

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

Mémoire de Magister

Présenté par :

M^{me} IGUERGAZIZ Nadia

En vue de l'obtention du diplôme de **MAGISTER** en

Filière : Génie Alimentaire

Option : Technologie Alimentaire

TITRE DU MEMOIRE

Essai d'élaboration d'un alicament sous forme de comprimés de dattes entières et/ou dé-sucrées additionnés d'extrait aqueux des feuilles d'olivier algérien.

Devant le jury composé de :

Mr	HACHEMI	Messaoud	Pr	UMBB	Président
Mr	NABIEV	Mohamed	Pr	UMBB	Examineur
Mr	BADIS	Abdelmalek	MC/A	USDB	Examineur
Mme	HALOUANE	Fatma	MC/A	UMBB	Examinatrice
Mr	BENAMARA	Salem	Pr	UMBB	Promoteur

Année Universitaire 2011/2012

Remerciements

Mes sincères louanges au tout puissant Dieu, source de ma foi et de ma volonté.

Toute, ma gratitude à ceux et celles qui ont contribué à la réalisation de ce travail ; en particulier :

Mr Benamara S., Professeur à l'université de Boumerdes (UMBB) pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger, qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Mr Hachemi M., Professeur à l'université de Boumerdes (UMBB) pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant mon jury.

Mme Halouane F., Maître de conférences à l'université de Boumerdes (UMBB) pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Mr Nabiev M., Professeur à l'université de Boumerdes (UMBB) pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Mr Badis A., Maître de conférences à l'université de Blida (USDB) d'avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner.

Mr Boukhiar A., Chargée de cours à l'université de Mentouri, Constantine (I.N.A.T.A) pour l'encadrement, pour son aide précieux et ses conseils.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance au responsable du laboratoire physique de l'université Mouloud Mammeri Tizi-ouzou, le directeur de l'unité de recherche de matériaux, procédés et environnement (UR-MPE) Boumerdes et le directeur de centre de recherche SAIDAL, El Harrach.

Mr NOUANI A., Chef du Département de Technologie Alimentaire pour les facilités qu'il m'a accordé tout au long de ce travail. Mme Haderbache, Mr Zidani, Mr Djouab, Melle Farhoum ainsi que tous les enseignants (es) laborantins (es) du DTA pour leur aide.

Dédicaces

Je dédie ce travail

à

Mon mari et mes enfants Maroua et Abderrahmane

A ma mère et ma belle mère

A mon père et mon beau père

*A mes sœurs, mes belles sœurs, mes frères, mes beaux
frères*

A mes nièces et mes neveux

Table de matière

Table de matière

Remerciements	2
Dédicaces	3
Table de matière	I
Liste d'abréviation.....	I
Liste des figures	II
Résumé.....	II
Abstract	III
Introduction	1

Chapitre I: La datte

I-1La datte	3
I-3 Classification des dattes.....	4
I-5 Composition biochimique des dattes (pour plusieurs variétés)	4
I-6 Activités biologiques et pharmacologiques des dattes	6
I-6-1Usage médicinale traditionnel.....	6
I-6-2-les études in vitro	6
I-6-2-1-Activité antioxydante	6
I-6-2-2 Activité antimutagène	6
I-6-2-3 Activité antivirale.....	7
I-6-2-4 Activité antifongique.....	7
I-7 Transformation des dattes.....	7

Chapitre II: Les feuilles d`olivier

II-1Généralités sur l`olivier.....	9
II- 1-1Historique :	9
II-1-2 Morphologie et description botanique de l`olivier.....	9
Tableau 1 : Répartition botanique de l`espèce Olea europea L (Ghedira, 2008).....	10
II-1-3 Répartition géographiques de l`oléiculture dans le monde.....	10
II-2 Les feuilles d`olivier.....	11
II-2-1Description des feuilles d`olivier	11
II-2-2 Utilisation traditionnelle des feuilles en médecine	12
II -2-3 La composition chimique des feuilles d`oliviers	12
II-2-4 Les composés bioactifs	12

II-3 Oleuropéine	14
II-3-1 Les dérivés d'Oleuropéine	15
II-3-1-1 Hydroxytyrosol	15
II-3-1-2 Tyrosol	15
II-4-1 Activité hypotensive	15
II-4-2 Activité hypoglycémiant	16
II-4-3 Action hypocholestérolémiant	16
II-4-4 Action antioxydant	16
II-4-5 Action analgésique	16
II-4-6 Action antimicrobienne	16
II-4-7 Anti-cancer	17
II-4-8 Antiviral	17
II-5 Effet indésirable de l'oleuropéine sur la santé	17
II-6 Forme d'utilisation des feuilles d'oliviers en phytothérapie	17

Chapitre III: Les poudres alimentaires

III-1 Poudres de fruit	18
III-1-1 Caractérisation physiques des poudres alimentaires	19
III-1-1-1 Distribution granulométrique	19
III-1-1-2 Morphologie par MEB	19
III-1-1-3 Surface spécifique	20
III-1-1-4 Masse volumique	20
III-1-1-5 Hygroscopicité	20
III-1-2 Caractéristiques rhéologiques des poudres alimentaires	21
III-1-2-1 Ecoulement à travers un orifice	21
III-1-2-2 Mesures angulaires	21
III-1-3 Température de la transition vitreuse T_g	22
III-1-3-1 Importance de la transition vitreuse en agroalimentaire	23
III-2-Compression des poudres	24
III-2-1 Description du cycle de compression	25

Chapitre IV: Matériel et méthodes

IV-1 Matériel végétal	26
IV-2-1 Caractérisation morphologique et détermination de la teneur en eau des dattes <i>Mech-Degla</i> et des feuilles d'olivier	28

IV-2-1-1	Caractérisation morphologique	28
IV-2-1-2	Détermination de la teneur en eau des dattes <i>Mech-Degla</i> et des feuilles d'olivier	28
IV-2-2	Etude de la cinétique de dé-sucrage de dattes	28
IV-2-2-1	Modélisation de la cinétique de dé-sucrage	29
IV-2-2-2	Etude de l'adéquation des modèles mathématiques	30
IV-2-2-3	Détermination des constantes de vitesse de dé-sucrage et l'énergie d'activation (E_a)	30
IV-2-3	Obtention et caractérisation des poudres de dattes à différents degrés de dé-sucrage.....	31
IV-2-3-1	Obtention des poudres de dattes	31
IV-2-4	Caractérisation des poudres de dattes obtenues	33
IV-2-4-1	Caractérisation physico-chimique des poudres de dattes obtenues.....	33
IV-2-4-1-1	Détermination de °Brix	33
IV-2-4-1-2	Détermination du pH.....	33
IV-2-4-1-3	Détermination de l'acidité titrable	33
IV-2-4-1-4	Extraction et dosage des lipides	34
IV-2-4-1-5	Extraction et dosage des protéines solubles	35
IV-2-4-1-6	Détermination de la teneur en cendres	35
IV-2-4-1-7	Détermination des éléments minéraux par spectroscopie d'absorption atomique (NF V 05-101,1974)	36
IV-2-4-1-8	Dosage des composés bioactifs.....	36
IV-2-4-1-8-1	Préparation de l'extrait hydro alcoolique (EHA)	36
IV-2-4-1-8-2	Dosage des polyphénols totaux (PPT).....	37
IV-2-4-1-8-3	Dosage des flavonoïdes (FL)	37
IV-2-4-1-8-4	Détermination du pouvoir réducteur (PR).....	38
IV-2-4-2-2	Caractérisation physique des poudres de dattes obtenues	39
IV-2-4-2-2-1	Détermination de la masse volumique.....	39
IV-2-4-2-2	Détermination de l'angle de repos ()	40
IV-2-4-2-3	Détermination de l'hygroscopicité HG.....	40
IV-2-4-2-4	Répartition granulométrique des poudres	41
IV-2-4-2-5	Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)	42
IV-2-4-2-6	Détermination de la capacité de rétention d'eau (CRE)	42
IV-2-4-2-7	Détermination de la température de la transition vitreuse(T_g) par DSC	42

IV-2-5- Caractérisation physicochimiques des poudres de feuilles d'olivier et leurs extraits aqueux lyophilisé obtenus	43
IV-2-5-1 Obtention de la poudre des feuilles d'olivier	43
IV-2-5-2 Obtention de l'extrait aqueux des feuilles d'olivier	43
IV-2-5-3 Caractérisation physicochimiques des poudres de feuilles d'olivier et l'extrait aqueux lyophilisé des deux variétés	44
IV-2-5-4 Détermination de la teneur en oléuropeine.....	44
IV-2-6- Etude de l'extraction de l'oléuropeine des feuilles d'olivier	45
IV-2-7- Elaboration des comprimés de dattes (excipient) avec et sans l'incorporation de l'extrait aqueux des feuilles d'olivier (principe actif).....	45
IV-2-7-1 Préparation de mélange (PD/EPFOC).....	45
IV-2-7-2 La compression.....	45
IV-2-7-3Caractérisation physique des comprimés obtenus.....	46
IV-2-7-3-1Dimensions et poids des comprimés.....	46
IV-2-7-3-2 Dureté.....	46
IV-2-7-3-3 Friabilité.....	46
IV-2-7-3-4 Temps de désintégration (délitement).....	46
IV-2-7-3-5 Evaluation hédonique des comprimés élaborés	46
IV-3- Analyse statistique.....	47

Chapitre V: Résultats et discussion

V-1 Caractéristiques morphologiques de la datte et des feuilles d'olivier.....	49
V-1-1 Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau de la datte <i>Mech-Degla</i>	49
V-1-2 Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau des feuilles d'olivier	50
V-2 Etude de la cinétique de dé-sucrage de dattes.....	51
V-2-1 Modélisation de la cinétique de dé-sucrage des dattes	52
V-2-1-1 Energie d'activation liée au processus de dé-sucrage.....	53
V-3 Caractérisations physicochimique des différentes poudres de dattes obtenues	55
V-3-1 Teneur en eau.....	56
V-3-2 °Brix.....	57
V-3-3 pH	57
V 3-4 Acidité titrable	57
V-3-5 Matière grasse.....	58
V-3-6 Teneur en protéines solubles	58
V-3-7 Taux de cendres et éléments minéraux.....	58

V-3-8 Composés antioxydants	59
V.3.9 Pouvoir réducteur	60
V-4-1 Masse volumique	61
V-4-2 Angle de repos	61
V-4-3 Hygroscopicité.....	62
V-4-4 Granulométrie	62
V 4-5 Morphologie par MEB	64
V-4-6 Capacité de rétention d'eau (CRE).....	65
V -4-7 Température de la transition thermique (Tg) par DSC/ATG	67
V-5 Caractérisations physicochimique des feuilles d'olivier des deux variétés et leurs extrait aqueux lyophilisé.....	69
V-5-1 Teneur en eau.....	70
V-5-2 Taux des cendres et éléments minéraux	70
V-5-3 pH et Acidité.....	70
V-5-4 Matière grasse.....	70
V- 5-5-Composés bioactifs	71
V-5-6- Teneur en oleuropeine	71
V-5-6-1-Etude de l'extraction d'Oleuropeine à partir de la poudre des feuilles d'olivier de la variété <i>Chetoui</i>	71
V-6 Caractérisation physiques des comprimés de dattes élaborés	74
Conclusion.....	78
Références bibliographiques :	80

Liste d'abréviation

AA : Acide citrique
AG : Acide gallique
AC : Acide caféique
BSA : Bovin Sérum Albumine
C (PDDP1/EPFOC) : Comprimés de mélange de PDDP1 et poudre d'extrait des feuilles d'oliviers de variété *Chetoui*
C (PDE/EPFOC) : Comprimés de mélange PDE et poudre d'extrait des feuilles d'oliviers de variété *Chetoui*
C : Concentration en matières solubles
C(t) : Concentration en matières solubles
CPDDP1 : Comprimés de la poudre de datte dé-sucrée partiellement(1)
CPDE : Comprimés de la poudre de datte entière
DE: Dextrose équivalent
DO : Densité Optique
DSC: Differential Scanning Calorimetry
E: l'erreur relative moyenne
 E_a ; Energie d'activation ($\text{kJ}^\circ\text{K/mol}$)
EHA : Extrait hydro alcoolique
EPFOC : Extrait lyophilisé de la poudre de feuilles d'olivier de variété « Chetoui »
FL : Flavonoïdes
FOC: Feuilles d'olivier variété « Chetoui »
FOO : Feuilles d'olivier variété « Oléastre »
HG : Hygroscopicité
K ; constante de vitesse de dé-sucrage ($^\circ\text{Bix/min}$)
KP : Kilo Pascal
MEB : Microscope électronique à balayage
MS : Matière sèche
N : Newton
PDDP1 : Poudre de datte dé-sucrée partiellement1
PDDP2 : Poudre de datte dé-sucrée partiellement2
PDDT : Poudre de datte dé-sucrée totalement
PDE : Poudre de datte entière
PD : Poudre de dattes
PPT : Polyphénols totaux
PR : Pouvoir réducteur
R : Constante des gaz parfait ($8,314\text{j/mol}$)
 R^2 : Coefficient de corrélation
RMSE : la racine de somme des écarts au carré

Liste des figures

I-1 : Développement et maturation des dattes.....	4
I-2 : Activité pharmacologiques des dattes.....	7
I-3 : Technologie de la transformation de la datte.....	8
II- 1: Feuille et fruit d'olivier.....	9
II- 2 : Répartition géographique de l'olivier dans le monde.....	10
III-1 : Mesure angulaire.....	23
III-2 : Transition vitreuse de quelques sucres, maltodextrine et poudre de fruit (ananas)...	24
III-3 : Evolution de la température de la transition vitreuse du produit en cours de séchage.....	25
IV- 1: Datte <i>Mech-Degla</i> et ses tissus constitutifs.....	27
IV-2 : Photographie des feuilles d'olivier : <i>Chetoui</i> (A) et <i>Oléastre</i> (B).....	30
IV-3 : Etape de préparation des poudres de dattes.....	33
IV-4 : Etape de la préparation de l'extrait hydro alcoolique.....	37
IV-5 : Etape de dosage des polyphénols totaux de l'EH de la poudre de dattes.....	38
IV-6 : Diagramme de dosage des flavonoïdes de l'EH des poudres de dattes.....	39
IV-7 : Etapes de la détermination du pouvoir réducteur de l'EH des poudres de dattes....	40
IV-8 : Principe de la mesure granulométrique par diffraction de la lumière laser.....	42
IV-9 : Etape de préparation de l'extrait aqueux lyophilisé	45
V-1 : Cinétique de dé-sucrage des dattes <i>MD</i> , milieu d'immersion : eau de robinet acidifié au jus de citron (10%) à différentes températures.....	50
V-2 : Cinétique de dé-sucrage des dattes <i>MD</i> avec l'eau de robinet.....	51
V-3 : Représentation simultanée de cinétique de dé-sucrage expérimentales et théorique (prédite par les modèles) à 30°C.....	53
V-4 : Différence de couleur des deux solutions d'immersion à 50°C.....	55
V-5 : Photographie des poudres de dattes obtenues.....	55
V-6 : Composés antioxydants des poudres de dattes obtenues.....	59
V-7 : Distribution des particules en fonction de diamètre	63
V-8 : Microscopie électroniques à balayage de PDE.....	64
V-9 : Microscopie électroniques à balayage de PDDP1.....	64
V-10 : Microscopie électroniques à balayage de PDDP2.....	65
V-11 : Cinétique de CRE de la poudre de datte entière à trois températures (30, 40 et 50°C).....	66
V-12 : Cinétique de CRE de la poudre de dattes dé-sucrée totale à trois températures (30, 40 et 50°C	66
V-13 : Thermogramme DSC des poudres de dattes obtenues.....	68
V-14 : Photographie de l'extrait aqueux lyophilisé de la PFOC (A) et PFOO(B).....	69
V-15 : Etude de l'extraction hydro alcoolique de l'oleuropeine à partir de PFOC.....	72
V-16 : Microscopie électronique à balayage des poudres de feuilles d'olivier et de leurs extraits lyophilisés respectifs : A : PFOC ; B : PFOO(B) ; C : EPFOC ; D :EPFOO.....	73
V-17 : Photographie des comprimés de dattes obtenus avec et sans la poudre de l'extrait aqueux lyophilisé :A : CPDE, B : CPDE/PEFOC, C : CPDDP1 et D :CPDDP1/PEFOC ..	74
V-18 : Photographie de CPDDP2 et CPDDT.....	75

Liste des tableaux

I-1: Composition chimique de la datte.....	5
II-1: Composition chimique des feuilles d`olivier fraiches.....	12
II-2: Composition des feuilles d`olivier en composés bioactifs.....	13
II-3: Structures chimiques des composés bioactifs les plus abondants dans l`extrait des feuilles d`olivier.....	14
III-1: Classification des poudres en termes hygroscopicité.....	21
IV-1: Conditions initiales de la cinétique de dé-sucrage des dattes.....	30
IV-2: Equations des modèles appliqués.....	31
V-1: Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau de la datte <i>Mech-Degla</i>	48
V-2: Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau des feuilles d`olivier de variété <i>Chetoui</i> et <i>Oléastre</i>	49
V-3: Valeurs des constants des modèles appliqués et de quelques statistiques d`adéquations.....	52
V-4: Quelques données de la cinétique de dé-sucrage dans le cas de l`extraction acide...	52
V-5: Quelques données de la cinétique de dé-sucrage dans le cas de l`extraction aqueuse.....	54
V-6: Caractéristiques physicochimiques des poudres de dattes obtenues.....	56
V-7: Durée de séchage des poudres de dattes.....	56
V-8: Eléments minéraux de quelques variétés de dattes.....	59
V-9: Caractéristiques physiques des poudres de dattes obtenues.....	61
V-10: Caractéristiques des particules et la surface spécifique des poudres de dattes	63
V-11: Comparaison des résultats de la DSC (perte de masse et T_g), la teneur en eau et °Brix des poudres de dattes.....	68
V-12: Caractéristiques physicochimiques des poudres et des extraits lyophilisés des poudres des feuilles d`olivier de variété <i>Chetoui</i> et <i>Oléastre</i>	69
V-13: Caractéristiques physiques des comprimés a base de PDE et PDDP1 avec ou sans incorporation de EPFOC.....	74

Résumés

إن الهدف الأساسي من هذه الدراسة هو صنع أقراص غذائية ذات نوعية وظيفية باستعمال مسحوق التمر منزوع السكر جزئياً مع إضافة مادة مركبة عبارة عن مستخلص جاف لنوعين من أوراق شجرة الزيتون " " " " . عملنا هذا إلى دراسة جديدة لصنع هته الأقراص والتي هي عبارة عن تقليل كمية السكر الموجودة في التمر. هته الطريقة تستعمل فقط لأنواع محددة من الفواكه ذات النسيج المحكم منها التمر. الطريقة كانت جد ناجحة, حصلنا من خلالها على مسحوق التمر ذو خصائص فيزيائية عالية) . قمنا أولاً بدراسة سلوك تغير نسبة السكر مع الوقت لقطع التمر

المنقوعة داخل محلولين: احدهما معتدل والآخر حمضي (حمض الليمون 10%)
30 40 50 ° . النتائج المحصل عليها قمنا بتوظيفها بطرق نموذجية فوجدنا أن النموذج اللوغاريتمي هو الأمثل لهذا التغير عند درجة الحرارة 30 40 ° . بينما النموذج Peleg Fick مرضية عند درجة الحرارة 50 °م للمحلولين. ثانياً قمنا بتحضير 4 أنواع من مساحيق التمر ذات نسب مختلفة من السكر تتراوح بين (5-75 %).

شجرة الزيتون. هذا المركب الأخير يحتوي على مواد حيوية هامة هما اولوروبيين (oleuropeine)، بولي فينول (polyphénols) وفلافونويد (flavonoïdes). وفي الأخير قمنا بخلط النوعين المحضرين سابقاً, مسحوق التمر و مستخلص أوراق الزيتون. هذا الخليط عرضناه لعملية الضغط لصناعة الأقراص . لاحظنا من خلال هذه العملية أن قوة الضغط اللازمة لصنع أقراص ذات نسب عالية من السكر هي 10ن بينما قوة الضغط اللازمة لصنع الأقراص ذات النسب الضعيفة تفوت 150كيلونيوتن.

الدراسة الفيزيائية للأقراص المحضرة اثبت أنها مطابقة للمعايير الصيدلانية الأوروبية (، الليونة...).

: الزيتون، الغذائية، اولوروبيين ومركبات حيوية.

Résumé

L'objectif principal du présent travail est l'élaboration de comprimés alimentaires de type fonctionnels à partir des poudres de dattes allégées (dé-sucrées) additionnées d'un extrait aqueux de feuilles d'olivier (FO) de deux variétés « *Chetoui* » (FOC) et « *Oléastre* » (FOO).

Le dé-sucrage est un nouveau procédé proposé dans la présente étude pour alléger le fruit de datte à texture ferme. De plus, les poudres élaborées à partir des dattes ainsi allégées (dé-sucrées) montrent, après séchage, d'excellentes propriétés physiques (écoulement, pastillage et homogénéité). La modélisation de la cinétique de dé-sucrage montre que l'adéquation des modèles est fonction de la température. Le modèle logarithmique est le plus convenable pour la description de la cinétique à 30°C ($R^2 = 0,993$) et à 40°C ($R^2 = 0,991$) dans le cas de l'extraction acide (jus de citron) et aqueuse respectivement. Tandis que les modèles de Peleg et Fick donnent des résultats satisfaisants à 50°C ($R^2 > 0,99$ pour les deux modèles) pour les deux types de solutions d'immersions utilisées. Les extraits aqueux lyophilisés, obtenus à partir de poudres de feuilles d'olivier, consistent en un concentré de composés bioactifs : oleuropeine (28,67% et 27,36%), polyphénols (15,40% et 14,10%) et en flavonoïdes (13,84 et 10,77%). Les essais d'élaboration des comprimés ont révélé que les poudres PDE et PDDP1 sont comprimables en appliquant une force de compression d'environ 10 N tandis que les deux autres poudres, renfermant moins de sucre, nécessitent des forces de compression dépassant 150KN. La caractérisation physique des comprimés élaborés (CPDE, CPDDP1, C (PDE/EPFOC), et C (PDDP1/EPFOC)) montre que ces derniers conformes aux normes de la pharmacopée européenne: poids de 0,48-0,56g, diamètre de 12mm et épaisseur de 3,42-3,68 mm. La dureté oscille entre 8-10 KP, la friabilité est inférieure à 1% tandis que le temps de délitement est varié entre 13 et 15 min.

Mots clés

Poudre de dattes allégée, dé-sucrage, transition vitreuse, feuilles d'olivier, oleuropéine, comprimés alimentaire.

Abstract

The main objective of the present work is the elaboration of functional food tablets from lightened dates powder combined with aqueous olive leaves extracts. The de-sugaring is a new method proposed in this study to reduce sugar content from fruit firm-textured (case of dates). In addition, the powders prepared from dates and lightened (de-sugared), after drying, show`s excellent physical properties (flow and homogeneity). Kinetics Modeling of de-sugaring shows that adequacy of models is function of temperature. The logarithmic model is most suitable for describing kinetics at 30 °C ($R^2=0.993$) and 40°C ($R^2=0.991$) in the case of acid and aqueous extraction respectively. While Peleg and Fick models give satisfactory results at 50 °C ($R^2 > 0.99$ for both models) for both immersion solutions used. The lyophilized aqueous extracts powders obtained from olive leaf, is a concentrate of bioactive compounds: oleuropein (27.36%-28.67%), polyphenols (14.10% -15.40%) and flavonoids (10.77 - 13.84 %). Tablet elaboration tests showed that PDE and PDDP1 powders were able to give tablets by applying a compressive force of 10 N while the other powders, containing less sugar, require 150kN. Physical characterization of prepared tablets PDE, PDDP1, (PDE/EPFOC) and (PDDP1/EPFOC) were in conformity with European Pharmacopoeia standards: 0.48 to 0.56 g weight, diameter of 12 mm and thickness of 3.42 to 3.68 mm. The hardness ranges from 8-10 KP, friability was less than 1% and the disintegration time was between 13 and 15 min.

Key words:

Lightened dates powder, de-sugaring, Glass transition Oleuropein, Olive leaf.

Introduction

Introduction

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera. L*) est parmi l'une des cultures principales des régions arides et semi arides, jouant un rôle social, environnemental et économique chez les oasisiens (**Briones et al., 2011**). Il contribue également au développement des cultures adjacentes (figuiers, poivre, tomate, safran, etc.) (**El Arem et al., 2011**). La datte, renfermant plus de 70% de sucre dans sa composition, constitue une véritable source d'énergie (314kcal/100g) (**Baliga et al., 2011**).

L'Algérie occupe le cinquième rang des pays producteurs de dattes dans le monde. Hormis certaines transformations traditionnelles limitées essentiellement au conditionnement et à la production de pâte de dattes « Ghars », aucune technologie de transformation n'exploite les grandes quantités de dattes communes de faible valeur commerciale. Des études récentes montrent que ce fruit peut être utilisé comme matière première dans l'élaboration de nombreux produits tels que sirop, vinaigre, confiture (**Sanchez-Zapata et al., 2011**), confiserie, boulangerie, crème glaces (**Sablani et al., 2008**) et comprimés alimentaires et pharmaceutiques (**Adiba et al., 2011**).

