13±0,67 <sup>b</sup>	-	5,57±0,32 <sup>b,c</sup>	5,88±0,78 <sup>b,c</sup>

HT : Huile témoin, HR : Huile résiduelle,  $n$  : nombre d'essais, Les différentes lettres d'exposant dans la même colonne indiquent une différence significative entre les valeurs ( $p < 0,05$ ).

Après oxydation, les résultats les plus significatifs se rapportent aux paramètres  $b^*$  et  $\Delta E^*$  (tableau 4). En particulier, la valeur  $b^*$  pour 1% de la CRDP est ici trop élevée et présente une différence significative ( $p < 0,05$ ) avec d'autres échantillons. Les deux paramètres augmentent après oxydation quelle que soit la concentration ( $x$ ) de la CRDP dans l'huile. Cette observation est contraire à la constatation rapportée par Rani et al. (2010) sur l'évolution des paramètres de couleur pendant le processus de chauffage des graisses. Néanmoins, Su et White (2004) ont observé une diminution de  $L^*$ , mais une augmentation de  $b^*$  lors du chauffage de l'huile de soja, simulant l'opération de friture à 180 °C. Cette divergence de résultats peut être due à la complexité du type d'interaction entre oxydation/ coloration/ décoloration, impliquant plusieurs paramètres comme la température, le temps, le type d'huile, le type de pigment et le type de matrice alimentaire.

#### **IV. Conclusion**

Le potentiel antioxydant de la CRDP a été évalué par différentes procédures et différents paramètres: 1) composition phytochimique (polyphénols, flavonoïdes, anthocyanes, caroténoïdes, paramètres de couleur CIELab et pouvoir réducteur, 2) test à l'étuve appliqué sur l'huile de tournesol additionnée de l'extrait méthanolique de la CRDP (IP, IpA et TOTOX) et 3) l'oxydation accélérée par MO proposée ici pour la première fois (paramètres AA, IPr et couleur).

Les résultats ont démontré le potentiel antioxydant de la CRDP qui est parfois comparable à celui du BHT (antioxydant synthétique), ce qui suggère la possibilité d'utiliser des extraits de la CRDP comme antioxydant dans les aliments transformés. En fait, cette possibilité a été expérimentée avec la margarine allégée et les résultats obtenus sont présentés dans un article distinct.

## V. References

- Alkema J & Seagerl SL, The chemical pigments of plants. *J Chem Educ*, 59 (1982) 183.
- Allane T & Benamara S, (2010) Antioxidant activities of some common and wild fruits from Algeria. *Phytotherapie*, 8 (2010), 171.
- AOCS: Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society, 4th edn. AOCS Press, Champaign, IL (1990).
- Boulekbache-Makhlouf L, Medouni L, Medouni-Adrar S, Arkoub L & Madani, K, Effect of solvents extraction on phenolic content and antioxidant activity of the byproduct of eggplant. *Ind Crop Prod*, 49 (2013) 668.
- Bursal E & Köksal E, Evaluation of reducing power and radical scavenging activities of water and ethanol extracts from sumac (*Rhus coriaria* L.). *Food Res Int*, 44 (2011) 2217.
- Cañizares-Macías MP, García-Mesa JA & Luque de Castro MD, (2004) Determination of the oxidative stability of olive oil, using focused-microwave energy to accelerate the oxidation process. *Anal Bioanal Chem*, 378 (2004) 478.
- Chinnici F, Bendini A, Gaiani A & Riponi C, Radical scavenging activities of peels and pulps from cv. Golden Delicious apples as related to their phenolic composition. *J Agr Food Chem*, 52 (2004) 4684.
- Durmaz G, Karabulut I, Topçu A, Asiltürk M & Kutlu T, Roasting-related changes in oxidative stability and antioxidant capacity of apricot kernel oil. *J Am Oil Chem Soc*, 87 (2010) 401.
- El Bedawey AA, Mansour EH, Zaky MS & Hassan A, Characteristics of antioxidant isolated from some plant sources. *Food Nutr Sci*, 1 (2010) 5.
- Ganjewala D, Boba S & Raghavendra AS, Sodium nitroprusside affects the level of anthocyanin and flavonol glycosides in pea (*Pisum sativum* L. cv. Arkel) leaves. *Acta Biol Szeged*, 52 (2008) 301.
- Goulas V & Manganaris GA, Exploring the phytochemical content and the antioxidant potential of citrus fruits grown in Cyprus. *Food Chem*, 131 (2012) 39.
- Gülçin I, Antioxidant activity of caffeic acid (3, 4-dihydroxycinnamic acid). *Toxicology*, 217 (2005) 213.
- Guo, CJ, Cao GH, Sofic E & Prior RL, High-performance liquid chromatography coupled with coulometric array detection of electroactive components in fruits and vegetables: relationship to oxygen radical absorbance capacity. *J Agric Food Chem*, 45 (1997) 1787.

- Kammerer, DR, Kammerer J, Valet R & Carle R, Recovery of polyphenols from the by-products of plant food processing and application as valuable food ingredients. *Food Res Int*, 65 (2014) 2.
- Kim JE, Lee DU & Min SC, Microbial decontamination of red pepper powder by cold plasma. *Food Microbiol*, 38 (2014) 128.
- Kong KW, Chew LY, Prasad K N, Lau CY, Ismail A, Jian S & Hosseinpoursarmadi B, Nutritional constituents and antioxidant properties of indigenous kembayau (*Dacryodes rostrata* (Blume) H. J. Lam) fruits. *Food Res Int*, 44 (2011) 2332.
- List GR, Evans CD, Kwolek WF, Warner K, Boundy BK & Cowan JC, Oxidation and Quality of Soybean Oil: A preliminary study of the anisidine test. *J Am Oil Chem Soc*, 51 (1974) 17.
- Mabaleha MB, Mitei YC & Yeboah SO, A comparative study of the properties of selected melon seed oils as potential candidates for development into commercial edible vegetable oils. *J Am Oil Chem Soc*, 84 (2007) 31.
- Mariod AA, Ibrahim RM, Ismail M, Ismail N, Antioxidant activity of the phenolic leaf extracts from *Monechma ciliatum* in stabilization of corn oil. *J Am Oil Chem Soc*, 87 (2010) 35.
- Murthy, KNC, Rajasekaran T, Giridhar P, Ravishankar GA, Antioxidant property of *Decalepis hamiltonii* Wight & Arn. *Indian J of Exp Biol*, 44 (2006) 832.
- Nehdi I, Omri S, Khalil MI & Al-Resayes SI, Characteristics and chemical composition of date palm (*Phoenix canariensis* L.) seeds and seed oil. *Ind Crop Prod*, 32 (2010) 360.
- Neves LC, Campos AJD, Benedette RM, Tosin JM & Chagas EA, Characterization of the antioxidant capacity of natives fruits from the Brazilian Amazon region. *Rev Bras Fruticultura* 34 (2012) 1165.
- Nile SH & Park SW, Determination of polyphenols and antioxidant activity of *Vitis labrusca* cv. Baile berries. *Indian J Exp Biol*, 53 (2015) 671-675.
- Novello AZ, Lopes da Conceição L, Dias MMDS, Cardoso LM, De Castro CA, Ricci-Silva ME, Leite JPV & Peluzio MDCG, Chemical characterization, antioxidant and antiatherogenic activity of anthocyanin-rich extract from *Euterpe edulis* Mart. in mice. *J Food Nutri Res*, 54 (2) (2015) 101.
- Oroian M & Escriche I, Antioxidants: Characterization, natural sources, extraction and analysis. *Food Res Int*, 74 (2015) 10.
- Oyaizu M, Studies on products of browning reaction: antioxidative activity of products of browning reaction. *Jpn J Nutr*, 44 (1986) 307.

- Pokorný J & Korczak J, Preparation of natural antioxidants. In: Antioxidants in food practical applications. Pokorný J, Yanishlieva N, Gordon M, Woodhead Publishing Ltd and CRC Press LLC, 2001, pp 311-327.
- Povilaityté V & Venskutonis PR, (2000) Antioxidant activity of peril (*Perilla frutescens* L.), moldavian dragonhead (*Dracocephalum moldavica* L.), and roman chamomile (*Anthemis nobilis* L.) extracts in rapeseed oil. *J Am Oil Chem Soc* 77 (2000) 951.
- Quek SY, Chok NK & Swedlund P, The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chem Eng Process*, 46 (2007) 386.
- Rani AKS, Reddy SY & Chetana R, Quality changes in *trans* and *trans* free fats/oils and products during frying. *Eur Food Res Technol*, 230 (2010) 803.
- Romano CS, Abadi K, Repetto V, Vojnov AA & Moreno S, Synergistic antioxidant and antibacterial activity of rosemary plus butylated derivatives. *Food Chem*, 115 (2009) 456.
- Rupasinghe, HPV, Wang L, Huber GM & Pitts NL, Effect of baking on dietary fiber and phenolics of muffins incorporated with apple skin powder. *Food Chem*, 107 (2008) 1217.
- Saad H, Charrier-El Bouhtoury F, Pizzi A, Rode K, Charrier B & Ayed N, Characterization of pomegranate peels tannin extractives. *Ind Crop Prod*, 40 (2012) 239.
- Santiago MCPA, Gouvêa ACMS, Godoy RLO, Borguini RG & Pacheco S, Analytical standards production for the analysis of pomegranate anthocyanins by HPLC. *Braz J Food Technol*, 17(1) (2014) 51
- Shahidi F, Desilva C & Amarowicz R, Antioxidant activity of extracts of defatted seeds of niger (*Guizotia abyssinica*). *J Am Oil Chem Soc*, 80 (2003) 443.
- Singleton VL, Orthofer R & Lamuela-Raventos RM, Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin–Ciocalteu reagent. *Method Enzymol*, 299 (1999) 152.
- Solval KM, Sundararajan S, Alfaro L & Sathivel S, Development of cantaloupe (*Cucumis melo*) juice powders using spray drying technology. *LWT-Food Sci Technol*, 46 (2012) 287.
- Soni, MG, Antioxidants: Helpful or harmful(Scientific correspondence). *Curr Sci*, 68(8) (1995) 783.
- Su C & White P, Frying stability of high-oleate and regular soybean oil blends. *J Am Oil Chem Soc* 81 (2004) 783.

- Talcott ST & Howard LR, Phenolic autoxidation is responsible for color degradation in processed carrot puree. *J Agr Food Chem*, 47 (1999) 2109.
- Topuz A, Feng H & Kushad M, The effect of drying method and storage on color characteristics of paprika. *LWT-Food Sci Technol*, 42 (2009) 1667.
- Tsao R, Yang R, Xie S, Sockovie E & Khanizadeh S, Which polyphenolic compounds contribute to the total antioxidant activities of apple? *J Agr Food Chem*, 53 (2005) 4989.
- Veigas JM, Narayan MS, Laxman PM & Neelwarne B, Chemical nature, stability and bioefficacies of anthocyanins from fruit peel of *syzygium cumini* Skeels. *Food Chem*, 105 (2007) 619.
- Yang Z, Fan G, Gu Z, Han Y & Chen Z, Optimization extraction of anthocyanins from purple corn (*Zea mays* L.) cob using tristimulus colorimetry. *Eur Food Res Technol*, 227 (2008) 409.
- Zhishen J, Mengcheng T & Jianming W, The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. *Food Chem*, 64 (1999) 555.

## *Partie III*

**Stabilité oxydative des margarines enrichies avec l'extrait de la pellicule de la datte *Phoenix canariensis* L.**

## **Stabilité oxydative des margarines enrichies avec l'extrait de la pellicule de la datte *Phoenix canariensis* L.**

Cette partie est la traduction intégrale de l'article : Oxidative Stability of Margarine Enriched with *Phoenix Canariensis* L. Date Peel Extract. Iranian Journal of chemistry and chemical Engineering.

### **Résumé**

Cet article porte sur la stabilité à l'oxydation de la margarine allégée expérimentale (EM) enrichie avec l'extrait de la poudre de la pellicule de la datte rouge *canariensis*. Pour cela, les deux phases destinées à obtenir les margarines ont été utilisées d'abord comme solvants d'extraction. Les deux phases enrichies ainsi obtenues sont ensuite utilisées pour formuler différents échantillons de margarine. En plus, de la couleur et le comportement rhéologique, les échantillons de margarine ont été caractérisés en termes de stabilité à l'oxydation qui a été évaluée par l'indice de peroxyde, le facteur Q10 et l'énergie d'activation ( $E_a$ ). Les résultats obtenus ont montré que toutes les margarines formulées par l'addition de l'extrait de pellicule de datte rouge présentent des valeurs élevées des paramètres  $a^*$  et  $b^*$  par rapport à celles de référence et d'origine commerciale ( $p < 0,05$ ). La meilleure résistance à l'oxydation des différentes margarines expérimentales ont été obtenus lorsque l'échantillon est additionné avec: (i) l'extrait-ingrédient aqueux, dans le cas de stockage à 30 °C, et (ii) les deux extrait-ingrédients aqueux et gras, dans le cas de stockage à 5 °C. Les résultats ont montré que les modèles appliqués (ordre zéro, premier ordre, polynomiale, logarithmique et loi de puissance) décrit différemment la cinétique d'oxydation ( $R^2 \leq 0,993$ ), selon le type de margarine et de la température de stockage. Globalement, les paramètres Q10 et  $E_a$  varient dans de larges intervalles de valeurs (0,8-4,0 et 3,4-95,9 kJ.mol<sup>-1</sup>, respectivement) en fonction de la nature de la margarine. Ainsi, la présente étude a démontré l'application possible de l'extrait de la pellicule de la datte rouge de *Phoenix canariensis* comme colorant naturel et antioxydant dans la margarine ainsi que d'autres formulations alimentaires.

**Mots clés:** margarine allégée expérimentale, extrait de poudre de la pellicule de la datte rouge *Phoenix canariensis* L., stabilité à l'oxydation, la couleur, la rhéologie, la modélisation, l'extrait-ingrédient.

### **Abstract**

This paper concerns the oxidative stability of experimental reduced-fat margarine (EM) enriched with *canariensis* red date peel powder extracts. For this, the two phases intended for obtaining the margarines were used first as extraction solvents. Both enriched phases thus obtained are then employed to formulate different margarine samples. In addition to color and rheological behavior, margarine samples were characterized in terms of oxidative stability which was evaluated through the peroxide value,  $Q_{10}$ -factor and activation energy ( $E_a$ ). Results showed that all the margarines formulated by addition of date peel extract presented high values of  $a^*$  and  $b^*$  parameters, compared with those of reference and commercial origin ( $p < 0.05$ ). The best oxidation resistance of different experimental margarines was obtained when the sample was added with: (i) the aqueous extract-ingredient, in the case of storage at 30°C, and (ii) the both aqueous and oil extract-ingredients, in the case of storage at 5°C. Results showed that the models applied (zero-order, first-order, polynomial, logarithmic and power law) differently described the oxidation kinetics ( $R^2 \leq 0.993$ ), according to the margarine type and storage temperature. Globally,  $Q_{10}$  and  $E_a$  parameters varied within wide intervals of values (0.8-4.0 and 3.4-95.9 kJ.mol<sup>-1</sup>, respectively) according to margarine nature. So, the present study demonstrated the possible application of *Phoenix canariensis* red date peel extract as a natural colorant and antioxidant in margarine and other food formulations.

**Key words:** Experimental reduced-fat margarine, *Phoenix canariensis* L. red date peel powder extract, oxidative stability, color, rheology, modeling, extract-ingredient.