L'utilisation la plus connue de l'olivier est sans nul doute l'extraction de l'huile à partir de son fruit, l'olive. Cette huile a une importance capitale dans la nutrition et la santé humaine, si bien que la recherche s'est élargie à l'étude des sous-produits de l'olivier, notamment les feuilles. Ces dernières sont riches en nombreux composés phénoliques dont l'oleuropéine est le constituant majoritaire (**Lee et al., 2009 ; Hayes et al., 2010 ; Kaeidi et al., 2011 ; Aouidi et al., 2011**). Cette matière végétale est recommandée depuis l'antiquité dans la médecine traditionnelle comme traitement de la fièvre, la malaria...etc (**Lee et al., 2009**). Les études in vitro ont montré aussi que l'oleuropéine et ses dérivés, l'hydroxytyrosol et le tyrosol, sont dotés de plusieurs vertus thérapeutiques (**Jemai et al., 2008**) : hypotensif (**Susalit et al., 2011**), hypoglycémiant, antioxydant (**Al-Azzawie., 2006**), antimicrobien et antiviral (**Sudjana et al., 2009 ; Micol et al., 2005**).

Les travaux d'**Achat et al. (2011)** et **Lalas et al. (2011)** ont prouvé qu'il est possible d'améliorer la valeur nutritionnelle de l'huile d'olive et des olives de table par leurs enrichissements avec des extraits de feuilles d'olivier (oleuropeine).

L'utilisation directe des extraits feuilles d'olivier dans la phytothérapie est entachée de plusieurs difficultés liées essentiellement à leurs amertume accrue, c'est la raison pour laquelle, il devient nécessaire de les introduire dans une matrice (poudre de dattes à haute teneur en sucre) qui permettra d'atténuer ce goût désagréable. Ceci suscite notre intérêt, ce

qui d'ailleurs a inspiré en grande partie la présente étude. Celle-ci aborde :1) la possibilité d'alléger les dattes par leur immersion dans l'eau acidifiée avec un jus de citron, qui permet de moduler leur indice glycémique, 2) l'aptitude au séchage des dattes allégées et obtention des poudres alimentaires, 3) la possibilité d'incorporation dans ces dernières de l'extrait aqueux lyophilisé de FO et production de comprimés.

Cette thématique est une partie du travail de thèse de doctorat de BOUKHIAR Aissa (enseignant et intervenant en tant que co-promoteur pour la concrétisation de cette étude).

Partie bibliographique

Chapitre I

La datte

I-1 La datte

La datte est une baie allongée dont la pulpe, épaisse et charnue, est recouverte d'un péricarpe très fin. Elle renferme une seule graine, très dure, plus ou moins volumineuses, qu'on évoque le plus souvent comme noyau. Son poids situ entre 10 et 20g, la plus grosse, la *Medjoule*, irait jusqu'à 25g. Sa couleur est variable, même à maturité, du jaune doré au rouge sombre presque noir. Son gout, sa forme, sa consistance et son aspect changent énormément selon les lieux et les variétés du dattier. **(Benchelah et Maka. 2008).**

La maturation des fruits est lente dans le nord de Sahara, débute le mois de mars-avril, tandis que la récolte commence en octobre. La production annuelle moyenne d'un palmier est estimée à 60Kg. **(Balliga et al., 2011).**

I-2 Formation et évolutions des dattes

L'évolution de la maturation du fruit de datte passe par cinq étapes, khalal, blah, bser, Rotab et Tmar **(Belguedji.2002).**

- **Étape khalal**

C'est la première étape de la fertilisation. Elle dure quatre à cinq semaines. Le fruit à une extrémité pointue pèse environ 1g. **(Figure I-1)**

- **Étape blah**

Le développement de la datte dans cette étape est plus long. Il dure au total de neuf à quatorze semaines. Le fruit à une couleur verte, une texture tout à fait dure et une composition sec de 80% d'humidité et 50% de sucre (glucose et fructose).

- **Étape bser**

Dans cette étape la couleur change selon la variété. Elle se prolonge jusqu' à six semaines, le fruit est physiologiquement mûr et dur. Il atteint le poids maximal à la fin de cette étape.

- **Étape rotab**

Elle dure entre deux à quatre semaines. La datte devient molle et perd son astringence.

- **Étape Tmar**

Correspond à l'étape finale de la maturation. La datte est entièrement déshydratée.



Figure- I-1 : Développement et maturation des dattes (**Balliga et al., 2011**).

I-3 Classification des dattes

Selon **Baliga et al. (2011)**, il existe plus de 600 variétés de dattes. Leur classification est basée sur la forme, la texture et les propriétés organoleptiques de ce fruit. On distingue trois catégories :

D'après **Booij et al. (1992)** il existe trois catégories de dattes : les molles, les sèches, les demi-molles.

- **Dattes molles** : La teneur en eau est supérieure à 30%, elles sont principalement composées de fructose et de glucose ;
- **Dattes demi-molles** : Le taux d'humidité varie entre 20% à 30%, riche en saccharose ;
- **Dattes sèches** : L'humidité est moins de 20%, à base de saccharose.

I-4 Production des dattes

La datte est parmi les premiers fruits séchés, avant les raisins, les figues et les pruneaux. Les plus gros pays producteurs des dattes sont l'Égypte, l'Iran et les pays du Golfe. Au Maghreb, l'Algérie est en tête, suivie de la Tunisie. (**Benchelah et Maka. 2008**). La production annuelle des dattes en Algérie est de 516 milles tonnes (**FAO, 2007**).

I-5 Composition biochimique des dattes (pour plusieurs variétés)

Les dattes contiennent 70% des sucres, principalement glucose, saccharose et fructose (**Baliga et al., 2011**), avec des quantités faibles en protéines, matières grasses et fibres diététiques (**Al Farsi et al, 2008 ; Besbes et al., 2009**). Elles contiennent également des vitamines comme : Thiamine (B₁), Ribovalvine (B₂), Acide ascorbique (C) et Niacine(B₃) (**Al Farsi et al., 2008**). En ce qui est des minéraux, les plus abondants sont : potassium, phosphore, magnésium et calcium. Ce fruit est considéré comme une source importante d'acides amines (acide glutamique, lysine, acide aspartique, glycine, leucine et alanine (**Baliga et al, 2011**).

Tableau I-1 : Composition chimique des dattes (Baliga et al., 2011)

Composition	Rapport plus faible	Rapport le plus haut
Humidité (g/100 g)	7,2	50,4
Matière grasse (g/100g)	0,1	1,4
Cendres (g/100 g)	1,0	1,9
Protéine (g/100 g)	1,1	2,6
Acides aminés (mg/100 g)		
Alanine	30	133
Arginine	34	148
Acide aspartique	59	309
Cystéine	13	67
Acide glutamique	100	382
Glycine	42	268
Histidine	0,1	46
Isoleucine	4	55
Leucine	41	242
Lysine	42	154
Méthionine	4	62
Phénylalanine	25	67
Proline	36	148
Sérine	29	128
Thréonine	23	95
Tryptophane	7	92
Tyrosine	15	156
Hydrates de carbone (g/100 g)	52,6	88,6
Fructose	13,6	36,8
Glucose	17,6	41,4
saccharose	0,5	33,9
Fibre (g/100 g)		
Soluble	0,4	1,3
Insoluble	3,03	7,4
Total	3,57	10,9
Minéraux (mg/100 g)		
Mg	31	150
Na	1,0	261
Ca	5,0	206
P	35	74
K	345	1287
Mn	0,01	0,4
Fe	0,1	1,5
Zn	0,02	0,6
Cu	0,01	0,8
Se	0,24	0,4
Vitamine (µ g/100 g)		
A	3,0	44,7
B1	50	120
B2	60	160
B3	1274	1610
B6	165	249
B9	39	65
C	400	16,00
Composés phénoliques (mg/100 g)	3,91	6Q61
Anthocyanines (mg/100 g)	0,2	1,5

I-6 Activités biologiques et pharmacologiques des dattes

I-6-1 Usage médicinale traditionnel

Depuis l'antiquité, les dattes, la pâte de datte et les noyaux ont été utilisés dans divers systèmes traditionnels et médecine folklorique. La datte est employée traditionnellement dans le traitement du diabète et l'hypertension au Maroc. (Tahraoui et al., 2007). Elle a été utilisée comme ingrédient aphrodisiaque et un fortifiant en Egypte, tandis que les indiens l'utilise comme un adoucissant (Baliga et al., 2011).

Selon Balliga et al. (2011) la consommation de la bouillie de dattes avec le poivron noir allège les maux de tête, toux sèches, fièvre douce et perte de l'appétit, comme elle renforce le système immunitaire. Sa consommation régulière soulage la toux, rhumatisme, gastropathies et bronchite Elle est prescrite comme remède pour les maladies respiratoires, asthme et fatigue (Selvam et al., 2008). D'après Puri et al. (2000), la bouillie de dattes avec du lait est préconisée comme fortifiant pour les femmes enceintes et allaitantes.

I-6-2-les études in vitro

I-6-2-1-Activité antioxydante

Pour la première fois, les études in vitro, prouvent que l'extrait aqueux du fruit de datte est un extracteur efficace des radicaux d'hydroxyle pour empêcher l'oxydation des protéines dans le cerveau de rat (Baliga et al., 2011). Plus tard, d'autres investigateurs confirment ces observations avec différentes variétés de dattes. Les études de Chaira et al. (2009) montrent que la richesse de la variété *Korkobbi* en flavonoïdes rend l'effet anti radicalaire plus important.

L'alimentation orale de l'acide p – coumarique (composé de dattes), augmente l'expression de l'enzyme antioxydant dans les gènes de tissu cardiaque de rat. Cette activité antioxydants est attribuée aux composés phénoliques, anthocyanines, flavonoïdes et les glycosides présentent dans ce fruit (Al Farsi et al., 2005).

I-6-2-2 Activité antimutagène

La composition des dattes en anthocyanines, acides phénoliques, - carotène possèdent des effets antimutagène. Les études ont également montrés que la richesse des dattes en sélénium favorise l'effet antimutagène contre divers agents cancérigènes (Baliga et al., 2011)..

I-6-2-3 Activité antivirale

L'extrait acétonique des dattes a été évalué pour son activité antivirale contre les pseudomonas lytiques bactériophage ATTCC 14209-B1 (Jassim et Naji 2008). L'activité antivirale des dattes s'est avérée atténuer en liant au bactériophage, avec une concentration inhibitrice minimum de 10 mg/ml. (Baliga et al., 2011).

I-6-2-4 Activité antifongique

Shraideh et al. (1998) montrent que l'extrait de la datte de variété *Barhi* a un effet antifongique contre les cellules de *candida albicans*. Les flavonoïdes sont responsables de cette activité (Baliga et al., 2011).

L'ensemble des activités pharmacologiques des dattes sont récapitulées dans la **Figure I-2**.

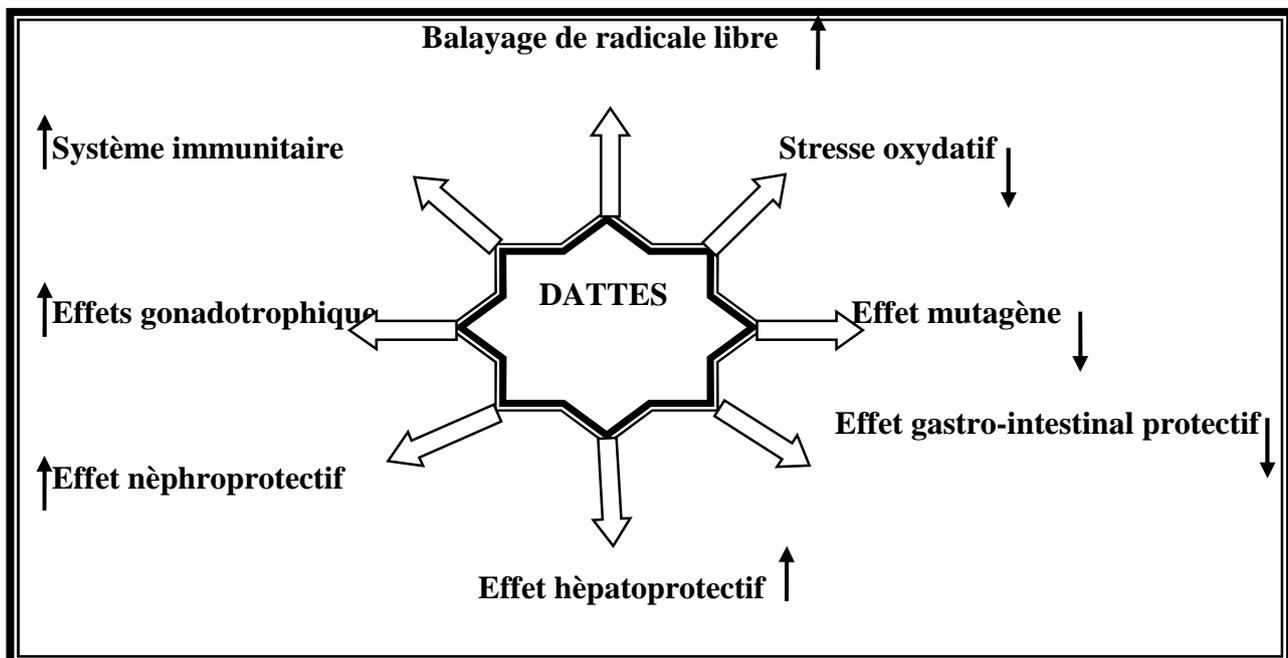


Figure I-2 : Activités pharmacologiques des dattes.

I-7 Transformation des dattes

Selon la littérature, la technologie de transformation des dattes est très exploitée ces dernières années. Parmi ses produits de transformation on cite : jus de dattes, sirops (Espiard et al., 2002), confitures (Besbes et al., 2009), farine (poudre) utilisée dans la biscuiterie, boulangerie et pâtisserie (Ait Ameur et al., 2001), yaourt (Benamara et al., 2004), et sous forme de comprimés alimentaire (Adiba et al., 2011).

Elleuch et al. (2008) ont montré l'utilisation de la pâte de dattes comme source importante de sucres, antioxydant et fibres diététiques. Récemment l'addition de cette pâte dans la viande de porc cuite (Bologna) a présentée une amélioration dans l'aspect cohésif et

caoutchouteux de la viande et une diminution remarquable en graisse et dureté (**Sanchez-Zapata et al., 2011**).). La datte est utilisée aussi dans la production des boissons décaféinés (**Rahman et al., 2007**), production de biomasse (**Nacib et al., 1999**), production de plusieurs métabolites comme l'acide citrique et oxytétracycline (**Abou Zied et Khoja .1993**) et vinaigre (**Ould Alhadj et al.,2006**).

Les huiles, les polyphénols et les fibres extraites à partir des noyaux de dattes peut être utilisés comme additifs dans les produits alimentaires et cosmétique (**Al Farsi et Lee., 2008 ; Besbes et al., 2005**).Les dattes et les noyaux sont utilisés comme aliment de bétail (**Guattierie et al, 1990 ; Rahman et al., 2007**).

La Figure I-3 présente l'ensemble des produits de transformation des dattes.

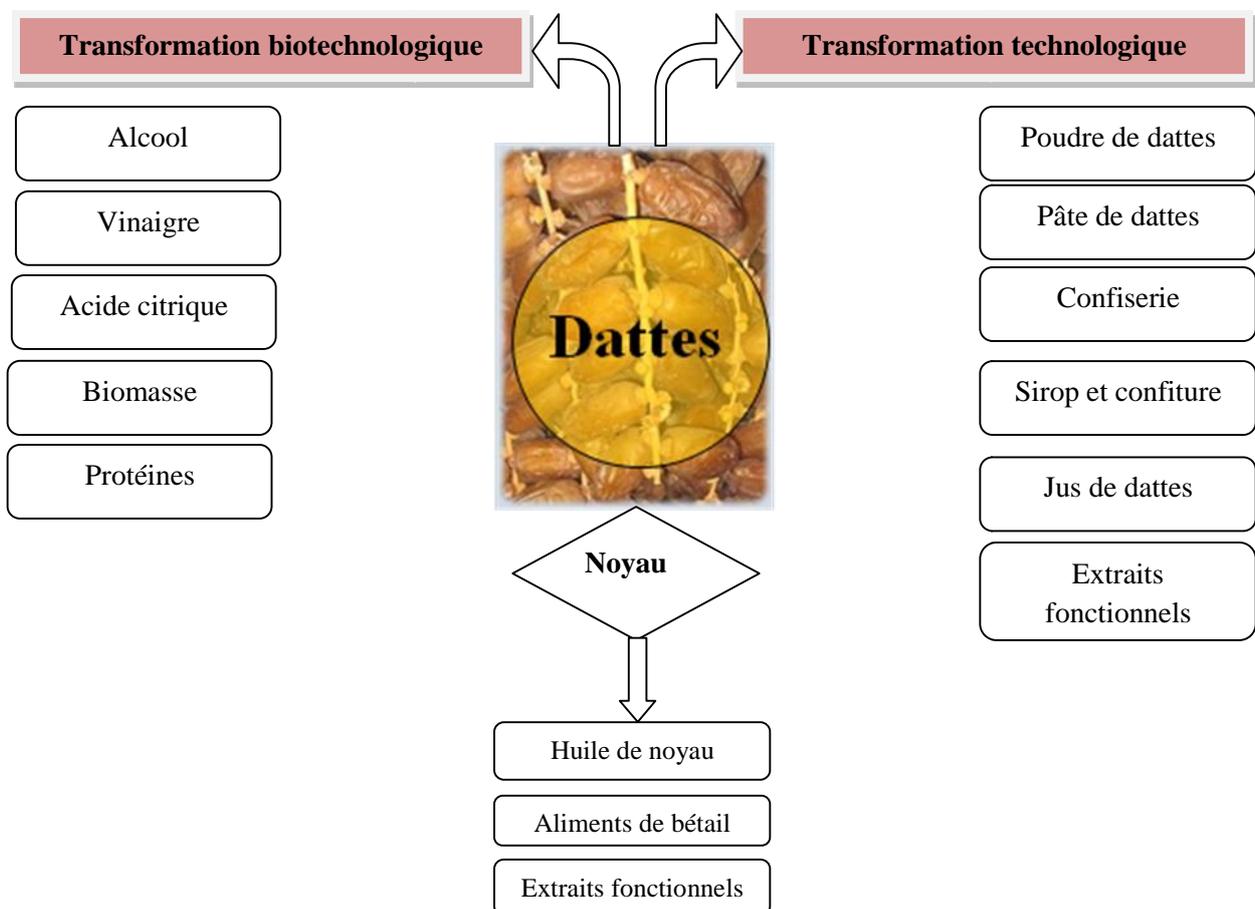


Figure I-3 : Technologies de la datte (Boukhiar et al., 2009)

Chapitre II

Les feuilles d'olivier

II-1 Généralités sur l'olivier

II- 1-1 Historique :

L'olivier (*Olea europea* L) un arbre emblématique, a une origine très ancienne, sa culture remonte à la plus haute antiquité (**Gaussorgues et al., 2009**). En Grèce et plus spécifiquement en île de Crète a apparue que vers 3.500 avant Jésus-Christ. Elle apparaît dans l'histoire et les mythes comme symbole de force, de longévité de paix, foi et fertilité (**Lallas et al, 2011**).

Dans la culture arabo-musulmane, l'olivier est l'un des arbres cités dans le Coran où il est dit «*Dieu est la lumière des cieux et de la terre. Sa lumière est comparable à une niche ou se trouve une lampe. La lampe est dans un verre; le verre est semblable à une étoile brillante. Cette lampe est allumée à un arbre béni : l'olivier qui ne provient ni de l'orient ni de l'occident et dont l'huile est prés d'éclairer sans que le feu la touche*» (Sourate, la lumière 35).

II-1-2 Morphologie et description botanique de l'olivier

L'olivier (*Olea europaea* L.) est une variété domestiquée de l'oléastre qui appartient à la famille des Oléacées (**Figure II-2**). C'est un arbre de hauteur médiocre (8 –15m), à bois dur, à écorces crevassées et de couleur gris (**Bruneton.2009**). Ses feuilles sont persistantes et lancéolées. Leurs petites fleurs blanches réunissent en grappes dressées. Son fruit de forme ovoïde, vert puis noir à maturité de longueur de 1 –2,5 cm (**Figure II-1**). Un noyau dur dont le mésocarpe est riche en huile. (**Wright et al., 2007**).



Figure II-1 : Feuille et fruit d'olivier.

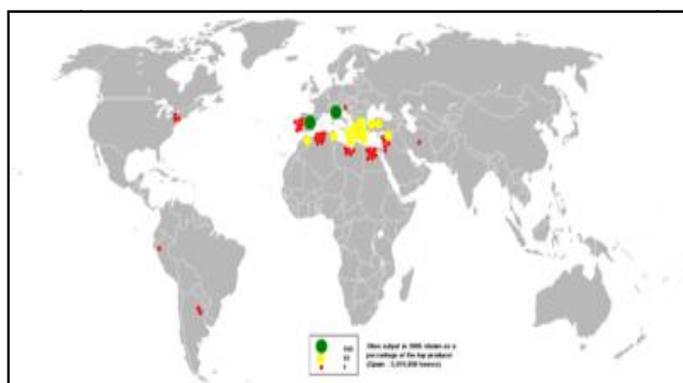
Tableau 1 : Répartition botanique de l'espèce *Olea europea* L (Ghedira, 2008).

Règne	Plantae
Embranchement	Magnoliophyta
Sous-embranchement	Magnoliophytina
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Dialypétales
Ordre	Lamiales
Famille	Oleaceae
Genre	<i>Olea</i>
Espèce	<i>Olea europea</i> L
Sous-espèces	<i>O. europea</i> subsp. <i>europaea</i> var. <i>sylvestris</i> <i>O. europea</i> subsp. <i>europaea</i> var. <i>europaea</i>

II-1-3 Répartition géographique de l'oléiculture dans le monde

L'olivier a accompagné le développement de la civilisation méditerranéenne. Il couvre 8 millions d'hectare de superficie, presque 98% de la récolte du monde. (Boudhrioua et al., 2009 ; Pereira et al., 2007).

Le nombre mondiale d'olivier est évalué à 784millions, dont 754millions dans le bassin méditerranéen. L'Europe représente 66% de verger oléicole mondiale, l'Asie (17%) et le Maghreb (14%). On trouve des oliviers en Chine, Australie, USA, Afrique du sud et en Argentine (Ghedira et al., 2008).

**Figure II-2** : Répartition géographique de l'olivier dans le monde (Ghedira et al., 2008).

L'Algérie occupe une superficie de 80 à 100 mille hectares qui renferment environ 10 millions d'oliviers dont 8,5 millions (**Rebour, 1948**).

II-1-5 Variétés cultivées

L'étude des variétés d'olivier cultivées en Algérie a fait l'objet de plusieurs travaux. Nous présentons ci-après la répartition de ces variétés de base selon les principales régions oléicoles Algérienne (**Rebour, 1948**) :

❖ Variétés de Kabylie

- **Chemlal**: c'est l'une des plus estimées pour la fabrication de l'huile. Le poids moyen du fruit est 2,5 g.
- **Azeradj** ou **Idjeraz** : elle est très estimée pour la conserve en vert, mais moins recommandée pour l'huilerie.
- **Limli** : Destinée essentiellement à la production de l'huile. Le poids moyen du fruit est 2g

❖ Variétés de l'est (Constantine, Annaba, Guelma)

- **Rougette** : variété connue pour son huile douce avec des olives de table rouge. Déborde jusqu'à Mitidja.
- **Blanquette** : complément de la rougette pour l'huilerie.

❖ Variétés d'Oranie

- **Sigoise** : est de beaucoup la plus appréciée, variétés qui forment la majeure partie de nos olives de conserve pour l'exploitation. Elle dérive de la picholine française.

II-2 Les feuilles d'olivier

II-2-1 Description des feuilles d'olivier

Les feuilles d'olivier sont de forme ovales allongées, persistantes opposées. Elles sont portées par un court pétiole rétrécie à la base et mucronées à l'apex. Ses bords sont réfléchis de longueur de 4-10cm et de 1-3cm de largeur. La face inférieure est pubescente le long des nervures de couleur blanc argenté et la face supérieure vert foncé luisant et lisse (**Bruneton, 2009**). Inodore, amère et acerbe, elles vivent en moyenne trois ans puis jaunissent et tombent, principalement en été (**Molina-Alcaide et al., 2008**).

La production des feuilles d'olivier est estimée de 25 kilogrammes par olivier (**Boudhrioua et al., 2008**)

II-2-2 Utilisation traditionnelle des feuilles en médecine

La feuille d'olivier a été largement répandue dans la médecine folklorique pour plusieurs années dans les îles méditerranéennes et les pays européennes. Historiquement, cette matière végétale a été utilisée comme remède de la fièvre (Lee et al., 2009). Au cours du dix-neuvième siècle les anglais y avaient recours pour traiter les maladies tropicales, telle la malaria (Lee et al, 2009). Dans l'antique l'Égypte, on servait de la feuille d'olivier pour momifier les pharaons. Elles sont utilisées pour faciliter les fonctions d'élimination urinaire et digestives (Bruneton.2009).

II -2-3 La composition chimique des feuilles d'oliviers

La matière sèche des feuilles d'olivier est de 58,6% (Tableau II-1). Sa composition en matières azotées totale est basse, elle est de 7,0 g/100 M.S. Généralement elles contiennent des quantités remarquables en arginine, leucine et de la valine, mais des teneurs faibles en tyrosine et cystéine. La teneur en matières grasses (MG) oscille autour de 5 à 7%. (Civantos, 1983 ; Garcia et al, 2003).

Tableau-II-2 : Composition chimiques des feuilles d'olivier fraîches.