---

## **I. INTRODUCTION**

La margarine peut subir différents types de dégradations, la plus importante étant le phénomène d'oxydation. Les produits d'oxydation des lipides sont connus pour leurs effets toxiques sur la santé, étant donné qu'ils sont associés à divers troubles physiologiques, y compris les maladies cardiovasculaires et les cancers. Comme mesure de protection contre l'oxydation, l'ajout d'antioxydants synthétiques tels que le butylhydroxytoluène (BHT) sont généralement recommandés, mais les consommateurs sont maintenant conscients dans quelle

mesure ces produits chimiques peuvent présenter des risques pour la santé (Ramazan et al., 2010). Cela a conduit à la limitation de leur application industrielle et il y a une tendance à les remplacer par des antioxydants naturels de plantes (Kumarappan et al., 2012). Par exemple, l'extrait de sauge (*Salvia officinalis*) a été récemment trouvé comme étant un antioxydant naturel dans le cas de l'huile de tournesol tout en présentant en plus des propriétés bénéfiques pour la santé humaine. (Upadhyay et Mishra, 2015).

Au meilleur de notre connaissance, seuls deux travaux ont été consacrés à l'enrichissement de la margarine par des extraits de plantes, à savoir l'extrait de la date (*Phoenix dactylifera* L.) (Djouab et al., 2011) et de l'extrait éthanolique de *Thymus vulgaris* (Fayad et al., 2013). En outre, Lopes et al. (2014) ont étudié l'effet antioxydant de diverses épices qui ont ensuite été ajoutés à la margarine en tant que substituts de chlorure de sodium ordinaire.

Les substances de plantes ont récemment attiré beaucoup d'attention à l'égard de leurs effets positifs sur la santé humaine, en raison de leur activité antioxydante et de leur faible toxicité, entre autres (Deldago-Adamez et al., 2014). Cet intérêt croissant pour les antioxydants naturels a conduit au développement de plusieurs procédés pour l'extraction de composés bioactifs (Novello et al., 2015). En ce qui concerne les procédures d'extraction, il a bien été établi que l'extraction chimique implique des solvants organiques qui sont nocifs pour la santé humaine et l'environnement (Shirsath et al., 2012). Ainsi, la procédure d'extraction est l'un des thèmes d'innovation prometteur qui pourraient contribuer à la croissance durable des industries chimiques et alimentaires (Périno-Issartieret al., 2011).

Le présent travail vise à étudier la stabilité de la margarine allégée expérimentale (EM) enrichie par l'extrait de la poudre de la pellicule rouge de *canariensis* (CRDP) vis-à-vis de l'oxydation. Pour cela, les deux phases destinées à obtenir les margarines ont été utilisées d'abord comme solvants d'extraction. Les deux phases enrichies ainsi obtenues sont ensuite utilisées pour formuler différents échantillons de margarine. Il faut noter que la datte du palmier *Phoenix canariensis* L. (famille de *Palmaceae*) est originaire des îles Canaries et il est maintenant largement cultivé dans le monde entier comme plante ornementale dans les jardins.

## **II. MATERIEL ET METHODES**

### **II.1. Échantillons et produits chimiques**

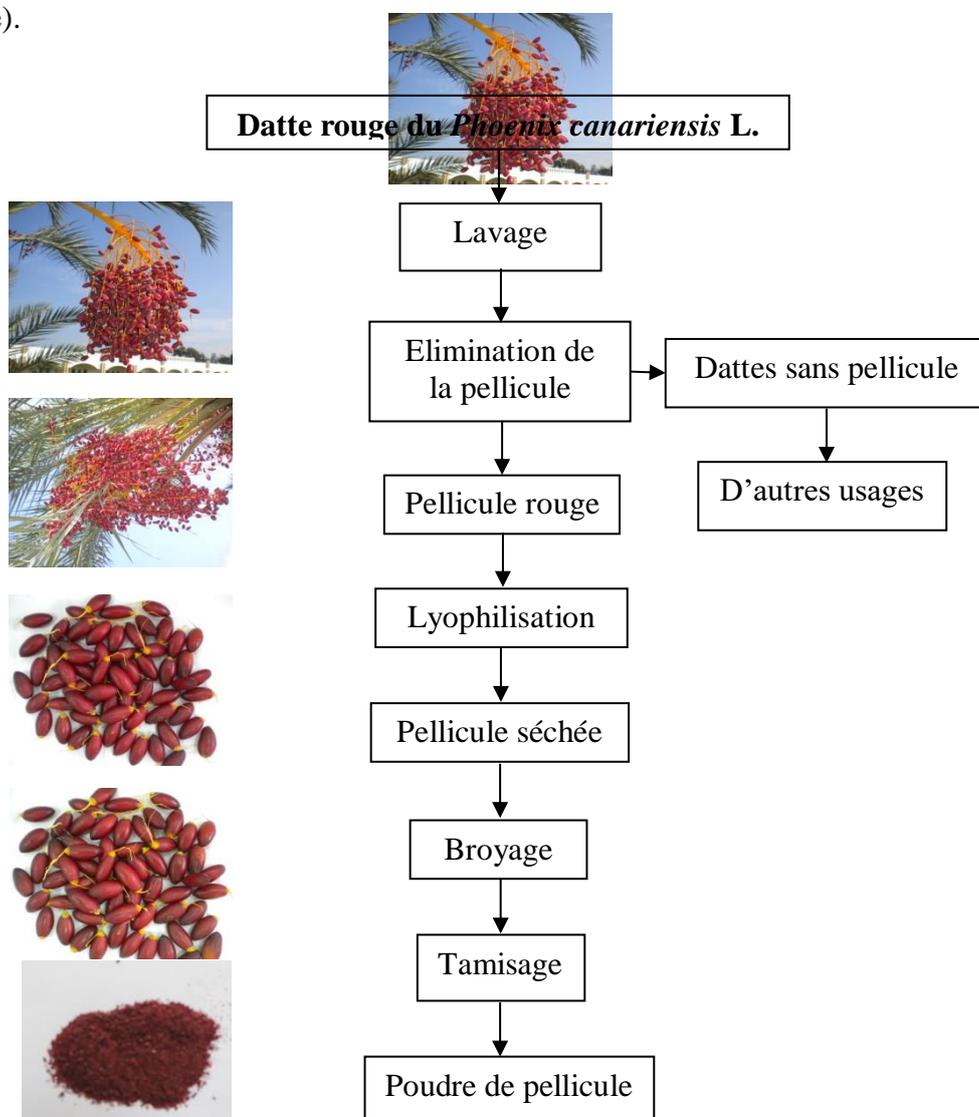
Les huiles de tournesol, de palme et de stéarine sans aucun additif ont été fournies par COGB La Belle SPA/ Algérie.

Les dattes de *Phoenix canariensis* L. ont été collectées sur un palmier du jardin de l'ORGM, dans la ville de Boumerdès (40 km à l'est d'Alger). Les échantillons de fruits ont été transportés au laboratoire dans des sacs de polyéthylène pour éviter la contamination externe et ont ensuite été stockés à 5 °C jusqu'à analyse.

Tous les solvants et réactifs utilisés sont de qualité analytique et ont été achetés chez Sigma-Aldrich, Co (Allemagne).

## II.2. Préparation des extraits-ingrédients (E-I)

La CRDP a été obtenue selon le schéma de la figure 1. La pellicule a été obtenue par grattage manuel de la surface de la datte à l'aide d'un couteau de maison tandis que la lyophilisation elle a été réalisée au moyen d'un lyophilisateur CRYODOS Telstar (Terrassa, Espagne).



**Figure. 1:** Procédure d'obtention de la poudre de la pellicule de la datte rouge de *canariensis* (CRDP).

Les extraits de la CRDP qui sont destinés à être incorporés dans des échantillons de ME sont considérés ici comme des extraits-ingrédients (E-I). Pour cela, les deux phases destinées à l'obtention des margarines ont d'abord été utilisées comme solvants d'extraction. Les deux phases enrichies ainsi obtenues ont été ensuite utilisées pour formuler différents échantillons de margarine. Ainsi, trois types de solvants d'extraction ont été envisagés: (i) la phase grasse, permettant d'obtenir de l'E-I-gras, (ii) la phase aqueuse, permettant d'obtenir l'E-I-aqueux, et (iii) E-I-gras et l'E-I-aqueux (1: 1, poids/ poids (p/p)).

Les deux E-I de base ont été préparés comme suit:

- E-I-gras: la phase grasse a été mélangée avec 1% (p/ p) de CRDP. Pour cela, la quantité de la CRDP nécessaire a été pesée dans un bécher, puis mélangée à la phase grasse fondue à 50 °C (mélange d'huiles: tournesol, palme et stéarine). La suspension obtenue a été maintenue à 50 °C pendant 20 minutes sous agitation continue. Une fois l'extraction terminée les particules solides ont été ensuite éliminées par filtration à l'aide d'un papier filtre Whatman N° 1. L'E-I-gras correspond donc au filtrat.

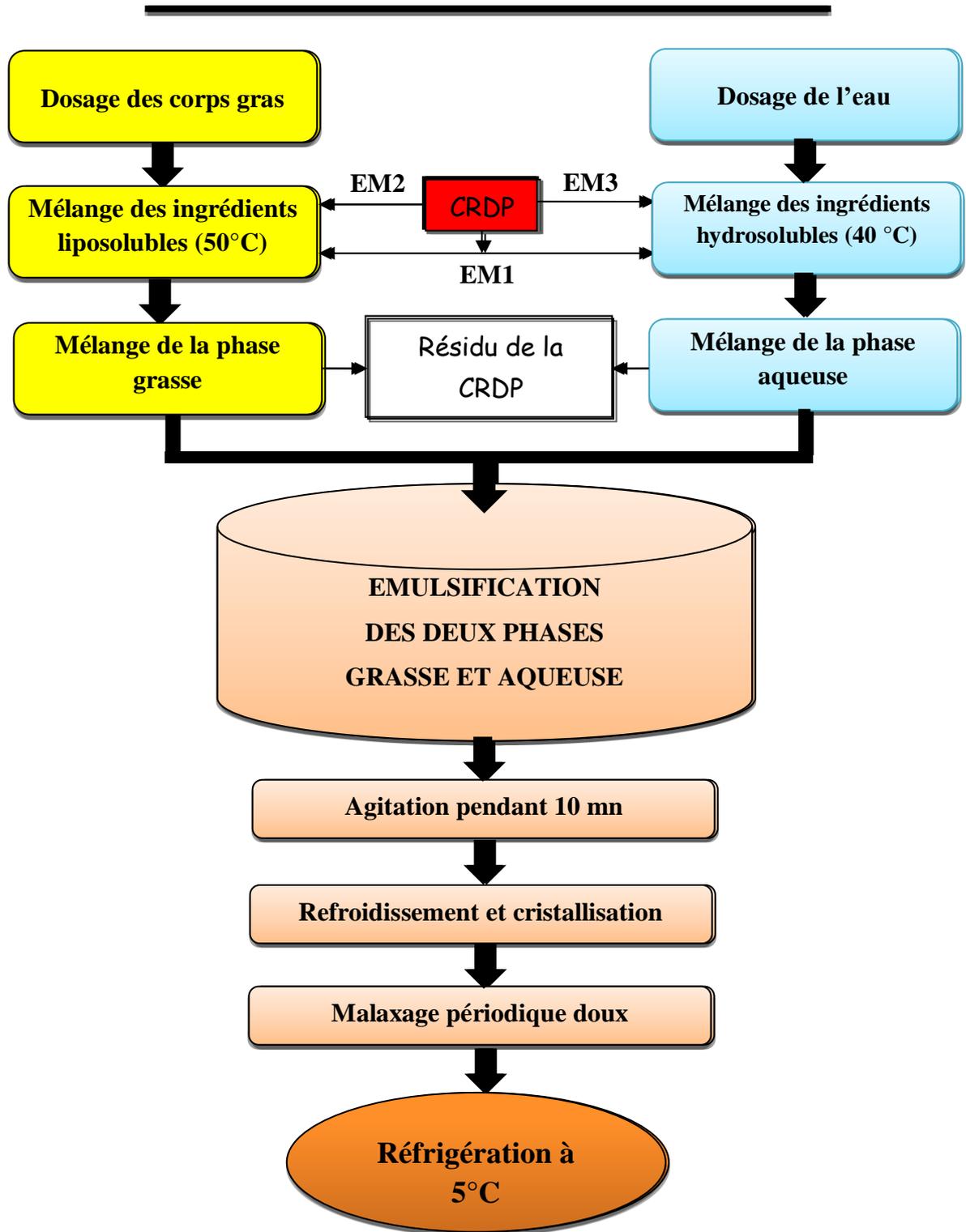
-E-I-aqueux: la procédure précédente a été appliquée en remplaçant seulement la phase grasse par la phase aqueuse.

### **II.3. Préparation des ME**

Après plusieurs essais, la concentration de 1% de CRDP a été retenue pour tous les échantillons de margarine élaborés, en tenant compte de la couleur jaune spécifique de la ME formulée qui devrait être proche de celle du beurre.

Les échantillons de ME ont été préparés selon le schéma technologique adapté du modèle classique (figure 2).

La formule est la suivante: phase grasse (mélange d'huiles de tournesol, de palme et de stéarine) (60%), eau (38,25%), sel (0,1%), acide citrique (0,15%), lécithine de soja comme émulsifiant (1% dissous dans la phase grasse) et CRDP (1%) dans le cas de ME1, ME2 et ME3 (voir la figure 2 et le paragraphe ci-dessous).



**Figure. 2:** Diagramme de préparation de la margarine allégée expérimentale (ME) à l'échelle du laboratoire. Les ME ont été additionnées d'extraits de la poudre de pellicule rouge de *canariensis* (CRDP) en utilisant les phases suivantes comme solvants: les phases aqueuse et grasse (ME1), la phase grasse seulement (ME2) et la phase aqueuse seulement (ME3). ME0: échantillon de margarine de référence (non additionné d'extrait de CRDP).

Trois échantillons de différentes ME ont été obtenus selon le type d'E-I utilisé:

- ME0: margarine de référence (non additionnée d'extrait de CRDP).
- ME1: margarine additionnée à la fois de l'E-I-gras et de l'E-I-aqueux. Ici, chaque E-I a été préparé à partir d'une suspension contenant initialement 0,5% (p/ p) de CRDP.
- ME2: margarine additionnée d'E-I-gras seulement.
- ME3: margarine additionnée d'E-I-aqueux uniquement.

#### **II.4 Couleur et propriétés rhéologiques des échantillons de ME fraîchement obtenues**

Il faut rappeler que la couleur des produits alimentaires est considérée comme l'un des facteurs externes de qualité le plus important, capable d'influencer l'acceptation par les consommateurs (Bodelón et al., 2013). Les paramètres de couleur dans le système CIELab ont été déterminés au moyen d'un colorimètre CR-10 Konica, Minolta (Japon). L'importance des paramètres de couleur déterminés est la suivante:

$L^*$ : de 0% (noir) à 100% (blanc),  $a^*$ : de -60 (vert) à +60 (rouge) et  $b^*$ : du bleu -60 (bleu) à +60 (jaune).

Les propriétés rhéologiques des produits alimentaires est très importante pour plusieurs aspects tels que l'effet sur la sensation dans la bouche (Samavati et al., 2008).

Le comportement rhéologique des ME a été évalué à l'aide du viscosimètre Thermo HAAKE, VT-550 (Haake, Allemagne), équipé d'un dispositif de rotation et d'une plaque conique reliée à un logiciel de traitement de données (Win Rheo Data Manager, Pro 2.96). À des fins de comparaison, on a également étudié le comportement rhéologique du beurre local commercial (marque SARL-Betouche) et les margarines commerciales (MC), incluant les allégée (marque Bellat, Algérie) et ordinaire (marque LaBelle). Les échantillons de ME ont été placés (à 20 °C) entre la plaque (30 mm de diamètre) et le cône avec un angle de 1° (28 mm de diamètre, PK1, 1°). Les échantillons de ME ont ensuite été soumis à un court pré-cisaillement de 10 s à faible vitesse, suivis d'une contrainte de cisaillement qui induit le mouvement de rotation du cisaillement (des taux variant de 0 à 200 s<sup>-1</sup>). Les courbes d'écoulement ( $\tau = f(\gamma)$ ) ont été enregistrées et soumises à différents modèles rhéologiques pour voir le meilleur ajustement, en utilisant le logiciel Rheo Win.