Composition chimiques	Teneurs
Matière sèche (g/kg M.F)	58,6
Matière grasse (%)	3,21
Protéine (%)	7,0
Acides aminés total (g/100g)	
Histidine	3,80
Arginine	11,1
Thréonine	4,17
Valine	9,02
Méthionine	1,82
Isoleucine	3,82
Leucine	10,0
Phénylalanine	5,33
Lysine	4,31
Acide Aspartique	4,74
Acide Glutamique	4,49
Sérine	6,3
Glycine	4,59
Alanine	1,47

II-2-4 Les composés bioactifs

La composition des feuilles d'oliviers en composés bioactives change selon son origine, conditions climatiques, le mode de séchage, le temps et les types de solvants d'extraction et les conditions de stockage (Altiok, 2010).

La feuille d'olivier est caractérisée par sa richesse en composés bioactifs : les polyphénols totaux (25,3mg/g) (Gracia et al., 2008), flavonoïdes (58mg/g) (Lee et al., 2009)

et en oleuropeine (9,27-13,43%) (Savournin et al., 2001). Le **tableau II-2** présente les principaux composés bioactifs des feuilles d'oliviers.

Tableau-II-3 : Composition des feuilles d'olivier en composés bioactifs.

Famille chimique	Constituants chimiques
Acides phénolique	-Acide caféique -Acide cinameique -Acide p-coumarique, -Verbascoside
Flavonoïdes	-Apigénine -Hesperidine -Quercétine
Triterpènes	-Acide oléanolique, -Acide maslinique, -Acide hydroxy-oléanolique
Sécoiridoïdes	-Oleuropeine(oleuropéoside), -Oleuropeine aglycone -11-déméthyl-oleuropéoside, -Oléoside, diméthylesteroléoside, , oleuroside -Ligstroside aglycone

Le **Tableau II-4** résume les composés bioactifs les plus abondants des feuilles d'oliviers avec leur teneurs et structures chimiques.

Tableau II-4 : Structures chimiques des composés bioactifs les plus abondants dans l'extrait des feuilles d'olivier lyophilisé (Pereira et al., 2007).

Composé phénolique	Teneurs (mg/kg)	Structure chimique
Oleuropeine	26471,4	
Apigenin-7-glucoside	2333,1	
Lutéolin-7-glucoside	1355,9	
Verbascoside	966,1	
Hydroxytyrosol		

II-3 Oleuropéine

Oleuropéine appartient aux sécoiridoïdes qui sont abondants dans l'oléacée ainsi que dans plusieurs autres plantes. Les Iridoïds et les Sécoiridoïdes sont habituellement dérivées des oléosides qui sont un type de glucoside. C'est le composé responsable de goût amer et piquant de ses feuilles. Sa formule chimique est $C_{25}H_{32}O_{13}$ (Omar et al., 2010 ; Ansari et al., 2010). Il peut atteindre une concentration de 13,4% dans les feuilles 0,005-0,12% dans l'huile (Atoik et al., 2008 ; Stamatopoulos et al., 2012).

II-3-1 Les dérivés d'Oleuropéine

II-3-1-1 Hydroxytyrosol

L'hydroxytyrosol pur est un liquide clair, sans couleur, insipide et il peut être hydrosoluble et liposoluble. Bien que ce composé représente un mineur constituant de l'extrait aqueux de la pulpe d'olive, aussi la fraction phénolique d'huile d'olive et les feuilles. On le considère comme un antioxydant phénolique intéressant dans l'huile et les feuilles, de formule chimique $C_8H_{10}O_3$. Elle contribue considérablement à la durée de conservation d'huile d'olive et empêche son auto oxydation (**Soni et al 2006**).

II-3-1-2 Tyrosol

Tyrosol est le composé mineur des olive et des feuilles d'olivier, a une odeur et un goût doux de formule chimique $C_8H_{10}O$. ((**Soni et al 2006**).

II-4 Action pharmacologiques de l'oleuropeine

Selon la littérature l'oleuropéine possède des effets considérablement bénéfiques pour la santé humaine. Il est considéré comme un antioxydant (**Garcia et al, 2006**), antimicrobien (**Pereira et al, 2007**), antiviral (**Micolet al, 2005**), anti-inflammatoire (**Visioli et al, 1998**) et hypolipidémique (**Jemai et al, 2008**). L'oleuropéine a montré des effets cardioprotectifs (**Andreadou et al, 2006**) et des effets neuroprotectives (**Omar, 2010**).

Les études in vitro ont montrés que cette substance agit comme un composé anti tumoral (**Hamdi et al :, 2005**) . Elle empêche l'activité plaquettaire (**Andrikopoulos et al, 2002**) et elle pourrait être un modulateur de métabolisme et protège contre les problèmes d'obésité (**Kabchi et al ., 2000**).

II-4-1 Activité hypotensive

L'effet hypotenseur de l'extrait aqueux des feuilles d'olivier présente un effet vasodilatateur périphérique direct, notamment au niveau des artérioles périphériques avec une action antagoniste calcique (**Ghedira et al., 2008**).

Les études cliniques récentes ont montrées que une dose de 500mg de l'extrait des feuilles d'oliviers, deux fois par jours, peut remplacer une dose de 12,5-25mg en Captopril, dans l'abaissement des tensions artérielles systoliques et diastoliques chez les patients hypertendus (**Sausalit et al, 2010**).

II-4-2 Activité hypoglycémisante

L'administration d'un extrait des feuilles d'olivier riche en oleuropéine (8mg/kg), pendant 4 semaines, montre une diminution significative de glucose. Ses résultats mettent en évidence l'effet antidiabétique de l'oleuropéine (Al-Azzawie et al, 2006; Jemai et al, 2008).

II-4-3 Action hypocholestérolémisante

Cette action hypocholestérolémisante est associée à une diminution du LDL-C, des LDL oxydées et des triglycérides (Kabchi et al., 2000 ; Jemai et al., 2008). L'étude réalisée par Jemai et al. (2008) montre que l'extrait de feuille d'olivier diminue le taux de TSH sanguin avec une augmentation de la T3 probablement due à une stimulation de la 5'-déiodinase qui convertit la T4 en T3.

II-4-4 Action antioxydant

L'oleuropéine inhibe fortement l'oxydation du sulfate de cuivre provoquée par les lipoprotéines de basse densité LDL (Boccio et al. 2003).

Il est aussi responsable des propriétés antioxydantes exercées notamment vis-à-vis de l'oxydation des LDL qui sont à l'origine de l'altération des tissus vasculaires au niveau des artères. (Benavente-Garcia et al., 2000).

II-4-5 Action analgésique

Les résultats mettent en évidence la propriété analgésique des feuilles d'oliviers avec une dose de 50-200mg/kg dans plusieurs types de douleur chez les rats. Par conséquent il peut être employé comme un calmant des maladies douloureuses (Esmaeili-Mahani et al, 2010)

II-4-6 Action antimicrobienne

Un grand nombre de recherches confirment l'activité antimicrobienne de l'oleuropéine. Il est actif in vitro contre un grand nombre de germes (staphylococcus, streptococcus, hémophilus, pseudomonas...).Egalement actif dans certaines affections virales.il joue aussi un rôle dans la régulation de la flore gastrique par la réduction sélective de Helicobacter Pylori et Amylobacter Jejuni (Sujana et al, 2009).Selon Furneri et al. (2002) cette substance possède une forte activité antimicrobienne contre les bactéries gram négatives, gram positives et les mycoplasmes.

L'oleuropéine et les produits de son hydrolyse sont capables d'inhiber le développement et la production de l'enterotoxine B par *Staphylococcus aureus*, le développement de

Salmonella enteritidis, la germination et le développement des spores de *Bacillus cereus* (Bisignano et al. 1999). Il inhibe également le développement de *Klebsiella pneumoniae*, *Escherichia coli* et *B. cereus* (Aziz et al., 1998).

II-4-7 Anti-cancer

Menendez et al. (2007), ont prouvé que l'aglycone d'oleuropeine est le composé le plus efficace contre la viabilité des cellules de cancer du sein chez la femme.

II-4-8 Antiviral

Selon Micol et al. (2005), l'oleuropeine a montré une activité anti viral en inhibant un grand nombre de virus tel que l'herpès mononucléose, le virus de l'hépatite, le rotavirus, le rhinovirus bovin, le parvovirus canin et le virus de leucémie féline.

II-5 Effet indésirable de l'oleuropeine sur la santé

L'effet défavorable qui peut se produire est connu sous le nom de « **Réaction Herxheimer** » qui est une réaction de désintoxication du corps à court terme. Cette réaction est due à la destruction massive de micro-organismes qui libèrent subitement leurs toxines dans le sang. La présence de cette grande concentration de substances toxiques provoque une réaction semblable à une allergie temporaire. Dans ce cas, il faut réduire la dose ou arrêter la prise d'extrait pendant un ou deux jours. En réalité, cette aggravation apparente suppose que le traitement soit efficace (Weiss et Fintelmann, 2000).

II-6 Forme d'utilisation des feuilles d'oliviers en phytothérapie

Les formes habituelles d'administration de la feuille d'olivier en phytothérapie sont :

- sous forme de décoction (faire bouillir 40 g de feuilles séchées coupées en morceaux dans un litre d'eau pendant 10 minutes et filtrer) ;
- Sous forme d'infusion (faire infuser 50 g de feuilles séchées coupées en morceaux dans un litre d'eau bouillante pendant 20 mn et filtrer) ;
- l'extrait aqueux peut être pris sous forme d'ampoules buvables
- la poudre et l'extrait sec finement broyés sont utilisés sous différentes formes : sachet en poudre, gélules, pastille, capsules et comprimés ([http : www.01 sante. com.](http://www.01sante.com)).

Chapitre III
Poudres
alimentaires

Dans la vie quotidienne, Les poudres, d'origine naturelle ou industrielle, trouvent une large utilisation particulièrement dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique (**Teunou et al. 1999**). Selon **Melcion et Ilari (2003)**, une poudre peut se définir comme un matériau sec, substance solide, composé d'un grand nombre de petites particules distinctes habituellement inférieures au millimètre. La particule étant elle-même définie comme un fragment de matière solide individualisé dans une poudre par une technique d'observation ou de mesure donnée.

En agroalimentaire, les poudres sont la forme stable de nombreux produits. Les études effectuées sur ces poudres couvrent un très large spectre allant de leur mode d'obtention à leurs propriétés d'usage en passant par leurs caractérisations (**Melcion et Ilari.2003**).

III-1 Poudres de fruit

Ces dernières années, plusieurs travaux scientifiques sont consacrés à l'étude des poudres de fruits. Ainsi, l'incorporation de la cellulose à la poudre de jus de mangue a permis l'amélioration des propriétés fonctionnelles de ce dernier : solubilité et viscosité (**Cano-chauca et al., 2005**). De leur côté, **Djantou et al. (2011)** ont montré que l'alternance entre le séchage et le broyage est efficace dans la production de la poudre de **mangues** mûres. Toujours à propos du même fruit, **Harnkarnsujarit et al. (2011)** prouvent que la lyophilisation, comparée aux autres modes de séchage, sauvegarde mieux la stabilité des composés bioactifs de la pulpe mangue, en particulier la β carotène.

La poudre de figes de barbarie, de couleur rouge, est une source potentielle de pigments bétacyanines et elle est utilisée comme colorant alimentaire naturel (jus en poudre, barres de céréales, chocolat et préparation des desserts) (**Obon et al., 2009 ;Markus et al., 2006**). **Saenz et al. (2009)** ont élaboré des capsules à base de poudre de fige de barbarie et de maltodextrine pouvant être utilisé comme aliment fonctionnel ou additif alimentaire (riche en antioxydants et en pigments betacyanines).

La poudre du fruit de kohen, obtenue par micronisation, peut être utilisé dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique comme remède (**Zhang et al., 2009**).

Après séparation du jus de **grenadine**, les graines résiduelles peuvent être utilisées comme ingrédient fonctionnel dans l'industrie alimentaire (source de fibre et conservateur de fraîcheur des viandes) (**Vidua-Martos et al., 2011**).

La poudre des arilles du fruit de « **gac** » (*Momordicacochinchinensis*) est utilisée comme antioxydant (**Kha et al., 2010**).

Mosquera et al. (2011) ont révélé que l'addition des maltodextrines et de la gomme arabique à la poudre de fraise amélioré (réduit) son hygroscopicité.

La poudre de pelure du fruit de **bambangan** (*Mangiferapajangk*) est une source riche en fibres diététiques et en antioxydants (**Hassan et al.,2011**).

D'après notre recherche, peu de travaux ont été consacré à l'étude de la poudre de dattes. On peut citer l'étude la plus récente concernant l'élaboration de comprimés à base de poudre de dattes additionnée de spiruline en poudre (**Adiba et al., 2011**). Auparavant, (**Sablani et al. (2008)**) se sont intéressé au séchage de la pate de dattes additionnées de maltodextrines afin d'obtenir une poudre aux caractéristiques physique améliorées. Par ailleurs, les fibres de dattes ont été largement utilisés sous différentes formes (ingrédient fonctionnel, stabilisateur des produits à haute teneur en matière grasse, agent texturant) (**Elleuch et al., 2008**) ;**Sanchez-Zapata et al.,2011**). Enfin, (**Chibane et al. 2007**) ont étudié l'effet de l'incorporation de la poudre de dattes dans le yaourt.

III-1-1 Caractérisation physiques des poudres alimentaires

La parfaite connaissance des caractéristiques physique des poudres alimentaires est d'une importance fondamentale pour le choix des techniques de fabrication car les variations des propriétés physiques de ces poudre posent de sérieux problèmes technologiques à l'industrie alimentaire (**Ndindayino.2002 ; Teunou et al., 1999**).

III-1-1-1Distribution granulométrique

La granulométrie est le principal facteur influençant les propriétés rhéologiques des poudres. La détermination de la distribution de la taille des particules est réalisée par différents procédés : tamisage, l'analyse d'image et les techniques de diffraction LASER.

Teunou et al. (1999), Emami et Tabil,(2007) ; Zhang et al.(2009) ; Djantou et al.(2011) ;ont étudiée la granulométrie par diffraction laser de quelques poudres alimentaires farine, poudre du lait, thé , poudre de fruit khoen et la poudre de mangue.

Cette analyse présente l'inconvénient de considérer les particules systématiquement sphériques. L'avantage est qu'elle est rapide et nécessite une faible quantité de produit (**Chantraine.2006**).

III-1-1-2 Morphologie par MEB

La morphologie des poudres est observée par microscopie électronique à balayage (MEB). Cette analyse est complémentaire de la précédente car elle permet de vérifier l'hypothèse de sphéricité des particules (**Djantou.2006**). L'observation microscopique rend

compte de l'état de surface des poudres (Cano-chauca et al., 2005 ; Harnkarnsujarit et al., 2011 ; Djantou et al.,2011). Les différentes formes de particules (sphérique, cubique, en aiguilles,..) et la taille des particules varient d'un produit à l'autre. Elles affectent les propriétés comportementales des poudres telles que l'écoulement, la masse volumique et la cohésion de la poudre (Melcion et Ilari .2003).

III-1-1-3 Surface spécifique

La surface spécifique, aire massique, d'une poudre est déterminée par la mesure de l'interface solide-gaz, rapportée à l'unité de masse de l'échantillon mesuré. Selon la surface prise en compte, il est possible de définir :

- *la surface spécifique d'enveloppe*, mesurée par des méthodes de perméamétrie, caractérisant la surface externe des particules (Teuno et al., 1999).
- *la surface spécifique totale*, mesurée par des méthodes d'adsorption gazeuse (BET), prenant en compte la totalité de la surface développée (surface des pores, rugosité des particules,...) (Ndindayino.2002 ; Melcion et Ilari.2003).

III-1-1-4 Masse volumique

La masse volumique d'un solide correspond à sa masse moyenne par unité de volume et elle est généralement exprimée en g.cm⁻³. La masse volumique d'une particule peut prendre des valeurs différentes selon la méthode de mesure. On distingue deux niveaux d'expression de la masse volumique:

- **la masse volumique vraie et apparente** : méthodes volumétriques par déplacement de fluide (pycnométrie). Dans cette mesure le volume déterminé comprend le volume occupé par les pores ouverts mais exclut le volume occupé par les pores fermés ou non accessible au gaz. (Chantraine.2006).la masse volumique vraie dépend de la composition chimique et la microporosité des particules. (Melcion et Ilari. 2003 ; Teuno et al., 1999).
- **la masse volumique en vrac** : est déterminée par mesure du volume occupé par une masse connue de poudre versée dans un cylindre gradué. Elle dépend de la porosité de la surface et de l'arrangement des particules (Teuno et al., 1999 ;Zhang et al.,2009 ;Kha et al.,2010).

III-1-1-5 Hygroscopicité

L'hygroscopicité est l'aptitude thermodynamique d'une poudre à atteindre un état d'équilibre dans des conditions de température et de pression de vapeur d'eau données. (Melcion et Ilari 2003 ; Sablani et al., 2008)

Un produit hygroscopique adsorbe une quantité d'eau relativement importante à faible humidité relative, à température et pression ambiantes. Une classification (**Tableau I.1.1**) est proposée pour les conditions suivantes : 25°C, 80% d'humidité relative ambiante et 24 heures de stockage (**Chantraine.2006**).

Tableau III-1 : Classification des poudres en termes d'hygroscopicité

Classes	Comportement
très hygroscopique	accroissement de la teneur en eau > 15%
hygroscopique	accroissement de la teneur en eau de 2 à 5 %
légèrement hygroscopique	accroissement de la teneur en eau de 0,2 à 2 %
non hygroscopique	accroissement de la teneur en eau >0,2 %

III-1-2 Caractéristiques rhéologiques des poudres alimentaires

On parle de rhéologie, écoulement et coulabilité, des poudres quand on caractérise la résistance d'une particule à la compression et leur comportement lors de la compaction.

L'écoulement d'une poudre alimentaire apparaisse d'une importance capitale pour sa manipulation en vrac et pour des raisons technologiques (**Teunou.1999 ; Djantou njantou. 2006**).

L'écoulement se définit comme l'ensemble des aptitudes qui rendent une poudre apte à s'écouler. Une bonne coulabilité permet donc l'écoulement en masse, régulier et complet. Différentes techniques mesurent l'aptitude à l'écoulement, parmi ces méthodes on cite :

III-1-2-1 Ecoulement à travers un orifice

C'est la mesure de l'aptitude d'une poudre à s'écouler à travers un orifice calibré, exprimée par le débit (g.s⁻¹).

$$\text{Débit d'écoulement} = \frac{\text{masse de poudre (g)}}{\text{temps d'écoulement (s)}}$$

Pour un bon écoulement d'une poudre à travers un entonnoir normalisé en verre, le temps doit être inférieur à 10 s pour 100g de produit (**Chantraine.2006**).

III-1-2-2 Mesures angulaires

La détermination du comportement à l'écoulement au moyen de méthode angulaire est très rapide et simple (**Melcion et Ilari .2003**). Elles consistent à mesurer l'angle formé par un tas de poudre dans des conditions d'écoulement données (**Zhang et al., 2009**). Ce test amène

à mesurer différents angles suivant le dispositif utilisé : angle de repos, de glissement, de talus par distribution, de chute, de cratère, de repos drainé (Melcion et Ilari.2003) (Figure III-1).

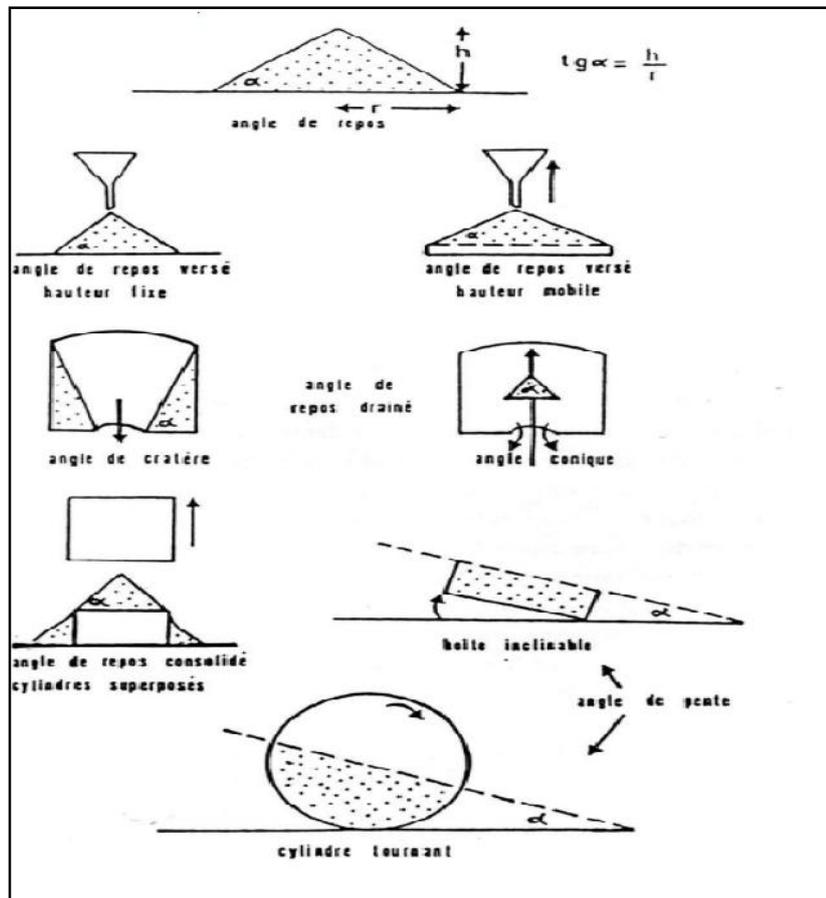


Figure III-1 : Mesures angulaire

III-1-3 Température de la transition vitreuse T_g

La transition vitreuse est une notion de la science des polymères et justifiée en agroalimentaire par la présence des biopolymères (glucides et protéines) dans les aliments. La température de la transition vitreuse est la température de la transition entre l'amorphe vitreux et l'amorphe caoutchouteux (Genin et René.1995). Cette transition est réversible, ce qui permet de la déterminer par chauffage ou refroidissement du matériau (Bhandari et Howes.1999 ; Rahman et al., 1999). Les températures de la transition vitreuse des sucres (glucose, fructose et saccharose) et celle des maltodextrines et celle de la poudre d'ananas sont présentées dans la Figure III-2

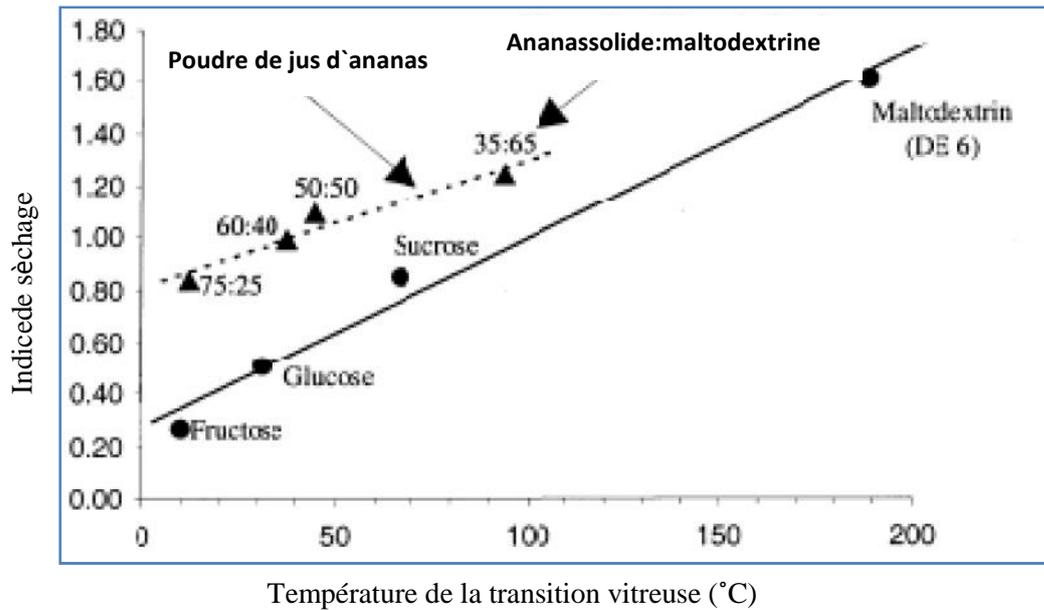


Figure III-2 : Transition vitreuse de quelques sucres, maltodextrine et poudre de fruit (ananas). (Bhandari et Howes.1999).

III-1-3-1 Importance de la transition vitreuse en agroalimentaire

L'étude de la T_g des poudres alimentaires lors de la production ou en cours de stockage, revête une importance primordiale (Plazer .2005). Cette étude intervient dans l'explication de nombreux phénomènes comme la recristallisation des produits congelé au cours du temps, effondrement des produits au cours de la lyophilisation et les pertes aromatiques pendant le stockage.

Afin d'assurer une meilleur qualité organoleptique et structural d'un produit alimentaire, il est nécessaire d'obtenir une phase amorphe et de la maintenir au cours de stockage quelque soit l'opération de transformation qu'a subi par :

- le contrôle de la température de procédé inférieur à la T_g ;
- .élévation de la T_g par l'ajout de matière sèche solubles (comme les maltodextrine) comme cite par Sablani et al.,(2008) et (Genin et Rene.1995) ;
- contrôle de la teneur en eau de produit au cours de stockage, la T_g peut être affectée par les variations de la teneur en eau dans le produit a température constante.la T_g augmente avec la diminution de l'activité de l'eau (x_w).(relation entre T_g et x_w) dans la poudre de fraise (Mosquera et al.,2011 ; Djantou et al.,2011 ;Teunou et al.,1999 ;Harnkarnsujarit et al., 2011).