## II.5. Stabilité oxydative des ME et modélisation

La stabilité des ME a été étudié en évaluant la valeur de l'indice de peroxyde (IP) selon la méthode préconisée par l'AOCs (American Oil Chemists' Society) (AOCs, 1990), aux conditions normales de stockage ( $5 \pm 1$  °C) et aux conditions d'oxydation accélérées ( $30 \pm 1$  °C) pendant 20 jours. En tant que mesure des produits d'oxydation primaire, à savoir les hydroperoxydes d'acides gras, l'IP représente l'indication la plus populaire d'oxydation des lipides (Vlachos et al., 2006) et elle est considérée ici comme un critère de qualité.

Selon la cinétique des transformations physico-chimiques qui se produisent dans les aliments, dans des conditions isothermes, la dépendance temporelle de l'IP peut être décrite par l'équation différentielle générale bien connue suivante:

$$d(IP)/dt = k(IP)^n$$

où  $t$  est le temps de stockage,  $k$  est la constante de vitesse et  $n$  est l'ordre de la réaction de transformation alimentaire. Les formes intégrées typiques fréquemment rencontrées dans la transformation des aliments sont les modèles zéro et le premier ordre qui sont décrit ci-dessous:

- Ordre zéro:

$$IP = k t + IP_0$$

où  $IP_0$  et  $IP$  sont les valeurs de l'IP de départ et à chaque temps, respectivement.

- Premier ordre:

$$\ln IP/IP_0 = k t$$

Une telle équation est par exemple proposée par Özilgen et Özilgen (1990) pour modéliser l'oxydation des lipides alimentaires des animaux. Une équation du premier ordre a également été appliquée pour décrire l'auto-oxydation dans la dernière moitié du processus d'auto-oxydation des esters d'acides gras polyinsaturés (Ma et al., 2013).

Récemment, Xia et al. (2015) ont proposé les fonctions polynomiales afin d'étudier la teneur en IP et en époxyde des huiles oxydées. L'équation du second ordre a été adaptée comme suit:

$$IP = k_1 t^2 + k_2 t + IP_0$$

où  $k_1$ ,  $k_2$  sont les constantes du modèle.

En outre, deux autres équations mathématiques ont été testées:

- Modèle logarithmique:

$$IP = k_3 \ln(t) + a$$

où  $k_3$  et  $a$  sont les paramètres du modèle.

Ce modèle a été utilisé par exemple pour décrire la cinétique d'agrégation des protéines isolées du lactosérum (Bonnaillie et Tomasula, 2012).

- Loi de puissance:

$$IP = k_4 t^b$$

où  $k_4$  et  $b$  sont les paramètres du modèle.

Le modèle de la loi de puissance est fréquemment utilisée pour étudier la cinétique de diffusion de substances bioactives pendant l'extraction liquide-solide (Lafka et al., 2013). Il est à noter que le transfert massique d'oxygène à travers l'interface huile-eau peut accélérer de façon significative l'auto-oxydation de l'émulsion huile dans l'eau (Ma et al., 2013).

En plus du coefficient de corrélation ( $R^2$ ), l'adéquation du modèle a été vérifiée au moyen des statistiques suivantes:

Erreur relative moyenne (MRE):

$$MRE = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{(IP_{calc,i} - IP_{exp,i})}{IP_{exp,i}}$$

Erreur standard (S):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (IP_{exp,i} - IP_{calc,i})^2}{n - m}}$$

où :

$IP_{calc,i}$  : est la valeur calculée par le peroxyde modèle

$IP_{exp,i}$  : est la valeur expérimentale de l'indice de peroxyde,

$n$  : est le nombre de points expérimentaux et  $m$  : est le nombre de paramètres du modèle.

## II.6. Effet de la température sur le taux d'oxydation

La dépendance à la température du taux d'oxydation a été étudiée par le facteur  $Q_{10}$  défini comme suit:

$$Q_{10} = k_{T+10}/k_T$$

où  $k_{T+10}$  et  $k_T$  sont les constantes de vitesse aux températures  $T$  et  $T + 10$  °C, respectivement. Il peut être calculé à partir d'au moins deux taux constants ( $k_1$  et  $k_2$ ) obtenus à deux températures ( $T_1$  et  $T_2$ ), indépendamment de leur écart de 10 °C (Sewald et DeVries, 2016), en utilisant l'équation suivante:

$$Q_{10} = (k_2/k_1)^{10/(T_2-T_1)}$$

Le quotient  $Q_{10}$  est largement utilisé pour estimer la dépendance à la température des réactions chimiques des aliments.

Enfin, l'énergie d'activation ( $E_a$ ) a été calculée sur la base de la relation entre  $E_a$  et  $Q_{10}$ :

$$E_a = 0.1 * R * T_1 * T_2 * \ln Q_{10}$$

où  $R$  = constante des gaz parfaits = 8,31 Jmol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>,  $T_1$  et  $T_2$  = températures absolues (en K).

Cette dernière équation peut être facilement reformulée comme suit, en considérant les valeurs concrètes de  $T_1$  et  $T_2$  appliquées dans le présent travail:

$$E_a = (0.0001 \times 8,31 \times 303 \times 278 \times 0,4) \ln(k_{30}/k_5)$$

$$E_a = 28 \ln(k_{30}/k_5)$$

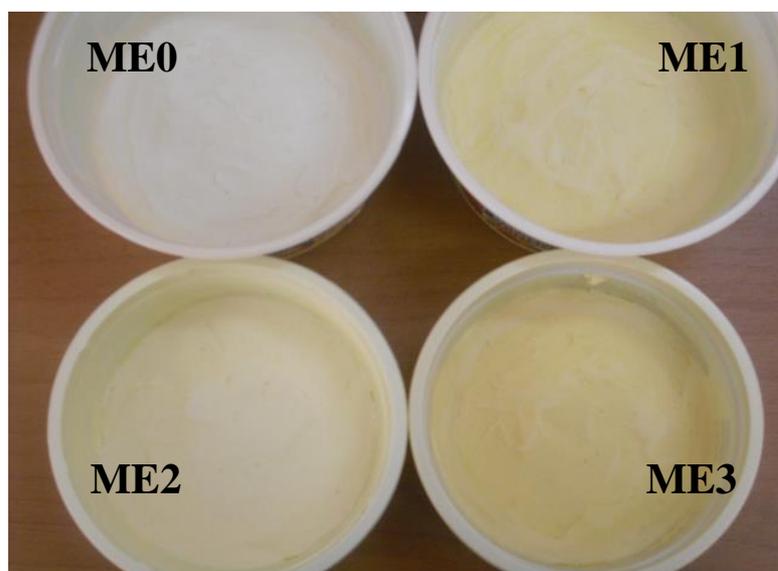
## II.7. Analyses statistiques

Les résultats en triplicata ont été exprimés en moyenne  $\pm$  écart-type. L'analyse de variance (ANOVA) a été effectuée par XLSTAT 2011 pour déterminer les différences significatives au niveau de  $p < 0,05$ .

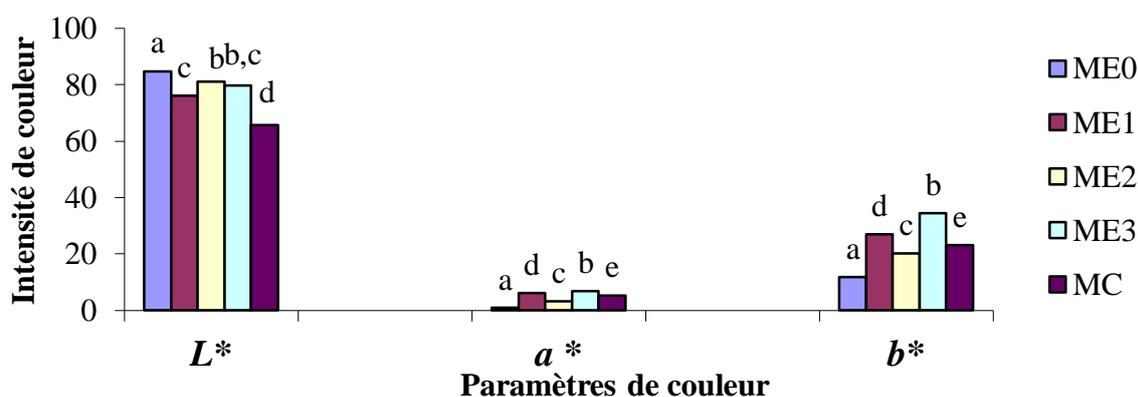
### III. RÉSULTATS ET DISCUSSION

#### III.1. Couleur et propriétés rhéologiques des margarines fraîchement obtenues

Toutes les margarines formulées par addition d'extrait de pellicule de dattes (ME1, ME2 et ME3) présentent un aspect coloré spécifique (figure 3a), avec des valeurs  $a^*$  (rouge) et  $b^*$  (jaune) élevées par rapport à ME0 et les MC ( $p < 0,05$ ) (figure 3b).



(a)



(b)

**Figure. 3:** Photographies des échantillons des ME additionnées des extraits de la CRDP (a) et des paramètres de couleur correspondants dans le système CIELab (b). ME1, ME2 et ME3 représentent des margarines enrichies en laboratoire. ME0 et MC sont des margarines non enrichies et des margarines commerciales, respectivement. Voir la figure 2 pour plus d'informations.

Parmi les trois margarines enrichies, la ME3 (additionnée de l'extrait ingrédient-aqueux) montre les plus grandes valeurs de  $a^*$  et de  $b^*$  ( $p < 0,05$ ), ce qui démontre le caractère hydrophile des pigments de la CRDP. Les valeurs de  $L^*$  des trois margarines fortifiées sont proches de celles (72-76) trouvées par Tiwari et al. (2015) concernant des margarines de laboratoire additionnées d'un mélange de stéarine de palme et d'huile de coco.

Les modèles rhéologiques associés aux différents échantillons semblent être significativement influencés par la phase de dissolution de la CRDP (Tableau 1). Ainsi, le modèle de Bingham lié au fluide visco-plastique a été trouvé le plus approprié pour ME0 ( $R^2 \sim 0,80$ ). Son expression mathématique est donnée ci-dessous:

$$\sigma = \sigma_0 + \eta\dot{\gamma}$$

Où :

$\sigma_0$  = limite d'élasticité, nécessaire pour que le produit passe d'une viscosité élevée à une viscosité faible;

$\eta$  = viscosité plastique de Bingham.

**Tableau 1:** Paramètres des modèles rhéologiques correspondant aux échantillons de margarine élaborés.

Margarine	Modèle	Paramètre						$R^2$	$\chi^2$
		$\sigma_0$	$\eta$	$\eta_0$	$\eta_\infty$	m	n		
ME0	Bingham	167.6	0.374	-	-	-	-	0.808	<0,1
ME1	Cross	-	-	182,9	-0,2219	2,734	1,038	0,987	-
ME 2	Cross	-	-	69,07	0,1778	15,69	1,368	0,972	<0,1
ME 3	Cross	-	-	48,38	0,0725	14,02	1,532	0,990	<0,1
Beure	Cross	-	-	144,3	-0,3809	6,873	1,122	0,830	<0,1
MC Labelle	Cross	-	-	151,9	-95,64	7,497	0,109	0,757	<0,1
MC Bellat	Cross	-	-	132,3	-3,546	24,12	1,124	0,962	<0,1

$\sigma_0$  = limite d'élasticité,  $\eta$  = viscosité plastique de Bingham,  $\eta_0$  = viscosité à cisaillement nul,  $\eta_\infty$  = viscosité à taux de cisaillement infini, m = temps constant, et n = exposant sans dimension qui contrôle la vitesse d'amincissement.

Le modèle de Cross décrit par l'équation à quatre paramètres suivante (Maestro et al., 2002) correspond à des données expérimentales de ME1 ( $R^2 \sim 0,98$ ), ME2 ( $R^2 \sim 0,97$ ) et ME3 ( $R^2 \sim 0,99$ ), indiquant leur comportement pseudo-plastique ou comportement rhéofluidifiant (shear-thinning):

$$(\eta - \eta_\infty)/(\eta_0 - \eta_\infty) = 1/[1+(m\dot{\gamma})^n]$$
$$\text{ou } \eta = \eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty) / [1+(\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_c)^n]$$

avec  $m = 1/\dot{\gamma}_c$

Où :  $\eta_0$  = viscosité à cisaillement nul,

$\eta_\infty$  = viscosité à une vitesse de cisaillement infinie,

$m$  = temps constant lié aux temps de relaxation du polymère en solution,

$\dot{\gamma}_c$  = taux de cisaillement critique associé à l'amorçage brusque de l'amincissement par cisaillement,

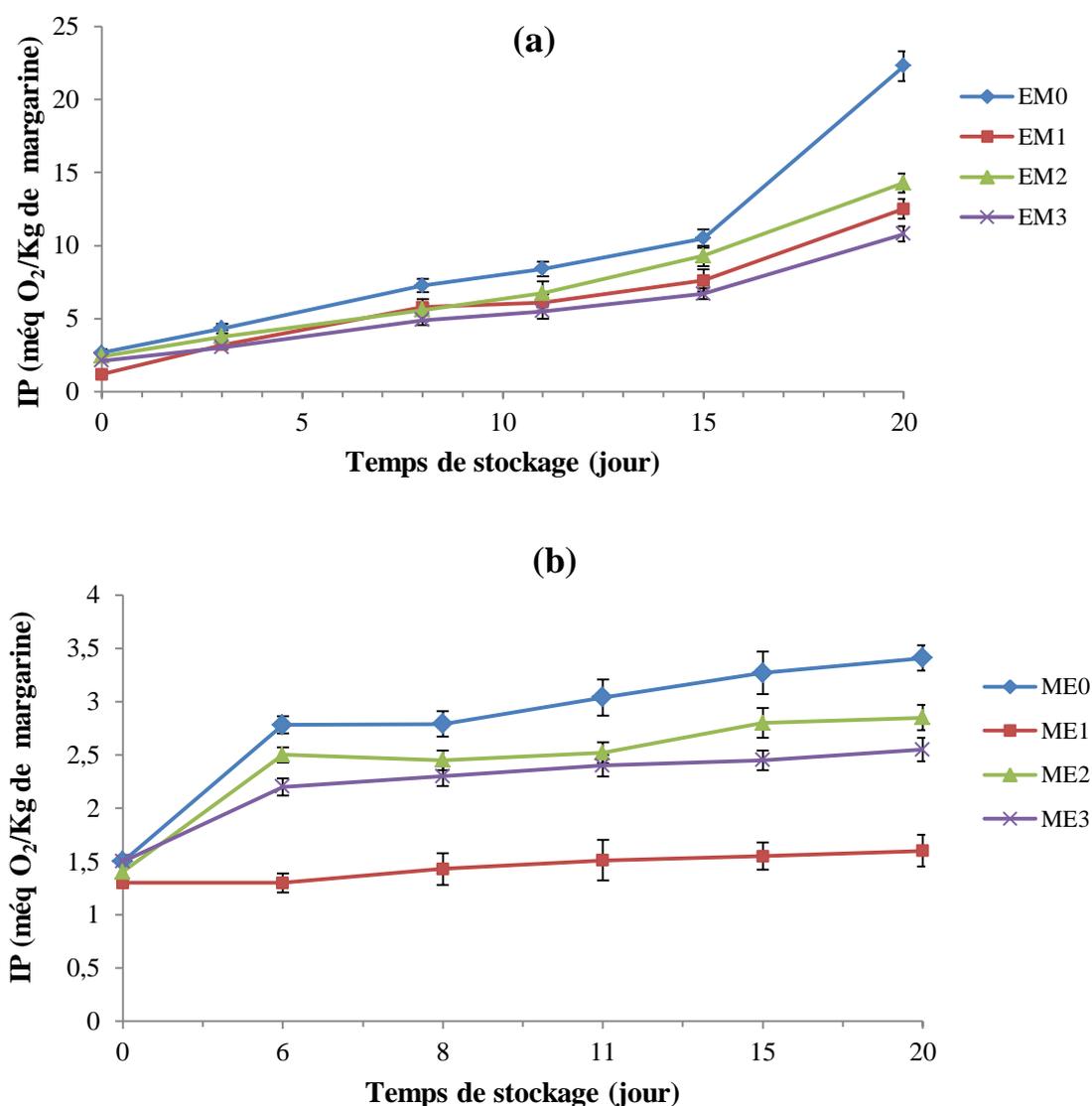
$n$  = Exposant sans dimension qui contrôle le taux le taux d'amincissement.

Ces résultats démontrent l'impact incontestable de l'extrait de la CRDP sur le comportement rhéologique des différents échantillons de margarine. En effet, il est bien connu que les propriétés rhéologiques des émulsions alimentaires peuvent varier de liquides newtoniens de faible viscosité à des matières plastiques, comme la margarine (Akbulut et al., 2012). Ainsi, parmi les échantillons de margarine étudiés, seul ME0 a montré un comportement plastique de Bingham qui est bien établi pour être le plus approprié pour décrire les courbes d'écoulement des aliments mous comme la margarine. Pour ces produits, une contrainte de cisaillement prédéterminée est nécessaire pour commencer à s'écouler. Le modèle de Cross caractérise le comportement d'écoulement des dispersions de polymères et d'autres fluides à comportements rhéofluidifiant. Nous pensons que les produits phytochimiques de la CRDP présents dans les ME fortifiées ont induit un tel comportement d'écoulement. Ceci est confirmé par la tendance des  $n$  valeurs à l'unité (tableau 1). De plus, le modèle de Cross adapte plus précisément les données expérimentales ( $R^2 = 0,99$ ) dans le cas ME3. Ceci peut s'expliquer par le fait que les substances bioactives de la CRDP sont hydrophiles et qu'elles sont ensuite mieux extraites et dispersées par la phase aqueuse de margarine. On peut également noter que globalement, l'équation de Cross produit un meilleur ajustement que le modèle de Bingham (tableau 1). L'applicabilité de l'équation précédente est également vérifiée par Hayati et al. (2007) pour les émulsions huile/ eau (O/W) à partir de mélanges d'huile de soja et d'oléine de palmiste, respectivement.

### III.2. Stabilité oxydative des ME et modélisation

L'évolution l'IP des margarines pendant le stockage à 30 et 5 °C est illustrée sur les figures 4a et 4b, respectivement.

Le choix de la température de 30 °C se justifie par le fait qu'à cette condition l'oxydation est accentuée tandis que la rupture de la structure de margarine comme émulsion est évitée. En outre, cette température exprime la température la plus élevée atteinte pendant certaines périodes de l'année dans le nord de l'Algérie. En revanche, la température de 5 °C est la température de réfrigération recommandée pour le stockage de la margarine.



**Figure 4:** Indice de peroxyde (*IP*) de la margarine allégée expérimentale (ME) en fonction du temps de stockage: (a) dans l'étuve (30 °C), et (b) dans le réfrigérateur (5 ± 1 °C).

A partir des formes des courbes de la figure 4a, on peut aisément remarquer que, par rapport aux échantillons enrichis, l'échantillon de margarine témoin est plus sensible à l'oxydation pendant toute la période d'observation. La classification de la résistance à l'oxydation des ME peut être exprimée dans l'ordre suivant (basé sur les valeurs de l'IP): ME3 > ME1 > ME2 > ME0. Il existe une différence significative entre les valeurs de l'IP de tous les échantillons des ME ( $p < 0,05$ ) au 20<sup>ème</sup> jour. A partir de ces résultats, la ME3 (margarine contenant E-I aqueux) semble être la plus stable, prouvant, par conséquent, le caractère polaire des molécules antioxydantes de la CRDP.

L'évolution de la IP de la ME par rapport au temps de stockage, à 5 °C, est donnée dans la Figure 4b. Encore une fois les échantillons de margarines enrichies restent plus stables, comparativement à la ME0 (témoin), pendant la période d'observation (20 jours). La classification suivante de la capacité de résistance à l'oxydation des échantillons des ME peut être donnée: EM1 (contenant le mélange d'E-I aqueux et E-I-gras) > ME3 > ME2 > ME0, indiquant l'effet synergique entre les deux types d'E-I.

La stabilité élevée à l'oxydation des margarines enrichies (ME1, ME2 et ME3) par rapport à la margarine non enrichie (ME0), pour les deux températures (5 et 30 °C) considérées, démontre clairement le potentiel antioxydant de la pelure de la datte rouge de la variété *canariensis*. Il est intéressant de noter que la pelure rouge de *canariensis* a été étudiée pour sa composition phytochimique, ses paramètres de couleur et son potentiel antioxydant. On a constaté que la peau présente un pouvoir réducteur exceptionnel (environ 44 mg d'équivalent d'acide ascorbique par g de matière sèche (Djouab et Benamara, soumis).

A partir des données de la figure 4, l'effet stabilisateur de la réfrigération peut être facilement observé puisque à tout moment le niveau de l'IP à 5 °C est inférieur à celui de 30 °C quel que soit l'échantillon de ME. De plus, aux deux températures de stockage, la période d'induction est absente, ce qui démontre la structure complexe des échantillons de margarine. Nos résultats sont en concordance avec ceux communiqués par Chong et al. (2015) concernant la stabilité à l'oxydation élevée de l'huile de tournesol additionnée d'extraits de pelure de mangoustan. De plus, la stabilité à 5 °C des ME enrichies est comparable à celles trouvées par Tiwari et al. (2014) pour deux margarines de laboratoire contenant un mélange de stéarine de palme et d'huile de coco dans des proportions différentes. En effet, ces auteurs ont constaté que la valeur de l'indice de peroxyde des échantillons de margarine étudiés et stockés à 24 °C a changé d'environ 1,5 (1<sup>er</sup> jour) à 2,5 méq O<sub>2</sub> / kg (8<sup>ème</sup> jour).

**Tableau 2** : Modélisation de la cinétique d'oxydation de la margarine durant le stockage à 30 °C.

Margarine	Model appliqué	Paramètre							$R^2$	MRE	S
		$k$	$k_1$	$k_2$	$k_3$	$k_4$	$a$	$B$			
EM0	Ordre zero	0,869	-	-	-	-	-	-	0,852	27,191	2,998
	1 <sup>er</sup> ordre	0,097	-	-	-	-	-	-	0,970	10,431	1,502
	Polynomial	-	0,050	0,125	-	-	-	-	0,955	16,849	1,916
	Logarithmique	-	-	-	2,373	-	5,687	-	0,448	53,884	5,805
	Loi puissance	-	-	-	-	4,556	-	0,323	0,754	26,578	5,223
EM1	Ordre zero	0,513	-	-	-	-	-	-	0,950	10,797	0,968
	1 <sup>er</sup> ordre	0,103	-	-	-	-	-	-	0,879	23,107	1,354
	Polynomial	-	0,009	0,322	-	-	-	-	0,962	16,319	0,988
	Logarithmique	-	-	-	1,599	-	3,671	-	0,652	42,083	2,573
	Loi puissance	-	-	-	-	2,647	-	0,401	0,934	46,407	3,531
EM2	Ordre zero	0,563	-	-	-	-	-	-	0,948	14,190	1,092
	1 <sup>er</sup> ordre	0,085	-	-	-	-	-	-	0,987	50,68	0,313
	Polynomial	-	0,020	0,155	-	-	-	-	0,993	6,327	0,477
	Logarithmique	-	-	-	1,613	-	4,592	-	0,549	39,806	3,222
	Loi puissance	-	-	-	-	3,887	-	0,285	0,785	23,953	2,807
EM3	Ordre zero	0,403	-	-	-	-	-	-	0,943	9,980	0,823
	1 <sup>er</sup> ordre	0,077	-	-	-	-	-	-	0,977	6,497	0,455
	Polynomial	-	0,013	0,147	-	-	-	-	0,977	6,912	0,593
	Logarithmique	-	-	-	1,179	-	3,734	-	0,567	33,451	2,270
	Loi puissance	-	-	-	-	3,250	-	0,261	0,784	19,991	2,022

**Tableau 3:** Modélisation de la cinétique d'oxydation de la margarine durant le stockage à  $5 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Margarine	Model appliqué	Paramètre							$R^2$	$MRE$	$S$
		$k$	$k_1$	$k_2$	$k_3$	$k_4$	$a$	$b$			
EM0	Ordre zero	0,078	-	-	-	-	-	-	0,730	11,833	0,397
	1 <sup>er</sup> ordre	0,032	-	-	-	-	-	-	0,644	13,608	0,454
	Polynomial	-	0,005	0,179	-	-	-	-	0,839	8,220	0,354
	Logarithmique	-	-	-	0,341	-	2,287	-	0,968	3,115	0,136
	Loi puissance	-	-	-	-	2,161	-	0,422	0,974	3,245	0,203
EM1	Ordre zero	0,016	-	-	-	-	-	-	0,954	1,586	0,033
	1 <sup>er</sup> ordre	0,011	-	-	-	-	-	-	0,946	1,743	0,036
	Polynomial	-	0,000	0,023	-	-	-	-	0,966	3,419	0,092
	Logarithmique	-	-	-	0,052	-	1,249	-	0,968	4,192	0,084
	Loi puissance	-	-	-	-	1,366	-	0,036	0,661	4,036	0,122
EM2	Ordre zero	0,057	-	-	-	-	-	-	0,651	11,059	0,348
	1 <sup>er</sup> ordre	0,027	-	-	-	-	-	-	0,588	12,346	0,380
	Polynomial	-	0,004	0,137	-	-	-	-	0,767	8,270	0,328
	Logarithmique	-	-	-	0,259	-	2,031	-	0,947	3,983	0,135
	Loi puissance	-	-	-	-	1,941	-	0,358	0,950	4,032	0,164
EM3	Ordre zero	0,042	-	-	-	-	-	-	0,700	8,124	0,232
	1 <sup>er</sup> ordre	0,021	-	-	-	-	-	-	0,645	55,310	1,554
	Polynomial	-	0,003	0,109	-	-	-	-	0,857	6,138	0,208
	Logarithmique	-	-	-	0,191	-	1,946	-	0,993	1,042	0,036
	Loi puissance	-	-	-	-	1,900	-	0,098	0,989	1,251	0,142

$k$ ,  $k_1$ ,  $k_2$ ,  $k_3$ ,  $k_4$ ,  $a$  et  $b$  sont les constantes du modèle,  $MRE$  = erreur relative moyenne,  $S$  = erreur-type.

La modélisation consiste à prédire la vitesse d'oxydation des ME en fonction du temps, à différentes températures. Cela permet une meilleure estimation et une meilleure gestion de la durée de conservation. Les résultats de la modélisation (tableaux 2 et 3) indiquent que l'adéquation des modèles dépend à la fois de la nature de la margarine et de la température de stockage appliquée. À 30 °C (tableau 2), les modèles de premier ordre (cas ME0 et ME3) et polynomial (cas de ME1 et de ME2) sont les plus appropriés ( $R^2 = 0,962-0,993$  ;  $MRE = 6,327-10,431$  ;  $S = 0,455-1,502$ ). Les modèles de puissance (ME0 et ME2), polynomial (ME1) et logarithmique (ME3) décrivent correctement les données expérimentales ( $R^2 = 0,950-0,993$  ;  $MRE = 1,042-4,032$  ;  $S = 0,036-0,203$ ). Ces résultats sont en partie conformes aux données disponibles dans la littérature. Ainsi, Crapiste et al. (1999) ont communiqué l'adéquation du modèle du premier ordre ( $R^2 \sim 0,95$ ), concernant l'oxydation de l'huile de tournesol à 30, 47 et 67 °C. Dans tous les cas, ce modèle est souvent adéquat pour décrire des données expérimentales concernant la peroxydation des huiles végétales à des températures de 25 à 180 °C (Gómez-Alonso et al., 2004).

Quelle que soit la température, les constantes du modèle liées à ME0 (à l'exception du modèle polynomial) sont plus élevées que celles des modèles liés aux ME1, ME2 et ME3 (Tableaux 2 et 3) confirmant l'effet positif des extraits de la CRDP sur la stabilité oxydative des margarines. Au même temps, les constantes du modèle obtenues à 30 °C (Tableau 2) sont supérieures à celles obtenues à 5 °C (Tableau 3), ce qui confirme l'effet important de la température sur l'augmentation du taux de l'IP comme déjà démontré par Vaidya et Eun (2013) en ce qui concerne la cinétique d'oxydation des huiles de noix et de pépins de raisin.

### **III.3. Sensibilité à la température de la stabilité à l'oxydation des ME**

Les résultats de la dépendance à la température de l'oxydation des margarines ont été résumés dans le tableau 4 selon les valeurs de  $Q_{10}$  et d'Ea.

Le facteur  $Q_{10}$  indique l'augmentation de la vitesse d'oxydation de la margarine avec une élévation de la température de stockage de 10 °C. Ainsi, une valeur  $Q_{10}$  proche de l'unité indique que le processus physico-chimique concerné est moins sensible à la température. Bien que les valeurs  $Q_{10}$  varient généralement entre 2 et 3 pour les réactions chimiques, elles peuvent parfois prendre des valeurs extrêmes en fonction de la nature de la réaction. Dans ce contexte, Gama-Arachchige et al. (2013) ont rapporté des valeurs de  $Q_{10}$  proches de zéro, concernant l'étude de la rupture de dormance physique dans les graines.

**Tableau 4:** Effet de la température sur la stabilité oxydative de la margarine, en fonction du facteur  $Q_{10}$  et de l'énergie d'activation ( $E_a$ ).

Margarine	Model constant	$Q_{10}$	$E_a$ (kJ mol <sup>-1</sup> )
EM0	Ordre zero-k	2,623	67,496
	1 <sup>er</sup> ordre- k	1,558	31,051
	Polynomial-k <sub>1</sub>	2,512	64,471
	Polynomial-k <sub>2</sub>	0,866	-10,054
	Logarithmique-k <sub>3</sub>	2,173	54,320
	Loi de Puissance-k <sub>4</sub>	1,348	20,884
EM1	Ordre zero-k	4,003	97,093
	1 <sup>er</sup> ordre- k	2,447	62,630
	Polynomial-k <sub>1</sub>	/	/
	Polynomial-k <sub>2</sub>	2,874	73,892
	Logarithmique-k <sub>3</sub>	3,937	95,923
	Loi de Puissance-k <sub>4</sub>	1,303	18,523
EM2	Ordre zero-k	2,500	64,125
	1 <sup>er</sup> ordre- k	1,582	32,110
	Polynomial-k <sub>1</sub>	1,904	45,063
	Polynomial-k <sub>2</sub>	1,051	3,456
	Logarithmique-k <sub>3</sub>	2,078	51,212
	Loi de Puissance-k <sub>4</sub>	1,320	19,444
EM3	Ordre zero-k	2,471	63,314
	1 <sup>er</sup> ordre- k	1,682	36,379
	Polynomial-k <sub>1</sub>	1,798	41,057
	Polynomial-k <sub>2</sub>	1,127	8,374
	Logarithmique-k <sub>3</sub>	2,071	50,963
	Loi de Puissance-k <sub>4</sub>	1,240	15,030

$$Q_{10} = (k_{30}/k_5)^{0.4}$$

$$E_a = 0.0001 \times 8.31 \times 303 \times 278 \times \ln Q_{10} = 0.0001 \times 8.31 \times 303 \times 278 \times 0.4 \ln(k_{30}/k_5)$$

$k_{30}$  et  $k_5$  sont les constantes des modèles mathématiques à 30°C et 5°C, respectivement.

Les valeurs  $Q_{10}$  trouvées dans ce présent travail varient sur un large intervalle (0,866-4,00), ce qui indique que ce paramètre dépend de la nature de la margarine, de la constante du modèle utilisée, ainsi que de la pertinence de ce modèle.