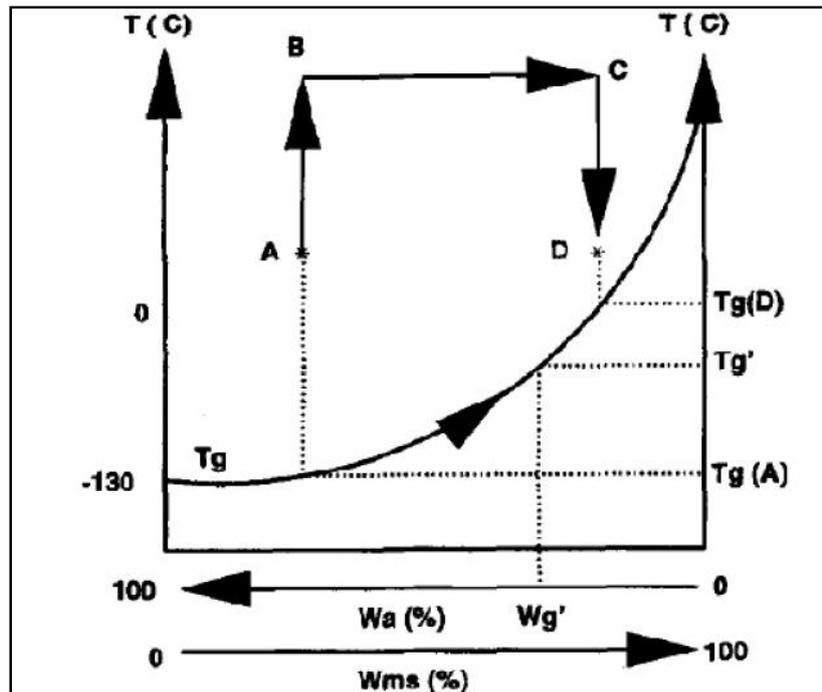


Figure III-3 : Evolution de la température de la transition vitreuse du produit en cours de séchage.

III-2-Compression des poudres

La compression consiste à associer sous l'action d'une force les particules d'une poudre pour donner naissance à un solide cohérent, de forme et de compacité définie (Melcion.2003).

La compression des poudres est un procédé largement utilisé dans nombreux secteurs industriels comme la métallurgie des poudres (poudres métalliques et céramiques), l'agroalimentaire, la cosmétique, la pharmacie et récemment dans la réduction des poussières et des emballages(Chantraine.2006).

Dans le domaine agroalimentaire, la compaction est utilisée pour élaborer des petits cylindres 'granulés' pour l'alimentation de bétail. Dans le domaine connexe, celui de l'industrie pharmaceutique, la compression est une opération qui permet la mise en forme de poudres en comprimés (Melcion. 2003). Rappelons que récemment des comprimés à base de poudre de dattes pure et/ou améliorée ont été élaborés en utilisant une compresseuse des laboratoires SAIDAL d'Alger (Adiba et al., 2011).

III-2-1 Description du cycle de compression

La compression des poudres par une compression uni axiale s'effectue selon le cycle de compression schématisé dans la **Figure II-4**.

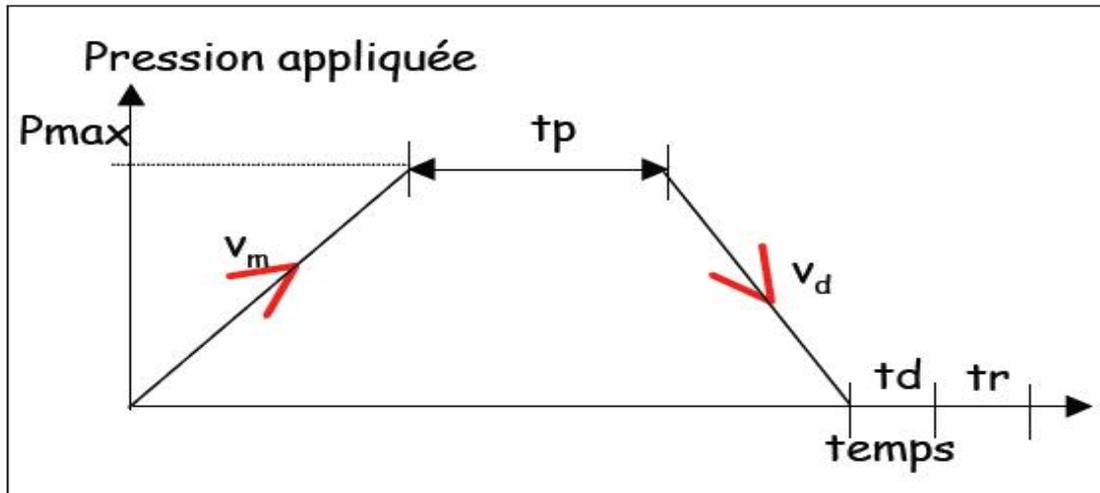


Figure III-4: Cycle de compression en fonction du temps.

Le cycle de compression correspond à la montée de pression à une vitesse v_m jusqu'à une pression optimale P_{max} suivie d'une étape isobare de durée t_p . Puis, une incursion en pression est effectuée à la vitesse v_d et le comprimé est éjecté après un temps t_d pour être caractérisé après un temps t_r (Serris, 2002).

L'entassement des poudres par compression simple en matrice peuvent être décrit comme schématisé dans la **Figure III-5**. Il s'agit de quatre phases : 1) remplissage de la matrice, 2) compression ou charge, 3) décharge ou retrait du poinçon puis 5) éjection (Chantraine, 2006).

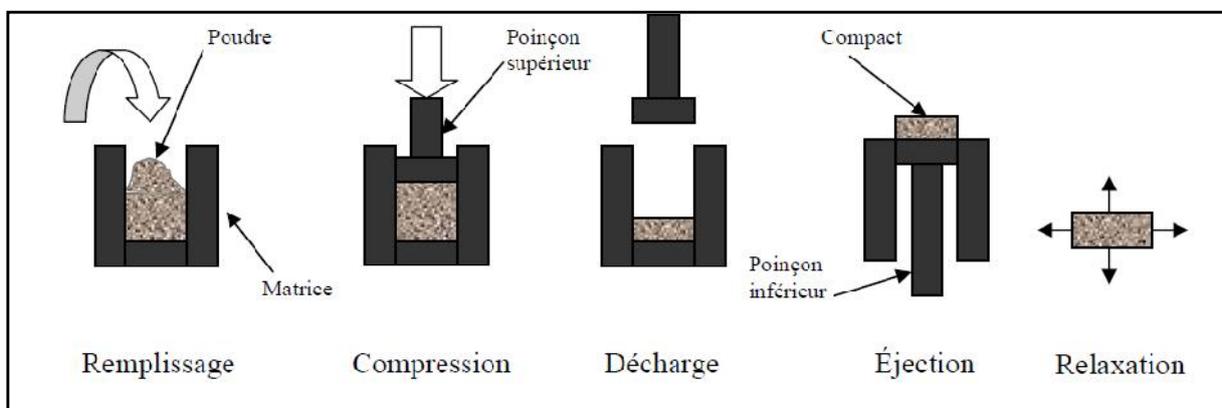


Figure III-5 : Présentation du procédé de compression en matrice (Chantraine, 2006).

Partie expérimentale

Chapitre IV

Matériel et Méthodes

IV-1 Matériel végétal

La présente étude porte sur la possibilité d'élaboration de comprimés alimentaires aux propriétés pharmacologiques en utilisant deux sous-produits de terroir :

- 1) la poudre de fruits de dattes *Mech-Degla* pure ou allégés par dé-sucrage préalable. Dans tous les cas, les dattes subissent un séchage avant d'être transformées en poudre qui sert d'excipient dans la formulation de comprimés.
- 2) l'extrait aqueux lyophilisé des feuilles d'olivier comme principe actif aux propriétés thérapeutiques reconnues.

La datte *Mech-Degla* (**Figure IV-1**) est une variété sèche de faible valeur commerciale, dite commune, de forme ovoïde, de texture farineuse et d'une couleur ambrée. Elles sont achetées le mois de juin 2011 à Reghaia prévenant de la région Tolga (Biskra). Les dattes, récoltées au stade de maturité, sont conservées à 4 °C.



Figure IV-1 : Datte *Mech-Degla* et ses tissus constitutifs.

Concernant les feuilles d'oliviers, deux variétés sont étudiées :

- 1) la variété cultivée *Chetoui*
- 2) la variété sauvage *Oléastre*.

Elles sont récoltées à Boudouaou (Boumerdes) durant la période allant du mois de juin au mois d'octobre 2011.

La **Figure IV-2** illustre les feuilles d'oliviers des deux variétés étudiées :



Figure IV-2: photographie des feuilles d'olivier : *Chetoui* (A) et *Oléastre* (B).

IV-2-Méthodes d`analyse

Elles se rapportent aux expériences suivantes :

- 1-Caractérisation morphologique et détermination de la teneur en eau du matériel végétal étudié ;
- 2- Etude et modélisation de la cinétique de dé-sucrage de dattes ;
- 3-Obtention et caractérisation des poudres de dattes à différents degrés de dé-sucrage;
- 4- Obtention et caractérisation de la poudre de FO et de leurs extraits aqueux lyophilisés ;
- 5- Etude de l'extraction de l'oleuropéine à partir des feuilles d'olivier par utilisation de différentes solutions hydro-alcooliques ;
- 6-Elaboration et caractérisation physique des comprimés de dattes additionnées de l'extrait aqueux lyophilisé de FO.

IV-2-1 Caractérisation morphologique et détermination de la teneur en eau des dattes *Mech-Degla* et des feuilles d'olivier

IV-2-1-1 Caractérisation morphologique

La caractérisation morphologique des dattes et des feuilles fraîches d'olivier est réalisée sur 20 unités (Acourene et al., 1997; Aouidi et al., 2012), prélevées au hasard et sur lesquelles sont déterminées :

- la couleur et la forme (appréciées visuellement) ;
- la consistance (au toucher) ;
- la largeur et la longueur (par le biais d'un pied à coulisse) ;
- le poids (au moyen d'une balance analytique de type SARTORIUS avec une précision de $\pm 0,0001$).

IV-2-1-2 Détermination de la teneur en eau des dattes *Mech-Degla* et des feuilles d'olivier

La teneur en eau est un paramètre déterminant dans la conservation des denrées alimentaires. Elle est déterminée par déshydratation de 1g de l'échantillon dans une étuve à :

- $70^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ (cas de dattes) (Sablani et al., 2008) ;
- $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ (cas des feuilles d'olivier) (Garcia et al., 2008).

La teneur en eau est calculée selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{(M_1 - M_2)}{P} * 100$$

Avec : M_1 est la masse de la (capsule+matière fraîche) avant étuvage (g), M_2 est la masse de la (capsule + matière sèche) après étuvage (g) et P est la masse de la prise d'essai (g).

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

IV-2-2 Etude de la cinétique de dé-sucrage de dattes

L'extraction des matières solubles, constituées principalement par des sucres, à partir des coupeaux de dattes est réalisée dans des fioles de 250 ml, sous agitation, 150 vibrations par minute, dans un bain-marie agitateur (MEMERT). L'étude de la cinétique dé-sucrage consiste au suivi du °Brix, à intervalle de temps régulier de 10min, de la solution d'extraction (l'eau de robinet ou l'eau acidifiée au jus de citron à 10%) par un réfractomètre de type abbé(ATAGO), à trois températures 30°C , 40°C et 50°C avec un rapport « coupeaux de dattes/solution d'extraction » de 1/5(p/p). les caractéristiques physiques des coupeaux de

dattes, déterminées sur 10 unités, sont comme suit : poids de $0,19 \pm 0,05$ g, longueur de $0,82 \pm 0,12$ cm, largeur de $0,67 \pm 0,11$ cm, épaisseur de $0,33 \pm 0,05$ cm, et une surface d'échange de $2,10 \pm 0,47$ cm².

Les conditions initiales sont données dans le Tableau IV-1

Tableau IV-1 Conditions initiales de la cinétique de dé-sucrage des dattes

Eau de robinet	Eau acidifiée au jus de citron
$t_0 = 0$ min, $C_0 = 0$ °Brix	$t_0 = 0$ min, $C_0 = 1,73$ °Brix
t , C_t °Brix	t , C_t °Brix

t: temps (min), C_0 : concentration initiale en matière solubles (°Brix) et C_t : concentration à l'instant t

IV-2-2-1 Modélisation de la cinétique de dé-sucrage

La modélisation de la cinétique de dé-sucrage consiste à la détermination du modèle mathématique décrivant d'une manière plus adéquate la diffusion des composés solubles à partir des coupeaux de dattes. Quatre modèles sont appliqués : Peleg, Page, Logarithmique et Fick. Les équations de ces derniers sont données dans le **Tableau IV-2**

Pour simplifier cette étude, les hypothèses simplificatrices suivantes sont prises en compte:

- 1- Les composés hydrosolubles sont considérés comme étant un seul composé, saccharose.
- 2- Le transfert de matière se fait dans un seul sens.
- 3- Les coupeaux de dattes sont considérés comme des corps poreux, rigides avec une structure quasi homogène et macroscopiquement isotrope.
- 4- Aucune réaction chimique n'a lieu.
- 5- La température et l'agitation sont maintenues constantes.
- 6- Les coupeaux de dattes n'absorbent pas l'eau.

Tableau VI-2 : Equations des modèles appliqués

Modèles	Equations	Constantes	Références
Peleg	$\frac{C_t}{C} = \frac{1}{\left(\frac{1}{k_1} + \frac{t}{k_2}\right) \times t}$	k_1 et k_2	Jokic et al. (2010)
Fick	$\frac{C_t}{C} = \frac{1 - \exp\left(-\frac{kCs^2}{t}\right)}{\left(\frac{1}{kCs^2} + \frac{t}{Cs}\right)}$	k et C_s	Rakotondramasy-Rabesiaka et al. (2010)
Page	$\frac{C_t}{C} = \frac{1}{kCs^2} \exp\left(-\frac{C}{kt}\right)$	K et n	Jokic et al. (2010)
Logarithmique	$C(t) = a \log t + b$	a et b	Jokic et al. (2010)

IV-2-2-2 Etude de l'adéquation des modèles mathématiques

Pour vérifier l'adéquation des modèles étudiés, le coefficient de corrélation (R^2), l'erreur relative moyenne (E) et la racine de la somme des écarts au carré (RMSD) sont déterminées :

$$RMSD = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (C_{exp} - C_{pré})^2}$$

$$E = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{C_{exp} - C_{pré}}{C_{exp}} \right)^2$$

Où : C_{exp} valeur expérimentale ; $C_{pré}$: valeur prédite par le modèle et n est le nombre de mesures expérimentales.

Le meilleur modèle est celui qui présente la plus grande valeur de R^2 et les plus faibles valeurs de RMSD et E.

NB : tous les essais sont réalisés en trois répétitions.

IV-2-2-3 Détermination des constantes de vitesse de dé-sucrage et l'énergie d'activation (E_a)

- **Détermination des constantes de vitesse de dé-sucrage « K »**

Les constantes de vitesse de dé-sucrage sont déterminées, pour chaque processus, par l'analyse des données expérimentales par le modèle mathématique dérivant de la deuxième loi de fick (Khan et al., 2010 ; Achat et al., 2010):

$$C_t = C_f \cdot (1 - e^{-Kt})$$

La forme linéaire, permettant de calculer K, est donnée par la formule suivante :

$$\ln \left(\frac{c_f}{c_f - c_t} \right) = Kt$$

C_t : concentration en matières soluble à t (°Brix) ; C_f : concentration en matières soluble à l'équilibre (°Brix). K : constante de vitesse de dé-sucrage (°Brix/min).

- **Détermination de l'énergie d'activation « E_a »**

L'énergie d'activation est calculée par la loi d'Arrhenius comme décrite par **Khan et al. (2010)** selon la formule suivante :

$$K = K_0 e^{- (E_a/RT)}$$

Avec : E_a - énergie d'activation (kj°K/mol), R - constante des gaz parfait ($R=8,314 \text{ j mol}^{-1}$), T - température en °K, K_0 - constante de vitesse de dé-sucrage effectif et K - Constante de vitesse de dé-sucrage (°Brix/min).

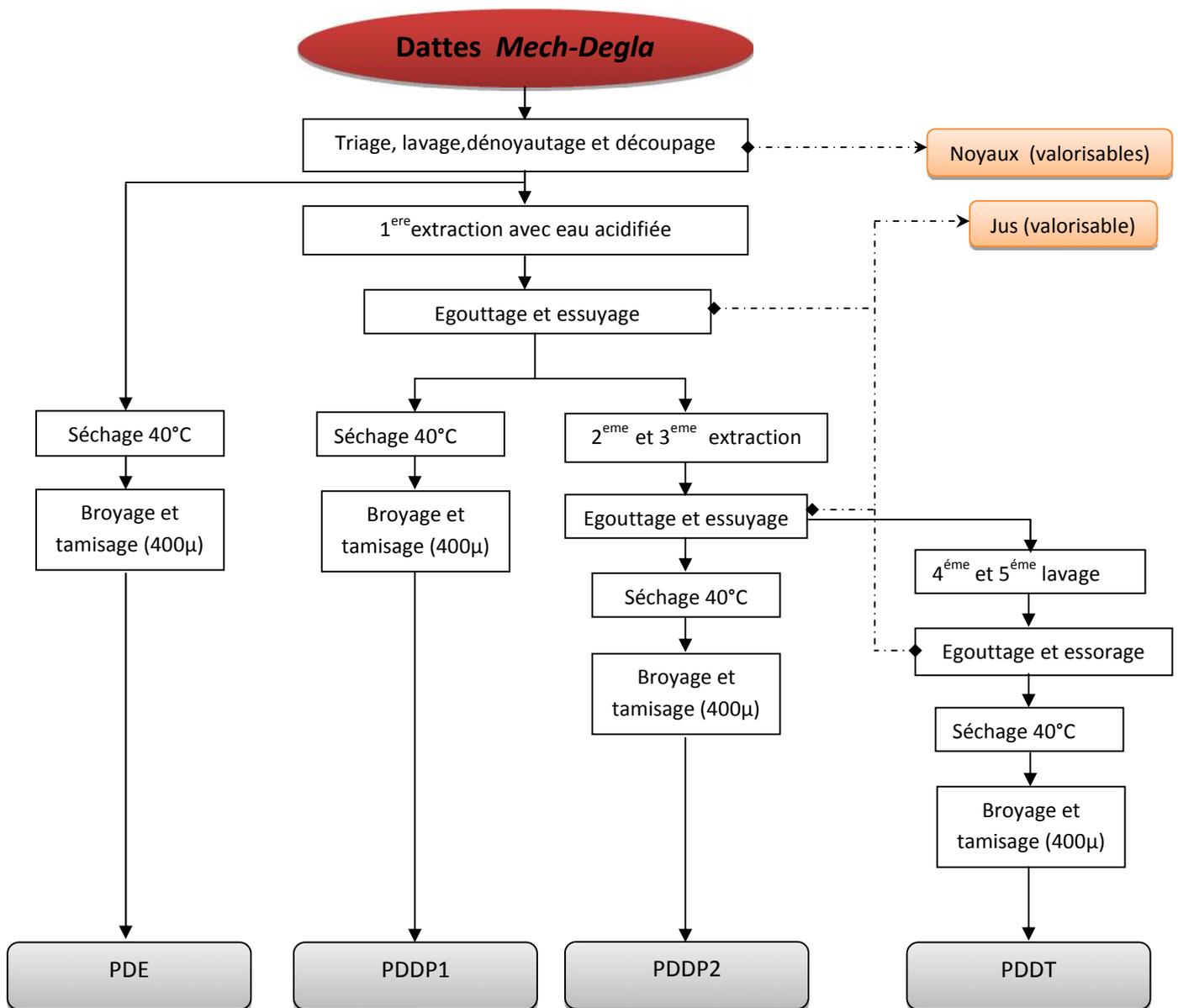
IV-2-3 Obtention et caractérisation des poudres de dattes à différents degrés de dé-sucrage

IV-2-3-1 Obtention des poudres de dattes

Deux types de poudres, selon le degré de dé-sucrage, sont obtenus :

- 1) non dé-sucrées (entière) ;
- 2) de-sucrées totalement ou partiellement.

Le diagramme de la **Figure IV- 3** récapitule les différentes étapes d'obtention des poudres sus- citées.



PDE : poudre de dattes entière, **PDDP1** : Poudre de dattes partiellement dé-sucrée 1 ; **PDDP2** : Poudre de dattes partiellement dé-sucrée 2 ; **PDDT** : Poudre de dattes dé-sucrée totalement.

Figure-IV-3: Etapes de préparation des poudres de dattes à différents degrés de dé-sucrage.

Le dé-sucrage des copeaux de dattes est réalisé avec de l’eau acidifiée au jus de citron (10%) afin de sauvegarder l’intégrité des copeaux de dattes ; le rapport dattes/eau est de 1/3. Le dé-sucrage est réalisée à température ambiante avec agitation par un barreau magnétique.

L’égouttage et l’essuyage sont réalisés respectivement à l’aide d’une passoire et d’un papier absorbant. L’essorage, quant à lui, est réalisé à la main en se servant d’un tissu.

Le séchage est effectué dans une étuve ventilée de type Genlab OVEN à 40°C. Après broyage à l'aide d'un broyeur et tamisages à un diamètre de 400µm, les poudres obtenues sont conservées dans des flacons en verre hermétique.

IV-2-4 Caractérisation des poudres de dattes obtenues

IV-2-4-1 Caractérisation physico-chimique des poudres de dattes obtenues

La caractérisation physico-chimique est portée sur la détermination des paramètres suivants :

IV-2-4-1-1 Détermination de °Brix

La détermination du °Brix est réalisée par le biais d'un réfractomètre de type abbé selon la procédure décrite par la norme **NF V05 -109,1970**.

1g de poudre de dattes est additionné à 25 ml d'eau distillée. La solution est chauffée dans un bain marie pendant 30mn. Après filtration, une goutte de la solution obtenue est déposée sur le prisme d'un réfractomètre et la valeur de °Brix est directement affichée (le réfractomètre est étalonné avec l'eau distillée avant la mesure de °Brix de la solution).

$$\text{°Brix (\%)} = M \times \frac{M_1}{E}$$

où E est la masse de produit utilisé pour la détermination (g), M_1 est la masse de résidu sec soluble pour 100 g de produit analysé (g) (lue sur le réfractomètre), et M est la masse totale de la solution pesée (contenue dans le bécher).

IV-2-4-1-2 Détermination du pH

Le pH est mesuré en suivant la méthode décrite par la norme (**NF V05-108,1970**). 3g de poudre de dattes sont mélangés avec 75 ml d'eau distillée. Un chauffage du mélange dans un bain marie à 60°C est alors appliqué, avec agitation, pendant 30mn. La valeur de pH de la solution obtenue après filtration est lue directement sur le pH mètre de marque Ino Lab.

IV-2-4-1-3 Détermination de l'acidité titrable

La méthode appliquée est adaptée aux dattes à partir de la procédure décrite dans la norme (**NF V 05-101,1974**).

Un échantillon de 1g de poudre de dattes est placé dans une fiole conique avec 10 ml d'eau distillée chaude récemment bouillie et refroidie. La fiole conique est adaptée à un réfrigérant à reflux afin de chauffer le contenu au bain-marie pendant 30 min. Après

refroidissement, le contenu de la fiole conique est transvasé quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml et complété jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée récemment bouillie et refroidie. Il est par la suite bien mélangé puis filtré. 50 ml du filtrat, versés dans un bêcher, sont titrés avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,1N, en présence de 2 à 3 gouttes de phénolphaléine, jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

L'acidité titrable, exprimée en milléquivalents de NaOH par 100 g de produit, est déterminée selon la formule suivante :

$$A = (25.V_1.100)/(M.10.V_0)$$

Où: M est la masse en (g) de poudre prélevée, V_0 est le volume en ml de la prise d'essai (50ml) et V_1 est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 N utilisé.

IV-2-4-1-4 Extraction et dosage des lipides

La procédure employée est celle rapportée par **El arem et al. (2011)**, basée sur l'extraction avec l'éther de pétrole des lipides à partir de la poudre de dattes en se servant de l'appareil de Soxhlet.

Un ballon de 500 ml est séché à 105°C pendant une heure. Il est ensuite refroidi au dessiccateur pendant 30 min puis pesé avec une précision de 0,001g.

20 g de poudre de datte sont introduites dans la cartouche du Soxhlet et placés à l'intérieur de l'extracteur. 200 ml d'éther de pétrole sont versés dans le ballon et 50 ml dans la cartouche. Le ballon est ensuite chauffé pendant 6 heures (20 siphonages par heure) jusqu'à épuisement de la matière grasse. Le solvant est éliminé du ballon par distillation tandis que le résidu du ballon est séché dans une étuve à 70 – 80°C. Après refroidissement dans un dessiccateur pendant 30 min, le ballon contenant les lipides est pesé $\pm 0,001g$ près. L'opération est répétée jusqu'à obtention d'un poids constant.

La teneur en matières grasses (MG) est obtenue par la formule suivante:

$$MG\% = [(P_2 - P_1).100]/P_3$$

Où: MG % est le pourcentage de la matière grasse, P_1 est le poids du ballon vide (g), P_2 est le poids du ballon avec l'huile extraite (g) et P_3 est la masse de la prise d'essai (g).

IV-2-4-1-5 Extraction et dosage des protéines solubles

a- Extraction des protéines solubles

1g de poudre de dattes est introduite (avec agitation) dans 20 ml de l'eau distillée à 5-8°C pendant 5 h. La suspension est centrifugée à 10000 tr/mn pendant 40 minutes et le surnageant est récupéré. L'extrait protéique obtenu est conservé à + 4°C jusqu'à analyse.

b- Dosage des protéines solubles

L'estimation de la quantité des protéines de chaque échantillon est réalisée selon la méthode de dosage de Bradford (**Bradford, 1976**).