Les valeurs inférieures à 1 indiquent la dépendance inverse de la température (cas de ME0 /modèle polynomial-k<sub>2</sub>).

Comme  $Q_{10}$ , l'énergie d'activation varie également sur une large gamme de valeurs, d'environ -10 (EM0 / modèle polynomial-k<sub>2</sub>) à environ 97 kJ mol<sup>-1</sup> (EM1/ zéro ordre-k).

D'après les données du tableau 4, il est facile de voir la corrélation entre les valeurs  $Q_{10}$  et  $E_a$  (voir aussi la formule donnée dans la section expérimentale). Comme cela a été expliqué ci-dessus pour une valeur  $Q_{10}$  inférieure à 1, l'énergie d'activation négative indique une dépendance inverse de la température. Les valeurs de  $Q_{10}$  obtenues sont en accord avec les données de la littérature concernant certaines altérations alimentaires: Anthocyanes (1,3-1,7) (Albarici et Pessoa, 2012), acide ascorbique (1,06-1,58) (Abioye et al., 2013) et l'oxydation de l'huile de tournesol à différentes conditions ( $\sim 2$ ) (Upadhyay et Mishra, 2015). Quant à l'énergie d'activation elle est dans la gamme (5-117 kJ/ mol) des valeurs trouvées pour l'oxydation de différents aliments lipidiques (Martin et al., 1999, Thurgood et al., 2007).

#### IV. CONCLUSION

Une nouvelle procédure de préparation des margarines enrichies a été testée avec succès. En effet, les deux phases destinées à l'obtention des margarines ont d'abord été utilisées comme solvants d'extraction. Les deux phases enrichies ainsi obtenues sont ensuite utilisées pour formuler différents échantillons de margarine.

La meilleure résistance à l'oxydation de différentes ME a été obtenue lorsque l'échantillon a été additionné avec: 1) l'extrait aqueux, dans le cas du stockage à 30 °C, et 2) les deux extraits aqueux et gras, dans le cas du stockage à 5 °C.

L'adéquation des modèles liés au comportement cinétique et rhéologique de l'oxydation de la ME a été trouvé qu'il est en fonction de la température de stockage et du type de margarine.

Enfin, ces résultats ont mis en évidence la possibilité de valorisation du *Phoenix canariensis* L., une biomasse largement disponible et sous-utilisée. En particulier, l'application possible de l'extrait de la CRDP en tant que colorant naturel et antioxydant dans la margarine et d'autres formulations alimentaires peut être envisagée à l'échelle industrielle.

## V. REFERENCES

- AOCS. Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society, 4th edn. AOCS Press, Champaign, IL (1990).
- Bodelón O.G., Avizcuri J.-M., Fernández-Zurbano P., Dizy M., Préstamo G., Pressurization and cold storage of strawberry purée: Colour, anthocyanins, ascorbic acid and pectin methylesterase, *LWT-Food Sci. Technol.*, **52**: 123-130 (2013).
- Deldago-Adamez J., Baltasar M.N.F., Yuste M.C.A., Martin-Vertedor D., Oxidative stability . Phenolic compounds and antioxidant potential of a virgin olive oil enriched with natural bioactive compounds, *J. Oleo Sci.*, **63** (1): 55-65 (2014).
- Djouab A., Gougam, H., Benamara S., Margarine à l'extrait naturel du fruit de datte : Possibilité de conception d'un aliment fonctionnel nouveau sans additifs chimiques. Editions Universitaires Européennes, 168 p (2011).
- Fayad N. K., Al-Obaidi O.H.S., Al-Noor T.H., Ezzat M.O, Water and alcohol extraction of thyme plant (*thymus vulgaris*) and activity study against bacteria, tumors and used as anti-oxidant in margarine manufacture, *Innov. System. Design Eng.*, **4**(1): 41-51(2013).
- Kumarappan C. T., Thilagam E., Mandal S. C., Antioxidant activity of polyphenolic extracts of *Ichnocarpus frutescens*, *Saudi J. Biol. Sci.*, **19**: 349-355 (2012).
- Lopes C.O., Pícolo Barcelos M.F., Araujo Dias N.A., Souza Carneiro J.D., César de Abreu W., Effect of the addition of spices on reducing the sodium content and increasing the antioxidant activity of margarine, *LWT - Food Sci. Technol.*, **58**: 63-70 (2014).
- Ma T., Kobayashi T., Adashi S., Effect of droplet size on autoxidation rates of methyl linoleate and  $\alpha$ -linolenate in an oil-in-water emulsion, *J. Olea Sci.*, **62** (12): 1003-1008 (2013).
- Novello A.Z., Lopes da Conceição L., Dias M.M.D.S., Cardoso L.M., de Castro C.A., Ricci-Silva M.E., Leite J.P.V., Peluzio M.D.C.G., Chemical characterization, antioxidant and

- antiatherogenic activity of anthocyanin-rich extract from *Euterpe edulis* Mart. in mice, *J. Food Nutri. Res.*, **54**(2): 101-112 (2015).
- Özilgen S., Özilgen M., Kinetic model of lipid oxidation in foods, *J. Food Sci.*, **55**(2): 498 (1990). DOI: 10.1111/j.1365-2621.1990.tb06795.x
- Périno-Issartier S., e-Huma Z., Abert-Vian M., Chemat F., Solvent free microwave-assisted extraction of antioxidants from sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides*) food by-products, *Food Bioprocess Tech.*, **4**: 1020-1028 (2011).
- Ramazan M., Ayşe M.A., Derya U.D., Çiğdem G., Determination of antioxidant activities of different *urginea maritima* (L.) Baker plant extracts, *Iran. J. Chem. Chem. Eng.*, **29** (3): 47-53 (2010).
- Samavati V., Razavi S.H., Mousavi S.M., Effect of sweeteners on viscosity and particle size of dilute guar gum solutions, *Iran. J. Chem. Chem. Eng.*, **27** (2): 23-31 (2008).
- Shirsath S.R., Sonawane S.H., Gogate P.R., Intensification of extraction of natural products using ultrasonic irradiations-A review of current status, *Chem. Eng. Process.*, **53**: 10-23 (2012).
- Upadhyay R., Mishra H. N., Multivariate analysis for kinetic modeling of oxidative stability and shelf life estimation of sunflower oil blended with sage (*salvia officinalis*) extract under rancimat conditions. *Food Bioprocess Tech.*, **8**: 801-810 (2015).
- Vlachos N., Skopelitis Y., Psaroudaki M., Konstantinidou V., Chatzilazarou A., Tegou E., Applications of Fourier transform-infrared spectroscopy to edible oils, *Anal. Chim. Acta*, **573-574**: 459-465 (2006).
- Xia W., Budge S.M., Lumsden M.D., New <sup>1</sup>H NMR-based technique to determine epoxide concentrations in oxidized oil, *J. Agric. Food Chem.*, **63**: 5780-5786 (2015).
- Bonnaillie L.M., Tomasula P.M., Kinetics, aggregation behavior and optimization of the fractionation of whey protein isolate with hydrochloric acid, *Food Bioprocess Tech.*, **90**: 737-747 (2012).

- Lafka T.-I., Lazou A.E., Sinanoglou V.J., Lazos E.S., Phenolic extracts from wild olive leaves and their potential as edible oils antioxidants, *Foods* **2**:18-31 (2013).
- Sewald M., DeVries J., Food Product Shelf Life. Medallion Laboratories, Minnesota, United States, [Electronic][Brochure], <http://www.medlabs.com/TechnicalPublications.Aspx>. (Available : 25-11-2016).
- Tiwari S., Chetana R., Puttaraju S., Khatoon S., Physico-chemical characteristics of burfi prepared by using medium chain triglyceride rich margarines, *J. Food Sci. Technol.*, **51**(1): 136-141 (2014).
- Maestro, A., Gonzalez, C., Gutierrez J.M., Shear thinning and thixotropy of HMHEC and HEC water solutions, *J. Rheol.*, **46** (6): 1445-1457 (2002).
- Akbulut M., Cemalettin Saricoban C., Ozcan M.M., Determination of rheological behavior, emulsion stability, color, and sensory of sesame pastes (tahin) blended with pine honey, *Food Bioprocess Tech.*, **5**: 1832-839 (2012).
- Hayati I.N.; Che Man, Y. B.; Chin Ping Tan, C. P.; Aini, I. N. Stability and rheology of concentrated O/W emulsions based on soybean oil/palm kernel olein blends. *Food Res. Int.* **40**, 1051-1061 (2007).
- Djouab A., Benamara S., Antioxidant potential of *Phoenix canariensis* L. date peel. *Ind J Exp Biol* (submitted). *Indian J. Exp. Biol.* (submitted).
- Chong Y.M., Chang S.K., Sia W.C.M., Yim H.S., Antioxidant efficacy of mangosteen (*Garcinia mangostana* Linn.) peel extracts insunflower oil during accelerated storage, *Food Biosci.*, **12**: 18-25 (2015).
- Crapiste G.H., Bredvan M.I.V., Carelli A.A., Oxidation of sunflower oil during storage, *J. Am. Oil.Chem.Soc.*, **77**: 1437-1443 (1999).
- Gómez-Alonso S., Mancebo-Campos V., Salvador D., Fregapane G., Oxidation kinetics in olive oil triacylglycerols under accelerated shelf-life testing (25–75 °C), *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, **106**: 369-375 (2004).

- Vaidya B., Eun J.-B., Effect of temperature on oxidation kinetics of walnut and grape seed oil, *Food Sci. Biotechnol.*, **22**(S): 273-279 (2013).
- Gama-Arachchige, Baskin J.N.S., Geneve R.L., Baskin C.C., Quantitative analysis of the thermal requirements for stepwise physical dormancy-break in seeds of the winter annual *Geranium carolinianu* (Geraniaceae), *Ann. Bot.*, **111**: 849–858 (2013).
- Albarici T.R., Pessoa J.D.C., Effects of heat treatment and storage temperature on the use of açai drink by nutraceutical and beverage industries, *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, **32**(1): 9-14 (2012).
- Abioye A.O., Abioye V.F., Ade-Omowaye B.I.O., Adedeji A.A., Kinetic modeling of ascorbic acid loss in baobab drink at pasteurization and storage temperatures, *IOSR J. Environ. Sci. Toxicol. Food Technol.*, **7** (2): 17-23 (2013).
- Martin H.D., Ruck C., Schmidt M., Sell S., Beutner S., Mayer B., Walsh R., Chemistry of carotenoid oxidation and free radical reactions, *Pure Appl. Chem.*, **71** (12): 2253-22v62 (1999).
- Thurgood J., Ward R., Martini S., Oxidation kinetics of soybean oil/anhydrous milk fat blends: A differential scanning calorimetry study, *Food Res. Int.*, **40**: 1030-1037 (2007).

# Partie IV

**Fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) : Fruit ordinaire  
ou aliment santé ?-Synthèse bibliographique**

**Date (*Phoenix dactylifera* L.) fruit :  
Ordinary fruit or health food ?-Review**

## **Fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) : Fruit ordinaire ou aliment santé ?-Synthèse bibliographique**

### **Date (*Phoenix dactylifera* L.) fruit : Ordinary fruit or health food ?-Review**

#### **Résumé**

Comme nous avons eu déjà à le postuler, le fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) (FD) est pour les populations sahariennes, ce que le fruit de l'olivier est aux populations méditerranéennes, à savoir un fruit providentiel doté d'une charge culturelle, nutritionnelle et santé sans équivalent. Ce faisant, il détermine un écosystème oasien propre au Sahara. Ces dernières années, plusieurs travaux sont consacrés aux propriétés physico-chimiques et médicinales du (FD). Quelques auteurs évoquent aussi de multiples transformations technologiques et biologiques susceptibles d'ajouter de la valeur à ces propriétés intrinsèques, en termes de praticité et de fonctionnalités. Dans la présente communication, nous passons en revue ces potentialités, en mettant en relief, quand cela est possible, l'aspect variétal, ayant en vue la diversité phyto-génétique. En parlant de fonctionnalités, nous sous-entendons les implications technologiques et physiologiques.

**Mots-clés :** Dattes, poudre, comprimé, pectine, polysaccharides, infusion sèche nutritionnelle.

#### **Abstract**

As we have already postulated, the fruit of the date-palm is for Saharan populations, what the fruit of the olive tree is for the Mediterranean populations, namely a providential fruit with a cultural, nutritional and health sense unparalleled. It determines an oasis ecosystem which is own to the Sahara. In recent years, many works are devoted to the physicochemical and medicinal properties of the fruit of dates. Some authors also mention many technological and biological transformations that may add value to these intrinsic properties in terms of practicality and functionality. In this communication, we review these potentialities, highlighting where possible the varietal aspect, considering the plant genetic diversity. Speaking of features, we mean the technological and physiological implications.

**Keywords:** Date-palm fruit, powder, tablet, polysaccharide, pectin, nutritional dried infusion.

## I. Introduction

Les aliments fonctionnels suscitent depuis un certain temps un intérêt toujours croissant aussi bien auprès des chercheurs que des consommateurs. Ces derniers sont devenus en effet très sensibles aux allégations santé et nutritionnelles véhiculées par les différents moyens d'information dans le sillage des opérations de marketing inhérentes à cette catégorie d'aliments. Cette dernière englobe par ailleurs d'autres concepts dont il est parfois difficile de saisir les nuances mais tous renvoient à la contraction alimentation-santé : alicament, nutraceutique etc. Dans le cas d'un aliment fonctionnel, la communauté européenne adopte certains fondamentaux auxquels une denrée alimentaire doit satisfaire pour bénéficier d'un tel statut. Le caractère ordinaire de l'aliment en est l'élément clé. Par suite, un tel aliment suppose un effet physiologique avéré sur le corps humain. Cette fonctionnalité est soit native, soit acquise après transformation et/ou enrichissement.

Pour des raisons qui tiennent à son histoire, le fruit de dattes (FD) s'est toujours vu attribué des vertus santé inégalées. Il présente sur ce plan des analogies certaines avec l'olive, fruit de l'olivier dont l'huile est perçue comme un authentique aliment-santé dans toute la sphère géographique du pourtour méditerranéen, composant pour l'essentiel le régime du même nom mondialement connu et reconnu. En ce sens, le palmier dattier est pour les populations sahariennes ce que l'olivier est aux méditerranéens : il génère un fruit providentiel (Benchelah et Maka, 2008), doté d'une charge culturelle, nutritionnelle et santé sans équivalent. Le palmier dattier constitue dans certaines zones du Sahara la principale production économique et le principal moyen de fixation des populations (Djennane, 1990) comme l'est l'olivier, avec une moindre mesure peut être, pour les habitants de Kabylie, région montagneuse du nord-est algérien bornée par la méditerranée.

Dans le seul cas de l'Algérie, plus d'un millier de cultivars du palmier dattier a été inventorié sans parler de pieds francs qui poussent au hasard (Bouguedoura et al., 2010). Toutefois, seules quelques variétés de fruits comme *Deglet-Nour* sont commercialisées à grande échelle car bénéficiant d'une bonne image auprès des consommateurs. La tendreté et l'aspect doré de la pulpe en sont certainement des traits distinctifs. Du point de vue valeur nutritionnelle toutefois, les autres types de dattes dites communes sont aussi riches, si ce n'est plus, que le *Deglet-Nour* si l'on considère la teneur en humidité, c'est-à-dire de la concentration en nutriments.

Le fruit du palmier dattier est surtout apprécié pour sa saveur sucrée grâce à sa richesse en sucres qui peut atteindre plus de 80%, ce qui se traduit par une valeur énergétique élevée.

La qualité d'aliment du (FD) étant donc naturellement acquise, dans la présente communication nous passerons en revue dans un premier temps ses propriétés biologiques, en termes d'activité antioxydante et son corollaire les bienfaits santé. Dans la seconde étape, nous aborderons les nouvelles perspectives qui s'ouvrent à certaines variétés de dattes et inhérentes à leur aptitude à la transformation en produits nouveaux à visées non seulement nutritionnelles mais aussi et surtout santé. Cette revue provient d'un fond documentaire chaque fois actualisé et qui est en lien avec des projets de recherche soit déjà finalisés soit en cours de réalisation au niveau de notre laboratoire, tous traitant de la valorisation du fruit du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

## II. Propriétés alimentaires et biologiques

Le FD fait naturellement consensus en tant qu'aliment énergisant grâce à sa teneur élevée en sucres. Très récemment, Assirey (2015) révèle des résultats importants sur la valeur nutritionnelle de dix variétés de dattes d'Arabie Saoudite. L'auteur rapporte, en plus de la prédominance des sucres (71-81% environ), la teneur appréciable en certains acides aminés dont deux sont essentiels (valine et leucine avec des concentrations allant jusqu'à 78 et 100 mg /100g de masse sèche pour certaines variétés, respectivement), suggérant du coup le rôle majeur que ce type de fruit peut jouer en nutrition et santé humaines.

Pour revenir aux propriétés biologiques du (FD), celles-ci ont trait aux activités antioxydantes, antibactériennes et médicinales qui restent fondamentalement complémentaires et parfois indissociables. Leur importance en ce qui concerne le (FD) est telle qu'elles suscitent un intérêt grandissant se matérialisant par de nombreuses publications inhérentes à des tests *in vitro* et *in vivo* ainsi qu'à la mise en évidence d'innombrables substances bioactives (Vayalil, 2012). Le (FD), incluant pulpe et noyau, est riche en antioxydants dont les polyphénols avec des concentrations pouvant atteindre plus de 6 mg/g de pulpe pour certaines variétés (Wu et al., 2004) et selon les conditions de culture. Ces substances sont dotées d'un effet protecteur contre les radicaux libres souvent incriminés dans le stress oxydatif et le phénomène de vieillissement. Après consommation et métabolisation, ces molécules manifestent des impacts bénéfiques en termes d'effets antihyperlipidimique, hépatoprotecteur et neuroprotecteur (Wan Ismail et Mohd Radzi, 2013). Saafi et al. (2011) ont déjà démontré par des tests sur des animaux de laboratoire l'aptitude des extraits du (FD) à restaurer les dommages induits par le diméthoate (insecticide très répandu) sur le foie en s'appuyant sur quelques marqueurs comme l'inhibition de la peroxydation hépatique. De plus, les activités antimutagénique (Vayalil, 2002) et anti-inflammatoire (Rahmani et al., 2014) du

(FD) ont été aussi rapportées, lesquelles pourraient être liées à la présence du sélénium (Al-Shahib et Marshall (2003) et du bore (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011), minéraux auparavant évoqués par Brown et Arthur (2001) et Meacham et al. (2010) en tant qu'agents précurseurs essentiels de ces activités, parmi toute la panoplie de composés chimiques recensés. Notons que la perte de l'homéostasie qui s'établit dans la cellule est à l'origine du stress oxydatif (Migdal et Serres, 2011) lui-même inducteur des conditions d'apparition de la plupart des maladies comme l'athérosclérose, l'hypertension, les maladies ischémiques et les inflammations (Tiwari, 2001). C'est dans ce contexte que le concept d'aliment fonctionnel prend toute sa valeur, étant entendu qu'un tel aliment est sensé intervenir en tant que biomodulateur de l'homéostasie (Ninane et al., 2009). Après avoir détecté dans des (FD) tunisiennes 80 composants volatils dont un peu plus de la moitié non encore connu, El Arema et al. (2011) suggèrent l'emploi de ces variétés comme ingrédients alimentaires fonctionnels. De plus, tenant compte des échantillons étudiés, ces auteurs concluent que certaines variétés communes analysées rivalisent avec la variété Mech-Degla, la dualité « haute valeur commerciale/faible valeur commerciale » entre ces deux catégories de (FD) étant évoquées au début de cette communication. Etant donné l'importante diversité phyto-génétique du palmier dattier, à laquelle s'ajoutent les autres facteurs cités plus haut et le mode d'expression des résultats, la valeur de l'activité antioxydante de son fruit varie subséquemment dans une large plage de valeurs (Tableau 1). Signalons que les données de ce tableau concernant la datte algérienne est tirée d'une étude portant sur 27 fruits locaux (Allane et Benamara, 2010) laquelle étude fait ressortir le classement de ce fruit en troisième position après l'arbouse et les mûres sauvages en termes d'activité antioxydante évaluée à travers le pouvoir réducteur du  $Fe^{+++}$  en  $Fe^{++}$ .

Même si aucune intoxication d'envergure n'a été rapportée par suite d'une consommation de (FD), ceux-ci étant par ailleurs connus pour être dotés d'une significative activité antibactérienne à large spectre (Daas Amieur et al., 2014), il faut se garder toutefois de tomber dans l'exagération en attribuant à cette espèce végétale une qualité hygiénique sans faille. En fait, malgré une stabilité apparente et les mesures prises pour les conserver, toutes les denrées alimentaires subissent des altérations (Marc et al., 2004), avec en outre de probables implications délétères sur la santé. Dans le cas particulier du (FD), les conditions de maturation, de récolte et d'entreposage déterminent l'étendue de son infestation microbienne qui, à son tour, pose le risque d'intoxication de même type lorsqu'une désinfection efficace du fruit avant consommation fait défaut (Al Hazzani et al., 2013).

**Tableau 1.** Activité antioxydante de quelques variétés du fruit de dattes de différentes origines

**Table 1.** Antioxidant activity of some date fruit varieties from different origins.

Variété de dattes	Origine	Activité antioxydante	Référence
Bou seker's Blah	Mauritanie	129 1 $\mu\text{mol TEAC}/100\text{g ms}$	[19]
Al-Sagey	Arabie Saoudite	30% (DPPH)	[20]
Khouet Kenta	Tunisie	1148 $\mu\text{mol TEAC}/100\text{g mf}$	[21]
Bouskri	Maroc	90 % (DPPH)	[22]
Noire (Tantboucht)	Algérie	1000 mg vit C/100g mf	[23]
Bekraray	Lybie	79% (DPPH)	[24]
Confitera <sup>1</sup>	Espagne	0.93 mM Trolox/L	[25]
Swei	Egypte	63% (DPPH)	[26]

TEAC: capacité antioxydante en Trolox-*antioxidant capacity in Trolox*, DPPH: radical 1,1-diphényl-2picrylhydrazyle-1,1-diphényl-2picrylhydrazyl radical.

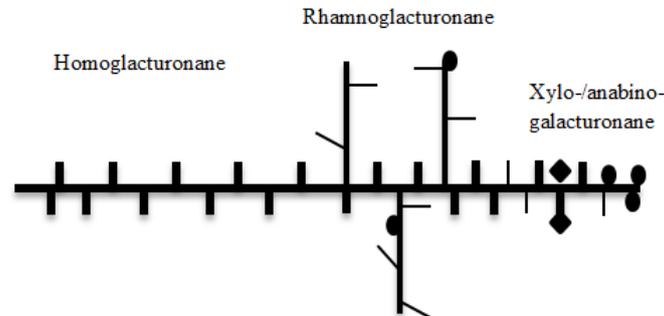
<sup>1</sup> L'activité antioxydante est déterminée dans l'eau de blanchiment- *The antioxidant activity was determined in blanching water.*

### III. Fibres et pectines : Applications potentielles

Eu égard à leurs multiples activités physiologiques, les fibres alimentaires sont souvent associées aux aliments fonctionnels.

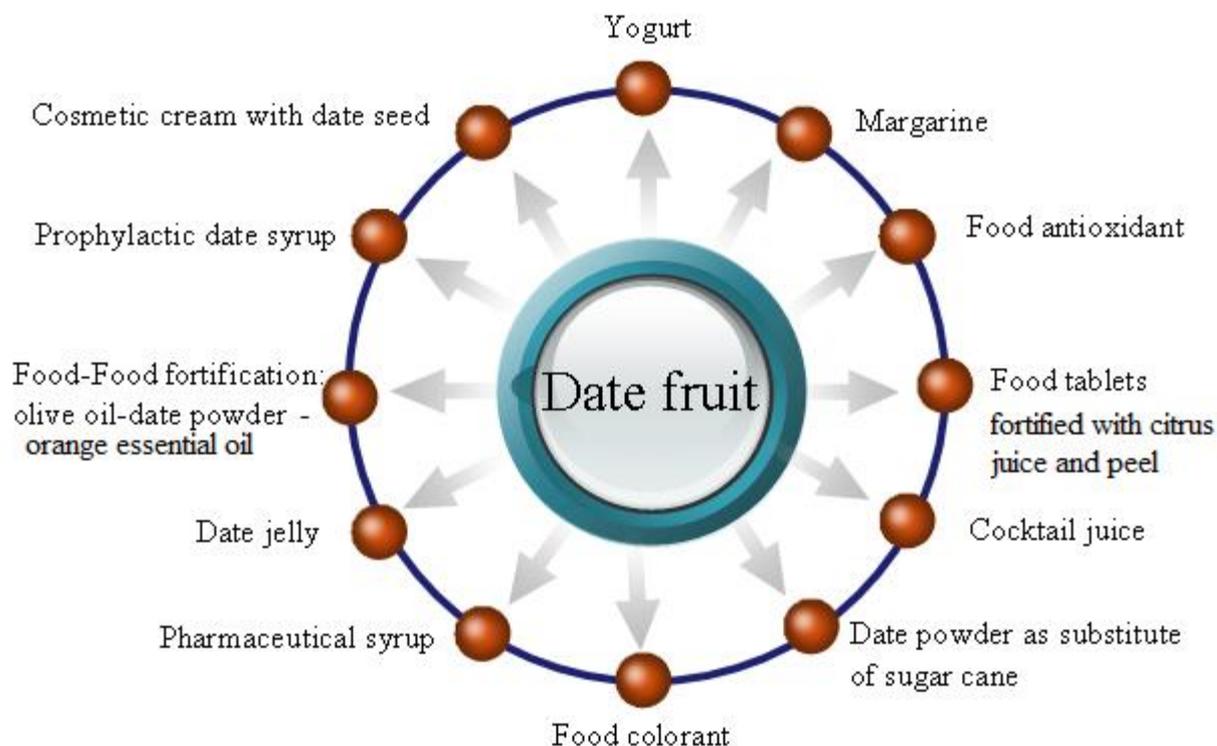
Les pectines sont des polysaccharides complexes qui entrent dans la composition des parois cellulaires de plantes (Figure 1). Elles confèrent à ces dernières une rigidité caractéristique. Elles sont certes connues pour leur pouvoir gélifiant mais leurs activités biologiques jouent aussi un rôle de premier plan dans le système immunitaire du corps humain (Angone et al., 2010). Les sources de pectine généralement citées sont le marc de pomme et la pelure d'agrumes. Concernant le fruit de dattes, les données sont très disparates ; il est généralement connu pour être relativement riche en fibres avec une proportion parfois appréciable en pectine. Certaines espèces de (FD) peuvent se révéler intéressantes sur ce plan. C'est le cas du cultivar omanais *Khalas* lequel peut contenir jusqu'à 6.8% (ms) de pectines selon le degré de maturité (Al-Yahyai et Al-Kharusi, 2012). Dans ce même ordre

d'idées, la pectine du fruit du (FD), à côté des fibres et du sirop, a été mise en avant pour ses larges applications en tant qu'agent gélifiant dans divers produits alimentaires transformés, comme des gelées, du yaourt, du fromage etc. (Chandrasekaran et Bahkali, 2013).



**Figure 1.** Structure très schématique de la molécule de pectine-*Very schematic structure of pectin molecule.*

Nous avons pu observer au laboratoire une gélification presque instantanée d'extraits de certains types de dattes ce qui de toute évidence présume de la présence en quantités appréciable de cet agent gélifiant. Le (FD) contient aussi une fibre spécifique, le  $\beta$ -D-glucane (Vayalil, 2002), un autre polysaccharide doté de propriétés anti-tumorales (Ashraf et Hamidi-Esfahani, 2011; Ishurda et John, 2005 ; Vannuci et al., 2013) dont le mode d'action a inspiré celui de la pectine (Maxwell et al., 2012) (voir section suivante). Du point de vue texture, elle-même conditionnée par la pectine (Emaga et al., 2008), le (FD) peut appartenir à l'une des classes suivantes selon le degré de méthylation de cette molécule, la teneur en eau et la teneur en fibre (Vayalil, 2002) : tendre, demi-sèche et sèche. Cette dernière catégorie est souvent répertoriée comme la moins prisée de la population, risquant à terme une disparition au profit des variétés commerciales par la grâce des cultures monovariétales de remplacement. Comme on le rappellera plus loin, ces variétés sèches montrent en revanche des aptitudes technologiques qui permettent d'aboutir dans des conditions de laboratoire à de multiples nouveaux produits à forte valeur ajoutée (Figure 2).



**Figure 2.** Quelques formulations à base du fruit de dattes obtenues au niveau de notre laboratoire-*Some date fruit- based formulations as obtained in our laboratory.*

#### IV. Produits transformés et fonctionnalités

En se basant sur les propriétés phytochimiques de leurs extraits, trois variétés de dattes du Pakistan sont suggérées comme sources de nouveaux antioxydants et agents aromatisants naturels à incorporer dans diverses matrices alimentaires sous forme d'aliments fonctionnels (Anjum et al., 2012). S'appuyant sur sa richesse en nutriments dont le sélénium ainsi que sur son potentiel santé, des auteurs suggèrent de considérer le fruit de dattes comme un aliment presque **idéal** (Al-Shahib et Marshall, 2003). D'autre part, quelques produits transformés, dérivant directement de la datte ou associant celle-ci comme ingrédient sont évoqués dans la littérature : vinaigre et margarine (Benamara et al. 2008) mais surtout le sirop (Chandrasekaran et Bahkali, 2013). Tout récemment, une gelée entièrement naturelle a été développée par association d'un sirop de dattes et d'une suspension à base de l'albédo (partie blanche de l'écorce d'oranges en tant que source de pectine) et du jus de citron (Benali et al., 2015). Toutefois, ces produits n'utilisent pas la pulpe entière du (FD) mais uniquement ses extraits ce qui implique la perte sous forme de déchets de toute la masse fibreuse incluant la fraction des pectines non solubilisées. Or cette dernière peut trouver une application intéressante comme excipient dans la formulation de comprimés pharmaceutiques. C'est dans ce sens que des travaux sont consacrés ces dernières années à la possibilité d'obtention de

comprimés alimentaires et/ou pharmaceutiques à partir de la poudre de dattes des variétés sèches enrichie et non enrichie avec le jus et la pelure d'agrumes (Chekroune et al., 2008 ; Benahmedet al., 2011) ainsi que d'extraits de feuilles d'olivier (Figure 3) (Benamara et al., 2012 ; Benamara et al., 2013). De plus, des comprimés de poudres de dattes sèches ont été aussi utilisés comme support d'un principe actif pharmaceutique (paracétamol) (Ngwuluka et al., 2010). Il convient de rappeler ici que c'est Arema et al. (1989) qui ont pour la première fois proposé l'usage des comprimés d'un fruit (le baobab) comme excipient de principes actifs avant que d'autres travaux ne décrivent d'autres espèces de poudres de fruits sous cette forme galénique à visées alimentaires et/ou pharmaceutiques: datte (Benahmed et al., 2011), *Terminalia Chebula* (Satya Prakash et al., 2011), goyave et pitaya (Zea et al., 2013) et mangue (Ong et al., 2014). Par ailleurs, du sirop de datte a été déjà utilisé comme agent liant dans de comprimés pharmaceutiques (Alanzi, 2010), propriété qui ne peut s'expliquer de notre point de vue que par la présence simultanée de sucre, de pectine et d'eau c'est-à-dire des substances aptes à former des hydrogels. L'intérêt des comprimés de poudre de dattes est multiple :

- mode de préparation aisé, par compression directe de la poudre initiale ;
- atouts organoleptiques rarement réunis dans une matrice alimentaire : saveur sucrée et aromatisée, présence de pectine et autres substances nutritionnelles et médicinales ;
- possibilité de leur utilisation comme **supports universels d'extraits d'autres plantes alimentaires et non alimentaires**, le produit final pouvant se décliner sous le vocable d'**infusion sèche nutritionnelle** (Benamara, 2015) à praticité évidente (solubilisation facile en bouche, entre autres). Il est même envisageable de produire des comprimés de dattes partiellement **désucriés** (ou **allégés**) de sorte à les rendre accessibles pour certaines personnes diabétiques (Figure 3) (Iguergaziz, 2012). Notons juste que la poudre de (FD) n'est pas obtenue à partir du fruit brut mais après séchage complémentaire de sorte à aboutir à un compromis entre deux critères essentiels que sont la coulabilité et l'aptitude à la compression.