La méthode de Bradford est une méthode de mesure de concentration protéique basée sur la réaction entre le colorant bleu de Coomassie G250 et les protéines. Ce réactif, rouge-brun à l'état libre, prend une teinte bleue quand il est lié aux protéines et par conséquent possède un coefficient d'extinction molaire élevé dans le visible (à 595 nm).

Un volume de 50 µl de chaque extrait protéique est ajouté à 50 µl d'eau distillée et 2 ml de réactif de bleu de Coomassie. Ce dernier est préparé comme suit : 100 mg de poudre de bleu de Coomassie G250 sont dissous dans 50 ml d'éthanol absolu avant d'y ajouter 100 ml d'acide phosphorique à 85 %. Le mélange résultant est ajusté avec de l'eau distillée à un volume final de 1000 ml. La suspension est ensuite filtrée et la solution claire est conservée à froid (+ 4 °C). Après stabilisation de la couleur pendant 5 min, la densité optique de la solution est déterminée à 595 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-VIS (JASCO V-530).

Les différentes concentrations en protéines sont déterminées par référence à une gamme étalon (**Annexe I**) à base de BSA dont la concentration varie de 0 à 1,5 mg de BSA par ml de solution.

IV-2-4-1-6 Détermination de la teneur en cendres

La méthode utilisée est celle décrite par (**El arem et al., 2011 ; Garcia et al., 2008**).

Une masse de 0,1g de chaque poudre est placée dans une capsule en porcelaine qui est mise par la suite dans un four réglé à 550 ± 5°C durant 8 heures jusqu'à l'obtention d'une couleur grise, claire ou blanchâtre. La capsule est ensuite retirée du four et refroidie dans un dessiccateur puis pesée. Le taux de matière organique (MO) du produit est calculé selon la formule suivante:

$$MO\% = [(M_1 - M_2) \cdot 100] / P$$

Où M_1 est la masse de la (capsule+ prise d'essai) (g), M_2 est la masse de la (capsule +cendres) (g) et P est la masse de la prise d'essai (g).

La teneur en cendres (Cd) est déterminée par la formule suivante:

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

IV-2-4-1-7 Détermination des éléments minéraux par spectroscopie d'absorption atomique (NF V 05-101,1974)

Les cendres obtenus à partir d'une masse de 0,01g de poudre de dattes sont dissouts dans l'acide chlorhydrique à 6N (le contenu est ajusté avec l'eau distillée jusqu'à 100ml). A partir de cette solution nous avons effectué le dosage des éléments minéraux suivants : le sodium (Na), le calcium (Ca), le manganèse (Mg), le cuivre (Cu), le zinc (Zn), le potassium (K) par spectroscopie d'absorption atomique de marque SOLAAR thermo elemental.

IV-2-4-1-8 Dosage des composés bioactifs

IV-2-4-1-8-1 Préparation de l'extrait hydro alcoolique (EHA)

La préparation de l'EHA est réalisée selon la procédure décrite par **Evren et al (2008)**

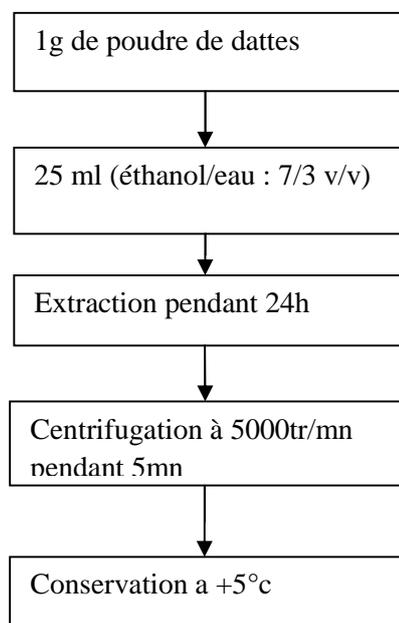


Figure IV-4: Etapes de préparation de l'extrait hydro alcoolique.

L'extrait hydro alcoolique est utilisé pour le dosage des polyphénols totaux, des flavonoïdes ainsi que la mesure du pouvoir réducteur.

IV-2-4-1-8-2 Dosage des polyphénols totaux (PPT)

En présence des phénols, le mélange d'acide phosphotungstique ($H_3W_{12}O_{40}P$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3Mo_{12}O_{40}P$) est réduit en mélange d'oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}). La coloration bleue produite possède une absorption maximum aux environs de 725 nm.

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé selon la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu avec quelques modifications (Hayes et al., 2011). Le diagramme de la **Figure IV-5** représente les principales étapes.

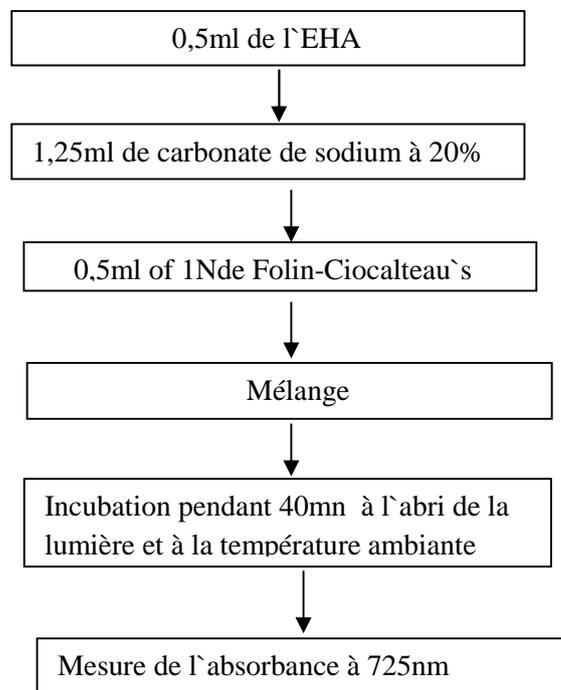


Figure IV-5 : Etapes du dosage des polyphénols totaux de l'EHA de la poudre de dattes.

La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage linéaire $DO = a[C] + b$ en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage. La préparation de la gamme d'étalonnage est détaillée dans **Annexe I**.

IV-2-4-1-8-3 Dosage des flavonoïdes (FL)

L'estimation de la teneur en flavonoïdes contenus dans les extraits hydro alcooliques des poudres de dattes est réalisée selon la méthode décrite par (Bahroun et al., 1996).

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des ions (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd trois électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons.

Le diagramme de la **Figure IV-6** récapitule les étapes du dosage.

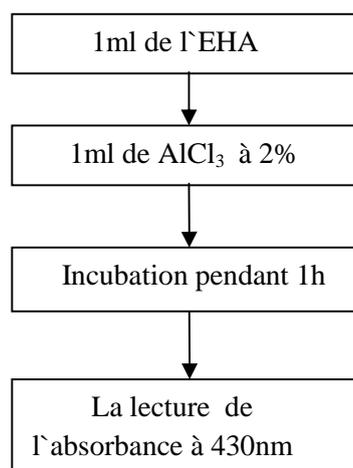


Figure- IV-6 : Diagramme de dosage des flavonoïdes de l'EHA des poudres de dattes.

La concentration en flavonoïdes contenue dans l'EHA est calculée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue, en utilisant la quercétine comme standard. La procédure de la préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes est présentée dans **Annexe I**.

IV-2-4-1-8-4-Détermination du pouvoir réducteur (PR)

L'activité antioxydant est quantifiée par l'étude du pouvoir réducteur des différents extraits hydro alcoolique des poudres de dattes selon la méthode de **Hindenburg et al. (2006)**.

La présence des composés réducteurs est indiquée par l'aptitude de ces extraits à réduire les ions ferriques (Fe^{3+}) du complexe de ferricyanure en ions ferreux (Fe^{2+}). Ceci provoque le changement de couleur de la solution du jaune au vert. L'évolution de cette couleur est une fonction de la puissance réductrice de l'échantillon et son intensité est examinée à 700 nm (**Hinneburg et al., 2006 ; Hayes., 2011**).

Les étapes de détermination du pouvoir réducteur sont données dans le diagramme de la **Figure IV-7**

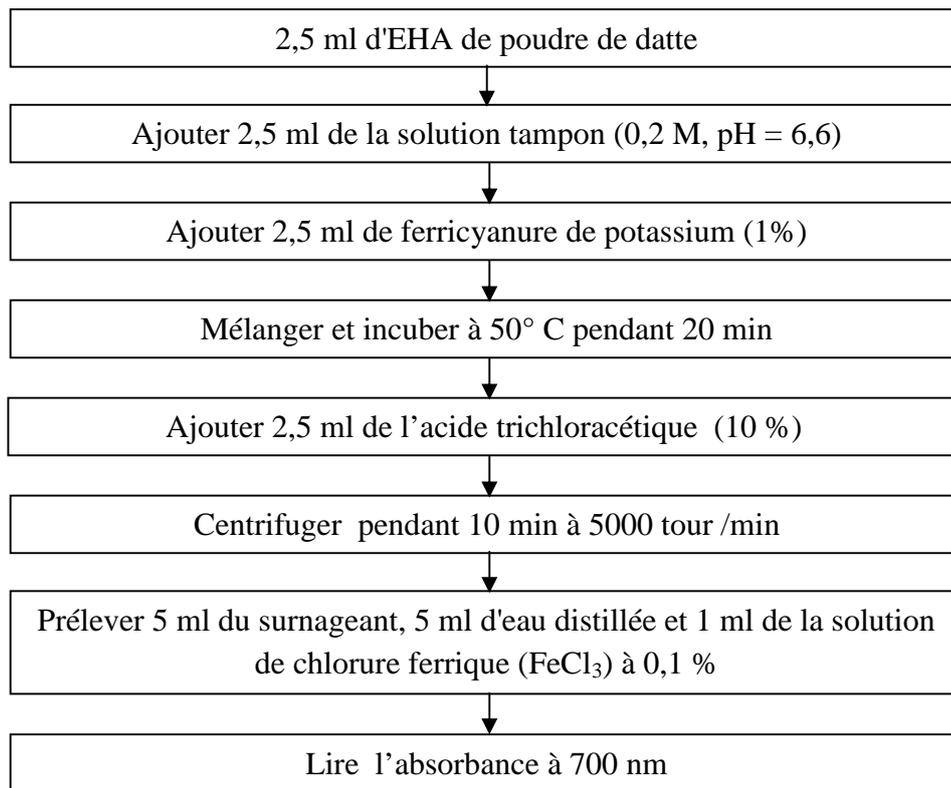


Figure-IV-7 : Etapes de la détermination du pouvoir réducteur des différents EHA des poudres de dattes.

Le pouvoir réducteur est déterminé en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant le BHT comme standard détaillée dans **Annexe I**.

IV-2-4-2-2- Caractérisation physique des poudres de dattes obtenues

La caractérisation physique d'une poudre alimentaire est d'une importance capitale dans le processus technologique car elle détermine leur comportement : écoulement, entassement... (Melcion et Ilari, 2003).

Les paramètres physiques déterminés pour les poudres sont :

IV-2-4-2-2-1 Détermination de la masse volumique

La masse volumique permet de prévoir l'encombrement des poudres lors du stockage et du transport (Melcion et Ilari, 2003). Elle est estimée par mesure de la masse d'un produit occupant un volume déterminé.

La poudre de dattes est introduite dans un cylindre de volume connu (60ml) jusqu'à débordement. Après l'arasement du surplus, la masse de la poudre est déterminé par le biais d'une balance analytique (Sablani et al., 2008 ; Gallo et al.,2011) .

La masse volumique (ρ), exprimée en Kg/m^3 , est calculée par la formule suivante :

$$\rho = m/v$$

Avec m la masse de la poudre de dattes (en grammes) et V le volume du cylindre (60ml).

IV-2-4-2-2 Détermination de l'angle de repos (θ)

L'angle de repos ou de talus est une technique qui évalue l'aptitude d'une poudre à l'écoulement (Melcion et Ilari.2003)

Une quantité déterminée de poudre de dattes est versée sous un entonnoir sur une surface horizontale. L'angle de repos est déterminé par la mesure de la hauteur (H) et du diamètre (d) du cône formé (Zhang et al., 2009 ; Gallo et al., 2011). L'angle de repos, exprimée en degré ($^\circ$), est calculé par la formule suivante :

$$\theta = \arctan \frac{2 \cdot H}{d}$$

IV-2-4-2-3- Détermination de l'hygroscopicité HG

L'hygroscopicité d'une poudre est exprimée en tant que teneur en eau, atteinte à l'équilibre, dans une solution saturée de NaCl ayant une humidité relative de 79,5% à 30°C. Une masse de 0,5g de poudre de dattes pesée dans des capsules, introduite dans un dessiccateur contenant la solution saturée. L'échantillon est pesé toutes les 24h à l'aide d'une balance de précision ($\pm 0,0001$). L'humidité à l'équilibre est atteint quand le poids de l'échantillon devient constant (Sablani et al., 2008 ; Gallo et al., 2011).

L'hygroscopicité (%) est déterminée par la formule suivante :

$$HG = \frac{\frac{\Delta m}{M} + M_i}{1 + \frac{\Delta m}{M}}$$

Où : M est la prise d'essai (avant équilibre) (g); m est l'augmentation de la masse après équilibre et M_i est la teneur en eau initiale de la poudre de dattes (g).

IV-2-4-2-4- Répartition granulométrique des poudres

La distribution granulométrique des poudres de dattes est réalisée à l'unité de recherche UR-MPE de l'université M'hamed Bougara de Boumerdès. Elle est déterminée à l'aide d'un granulomètre LASER de marque MASTERSIZER.

La technique permet de mesurer la distribution de la taille des particules et la surface spécifique des particules du diamètre dominant (Teunou et al., 1999). Le faisceau laser traverse la cellule d'analyse qui contient l'échantillon. La lumière diffractée par les particules est collectée au niveau d'une lentille qui réoriente l'image de diffraction sur les un détecteur. Toutes les particules de même taille diffractent au même angle et tombent sur le même détecteur.

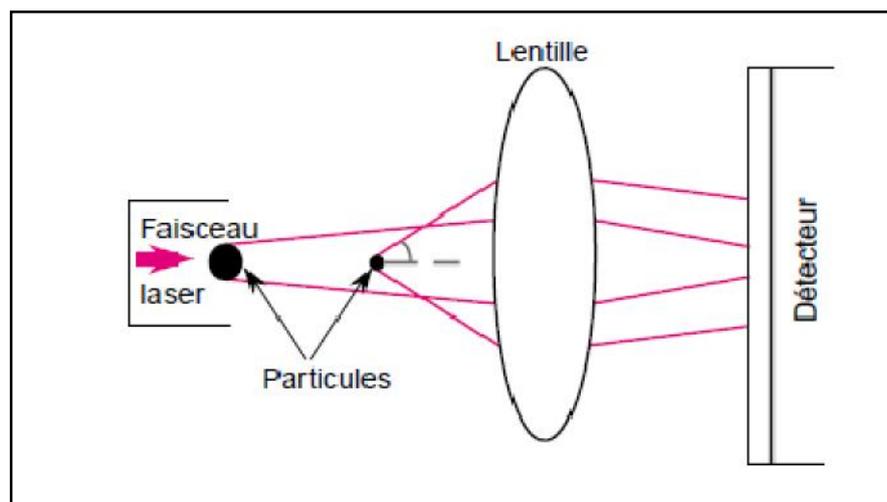


Figure IV-8 : Principe de la mesure granulométrique par diffraction de la lumière laser (Melcion.2000)

L'analyse et la comparaison des distributions granulométriques des particules s'effectuent généralement sur un nombre de grandeurs, telles que :

- **D (0.1)** : taille des particules pour laquelle 10 % en volume de l'échantillon se trouve en-dessous de cette valeur,
- **D (0.5)** : taille des particules pour laquelle 50 % en volume de l'échantillon se trouve en-dessous de cette valeur. Il s'agit du diamètre médian,
- **D (0.9)** : taille des particules pour laquelle 90 % en volume de l'échantillon se trouve

en-dessous de cette valeur,

- **span** (polydispersité) = $(D(v; 0.9)-D(v; 0.1))/D(v; 0.5)$: mesure l'étalement de la distribution granulométrique en volume (Gallo et al.,2005 ; Zhang et al.,2009).

- **Surface spécifique** en (m²/g).

IV-2-4-2-5 Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)

L'analyse est effectuée au laboratoire physique de l'université Mouloud Mammeri (Tizi Ouzou) par MEB de type **XL30 ESEM PHILIPS**.

La Microscopie Electronique à Balayage est une technique d'imagerie basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images de la surface d'un échantillon en trois dimensions (Cano –Chauca et al., 2005).

IV-2-4-2-6 Détermination de la capacité de rétention d'eau (CRE)

La capacité de rétention d'eau est mesurée selon la méthode décrite par Zhang et al. (2009) avec quelques modification.

On met 0,5g de poudre de dattes (PDE et PDDT) dans les godets de la centrifugeuse (HERMLE) de poids vide M et auxquels on a ajouté 10ml d'eau distillée (masse des tubes M2) et on agite le mélange. Les godets sont placés dans un bain marie à différentes températures 35, 45 et 55 °C. La cinétique du pouvoir de rétention d'eau est suivie pendant 1h (avec un pas de 10mn). Une centrifugation des tubes pendant 15mn à 1500tr/mn permet de calculer cette capacité. Le surnageant est jeté et le godet contenant le culot est pesée (M3). La capacité de rétention d'eau est calculée selon la formule.

$$CRE = \frac{M3 - (M1 + M2)}{M1}$$

IV-2-4-2-7- Détermination de la température de la transition vitreuse(Tg) par DSC

En industrie alimentaire, la transition vitreuse (Tg) est d'une grandeur importante car elle peut être directement liée à la qualité des produits. En particulier, ceux subissant des transformations visant soit à diminuer leurs teneurs en eau (séchage, atomisation, lyophilisation, . . .), soit à les conserver par le froid (congélation, surgélation, . . .) (Génin et René, 1995).

La détermination de la (T_g) des poudres de dattes analysées, est effectuée par DSC de marque NETZSH STA 409 PC/PG à l'unité de recherche UR-MPE de l'université de M`hammed Bougara.

Une masse de 10mg de poudre de datte à analyser (pesée à l'aide d'une thermo balance) est placée dans un creuset porte échantillon puis déposée dans le four contenant aussi un creuset de la référence (creuset vide en alumine). L'appareil utilise l'azote comme gaz de protection. La variation de la température est comprise entre 25°C- 80°C avec une vitesse de 5°C par minute. (Rahman et al., 2007 ; Sablani et al., 2008 ; Gallo et al., 2009).

IV-2-5- Caractérisation physicochimiques des poudres de feuilles d'olivier et leurs extraits aqueux lyophilisé obtenus

Nous rappelons que les feuilles d'olivier utilisées appartiennent à deux variétés : « *Chetoui* » (variété cultivée) et « *Oléastre* » (variété sauvage).

IV-2-5-1 Obtention de la poudre des feuilles d'olivier

Pour faciliter la conservation et l'extraction des principes actifs à partir des feuilles d'olivier, la transformation de ces dernières en poudre s'avère déterminante. Vue la richesse des feuilles d'olivier en composés bioactifs, en particulier l'oleuropeine, sensibles à l'oxydation enzymatique, le blanchiment est impératif avant d'effectuer le séchage (Shuichi et al, 2004). Nous avons opté pour un blanchiment des feuilles dans un bain marie avec de l'eau bouillante pendant 2min. Le séchage est effectué dans une étuve ventilée de type Genlab OVEN à 40°C. Après broyage les poudres sont conservées dans des boites hermétiques.

IV-2-5-2 Obtention de l'extrait aqueux des feuilles d'olivier

Le type de solvant est l'un des facteurs les plus important qui influe considérablement sur le rendement d'extraction solide –liquide (Hayes et al., 2011). Dans le contexte d'utilisation l'extrait comme principe actif dans un produit alimentaire, l'eau est le solvant le plus adéquat. Les étapes de la préparation de l'extrait aqueux lyophilisé sont résumées dans le diagramme de la **Figure IV-9**.

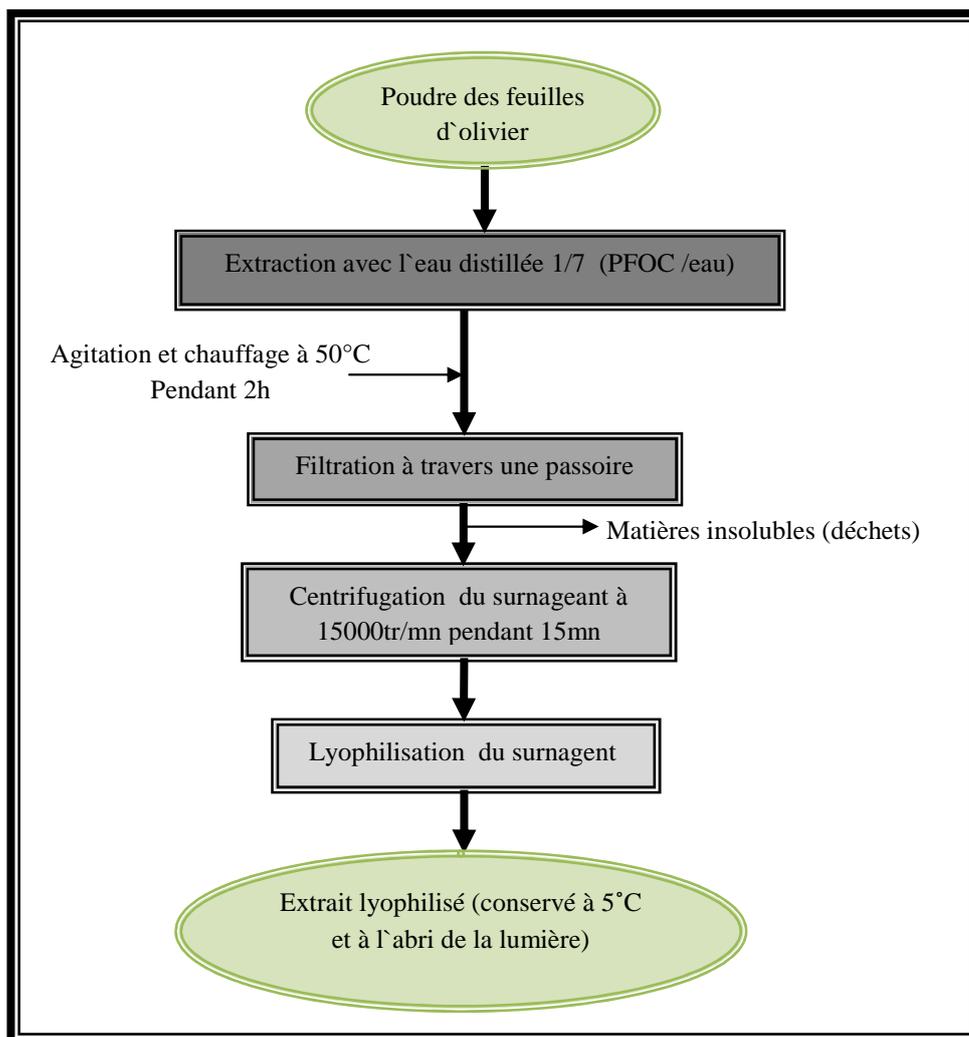


Figure IV-9: Etapes de préparation de l'extrait aqueux lyophilisé.

IV-2-5-3 Caractérisation physicochimiques des poudres de feuilles d'olivier et l'extrait aqueux lyophilisé des deux variétés

Les paramètres physicochimiques analysés sont: la teneur en eau, la teneur en cendres, les minéraux, le pH, les composés bioactifs (polyphénols totaux, dosage des flavonoïdes et oleuropeine) et une analyse physique (MEB).

Les protocoles expérimentaux des paramètres analysés sont identiques à ceux adoptés dans la caractérisation physicochimique des poudres de dattes.

IV-2-5-4 Détermination de la teneur en oléuropeine

Dans la plupart des travaux consultés, la teneur en oleuropeine est déterminée par HPLC (Altiok et al., 2008 ; Hayes et al., 2011). En ce qui nous concerne, la méthode adoptée est celle de Amiot et al. (1990) citée par Hurtado et al. (2009). Elle consiste en la mesure de la DO à deux longueurs d'ondes 280 nm et 330nm.

Un échantillon de 0,05g de poudre de feuilles d'olivier est dissout dans 50ml d'eau distillée. Après un temps d'extraction de deux heures, le mélange est filtré à l'aide de papier filtre. La teneur en oléuropeine est donnée par la mesure de la DO à 280nm et 330nm, selon la formule suivante :

$$\text{Oleuropeine (g/100g)} = \left(\frac{(A_{280} - 0,9A_{330})}{7,5.M} \cdot F.V \right)$$

Avec A_{280} est l'absorbance à 280 nm, A_{330} est l'absorbance à 330nm, V est le volume de l'eau distillée, M est la masse de la poudre des feuilles d'olivier et F est le facteur de dilution.

IV-2-6- Etude de l'extraction de l'oléuropeine des feuilles d'olivier

L'étude de l'extraction de l'oléuropeine des feuilles d'olivier a pour objectif de comparer les rendements d'extraction et non pas pour choisir le meilleur solvant.

Une masse de 0,05g de la poudre des feuilles d'oliviers est introduite dans un volume de 50ml des solutions suivantes :- Ethanol (100%), éthanol/eau (30/70%), (50/50%), (70/30%) et eau (100%). Après deux heures d'extraction, l'absorbance est mesurée à 280nm et 330nm. La teneur en oléuropeine est déterminée selon la formule précédente.

IV-2-7- Elaboration des comprimés de dattes (excipient) avec et sans l'incorporation de l'extrait aqueux des feuilles d'olivier (principe actif).

Avant le passage à la compression des poudres, il est indispensable d'effectuer un séchage (2h à 40°C) pour réduire le taux d'humidité au maximum.

IV-2-7-1 Préparation de mélange (PD/EPFOC)

Le mélange étudié dans ce travail est le mélange binaire poudre de datte/extrait aqueux des feuilles d'oliviers (PD/PEFOC), en utilisant les quatre poudres de dattes à différentes degré de dé-sucrage (PDE, PDDP1, PDDP2 et PDDT) avec une dose de 3% de PEFOC.

IV-2-7-2 La compression

La compression est réalisée au moyen d'une compresseuse semi alternative de marque **FROGERAIS** au centre de recherche **SAIDAL** en utilisant des poinçons ronds et plats avec un diamètre de 12 mm. La masse des comprimés est ajustée à 1g ±0,05g. La force de compression est variable selon la poudre de dattes utilisée.

IV-2-7-3 Caractérisation physique des comprimés obtenus

Les caractéristiques physiques étudiées (dureté, friabilité et temps de désintégration) sont établis selon la pharmacopée européenne 2008.

IV-2-7-3-1 Dimensions et poids des comprimés

La détermination du poids, épaisseur et diamètre des comprimés sont déterminés par une balance analytique et un pied à coulisse automatique.

IV-2-7-3-2 Dureté

La dureté est mesurée par un duromètre de type PHARMA TEST, elle détermine la résistance à la rupture des comprimés mesurés par la force nécessaire pour provoquer leur rupture par écrasement. L'essai est réalisé sur 10 comprimés prélevés au hasard de chaque échantillon.

IV-2-7-3-3 Friabilité

La friabilité des comprimés est déterminée sur 20 comprimés, prélevés au hasard, de chaque échantillon. Après un dépoussiérage minutieux, chaque échantillon est pesé puis placé dans un tambour du friabilimètre de type ERWEKA tournant à 25 rpm. Après 100 rotations, l'échantillon est retiré du dispositif, ré-dépoussiéré et repesé. La friabilité est exprimée en pourcentage de perte par rapport à la masse initiale.

IV-2-7-3-4 Temps de désintégration (délitement)

L'essai de délitement est réalisé sur six comprimés prélevée pour chaque formulation en utilisant l'eau distillée comme milieu de désintégration à 37°C.

IV-2-7-3-5 Evaluation hédonique des comprimés élaborés

L'analyse sensorielle est réalisé selon la procédure décrite par **Dapledt.(2002)**. Dans les épreuves d'évaluation hédonique, les échantillons (CPDE, CPDDP, C (PDE/EPFOC) et C(PDDP1/EPFOC) sont présentés de façon monadique et le sujet doit exprimer son avis concernant leurs caractères agréable sur une échelle de cotation de 0 à 9 points (Figure IV-10) Le test est étudié sur 20 sujets, dans l'ensemble sont des étudiants et enseignants de l'université de Boumerdes.

Vous recevez l'échantillon n°

Goutez –le et cochez le numéro correspondant à votre impression :

<input type="checkbox"/>	1. Extrêmement désagréable
<input type="checkbox"/>	2. Très désagréable
<input type="checkbox"/>	3. Désagréable
<input type="checkbox"/>	4. Assez désagréable
<input type="checkbox"/>	5. Ni désagréable ni agréable
<input type="checkbox"/>	6. Assez agréable
<input type="checkbox"/>	7. Agréable
<input type="checkbox"/>	8. Très agréable
<input type="checkbox"/>	9. Extrêmement agréable

Figure IV-10 : Exemple de questionnaire pour l'évaluation hédonique (échelle de cotation).

IV-3- Analyse statistique

Les résultats sont donnés sous forme de Moyenne (3 répétitions) \pm Ecart-type. L'analyse de la variance (ANOVA) est réalisée par le logiciel XLSTAT, l'intervalle de confiance est de 95% ($p < 0,05$).

Chapitre V

Résultats et discussion

V-1 Caractéristiques morphologiques de la datte et des feuilles d'olivier

V-1-1 Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau de la datte *Mech-Degla*

Les caractéristiques morphologiques de la datte étudiée sont données dans le **Tableau V-1**

Tableau V-1 : Caractéristiques morphologiques de la datte *Mech-Degla* et la teneur en eau

Paramètres	Valeurs moyennes
Couleur	Jaune- marron
Consistance	sèche
Poids de la datte entière	5,62±0,50 (g)
Poids de la pulpe	4,62±0,44 (g)
Poids de noyau	0,99±0,09 (g)
Longueur de la datte	3,25±0,14 (cm)
Largeur de la datte	1,51±0,14 (cm)
Longueur de noyau	2,39±0,3 (cm)
Largeur de noyau	0,73±0,06 (cm)
Rapport longueur/largeur	3,44±0,27 (%)
Rapport pulpe /datte	84,37±0,29 (%)
Rapport noyau/datte	17,65±1,36 (%)
Rapport pulpe/noyau	4,69±0,43 (%)
Rapport longueur/largeur	2,18±0,26 (%)
Teneur en eau	14,83±0,85 (%)

La couleur de la datte *Mech-Degla* (déterminée visuellement), varie du jaune au marron. La consistance est un critère déterminant dans la qualité des aliments. Les dattes à consistance molle sont plus appréciées à l'instar de la variété *Deglet-Nour*. La datte de variété *Mech-Degla* étudiée présente une consistance sèche ce qui explique son classement étant que variété commune de faible valeur commerciale.

Le poids de la datte et de la pulpe sont légèrement inférieurs à ceux trouvés par **Awad (2006)** et **Chibane et al., (2007)** pour la même variété, les conditions climatiques et la région de la récolte peuvent être à l'origine de cette différence.

Une datte est dite de qualité physique acceptable, selon **Milligui et al. (1982)** et **Acourene et al. (2001)**, si elle présente un poids supérieur à 6g, un poids de la pulpe supérieur à 5g, une longueur et une largeur minimale de 3,5cm et 1,5cm respectivement. Conformément à ces critères, la qualité physique de la datte étudiée est d'une qualité médiocre.

Les ratios noyau/datte et pulpe /noyau sont estimés à 17,64% et 4,68%, ce qu'est en accord avec les résultats trouvés par **Chibane (2008)** qui donne 17,21% et 4,8% pour la

même variété .Le rapport pulpe/datte qui est de 84,37%, est légèrement supérieur à celui trouvé par **Acourene et al. (2001)** (82,45%) et **Chibane et al. (2007)** (82,77%).

La teneur en eau de la datte *Meh-Degla* présente une valeur proche de celle trouvée, par **Ait Ameer (2001)** et **Chibane (2008)** qui sont respectivement de 15% et 14,7% pour la même variété.

V-1-2 Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau des feuilles d'olivier

Les caractéristiques morphologiques et la teneur en eau des feuilles d'olivier des variétés *Chetoui* (FOC) et *Oléastre* (FOO) sont illustrées dans le **Tableau V-2**.

Tableau V-2 : Caractéristiques morphologiques et la teneur en eau des feuilles d'olivier des variétés *Chetoui* et *Oléastre*

Paramètres	FOC	FOO
Poids de la feuille (g)	0,21±0,04 ^a	0,10±0,02 ^b
Longueur (cm)	6,85±0,8 ^a	4,19±0,34 ^b
Largeur (cm)	1,81±0,25 ^a	1,62±0,26 ^b
Rapport longueur/ largeur(%)	3,86±0,77 ^a	2,650±0,49 ^b
Teneur en eau	55,60±0,64	52,58±0,90

FOC : Feuilles d'olivier de variété *Chetoui*, **FOO** : Feuilles d'olivier de variété *Oléastre* . Toutes les valeurs indiquées sont des moyennes de trois déterminations. Différentes lettres (a et b) indique la présence d'une différence ($P < 0,05$).

Il est aisé de constater une différence significative ($P < 5\%$) entre les paramètres physiques (poids, longueur et largeur) des feuilles d'oliviers analysées (FOC et FOO). Ces dernières présentent respectivement des rapports longueur/largeur de 3,87 et 2,65%. La différence dans la forme peut faciliter la distinction entre ces deux variétés. **Aouidi et al. (2011)** ont avancé un rapport longueur/largeur (pour la variété tunisienne *Chetoui*) de 4,49%, légèrement supérieur à celui que nous avons trouvé pour la même variété algérienne dans la présente étude. Les conditions climatiques peuvent être responsables de cette différence.

La PFOC présente une teneur en eau légèrement supérieure à celle de PFOO. **Boudhrioua et al. (2008)** ont données des teneurs comprises entre 50,96 et 55,99% pour les variétés tunisiennes *Chemlali*, *Chemchali*, *Zarra i* et *Chetoui*.

Comme l'eau est le principal constituant des feuilles fraîches (plus que la moitié), et afin d'éviter toutes altérations au cours de leurs stockage, un séchage devient donc impératif.

V-2 Etude de la cinétique de dé-sucrage de dattes

Les résultats de la cinétique de dé-sucrage des dattes sont présentés dans les Figures V-1 et V-2.

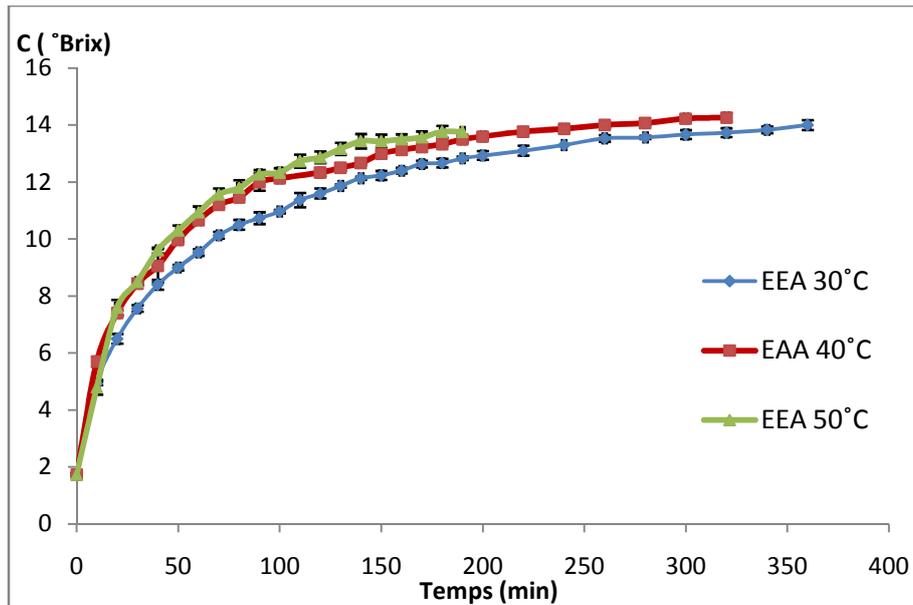


Figure V-1 : Cinétique de dé-sucrage des dattes *M-D*. Milieu d'immersion : eau de robinet acidifiée avec le jus de citron pur (10%) à différentes températures.

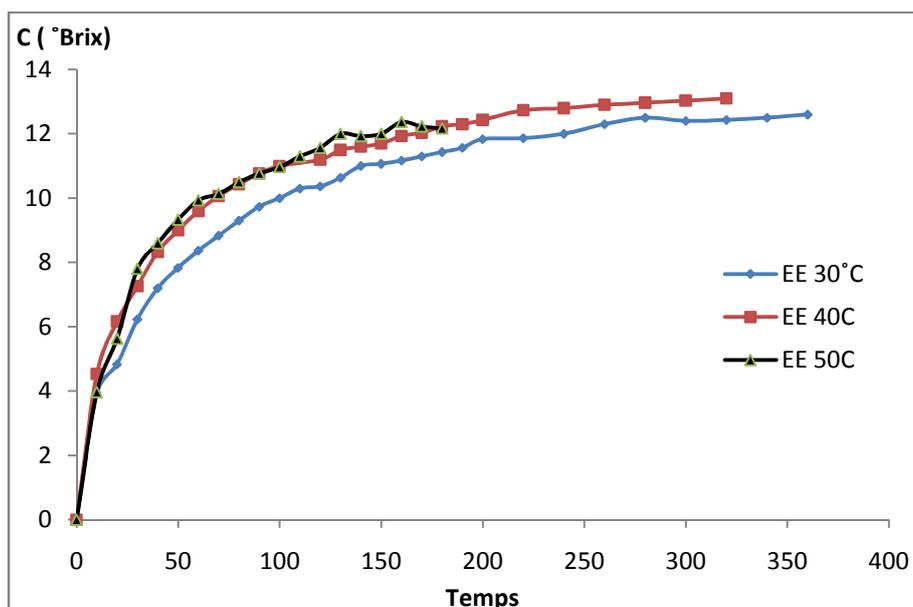


Figure V-2 : Cinétique de dé-sucrage des dattes *M-D*. Milieu d'immersion : eau de robinet ; à différentes températures.

Au vue des **Figures V-1 et V-2** on constate que le dé-sucrage des dattes atteint l'équilibre à une valeur de °Brix oscillant entre 13,77-14,27 correspondant à un intervalle de temps de 180 -360 mn pour les trois températures appliquées (30, 40 et 50°C).

V-2-1 Modélisation de la cinétique de dé-sucrage des dattes

On rappelle que quatre modèles, Peleg, Page, Fick et logarithmique, ont été utilisés pour la modélisation de la cinétique de dé-sucrage des dattes dans les deux milieux d'immersion. Les résultats de la modélisation sont récapitulés dans le **Tableau V-3**.

Tableau V-3 : Valeurs des constantes des modèles appliqués et des quelques statistiques d'adéquation.

Modèles	Paramètres	Eau acidifiée			Eau non acidifiée		
		30°C	40°C	50°C	30°C	40°C	50°C
Peleg	k₁	1,433	1,155	1,421	1,990	1,561	1,854
	k₂	0,073	0,070	0,066	0,079	0,075	0,071
	R²	0,959	0,962	0,995	0,952	0,981	0,992
	RMSD	0,600	0,500	0,197	0,528	0,362	0,183
	E	0,298	0,211	0,036	0,360	0,130	0,060
Logarithmique	a	2,640	2,553	3,054	2,382	2,421	2,925
	b	-1,182	0,0096	-1,753	-1,131	-0,467	-2,472
	R²	0,993	0,959	0,991	0,981	0,991	0,983
	RMSD	0,185	0,248	0,226	0,356	0,267	0,407
	E	0,027	0,050	0,083	0,364	0,148	0,661
Page	n	0,126	0,111	0,152	0,158	0,134	0,182
	k	-1,314	-1,458	-1,241	-1,065	-1,249	-1,029
	R²	0,936	0,933	0,905	0,913	0,908	0,891
	RMSD	0,724	0,684	0,808	0,951	0,808	0,935
	E	0,424	0,358	0,665	0,871	0,638	0,997
Fick	Cs	13,642	14,184	15,128	12,642	13,333	14,045
	K (x 10⁻³)	3,748	4,304	3,076	3,144	3,602	2,734
	R²	0,959	0,962	0,995	0,952	0,981	0,992
	RMSD	0,600	0,500	0,197	0,528	0,362	0,183
	E	0,298	0,211	0,036	0,361	0,130	0,060

Extraction acide : extraction avec l'eau acidifiée par le jus de citron à 10% et l'extraction aqueuse : extraction avec l'eau de robinet.

La représentation simultanée de courbes de dé-sucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à différentes températures est illustrée par les Figures données en **Annexe III** sauf la première (Figure V-3), présentée ici à titre indicatif.

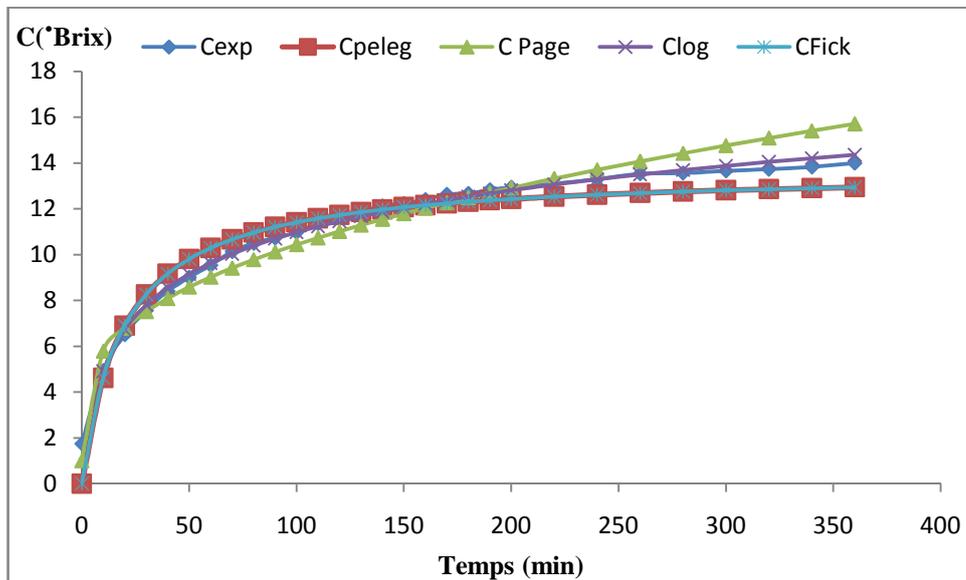


Figure V-3: Représentation simultanée des courbes de dé-sucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à 30°C.

La modélisation de la cinétique de dé-sucrage à 30, 40 et 50°C montre que l'adéquation des modèles est fonction de la température.

Le modèle Logarithmique est le plus convenable pour la description de la cinétique de dé-sucrage à 30°C ($R^2 = 0,993$) et à 40°C ($R^2 = 0,991$) dans le cas de l'extraction acide et aqueuse respectivement. Tandis que les modèles de Peleg et Fick donnent des résultats satisfaisants à 50°C ($R^2 > 0,99$ pour les deux modèles) pour les deux types de solutions d'immersions utilisées. Apparemment Page paraît comme étant le modèle le moins adéquat ($0,90 < R^2 < 0,94$).

Nos résultats sont conformes à ceux trouvés par **Jokic et al. (2010)** et relatifs à la bonne adéquation ($R^2 = 0,99$) du modèle de Peleg appliqué à l'extraction des polyphénols totaux de soja.

V-2-1-1 Energie d'activation liée au processus de dé-sucrage

En se basant sur la loi d'Arrhenius, les constantes de vitesse ainsi que l'énergie d'activation relative au processus de dé-sucrage sont présentées dans les **Tableau V-4** et

Tableau-V-5. Il convient de souligner que les constantes de vitesse sont calculées à partir de la deuxième loi de Fick.

Tableau V- 4: Quelques données de cinétique de dé-sucrage dans le cas de l` extraction acide (effet de température).

T (°C)	K (°Brix/min)	E _a (Kj°K/mol)	K ₀ (°Brix/min)	R ²
30	0,0113	28,90	448,94	0,883
40	0,0132			
50	0,0231			

Tableau V-5 : Quelques données de cinétique de dé-sucrage dans le cas de l` extraction aqueuse.

T (°C)	K (°Brix/min)	E _a (Kj°K/mol)	K ₀ (°Brix/min)	R ²
30	0,0142	26,27	1014,85	0,892
40	0,0162			
50	0,0272			

Comparée à celle de l`extraction acide, la vitesse de dé-sucrage dans l`eau est plus élevée quelque soit la température appliquée. La différence observée peut être attribuée à l`impact du milieu d`immersion sur la texture du tissus fruitier. Le milieu acide favorise le raffermissement de la matrice alimentaire (coupeaux de dattes) grâce à la réorganisation des macromolécules elle-même sensibles aux conditions du milieu (pH, force ionique....).

L`équation d`Arrhenius décrit assez convenablement l`effet de la température sur la vitesse de dé-sucrage. L`énergie d`activation dans le cas de l`extraction acide est supérieure à celle trouvée dans le cas de l`eau. Dans tous les cas, les énergies d`activation trouvées sont en concordance avec celles (6,34 - 34,21kj/mol) communiquées **Khan et al. (2010)** concernant l`extraction des polyphenols à partir de la pelure d`orange (par ultrason et méthode conventionnelle) ainsi que celle (31,76kj) rapportée dans l`étude de **Berrutic et al. (2009)** concernant la diffusion de l`humidité des carottes.

Malgré un meilleur rendement d`extraction dans l`eau, cette méthode n`est pas adaptée aux objectifs de la présente étude. En effet, les implications suivantes sont à relever :

- la formation d'une gelée à 50°C (**Figure V- 4**) ;
- complication de la séparation des deux phases solide (datte désirée) et liquide (jus qui n'est pas le but recherché mais reste à valoriser) ;
- Délitement du tissu végétal ce qui entraîne une complication de l'étape de récupération de la masse fruitière destinée à produire des poudres puis des comprimés.
- Altération de la couleur (s'explique par le brunissement enzymatique) (Figure V-4).

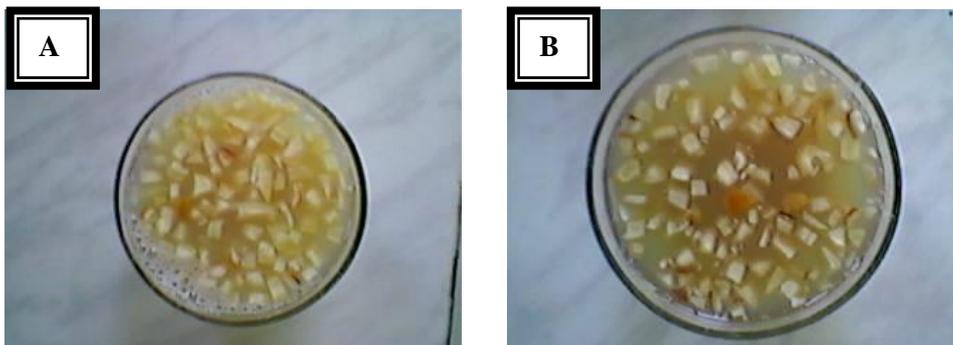


Figure V-4 : Différence de couleur des deux solutions d'extraction à 50°C après 180min : A -eau acidifié et B- eau.

V-3 Caractérisations physicochimique des différentes poudres de dattes obtenues

La **Figure V-5** illustre des photographies des poudres de dattes obtenues à différents degrés de dé-sucrage. Les caractéristiques physicochimiques de ces dernières sont illustrées dans le **Tableau V-6**.



Figure V-5: Photographies des poudres de dattes obtenues :

A- PDE, B- PDDP1, C- PDDP2, D- PDDT.

Tableau V-6 : Caractéristiques physicochimiques des poudres de dattes.

Paramètres	PDE	PDDP1	PDDP2	PDDT
Teneur en eau (%)	5,25±0,05 ^b	5,03±0,08 ^b	9,77±0,23 ^a	9,62±1,64 ^a
pH	5,25±0,03 ^a	4,64±0,017 ^b	3,51±0,02 ^c	3,48±0,01 ^d
°Brix	75,83±0,06 ^a	64,16±0,06 ^b	29,16±0,06 ^c	5,00±0,00 ^d
Acidité titrable (%)	0,83±0,29 ^c	1,08±0,15 ^c	2,83±0,29 ^a	2,75±0,25 ^b
Matière grasse (%)	0,1±0,10	0,19±0,13	0,65±0,31	0,70±0,21
Protéines (%)	0,43±0,06 ^a	0,31±0,06 ^b	0,29±0,04 ^b	0,27±0,06 ^b
Taux des cendres(%)	1,90±0,08 ^a	1,73±0,09 ^a	1,66±0,08 ^a	1,20±0,42 ^b
Minéraux (mg/100g)				
Na	231,7	370,1	353,9	651,8
K	471,4	424,1	414,1	17,37
Mg	43,6	107,7	120,4	18,7
Ca	182,5	168,7	163,7	97,7
Cu	0,25	0,74	0,76	1,02
PPT (g eqAG/100g)	1,37 ± 0,08 ^c	2,68±0,19 ^b	3,13±0,31 ^a	0,42±0,19 ^d
FL (geqQ/100g)	0,05±0,01 ^a	0,66±0,06 ^b	1,46±0,19 ^c	2,11±1,40 ^d
PR (geqBHT/100g)	1,13±0,05 ^c	1,88±0,03 ^b	2,92±0,07 ^a	0,79±0,05 ^d

PDE : poudre de dattes entière, **PDDP1** : Poudre de dattes partiellement dé-sucrée 1 ; **PDDP2** : Poudre partiellement dé-sucrée 2 ; **PDDT** : Poudre dé-sucrée totalement. Toutes les valeurs indiquées sont des moyennes de trois déterminations. Différentes lettres (a et b) indique la présence d'une différence ($P < 0,05$).

V-3-1 Teneur en eau

Généralement, afin de garantir une meilleure conservation des poudres alimentaires, il est préconisé d'avoir une faible teneur en eau. Les résultats trouvés, pour les quatre poudres de dattes, sont compris entre 5 et 10%. Ces valeurs sont conformes à celles trouvées pour d'autres types de poudres alimentaires : poudre de lait (4,6%), thé (6,6%) et farine (12,6%) (Teunou et al., 1999), œufs (6,6) et sucre (12,6) (Melcion et Ilari, 2003).

La forte capacité de rétention d'eau des coupeaux de dattes, au cours du dé-sucrage, rend le processus de séchage lent et délicat. Le **Tableau V-4** résume les durées de séchage des coupeaux de dattes.

Tableau V-7 : Durée de séchage des coupeaux de dattes.

poudres	Temps de séchage (h)
PDE	72
PDDP1	120
PDDP2	48
PDDT	6

Il convient de rappeler que dans le cas de la PDDT, les coupeaux de dattes sont soumis à un essorage ce qui justifie la courte durée de séchage.