En fait, des formulations à libération contrôlée à base de matrices hydrophiliques, incluant la pectine du fait de ses propriétés gélifiantes, ont été développées (Sriamornsak et al., 2007). C'est surtout les propriétés fonctionnelles révélées sur les pectines modifiées, celles d'agrumes étant les plus documentées, qui suscitent l'intérêt des scientifiques du fait de leur pouvoir anti-métastatique. Le mécanisme à base de ce dernier associe une substance carcinogène (la galectine) et un fragment de pectine qui rentrent en concurrence pour les sites

de fixation à la surface de la cellule cible, rappelant l'interaction de type enzyme-substrat (Figure 4) (De Berg, 2014).

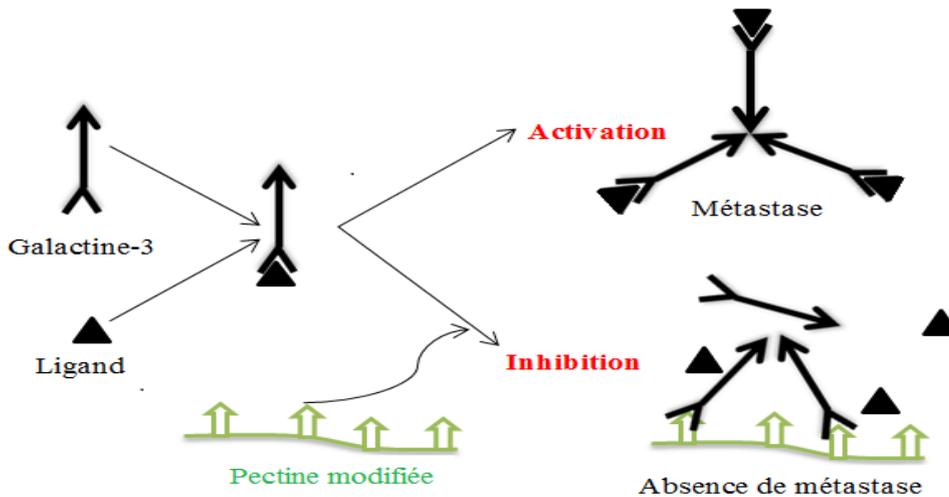


**Figure 3.** Comprimés de poudre du fruit de dattes (Iguergaziz, 2012): naturelle sans aucun enrichissement ( $T_1$ ), naturelle mais additionnées d'extrait lyophilisé de feuilles d'olivier (ELFO) ( $T_2$ ), désucriées sans aucun enrichissement ( $T_3$ ), et désucriées mais additionnées d'ELFO ( $T_4$ )- *Tablets from date fruit powder* (Iguergaziz, 2012): *natural without any enrichment* ( $T_1$ ), *natural, but added with lyophilized olive leaves (ELFO)* ( $T_2$ ), *natural, but desugared* ( $T_3$ ), and *desugared, but added with ELFO* ( $T_4$ ).

Dans cet ordre d'idées, tenant compte du peu d'efficacité (Vandermeers et al., 2008) et/ou des effets secondaires induits par le traitement conventionnel du cancer, Leclere et al. (2013) ont jugé idéal d'utiliser, lorsque cette maladie concerne le colon, des vecteurs oraux de principes actifs à base de pectine. Aussi est-il souligné que les pectines à l'état natif déjà, en tant que fibres, présentent une activité biologique conséquente dont l'effet anti-tumoral (Leclere et al., 2013 ; Niture et Refai, 2013).

Hormis les propriétés et les applications présentement évoquées à propos du (FD), beaucoup d'autres perspectives de valorisation restent à explorer. Elles peuvent concerner la partie comestible ainsi que la partie non comestible (le noyau en l'occurrence) et les variétés sauvages, dites aussi ornementales comme *Phoenix canariensis* L. (Figure 5). Les propriétés médicinales du noyau sont bien décrites dans la littérature scientifique (Al-Farsi et Lee, 2011) contrairement aux variétés non comestibles. Des tentatives d'extraction et d'utilisation des extraits colorés de la pelure du fruit illustré à la figure 5, ont été expérimentées sur la margarine allégée (Benamara et al., 2013). Nous avons souligné dès le début de ce manuscrit l'analogie entre le fruit du palmier dattier et celui de l'olivier en tant que fondement de traditions alimentaires spécifiques (méditerranée et Sahara), les deux matrices étant surtout

des sources alimentaires énergétiques induites par les glucides pour l'une et par les lipides pour l'autre.



**Figure. 4.** Mécanisme d'action de l'inhibition du processus métastatique par la pectine (De Berg (2014)-Action mechanism related to the inhibition of metastatic process by pectin (De Berg, 2014).



**Figure 5.** Différents tissus du fruit de dattes de la variété *Phoenix canariensis*- Different tissues of *Phoenix canariensis* date fruit variety.

La possibilité d'investiguer les éventuelles combinaisons entre ces deux matrices avec ce que tout cela peut impliquer comme synergisme a été aussi effleurée (Benamara et al., 2013 ; Djouab et al., 2007) et mérite à notre sens un développement.

## **V. Conclusion**

En plus de sa valeur énergétique et de saveur sucrée et aromatisée, le (FD) présente aussi une activité biologique intéressante qui s'exprime en termes d'activité antioxydante et de propriétés médicinales sous-jacentes. Les données disponibles à ce sujet sont très disparates, étant donné la panoplie de méthodes utilisées pour exprimer cette activité. A cela s'ajoutent les conditions de culture et un patrimoine phytogénétique très diversifiées rendant plus que jamais souhaitables les études comparatives.

La transformation est une nouvelle approche préconisée pour aboutir à de nouvelles formulations alimentaires dotées de praticités et de fonctionnalités en harmonie avec les exigences des consommateurs. L'obtention de comprimés alimentaires par compression directe de la poudre du fruit ouvre de nouvelles perspectives dans la valorisation de certaines variétés à faible valeur commerciale. En plus de leur usage comme complément alimentaire, ces comprimés peuvent être envisagés comme supports universels d'extraits de plantes médicinales et aromatiques pouvant se décliner sous forme d'infusions sèches nutritionnelles. Le comprimé de (FD) peut bien être catégorisé comme aliment-santé doté de propriétés « d'espérance » puisqu'en l'ingérant, le consommateur, surtout un grand malade, doit prendre conscience, qu'en plus de la sensation de saveur et de texture agréables, il pourvoie son organisme en une panoplie de molécules naturelles à fort potentiel préventif et curatif.

## VI. Références

- Al Hazzani AA, Shehata AI, Rizwana H, et al (2013) Postharvest fruit spoilage bacteria and fungi associated with date palm (*Phoenix dactylifera L*) from Saudi Arabia. *Afr J Microbiol Res* 8 (11): 1228-1236.
- Al Tamim EAA (2014) Study of anti-nutrients and antioxidant in date palm fruits (*Phoenix dactylifera L.*) from Saudi Arabia and Egypt. *J Am Sci* 10 (3): 154-159.
- Alanzi KF (2010) Utilization of date syrup as a tablet binder, comparative study. *Saudi Pharm. J* 18: 81-89.
- Al-Farsi A, Lee CY (2011) Usage of Date (*Phoenix dactylifera L.*) seeds in human health and animal feed. In: Preedy VR, Watson RR, Patel VB (ed). *Nuts and seeds in health and disease prevention*. Elsevier Inc, DOI: 10.1016/B978-0-12-375688-6.10053-2, pp. 447-452.
- Allane T, Benamara S (2010) Activités antioxydantes de quelques fruits communs et sauvages d'Algérie. *Phytothérapie* 8 (3): 171-175.
- Al-Shahib W, Marshall RJ (2003) The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *Inter J Food Sci Nutr* 54 (4): 247-259.
- Al-Yahyai R, Al-Kharusi L (2012) Sub-optimal irrigation affects chemical quality attributes of dates during fruit development. *Afr J Agric Res* 7 (10): 1498-1503.
- Angone SA, Nguema-Ona E, Driouich A (2010) La thérapie par les plantes en Afrique : activités immunostimulantes des polysaccharides de la paroi végétale. *Phytothérapie* 8 : 223-230.
- Anjum FM, Bukhat SI, Al-Ghorab AH, et al (2012) Phytochemical characteristics of date palm (*Phoenix dactylifera*) fruit extracts. *Pak J Food Sci* 22 (3) : 117-27.
- Arama E, Michaud P, Rouffiac R, et al (1989) Biodisponibilité de comprimés à libération prolongée de théophylline et de paracétamol formulés avec la pulpe de fruit du baobab. *Pharm Acta Helv* 64 : 116-120.
- Ashraf Z, Hamidi-Esfahani Z (2011) Date and Date Processing: A Review. *Food Rev Inter* 27 (2): 101-133.
- Assirey EAR (2015) Nutritional composition of fruit of 10 date palm (*Phoenix dactylifera L.*) cultivars grown in Saudi Arabia. *J Taibah Univ Sci* 9: 75-79.

- Benahmed DA, Benamara S, Saidi N, et al (2011) Preliminary characterization of food tablets from date (*Phoenix dactylifera* L.) and spirulina (*Spirulina* sp.) powders. Powder Technol 208(3): 725-730.
- Benali S, Benamara, Bigan M, et al (2015) Feasibility study of date (*Phoenix dactylifera* L.) fruit syrup-based natural jelly using central composite design. J Food Sci Technol 52 (8): 4975-4984.
- Benamara S, Aksil T, Boukhiar A, et al (2012) Tableting: Alternate way of valorization of agro-resources. Third International Scientific Symposium "Agrosym Jahorina 2012". 10.7251/AGSY1203712S, UDK 338.43.02:631.11
- Benamara S, Boukhiar A, Djouab A, et al (2013) New functional food formulations from Algerian agro-ressources. The 16th Annual Vitafoods Europe Conference Palexpo, Geneva, Switzerland 14-16 May 2013.
- Benamara S, Gougam H, Amellal H, et al (2008) Some technologic proprieties of common date (*Phoenix dactylifera* L.) fruits. Am J Food Technol 3 (2) : 79-88.
- Benamara S (2015) Comprimés à base de poudres du fruit de dattes (*Phoenix dactylifera* L., variétés sèches) comme supports universels d'extraits d'autres plantes alimentaires et non alimentaires pouvant se décliner sous forme d' "infusions sèches nutritionnelles" dotées de propriétés d' "espérance". Déclaration d'invention de salarié (en cours de brevetage au niveau de l'INPI/Paris).
- Benchelah A-C, Maka M (2008) Les dattes : intérêt en nutrition. Phytothérapie 6 (2) : 117-121.
- Bouguedoura N, Benkhalifa A, Bennaceur M (2010) In : Aberlenc-Bertossi F, ed. Le palmier dattier en Algérie : Situation, contraintes et apports de la recherche. Paris: IRD Éditions, pp.16-22.
- Brown KM, Arthur JR (2001) Selenium, selenoproteins and humain health: a review. Public Health Ntr 4 (2B): 593-599.
- Chandrasekaran M, Bahkali AH (2013) Valorization of date palm (*Phoenix dactylifera*) fruit processing by-products and wastes using bioprocess technology – Review. Saudi J Biol Sci 20: 105–120.
- Chekroune M, Derradji N, Abdellaoui R, et al (2008) Effet du couple temps-température sur l'efficacité du séchage : Cas des dattes Mech-Degla. Rev Ind Agric Alim 125: 22-25.

- Daas Amieur S, Alloui-Lombarkia O, Bouhdjila F, et al (2014) Etude de l'implication des composés phénoliques des extraits de trois variétés de dattes dans son activité antibactérienne. *Phytothérapie* 12 (2) : 135-142.
- De Berg S (2014) A lifesaving nutrient in citrus fruit: Report (Life Extension, Foundation for Longer Life (<http://www.lef.org>)).
- Djennane A (1990) Constat de situation dans des zones Sud des oasis algériennes. In : Dollé V. (ed.), Toutain G. (ed.). *Les systèmes agricoles oasiens*. Montpellier : CIHEAM, 1990. p. 29-40 (Options Méditerranéennes : Série A. Séminaires Méditerranéens; n. 11).
- Djouab A, Amellal Y, Gougam H, et al (2007) A new food-food fortification: olive oil-date powder paste: [http://www.eurofedlipid.org/meetings/archive/athens/5871/5871\\_0573.pdf](http://www.eurofedlipid.org/meetings/archive/athens/5871/5871_0573.pdf)
- El Arem A, Flamini G, Saafi EB, et al (2011) Chemical and aroma volatile compositions of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at three maturation stages. *Food Chem* 127 : 1744-1754.
- Emaga TH, Wathelet B, Paquot M (2008) Changements texturaux et biochimiques des fruits du bananier au cours de la maturation. Leur influence sur la préservation de la qualité du fruit et la maîtrise de la maturation. *Biotechnol Agron Soc Environ* 12 (1): 89-98.
- Hamad I (2014) Phenolic profile and antioxidant activity of Saudi date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit of various cultivars. *Life Sci J* 11 (10): 1268-1271.
- Hasan NS, Amom Z, Ismail NA, et al (2010) Nutritional composition and in vitro evaluation of antioxidant properties of various dates extracts (*Phoenix dactylifera* L.) from Libya. *Asian J Clin Nutr* 2 (4): 208-214.
- Iguergaziz N (2012) Essai d'élaboration d'un alicament sous forme de comprimés de dattes entières et/ou dé-sucrées additionnés d'extrait aqueux de feuilles d'olivier algérien. Mémoire de magister, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Université M'hamed Bougara, Boumerdès, Algérie, 129 p.
- Ishurda O, John FK (2005) The anti-cancer activity of polysaccharide prepared from Libyan dates (*Phoenix dactylifera* L.). *Carbohydr. Polym* 59: 531-535.
- Jenny S, Vaclav V, Michael A (2014)  $\beta$ 1,3-glucan anticancer efficacies and synergies: A review. *Am J Immunol* 10 (3): 131-143.
- Leclere L, Van Cutsem P, Michiels C (2013) Anti-cancer activities of pH-or heat-modified pectin. *Frontier Pharm* 4 (128): 1-8.

- Lemine FMM, Mohamed Ahmed MVO, Maoulainine LBM, et al (2014) Antioxidant activity of various Mauritanian date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at two edible ripening stages. *Food Sci Nutr* 2 (6): 700-705.
- Marc F, Davin A, Deglène-Benbrahim L, et al (2004) Méthodes d'évaluation du potentiel antioxidant dans les aliments. *Med Sci* 20: 458-63.
- Maxwell EG, Belshaw NJ, Waldron KW, et al (2012) Pectin –An emerging new bioactive food polysaccharide (Review). *Trend Food Sci Technol* 24: 64-73.
- Meacham S, Karakas S, Wallace A, et al (2010) Boron in human health: Evidence for dietary recommendations and public policies. *Open Miner Process J* 3: 36-53.
- Migdal C, Serres M (2011) Espèces réactives de l'oxygène et stress oxydant. *Med Sci* 27: 405-412.
- Ngwuluka NC, Idiakhwa BA, Nep EI, et al (2010) Formulation and evaluation of paracetamol tablets manufactured using the dried fruit of *Phoenix dactylifera* Linn as an excipient. *Res Pharm Biotechnol* 2 (3): 25-32.
- Ninane V, Mukandayambaje R, Berben G (2009) Probiotiques, aliments fonctionnels et kéfir : le point sur la situation réglementaire en Belgique et sur les avancées scientifiques en matière d'évaluation des effets santé du kéfir. *Biotechnol Agron Soc Environ* 13 (3) : 459-466.
- Niture SK, Refai L (2013) Plant pectin: A potential source for cancer suppression. *Am J Pharmacol Toxicol* 8 (1): 9-19.
- Ong MY, Yusof YA, Aziz MG, et al (2014) Characterisation of fast dispersible fruit tablets made from green and ripe mango fruit powders. *J Food Eng* 125: 17-23.
- Rahmani AH, Aly SM, Ali H, et al (2014) Therapeutic effects of date fruits (*Phoenix dactylifera*) in the prevention of diseases via modulation of anti-inflammatory, anti-oxidant and anti-tumour activity: Review. *Int J Clin Exp Med* 7 (3): 483-491.
- Saafi EB, El Arem A, Issaoui M, et al (2009) Phenolic content and antioxidant activity of four date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit varieties grown in Tunisia. *Int J Food Sci Technol* 44 (11): 2314-2319.
- Saafi EB, Louedi M, Elfeki A, Zakhama A, Najjar MF, Hammami M, Achour L. (2011) Protective effect of date palm fruit extracts (*Phoenix dactylifera* L.) on dimethoate induced-oxidative stress in rat liver. *Exp Toxicol Pathol* 63: 433-441.

- Satya Prakash S, Patra ChN, Santanu C, et al (2011) Studies on flowability, compressibility and in-vitro release of *Terminalia Chebula* fruit powder tablets. Iran J Pharm Res 10 (3): 393-401.
- Sriamornsak P, Thirawong N, Weerapol Y, et al (2007) Swelling and erosion of pectin matrix tablets and their impact on drug release behavior. Eur J Pharm Biopharm 67: 211-219.
- Taouda H, Chabir R, Errachidi F, et al (2014) Comparison of antioxidant activities and phenolic content of Moroccan date fruits. Int J Innov Res Sci Eng Technol 3 (9): 16120-16126.
- Tiwari AK (2001) Imbalance in antioxidant defence and human diseases: Multiple approach of natural antioxidants therapy. Curr Sci 81 (9): 1179-1187.
- Trigueros L, Sendra E (2014) Nutritional and antioxidant properties of date pastes and blanching water obtained from by-products of medjoul and confitera cultivars. Food Sci Technol 2 (3): 34-40.
- Vandermeers F, Kettmann R, Willems L (2008) Implication des modifications épigénétiques dans les cancers : développement de nouvelles approches thérapeutiques. Biotechnol Agron Soc Environ 12 (2): 211-218.
- Vannuci L, Krizan J, Sima P, et al (2013) Immunostimulatory properties and antitumor activities of glucans (Review). Int J Oncol 43: 357-364.
- Vayalil PK (2002) Antioxidant and antimutagenic properties of aqueous extract of date fruit (*Phoenix dactylifera* L. *Arecaceae*). J Agric Food Chem 50: 610-617.
- Vayalil PK (2012) Date fruits (*Phoenix dactylifera* Linn): an emerging medicinal food. Crit Rev Food Sci Nutr 52 (3): 249-71.
- Wan Ismail, WI, Mohd Radzi MNF (2013) Evaluation on the Benefits of Date Palm (*Phoenix dactylifera*) to the Brain. Alternat Integrat Med 2(4): 1-3.
- Wu X, Beecher GR, Holden JM, et al (2004) Lipophilic and hydrophilic antioxidant capacities of common foods in the United States. J Agric Food Chem 52: 4026-4037.
- Zea LP, Yusof YA, Aziz MG, et al (2013) Compressibility and dissolution characteristics of mixed fruit tablets made from guava and pitaya fruit powders. Powder Technol. 247: 112-119.

# Conclusion générale

## Conclusion générale

Les résultats obtenus montrent que les variétés de dattes MD et CRD, ainsi que leurs noyaux sont statistiquement différentes ( $p < 0,05$ ) du point de vue des principales propriétés physiques (dimensions linéaires, angle de repos, dureté...) Globalement, CRD et ses tissus constitutifs (pellicule, tissu jaune et blanc) ont montré une activité antioxydante plus grande en termes de PR et d'AA (essai au DPPH), par rapport à la variété MD. En outre, une corrélation linéaire positive entre le pouvoir antioxydant et la teneur en polyphénols a été observée ( $R^2 = 0,983$  dans le cas du PR). Enfin, l'effet synergique entre les extraits de tissus de MD et de CRD, en terme de PR, sont presque toujours  $> 1$ .

Le potentiel antioxydant de la CRDP est parfois comparable à celui du BHT (puissant antioxydant synthétique), ce qui suggère la possibilité d'utiliser des extraits de la CRDP comme antioxydant dans les aliments transformés.

Notons que présentement une nouvelle procédure de préparation des margarines enrichies a été testée avec succès. En effet, les deux phases destinées à l'obtention des margarines ont d'abord été utilisées comme solvants d'extraction. Les deux phases enrichies ainsi obtenues sont ensuite utilisées pour formuler différents échantillons de margarine. La meilleure résistance à l'oxydation des différentes ME a été obtenue lorsque l'échantillon a été additionné avec: 1) l'extrait aqueux, dans le cas du stockage à 30 °C, et 2) les deux extraits aqueux et gras, dans le cas du stockage à 5 °C. De plus, il a été démontré que l'adéquation des modèles liés à la cinétique d'oxydation et au comportement rhéologique de la ME est en fonction de la température de stockage et du type de margarine.

En particulier, ces résultats confirment l'hypothèse émise au début de cette thèse quant à l'efficacité de l'emploi d'un extrait de datte contre l'oxydation de la margarine allégée

Enfin, l'application possible de l'extrait de la CRDP en tant que colorant naturel et antioxydant dans la margarine et d'autres formulations alimentaires peut être envisagée à l'échelle industrielle.

# Annexes

## **Annexe: Supplément de résultats obtenus pour les propriétés physiques**

### **Propriétés physiques de deux espèces de fruites datte (*Phoenix dactylifera* L. et L.)**

#### **I. Matériel et méthodes**

##### **I.1. Proportion tissulaire et teneur en eau**

Les différents tissus des dattes sont séparés manuellement à l'aide d'un couteau de cuisine et pesés en utilisant une balance électronique avec une sensibilité de 0.001 g. La teneur en eau de la datte entière et de leurs tissus constitutifs est quant à elle évaluée par la méthode standard préconisé par AFNOR (1982).

##### **I.2. Coefficient de frottement statique**

Le coefficient de frottement statique ( $\mu_s$ ) des dattes et des noyaux est mesuré par un dispositif de frottement ayant comme surface le bois, le caoutchouc, le contre-plaqué, le polyéthylène, le verre et l'acier galvanisé. L'inclinaison de la plaque est élevée en tirant un fil attaché à la plaque contenant la surface de frottement manuellement. Quand le matériel végétal commence à bouger pour glisser sur la surface, à ce point l'angle d'inclinaison  $\theta$  est lu à partir d'un rapporteur (Markowski et al., 2013). Cette expérience est réalisée sur 10 échantillons pour chaque variété de datte et leurs noyaux respectifs.

Le coefficient de frottement statique ( $\mu_s$ ) est calculé à partir de l'équation suivante :

$$\mu_s = \tan \theta$$

#### **II. Résultats et discussions**

##### **II.1. Proportion tissulaire et teneur en eau de MD, CRD et de leurs différents tissus**

Le tableau 1 montre la teneur moyenne en eau de MD, CRD et la proportion massique de leurs différents tissus constitutifs.

MD et leurs différents tissus présentent la teneur en eau la plus basse comparée à celle de CRD ( $p < 0.05$ ). La teneur en eau est un critère de qualité des aliments très important pour la gestion des conditions de stockage. De plus, la teneur en eau peut influencer considérablement les propriétés physiques des produits agricoles comme il a été établi par Aghajani et al. (2012) au sujet des grains d'orges.

Le fruit entier de CRD est structuré en pulpe avec trois tissus différents à savoir : 1) pellicule (PCRD) : facile à gratter avec un couteau et apte à être utilisé comme colorant

alimentaire, antioxydant..., 2) tissu jaune (TJCRD), 3) tissu blanc (TBCRD), et 4) un noyau peu développé. Par contre, le fruit entier de MD est seulement constitué de deux tissus (brun (BrMD) et blanc (TBMD)) et d'un noyau très dur et bien développé.

**Table 1:** Proportion en différents tissus de MD et CDR et leurs teneurs en eau.

Echantillon	<i>n</i>	Fraction %	Teneur en eau, % (MF)
MD	3	/	12,14 ± 1,84 <sup>a</sup>
PMD	3	Nd	Nd
TBrMD	3	47,29 ± 2,08 <sup>bc</sup>	14,41 ± 0,15 <sup>a</sup>
TBMD	3	51,90 ± 1,87 <sup>a</sup>	13,41 ± 0,27 <sup>a</sup>
Noyau	3	15,95±3,11 <sup>d</sup>	7,87±0,03
CRD	3	/	68,61 ± 0,35 <sup>b</sup>
PCRD	3	2,48 ± 0,16	30,19 ± 0,47
TJCRD	3	44,76 ± 1,35 <sup>c</sup>	68,12 ± 1,76 <sup>b</sup>
TBCRD	3	49,19 ± 1,35 <sup>ab</sup>	70,23 ± 1,29 <sup>b</sup>
Noyau	3	1,73 ± 0,42 <sup>d</sup>	Nd

MD, PMD, TBrMD ; TBMD = *Mech-Degla* (*Phoenix dactylifera* L.) datte entière, pellicule, tissu brun, tissu blanc, respectivement.

CRD, PCRD, TJCRD, TBCRD = *Phoenix canariensis* L. date rouge, pellicule, tissu jaune, tissu blanc, respectivement.

*n*: est le nombre d'essais

*m.f*: masse fraîche

Nd: non déterminé

Les résultats sont la moyenne ± écart-type. Valeur moyenne dans la même colonne ayant la même lettre ne sont pas significativement différents à  $p < 0,05$ .

En ce qui concerne la fraction massique des tissus, le tissu blanc est prédominant dans les deux cas étudiés, les valeurs trouvées sont statistiquement différentes ( $p < 0,05$ ). A propos de la proportion de la pulpe et du noyau, CRD peut être considérée comme une variété sans noyau étant donné que ce dernier couvre moins de 1 % du poids du fruit entier.

## II.2. Détermination du coefficient de frottement statique

Le coefficient de frottement des différentes surfaces affecte l'angle d'inclinaison maximale de transport et de silos de stockage (Ozturk et al., 2009). Le coefficient de frottement statique de MD est toujours supérieur à celui de CRD quel que soit matériau de la surface utilisé (tableau 3), la différence observée étant d'ailleurs statistiquement différentes à  $p < 0,05$ .

D'autre part, le coefficient de frottement statique semble être le plus élevé ( $p < 0,05$ ) pour l'écoulement parallèle, indépendamment du type de matériau. Cette observation est contraire à la constatation de Santalla et al. (2003) qui ont trouvé que cet indice est plus élevé dans le cas où les graines de tournesol sont perpendiculaires à la direction de l'écoulement. Cette différence peut être expliquée par la morphologie de la matière biologique.

**Tableau 3:** Coefficient de friction statique de Mech-Degla et *canariensis* datte rouge sur plusieurs matériaux.

	n	Datte entière		Noyau	
		MD	CRD	MD	CRD
<b>Coefficient de frottement statique sur une tôle d'acier galvanisée :</b>					
-Avec le fruit/noyau parallèle à la direction d'écoulement	10	0,51±0,07 <sup>a*</sup>	0,45±0,05 <sup>b*</sup>	0,68±0,13 <sup>a*</sup>	1,29±0,37 <sup>b*</sup>
-Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,37±0,08 <sup>a**</sup>	0,19±0,04 <sup>b**</sup>	0,47±0,06 <sup>a**</sup>	0,83±0,12 <sup>b**</sup>
<b>Coefficient de frottement statique sur le polypropylène:</b>					
-Avec le fruit/noyau parallèle à la direction d'écoulement	10	0,45±0,12 <sup>a*</sup>	0,41±0,03 <sup>a*</sup>	0,65±0,12 <sup>a*</sup>	0,80±0,19 <sup>b*</sup>
-Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,32±0,06 <sup>a**</sup>	0,22±0,07 <sup>b**</sup>	0,38±0,05 <sup>a**</sup>	0,69±0,13 <sup>b**</sup>
<b>Coefficient de frottement statique sur contre-plaqué:</b>					
-Avec le fruit/noyau parallèle à la direction d'écoulement	10	0,42±0,09 <sup>a*</sup>	0,31±0,03 <sup>b*</sup>	0,64±0,17 <sup>a*</sup>	1,15±0,30 <sup>b*</sup>
-Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,32±0,1 <sup>a**</sup>	0,14±0,03 <sup>b**</sup>	0,40±0,08 <sup>a**</sup>	0,79±0,13 <sup>b**</sup>
<b>Coefficient de frottement statique sur le bois:</b>					
-Avec le fruit/noyau parallèle à la direction d'écoulement	10	0,48±0,04 <sup>a*</sup>	0,35±0,03 <sup>b*</sup>	0,66±0,12 <sup>a*</sup>	1,37±0,49 <sup>b*</sup>
-Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,28±0,12 <sup>a**</sup>	0,14±0,03 <sup>b**</sup>	0,39±0,07 <sup>a**</sup>	0,87±0,12 <sup>b**</sup>
<b>Coefficient de frottement statique sur le verre :</b>					
- Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,43±0,07 <sup>a*</sup>	0,33±0,05 <sup>b</sup>	0,45±0,07 <sup>a*</sup>	1,81±0,80 <sup>b*</sup>
- Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,32±0,07 <sup>a**</sup>	0,13±0,03 <sup>b</sup>	0,38±0,04 <sup>a**</sup>	1,09±0,12 <sup>b**</sup>
<b>Coefficient de frottement statique sur le caoutchouc :</b>					
- Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,71±0,04 <sup>a*</sup>	0,53±0,09 <sup>b*</sup>	0,54±0,07 <sup>a*</sup>	1,60±0,50 <sup>b*</sup>
- Avec le fruit/noyau perpendiculaire à la direction d'écoulement	10	0,30±0,09 <sup>a**</sup>	0,13±0,03 <sup>b**</sup>	0,85±0,09 <sup>a**</sup>	0,87±0,15 <sup>a**</sup>

MD: Mech-Degla (*Phoenix dactylifera* L.)

CRD: *Phoenix canariensis* L. datte rouge

n: nombre d'échantillon.

Les données sont des valeurs moyennes ± écart-type.

Les valeurs moyennes au sein de la même ligne ayant la même lettre ne sont pas significativement différentes à  $p < 0,05$ .

Les valeurs moyennes à l'intérieur de la même colonne présentant la même (\*) ne sont pas significativement différentes à  $p < 0,05$ .

#### 4. Références

- AFNOR (1982). Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. AFNOR Press, France.
- Markowski M, Zuk-Gołaszewska K, Kwiatkowski D. 2013. Influence of variety on selected physical and mechanical properties of wheat. *Industrial Crops and Products*, 47, 113–117.
- Aghajani N, Ansaripour E and Kashaninejad M. (2012). Effect of moisture content on physical properties of barley seeds. *Journal of Agricultural Science and Technology* 14, 161–172.
- Ozturk I, Ercisli S. Kara M. 2009. Chosen physical properties of olive cultivars (*Olea europaea* L.). *International Agrophysics* 23: 309–312.
- Santalla EM, Mascheroni RH. 2003. Note: Physical properties of high oleic sunflower seeds. *Food Science and Technology International*, 9, 435–442.