Il est à noter que l'état des coupeaux de dattes, en particulier dans le cas de PDDP1, à la fin de séchage est caoutchouteux. Ceci est lié au phénomène de transition vitreuse (voir partie V-4-7).

V-3-2 °Brix

Selon le degré de dé-sucrage, il y'a une différence significative entre les °Brix des poudres de dattes obtenues : PDE (75,83%), PDDP1 (64,16%), PDDP2 (29,16%) et PDDT (5%).

Les matières solubles (75,83%) de la poudre de dattes entière (PDE) sont constituées principalement du saccharose, glucose et fructose comme a été rapporté par **Baliga et al. (2011) et Noui. (2007)** pour le fruit entier. La datte, à notre connaissance, est le fruit le plus sucré qui puisse exister. En effet, la plupart des fruits présentent des teneurs inférieures à 30% : 6-10 % pour quelques cultivars de fraises (**Voca et al., 2008 ; Mosquera et al., 2011**), 22.7-27.2% pour les figues (**Polat et Caliskan, 2008**), 8% pour la mangue (**Jha et al., 2006**) et 18 % pour les bananes (**Carreño et al., 2003**).

V-3-3 pH

Le dé-sucrage réalisé avec une eau acidifiée, au jus de citron, a induit des variations significatives dans les pH des poudres de dattes produites: 5,25 (PDE), 4,64 (PDDP1), 3,51 (PDDP2) et 3,48 (PDDT). Cet abaissement du pH est à l'origine des composés acides apportés par la solution d'immersion et qui sont, en plus, concentrés sous l'effet du séchage.

Le pH de PDE est légèrement acide, et est comparable à celui trouvé par **Chibane et al. (2007)** pour la datte fraîche de la même variété (5,75). Selon **Besbes et al. (2009)**, le pH des variétés tunisiennes *Allig*, *DegletNour* et *Kentichise* situe entre 5,63 et 5,79.

Les poudres dé-sucrées présentent des pH proches de ceux donnés pour plusieurs fruits en particulier le Citron (3,9) selon **Lario et al.(2004)** et la fraise(3,71) selon **Mosquera et al.(2011)**.

V 3-4 Acidité titrable

L'acidité titrable des poudres de dattes obtenues varient entre 0,83 et 2,83 % (**tableau-4**).Corrélation négative ($R^2 = 0,88$) entre le °Brix et l'acidité titrable est à mentionner (**Annexe I**).

Pour assurer un goût agréable à la poudre de dattes dé-sucrée, il est judicieux de prendre en considération, au cours du processus de dé-sucrage, le rapport sucre/acide. Ce dernier étant un paramètre important dans l'évaluation de la qualité des fruits (**Voca et al., 2008**).

V-3-5 Matière grasse

La teneur en matière grasse des quatre poudres analysées est faible, elle oscille entre 0,1 et 0,7%. Elle est proportionnelle au degré de dé-sucrage. La PDE présente la plus faible teneur, la PDDT, quant à elle, présente une teneur sept fois plus supérieure à celle de la première poudre.

Il est évident que les dattes ne constituent pas une source intéressante en matière grasse. Elles renferment, en général, pour les variétés du monde arabe, des teneurs qui s'étendent entre 0,1 et 1,4% (**El Arem et al., 2011 ; Baligaet al., 2011**).

V-3-6 Teneur en protéines solubles

Les teneurs en protéines solubles des poudres de dattes analysées sont comprises entre 0,27 et 0,43 %, la PDE étant celle qui présente la valeur la plus élevée. Les poudres allégées ne présentent pas une différence significative pour cet indice. Ainsi, le dé-sucrage (lessivage) induit, par entrainement dans la solution d'extraction, un appauvrissement des poudres de dattes en en protéines solubles.

V-3-7 Taux de cendres et éléments minéraux

Comme le montre le **Tableau V-6**, le taux de cendres des poudres de dattes analysées oscille entre 1,2 et 1,9%. A l'exception de la PDDT qui présente la plus faible teneur (1,2%), due essentiellement à l'essorage appliqué, il n'y a pas de différence significative entre les autres poudres de dattes.

Le taux de cendres de PDE est en accord avec ceux donnés par **Chibane et al. (2007)** pour la même variété (2%) et **Besbes et al. (2009)** pour les variétés *Allig* (1,98%) et *Kentichi* (1,2 %).

La quantification des éléments minéraux dans les poudres de dattes produites a révélé la prédominance du potassium dans la PDE, PDDP1 et PDDP2 et le sodium dans la PDDT.

Il est à noter que l'extraction des sucres par la solution de jus de citron est suivi par un enrichissement des poudres de dattes en sodium (231,7 à 651,81mg/100g), cuivre (0,25 à 1,02

mg/100g) et potassium (43,6 à 120,4mg/100g) sauf la PDDT (18,7mg/100g). Ces diminutions restent légères en potassium et calcium dans le cas de la PDE, PDDP1 et PDDP2, mais remarquable dans la PDDT ce qui confirme la teneur faible en cendres dans cette dernière.

Tableau V-8 : Eléments minéraux de quelques variétés de dattes.

Eléments minéraux	Teneurs (mg/100g)	Variété de dattes	Référence
Na	231,7 34 30 1-261 54,7 478,2	<i>Mech-Degla</i> Même variété Même variété Pays arabe <i>Khalas</i> <i>Barhee</i>	Présente étude Chibane,2008 Boutaida,2004 Balliga et al., 2010 Ismail et al.,2008
Ca	182,5 231 48,2-56,2 5-206	Même variété Même variété Emmaratienne Pays arabe	Présente étude Chibane, 2008 Al Hooti et al., 1997 Balliga et al., 2011
K	471,4 603-724 402,8-652,1 678 345-1287 289,1 478,2	<i>Mech-Degla</i> OmanienneEmmaratienne Même variété Pays arabe <i>Khalas</i> <i>Barhee</i>	Présente étude Al Farsi et al., 2005a Al Hooti et al., 1997 Chibane, 2008 Balliga et al., 2011 Ismail et al.,2008
Mg	43,6 31-150 58,4 62,5	<i>MechDegla</i> Pays arabe <i>Khalas</i> <i>Barhee</i>	Présente étude Balliga et al., 2011 Ismail et al., 2008
Cu	0,25 0,01-0,8	<i>Mech-Degla</i> Pays arabe	Présente étude Balliga et al., 2011

V-3-8 Composés antioxydants

La teneur en composés antioxydants, polyphénols totaux (PPT) et flavonoïdes (FL), des poudres de dattes analysées sont récapitulées dans l'histogramme de la **Figure V-6**.

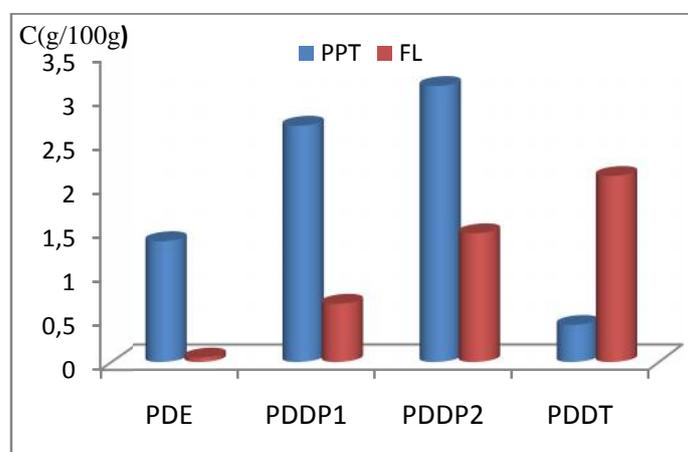


Figure V-6: Composés antioxydants des poudres de dattes obtenues.

La datte est riche en composés phénoliques, caroténoïdes, anthocyanines et flavonoïdes, qui contribuent considérablement aux propriétés organoleptiques et nutritionnelles de ce fruit (**Baliga et al., 2011**).

La **Figure V-6** montre, à l'exception des polyphénols dans le cas de PDDT, qu'il existe une corrélation positive entre les teneurs en composés antioxydants et le degré de désucrage. Ce dernier induit une perte considérable en composés solubles (sucres) d'une part, et une concentration des composés bioactifs d'autre part. En ce qui concerne la PDDT, l'essorage a réduit, comparativement à la PDE, de sept fois la teneur en polyphénols. Ce résultat nous amène à conclure que les polyphénols de ce fruit sont hydrosolubles mais leur diffusion est lente comparés aux sucres. Par contre, les flavonoïdes s'avèrent moins hydrosoluble ce qui explique leurs concentrations sous l'effet de l'essorage.

La teneur en polyphénols de la PDE est légèrement inférieure à celle donnée par **Djouab. (2007)** pour la même variété fraîche (1,97%), mais nettement supérieure à celles trouvées par **Mansouri et al. (2005)**, **Besbes et al. (2009)** et **Biglari et al. (2008)** respectivement pour les variétés algériennes (*Tazizaout, Ougherouss, Akerbouche, Tazerzait, Tafiziouine, Deglet-Nour et Tantbouchte*), tunisiennes (*Allig, Kentichi et DegletNours*) et iraniennes (*kharak*). Mais reste en accord avec ceux trouvés par **Khalil et al. (2002)** qui cite des valeurs oscillant entre 1,8 et 2,35% de polyphénols totaux pour la variété Siwi et Amhat. L'augmentation significative en polyphénols de la PDE, comparativement à la datte fraîche, peut trouver son origine dans la dégradation des tannins et la maturation des enzymes de dégradation au cours de séchage (**Baliga et al., 2011**). La teneur en flavonoïdes, cas de PDE, est légèrement inférieure celle apportée par **Chibane (2008)** pour la variété *Mech-Degla* et qui est de 0,069%. **Biglari et al. (2008)**, quant à eux, ont trouvé des teneurs oscillant entre 0,016 et 0,047% pour quelques variétés iraniennes (*Jiroft, Bam Kabkab, Honey, Sahroon, Piarom, Zahediet Kharak*).

V.3.9 Pouvoir réducteur

L'analyse du pouvoir réducteur consiste en la mesure de l'augmentation de l'absorbance des ions ferrique (Fe^{+3}) formés par l'oxydation des ions ferreux (Fe^{+2}).

Comme le montre le **Tableau V-6**, la différence entre les pouvoirs réducteurs des quatre poudres de dattes est significative, la PDDP2 étant celle qui présente la valeur la plus élevée (2,92g/100g (BHT)). Aussi, il est aisé de constater que cet indice est proportionnel à la quantité de polyphénols présente.

V-4 Caractérisation physique des poudres de dattes

Les propriétés physiques et thermiques des poudres de dattes obtenues à différents degrés de dé-sucrages ont données respectivement dans les **Tableaux V-9 et V-10**.

Tableau V-9 : Caractéristiques physiques des poudres de dattes.

Poudres	$\rho_b(\text{kg/m}^3)$	Hygroscopicité (%)	Angle de repos ($^\circ$)
PDE	617,57±8,82 ^b	10,40±1,67	27,47±2,14 ^a
PDDP1	737,62±13,47 ^a	18,83±1,10	23,8±1,54 ^a
PDDP2	724,43±10,08 ^a	10,67±0,51	28,96±4,34 ^a
PDDT	623,71±30,65 ^b	10,46±0,37	28,10±0,8 ^a

V-4-1 Masse volumique

La masse volumique des poudres alimentaires dépend de nombreux facteurs, essentiellement : l'état de surface, la taille, la forme, l'arrangement et la distribution des particules (**Melcion et Ilari, 2003**).

La PDE et la PDDT présentent les plus faibles masses volumiques avec absence de différence significative ($p > 0,5$). La structure poreuse de la première (voir MEB en **Figure V-9**) justifie le résultat trouvé. La seconde, quant à elle, est appauvrie en sucres (glucose, fructose et saccharose...) et devient plus riche en matières fibreuse connues pour leur faible densité.

Les résultats montrent une corrélation positive entre la masse volumique et le degré de dé-sucrage, ce qui peut être attribué aux dimensions réduites des particules des poudres allégées en sucres (**Sablani et al.,2008**). La masse volumique de quelques poudres alimentaires : lait en poudre (593 kg/m³), thé (913 kg/m³) et farine (695 kg/m³)(**Teunou et al.,1999**) .

V-4-2 Angle de repos

L'angle de repos est l'un des paramètres qui sert à évaluer l'aptitude à l'écoulement des poudres au cours des processus technologiques(**Melcion et Ilari, 2003 ;Zhang et al., 2009 ; Gallo et al., 2011**).Selon **Gallo et al.(2011)**, en fonction de l'angle de repos (α), l'écoulement des poudres est :

- excellent ($25^\circ < \alpha < 30^\circ$) ;
- bon ($31^\circ < \alpha < 35^\circ$) ;

- moyen (36° – 40°) ;
- mauvais ($> 41^\circ$).

Wang et al. (2006) et Zang et al. (2009), quant à eux, suggèrent pour garantir un meilleur écoulement d'une poudre alimentaire d'avoir un angle de repos inférieur à 40° .

L'angle de repos des poudres de dattes analysées oscille entre $23,8^\circ$ et $28,9^\circ$ (**Tableau V-9**) sans observer de différence significative entre les valeurs trouvées. Comme 30° , l'écoulement de ces poudres est donc excellent et cela malgré les teneurs élevées en sucre (cas de PDE, PDDP1 et PDDP2). **Teunou et al. (1999)** ont trouvé des angles de repos de l'ordre de 45° et 52° pour le lait en poudre et la farine respectivement.

V-4-3 Hygroscopicité

La structure amorphe et la présence de quantités élevées en sucres à faible poids moléculaire, rendent la poudre de dattes plus hygroscopique (**Sablani et al., 2008**). Selon ce dernier, il est possible de réduire l'hygroscopicité des poudres de dattes en y incorporant des malto-dextrines (**DE6**).

L'hygroscopicité des poudres obtenues varie entre 10,4 % et 18,83% (**Tableau V-9**). La PDE présente, même si sa teneur en sucre est la plus élevée, la plus faible hygroscopicité. La présence de polysaccharides non hydrolysés et une structure cellulaire plus préservée, en comparaison avec les autres poudres (PDDP1, PDDP2 et PDDT), peuvent justifier ce résultat. En ce qui concerne les autres poudres, les résultats nous paraissent logiques, c'est-à-dire que l'hygroscopicité est d'autant plus réduite quand le taux d'élimination des sucres est important.

V-4-4 Granulométrie

Les mesures granulométriques, donnant des courbes de distribution des tailles des particules, des poudres sont primordiales dans l'explication de leurs comportements (**Melcion et Ilari, 2003**). Selon ces mêmes auteurs, la taille des particules influe considérablement sur les propriétés de la poudre :

- Une taille élevée favorise l'augmentation de : la vitesse limite de chute, la force d'adhésion entre deux particules, l'écoulement et la mouillabilité des poudres.
- Une diminution de la taille, quant à elle, augmente : la surface spécifique, l'homogénéité et la porosité de la poudre.

Les caractéristiques des particules et la surface spécifique des poudres de dattes déterminées par l'analyse granulométrique à diffraction laser sont illustrées dans le **Tableau V-10**. La **Figure V-16** illustre la distribution des particules en fonction de leurs diamètres.

Tableau V-10 : Caractéristiques des particules des poudres de dattes obtenues.

Poudres	D(0,1) μm	D(0,5) μm	D(0,9) μm	Span	Surface spécifique (m^2/g)
PDE	30,37	182,51	374,91	1,89	0,09
PDDP1	27,69	168,46	371,65	2,04	0,09
PDDP2	36,15	292,23	533,03	1,70	0,07
PDDT	64,44	247,33	478,68	1,68	0,05

PDE : poudre de datte entière, **PDDP1** : Poudre de datte partiellement dé-sucrée 1 ; **PDDP2** : Poudre partiellement dé-sucrée 2 ; **PDDT** : Poudre désucrée totalement :Span= polydispersité.

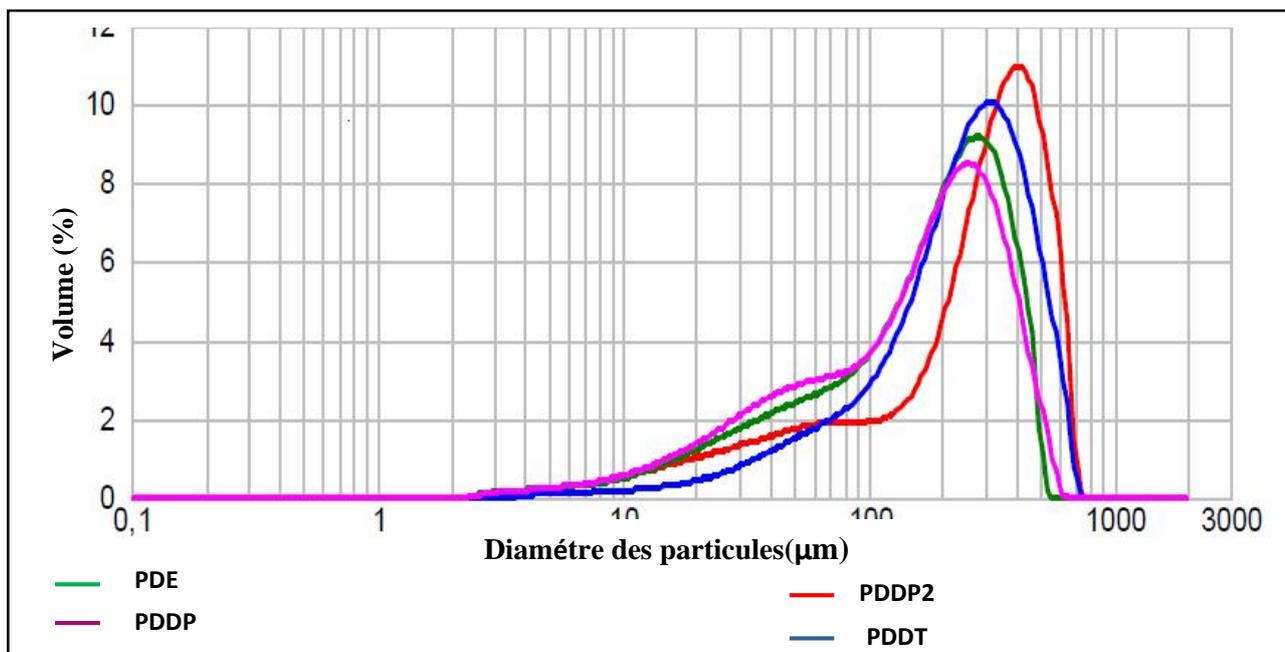


Figure V-7: Distribution des particules en fonction de diamètre.

La dimension des particules de la PDE est comparable à celle évoquée par **Adiba et al. (2010)** pour la poudre de dattes de la même variété *Mech-Degla* ($182,50\mu\text{m}$). Les diamètres moyens quelques poudres alimentaire: farine ($73\mu\text{m}$), lait en poudre ($197\mu\text{m}$) et thé ($25\mu\text{m}$) **Teunou et al. (1999)**.

Selon **Zhang et al. (2009)**, un span faible indique une étroite distribution des diamètres des particules et la poudre est ainsi plus uniforme. La PDDT présente la plus faible valeur de span (1,6) ; cela est probablement dû, suite à l'importante élimination des sucres, à

la facilité du broyage comparativement aux autres poudres. Sur le plan pratique, nous avons constaté que les poudres obtenues avec un broyage délicat présentent une valeur de span plus élevée.

V 4-5 Morphologie par MEB

L'analyse de la microstructure des particules des poudres de dattes de la variété *Mech-Degla* à différents degrés de dé-sucrage, est représentée sur un plan tridimensionnel au moyen d'un microscope à balayage électronique (MEB). L'aspect de la surface des particules de PDE, PDDP1 et PDDP2 sont illustrées respectivement dans les **Figures V-8, V-9 et V-10**

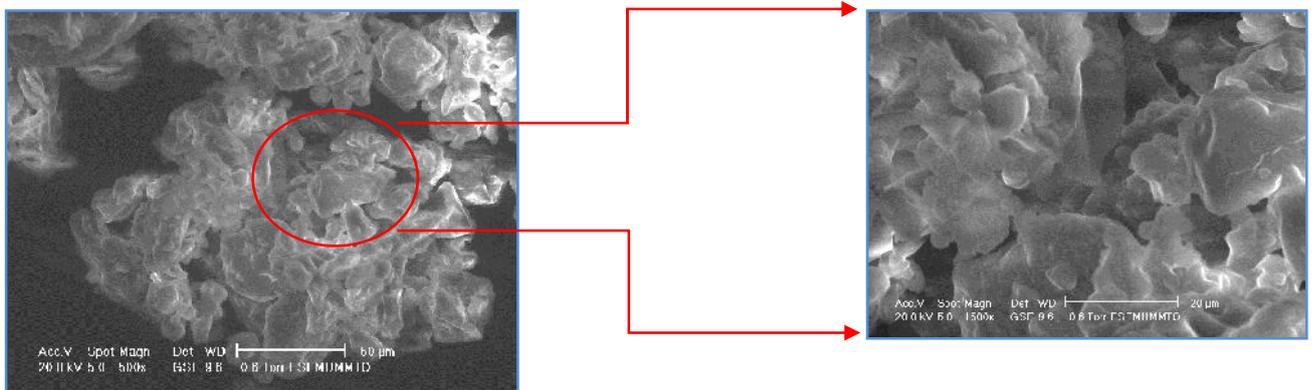


Figure V-8 : Microscopie électronique à balayage de PDE.

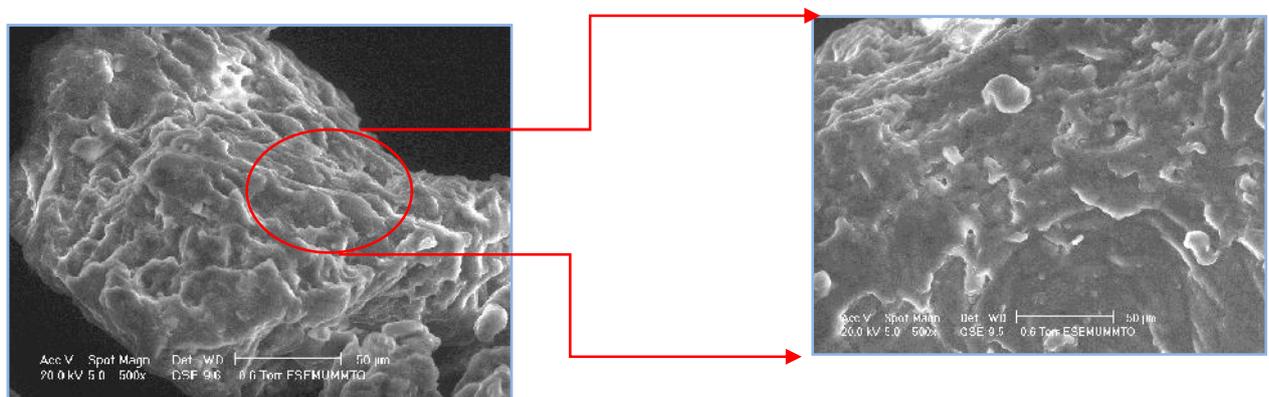


Figure V-9 : Microscopie électronique à balayage de PDDP1.

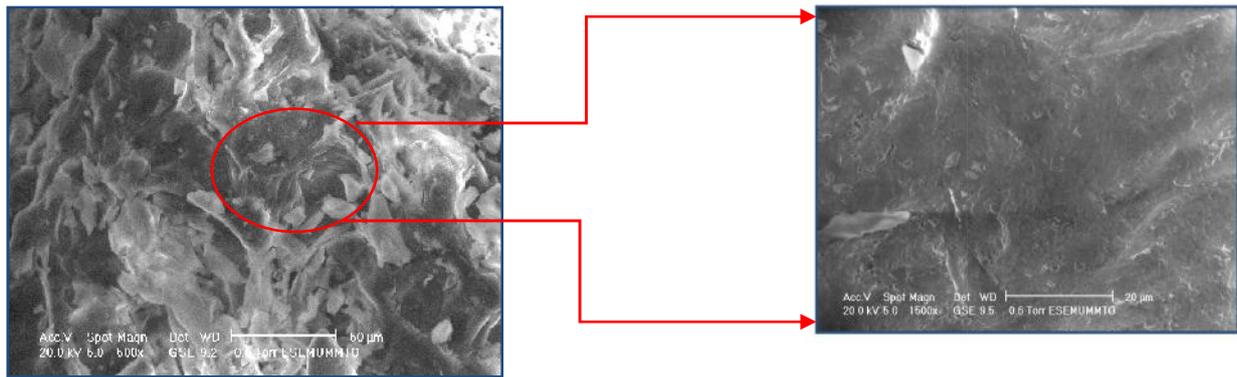


Figure V-10 : Microscopie électronique à balayage de PDDP2.

L'ensemble des poudres de dattes analysées présentent des structures amorphes (absence de cristaux). Comme le montre la **Figure V-8**, la PDE présente des particules plus dispersées avec une surface de structure irrégulière renfermant des pores. La surface de ces particules montre un aspect qui se rapproche de celui d'une rose de sable. Tandis que pour les autres poudres (**Figures V-9 et V-10**), la surface est plus uniforme, plus compacte et pratiquement dépourvue de pores. La rugosité et l'hétérogénéité des particules sont occasionnées par le broyage des coupeaux de dattes séchées.

Concernant la PDE, les coupeaux de dattes sont soumis à un séchage direct permettant ainsi une élimination de l'eau sous forme de vapeur tout en sauvegardant l'organisation cellulaire. C'est ce qui permet de les rendre plus poreux. Par contre, les coupeaux soumis à un dé-sucrage préalable subissent des changements plus complexes ; il devient en conséquence délicat de prévoir l'état de la surface après transformation en poudre.

V-4-6 Capacité de rétention d'eau (CRE)

La capacité de rétention d'eau est une propriété importante de point de vue technologique pour les poudres alimentaires. Autrement dit, elle renseigne sur l'aptitude d'une poudre à retenir l'eau une fois soumise à une force externe de centrifugation ou de compression. Elle comprend la somme de : l'eau liée et l'eau emprisonnée physiquement (**Vázquez-Ovando et al., 2009**). Cette propriété est liée à la composition chimique et à la structure physique des polysaccharides.

La cinétique de rétention d'eau de PDE et PDDT à différentes températures (35,45 et 55°C) sont présentées respectivement dans les **Figures V-11 et V-12**.

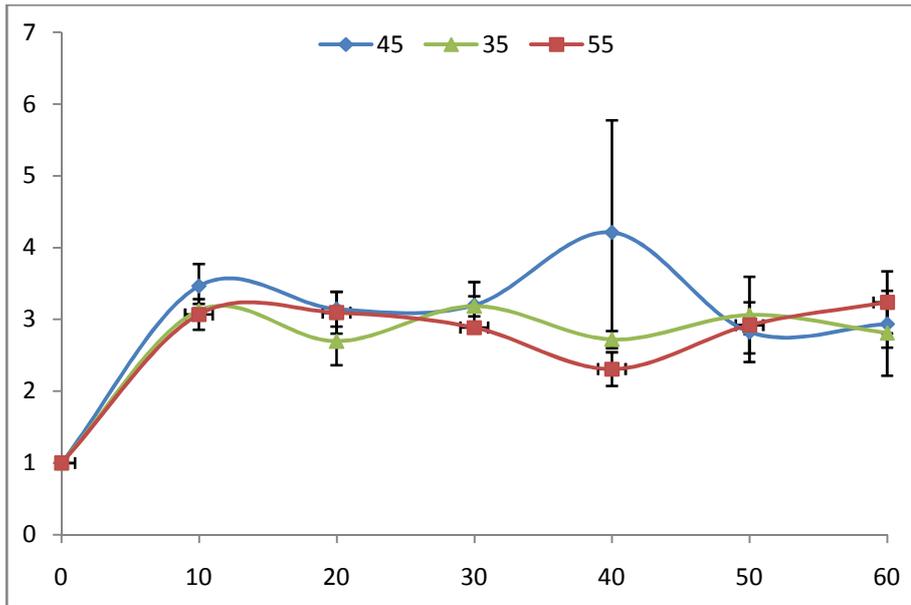


Figure V-11 : Cinétique de CRE de la poudre de datte entière à trois températures différentes (30,40 et 50°C).

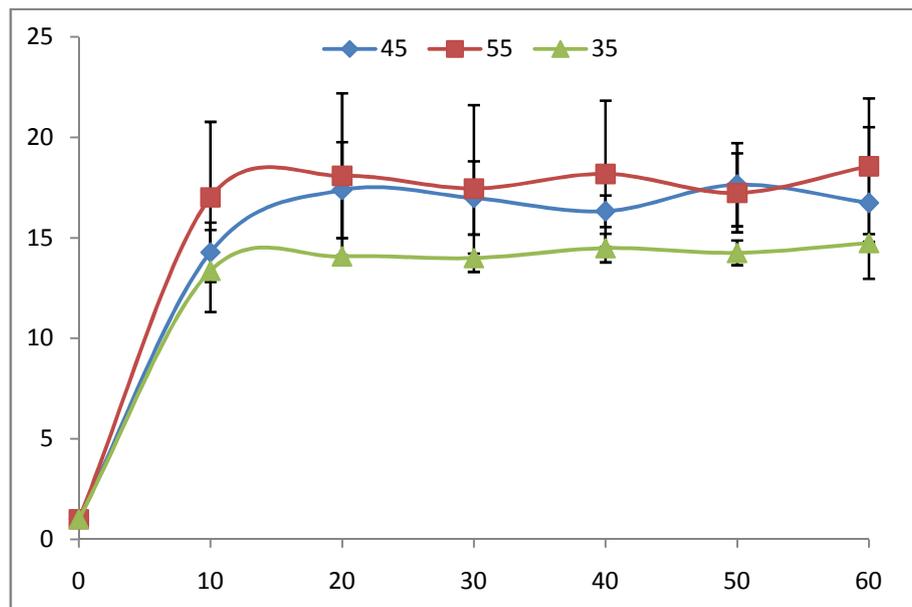


Figure V-12 : Cinétique de CRE la poudre de datte dé-sucrée totalement à trois températures différentes (30,40 et 50°C).

Au vu des Figures V-11et V-12, il est possible de tirer les points suivants :

- La capacité de rétention d'eau de la PDDT est de cinq fois supérieure à celle de la PDE. la faible CRE de cette dernière est due aux pertes en matières soluble (sucre) qui

accompagne l'absorption d'eau. Nous rappelons que la PDE renferme dans sa composition environ 76 % de matières solubles contre seulement 5% dans le cas de PDDT. Notre résultat est en accord avec celui de **Viuda-Martos et al. (2011)** qui ont supposé que l'augmentation de CRE au cours du lavage de la grenadine entière est due à la disparition (élimination) des sucres ;

- Pour les deux poudres, il est aisé de constater que la majeure partie d'eau est absorbée au bout des 10 premières minutes ;
- L'augmentation de la température à un effet favorable sur la CRE., et cet effet est plus prononcée dans le cas de la PDDT.

Zhang et al, (2009) ont démontré que l'augmentation des dimensions des particules, cas de poudre du fruit de *Koehne (Chaenomelessinensis)*, améliore la CRE. Dans la présente étude, les diamètres moyen des particules de PDE et PDDT sont respectivement de : 182,50 μ m et 247,32 μ m.

Les fibres diététiques solubles (pectine et gomme) possèdent une CRE importante comparant aux fibres cellulosiques **Elleuche et al.(2008)**.

La CRE de la PDDT est proche de celle des fibres de dattes trouvées par **Elleuche et al.(2008)** pour les variétés *Deglet-Nour* (15,45g/g) et *Allig* (15,90g/g), mais supérieure à celle de la cellulose commerciale (12,4g/g) (**Hassen et al . ,2011**).

Elleuch et al., (2008) et **Sanchez-Zapata (2011)** recommandent l'utilisation des concentrés de fibres de dattes, dotées d'une CRE élevée, comme ingrédient fonctionnel dans de nombreuses formulations alimentaires, un stabilisateur des produits à haute teneur en matière grasse, modifié la texture et la viscosité des produits formulés et en particulier afin d'éviter le phénomène de synérèse. Vu sa CRE élevée, la PDDT peut aussi jouer ce rôle.

V -4-7 Température de la transition thermique (Tg) par DSC/ATG

La température de transition vitreuse est une propriété caractéristique des produits amorphes qui passent de l'état vitreux à l'état caoutchouteux (**Bhandari et Howes, 1999**). Cette transition induit une modification des propriétés physiques, mécaniques, électriques et thermiques du matériau (**Rahman et al., 1999**).

La Figure V-13 présente les thermogramme DSC des poudres de dattes analysées : le flux thermique (mW/mg) en fonction de la température (°C).

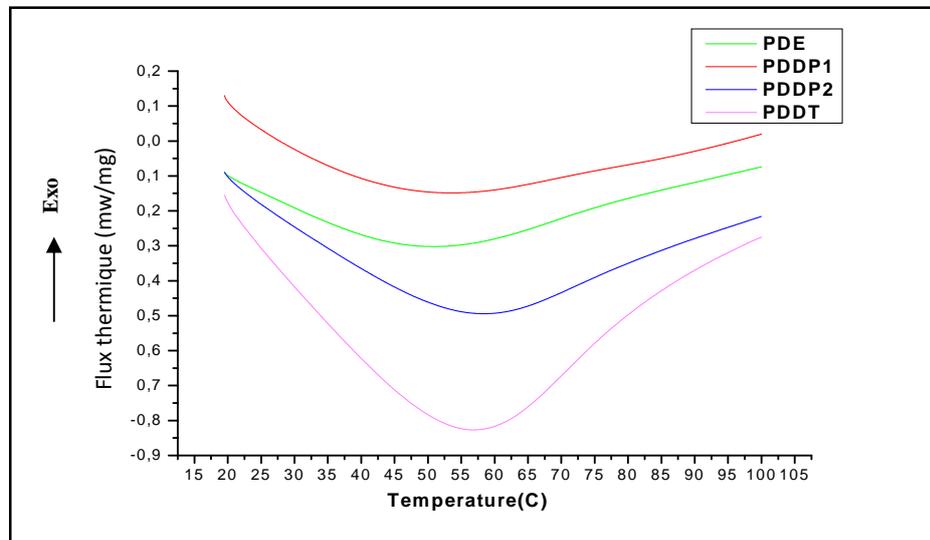


Figure V-13 : Thermogramme DSC des poudres de dattes obtenues.

La température de transition vitreuse (T_g) des poudres de dattes analysées oscille entre 50,7 et 58,6°C (**Figure V-14 et Tableau V-11**) avec des pertes en masse variant de 2,61 et 7,61% (**Tableau-11 et Annexe IV**). La T_g est proportionnelle à la perte de masse enregistrée et inversement proportionnelle aux °Brix comme indiqué sur le **Tableau V-11**. L'eau et les sucres jouent le rôle d'un agents plastifiant, ce qui prédite le comportement de la poudre de l'état vitreux à l'état caoutchouteux (**Sablani et al.,2008**).

Tableau V-11 : Comparaison entre les résultats de la DSC (perte de masse et température de la transition vitreuse), la teneur en eau et °Brix des poudres de dattes obtenues.

Poudres	Humidité (%)	Perte de masse (%)	T_g (°C)	°Brix
PDE	5,25	3,43	50,7	75,83
PDDP1	5,03	2,61	53,7	64,16
PDDP2	9,77	6,33	58,6	29,16
PDDT	9,62	7,61	57,4	5,00

Il est à signalé que la T_g de glucose, fructose et saccharose sont comprises entre 5 - 62°C. (**Bhandari et Howes, 1999 ; Boonyai et al., 2004 ; Djantou et al., 2011**).

Le mottage des poudres est observé lorsque la température de la production ou de conditionnement de la poudre devient supérieure à la T_g (Sablani et al., 2008).

Les études de Rahman et al. (2004), montrent une T_g de 63,8 et 57,4°C pour les variétés de dattes *Khalas* et *Barni* respectivement. Leon-Martinez et al. (2010) ont prouvés une relation négative entre la T_g et hygroscopicité des poudres.

V-5 Caractérisations physicochimique des feuilles d'olivier des deux variétés et leurs extrait aqueux lyophilisé

La Figure V-14 illustre les photographies des extraits aqueux lyophilisés des feuilles d'oliviers de deux variétés *Chetoui* et *Oléastre* (PEFOC et PEFOO). L'ensemble des caractéristiques physicochimiques des poudres et des extraits aqueux lyophilisés de ces feuilles sont présentées dans le Tableau V-12.

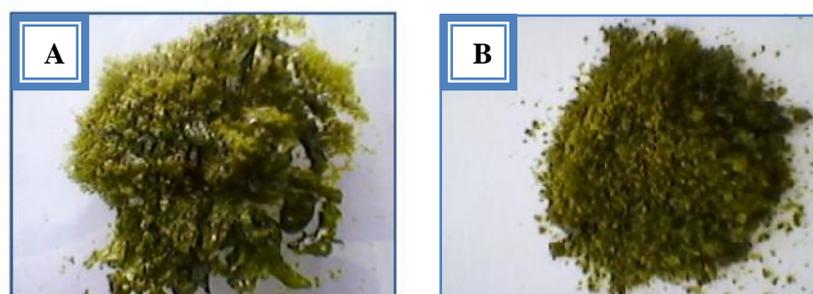


Figure V-14 : Photographie de l'extrait aqueux lyophilisé de la PFOC (A) et PFOO (B).

Tableau V-12: Caractéristiques physicochimiques des poudres et des extraits aqueux lyophilisés des feuilles d'olivier des variétés *Chetoui* et *Oléastre*.

paramètres	PFOC	PFOO	EPFOC	EPFOO
Teneur en eau (g/100g)	4,47±0,53	4,84±0,45	0,91±0,02	0,61±0,03
Taux des cendres (g/100g)	6,22±0,17	7,28±0,27	6,8±0,71	9,6±0,80
pH	5,67±0,005	5,64±0,01	5,62±0,005	5,65±0,005
Acidité titrable (g/100g d'AA)	2,17±0,29	2,67±0,29	10,83±0,44	11,67±1,44
Matière grasse (g/100g)	5,02±0,28	3,42±0,21	-	-
Minéraux (mg/100g)				
Na	266,8	378,2	182,8	121,09
K	629,7	478,7	652,9	448,04
Ca	945	1080	308,2	227,5
Mg	121,6	102	80,9	133,5
Cu	3,89	5,14	2,38	2,95
Zn	-	-	4,46	2,61
Composés bioactifs (/100g)				
PPT (geq d'AG)	4,65±0,13	3,49±0,03	15,40±0,36	14,10±0,35
FL (geq de Qu)	4,51±0,10	3,27±0,06	13,84±0,45	10,77±0,52
oleuropeine (g)	9,76	-	-	-
oleuropeine (g) (extraction aqueuse)	5,68	-	28,67±1,03	27,36±0,92

PPT : Polyphénols, **FL** : Flavonoïdes. Toutes les valeurs indiquées sont des moyennes de trois déterminations(\pm). Moyennes avec différentes lettres (a et b) sont sensiblement différentes ($P < 0,05$).

V-5-1 Teneur en eau

Les teneurs en eau des poudres analysées sont faibles, en particulier dans le cas de celles obtenues par lyophilisation (<1%). Ces dernières nécessitent, en raison de leurs grandes hygroscopicités, une conservation à l'abri de l'humidité. Dans le cas contraire, elles deviennent des masses dures et très collantes. Selon **Génin et René(1995)**, la lyophilisation permet de réduire la teneur en eau jusqu'à 0,5%. **Boudhrioua et al.(2008)** ont arrivé à des humidités inférieures à 1,2% dans le cas de séchage des feuilles d'olivier par IR.

La durée de l'obtention de l'extrait aqueux sous forme de poudre par lyophilisation est de 7 jours.

V-5-2 Taux des cendres et éléments minéraux

Les poudres analysées révèlent des taux de cendres importants oscillant entre 6,22%-9,60%. Donc, elles constituent des sources intéressantes en éléments minéraux et en particulier en : K, Ca, Na et Mg. **Boudhrioua et al. (2009)** ont évoqué des teneurs variant entre 2,86 et 4,45% (MF) pour les variétés tunisiennes : *Chemlali*, *Chetoui*, *Chemchali* et *Zarrazi*.

V-5-3 pH et Acidité

Les poudres analysées présentent des pH, pratiquement identiques, légèrement acides (5,6). Par contre leurs acidités sont très différentes. Les extraits lyophilisés (EPFOC et EPFOO) présentent des acidités cinq fois supérieures à celles trouvées pour les poudres PFOC et PFOO. L'acidité élevée des extraits lyophilisés rend leurs ingestions directes désagréables ce qui, à cet effet, nécessite leurs incorporation dans une matrice sucrée, poudre de dattes, afin d'avoir un rapport acide/sucre acceptable, d'une part, et de masquer l'amertume accrue d'autre part.

V-5-4 Matière grasse

Les poudres PFOC et PFOO sont, comparé à l'olive, pauvres en matière grasse (<5%). **Soni et al.(2006)** estiment la teneur des lipides dans l'olive de 20-30%.**Garcia et al.2006** et **Boudhrioua et al.(2009)**évoquent des teneurs de l'ordre de 1,05à 1,30% (MF) sont de *Chemlali* (1,05%), *Chetoui* (1,23%), *Chemchali* (1,16%)et *Zarrazi* (1,30) à l'état fraîche.

V- 5-5-Composés bioactifs

Les feuilles d'olivier, en plus de leurs abondance, renferment des quantités appréciables en composés bioactifs (sécoiridoïdes, flavonoïdes, acides phénoliques...etc.)(**Laguerre et al., 2009**). Elles sont utilisées comme additifs dans l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique (**Lee et al., 2009**).

La PFOC présente une teneur en PPT et FL légèrement inférieure à celle trouvée pour PFOO Par contre, elles sont de quatre fois supérieure dans les extraits aqueux lyophilisés.

Les résultats trouvés sont en accord avec ceux donnés par **Boudhrihoua et al. (2009)** qui citent des valeurs oscillant de 2,32 et 4,05g eqAC/100g pour les variétés : *Chemlali Chetoui*, *Chemchali*, *Zarrazi* séchés à 40°C après blanchiment.

Altiok et al. (2008) et **Lee et al. (2009)** ont trouvé, pour les feuilles d'olivier, des teneurs en PPT respectivement de l'ordre 148mg eqAT /g (80% éthanol) et 9,38 mg eq AT/g (70% éthanol).Le rendement théorique maximal des polyphénols totaux des légumes et plantes médicinales est estimée à 250,2±76,8 mg/100g M.S tel que rapporté par **Hayes et al. (2011)**. Des études récentes suggèrent que les feuilles d'olivier sont une source appréciable en composés phénoliques bioactifs comparativement à l'huile (0,001-0,0053%) (**Caponio et al., 2001 ; Allalout et al., 2009**), et aux olives de (1,8%) (**Lalas et al., 2011**). La teneur en flavonoïdes selon **Lee et al. (2009)** est de 58mg eqNaringin/g.

Les PPT et les flavonoïdes des feuilles d'olivier, connues pour leurs activités biologiques diverses, sont responsable des actions pharmacologiques (**Lee et al., 2009**).

Selon **Boudhrihoua et al. (2009)** le blanchiment, le séchage et la durée du stockage des feuilles d'oliviers favorise l'augmentation des composés bioactifs (polyphénols totaux, flavonoïdes, acide ascorbique...) ce qui rend leurs l'utilisation sous forme de poudre dans la thérapeutique et la cosmétique utile.

V-5-6- Teneur en oleuropeine

V-5-6-1-Etude de l'extraction d'Oleuropeine à partir de la poudre des feuilles d'olivier de la variété *Chetoui*

Dans l'extraction des composés bioactifs des plantes, un choix judicieux du solvant doit permettre des rendements élevés tout en évitant tout effet néfaste lors de l'utilisation des extraits obtenus (**Altiok et al., 2008**).

L'histogramme de la **Figure V-15** récapitule les résultats de l'étude de l'extraction hydro alcoolique de l'oleuropeine à partir de PFOC.

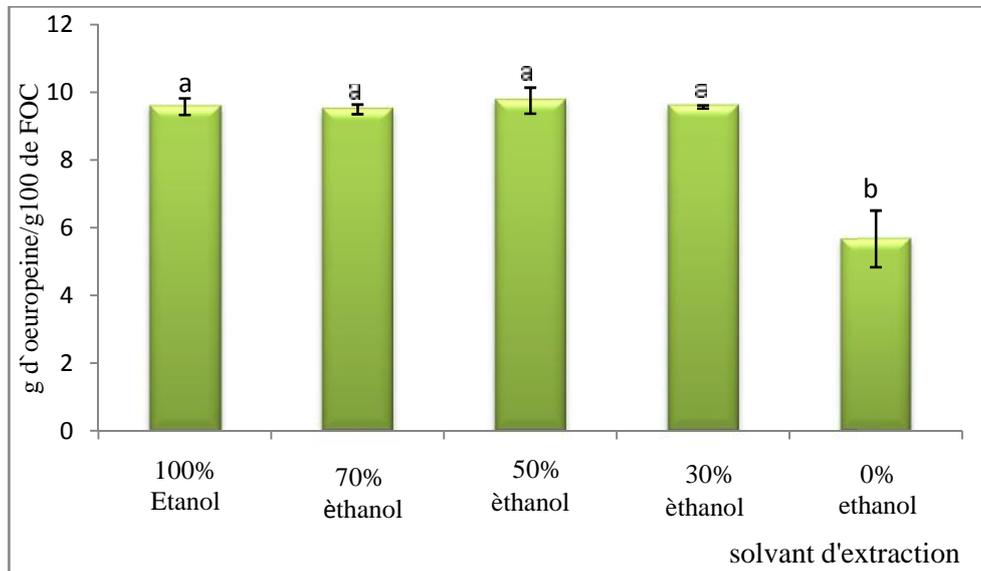


Figure V-15: Etude de l'extraction hydro alcoolique de l'oleuropeine à partir de PFOC.

Tel qu'illustré sur la **Figure V-15**, il n'existe pas de différence significative entre les rendements d'extraction en utilisant les solutions hydro alcooliques 30, 50, 70 et 100% d'éthanol (9,50-9,76%). Ces derniers sont nettement supérieurs à celui obtenu par l'extraction aqueuse (5,68%).

Altiok et al. (2008) et **Lee et al. (2009)** ont trouvé des rendements en oleuropeine négligeable dans le cas l'extraction aqueuse et éthanolique ce qui n'est pas en accord avec les résultats trouvés. Les conditions de séchage, d'extraction et d'analyse (HPLC ou spectrale) peuvent en être les responsable de cette différence. Selon **Shuichi (2004)**, l'oleuropeine est une molécule thermorésistante (135°C) mais très vulnérable à l'oxydation enzymatique. En général, Le meilleur taux d'extraction d'oleuropeine est obtenu par des solutions hydro alcooliques à 70 – 80% d'éthanol. **Savournine et al.(2001)** ont rapporté des teneurs variant entre 9,27% et 13,43% pour 14 variétés de feuilles d'oliviers.

La teneur en oleuropeine de l'EPFOC (28,67%) est de cinq fois supérieur à celle de PFOC (5,60%). **Pereira et al. (2007)** évoquent une teneur de 2,64mg/100g dans un extrait lyophilisé des feuilles d'olivier d'une variété portugaise. Le temps d'extraction court appliquée (30mn) peut être la cause de cette différence.

V-5-8 Morphologie par analyse MEB

La morphologie de PFOC, PFOO, EPFOC et EPFOO obtenues par MEB sont présentées dans la **Figure V-16**.

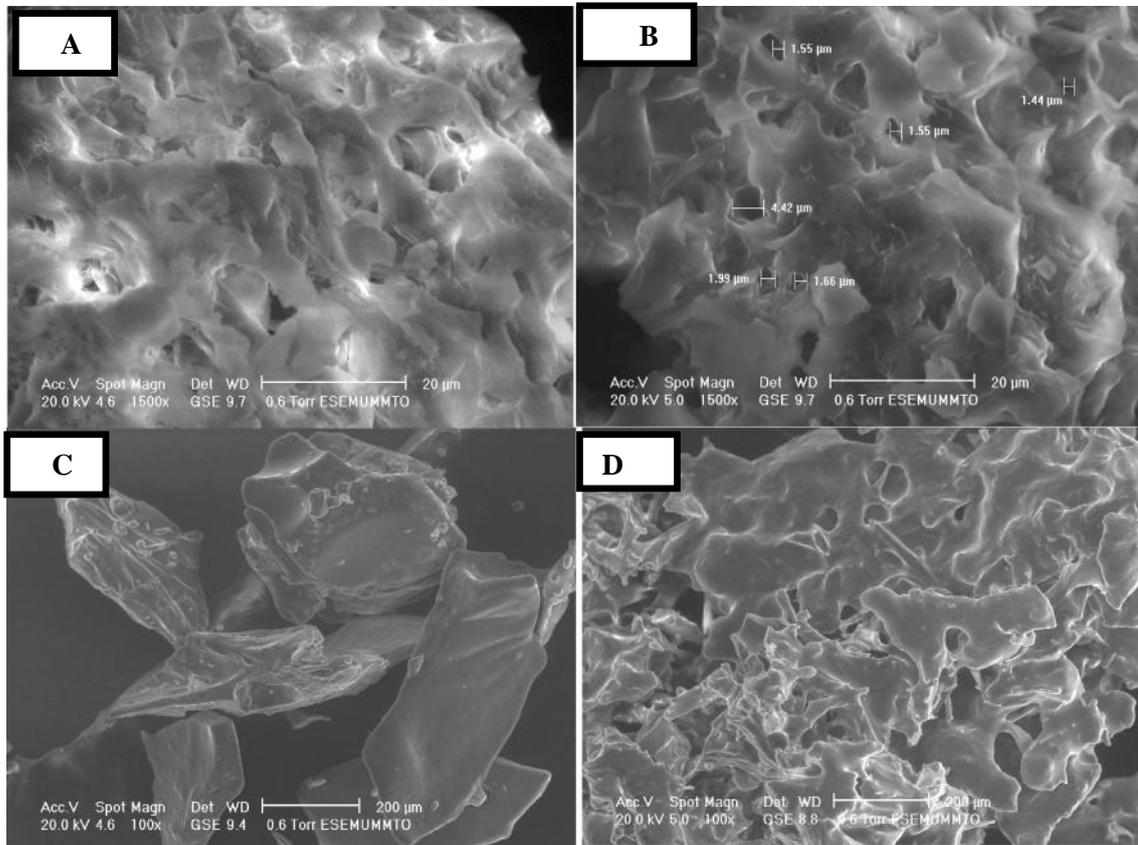


Figure V-16: Microscopie électronique à balayage des poudres de feuilles d'olivier et de leurs extraits lyophilisés respectifs : A : PFOC ; B : PFOO(B) ; C : EPFOC ; D : EPFOO.

Comme le montre la **Figure V-16**, les poudres PFOC et PFOO présentent des surfaces irrégulières avec présence de pores de différents diamètres. La porosité des poudres est considérée comme un indice de réactivité des poudres en solution (**Djantou Njatou, 2006**). En ce qui concerne les extraits lyophilisés (EPFOC et EPFOO), elles montrent des surfaces régulières et pratiquement exemptes de pores, en particulier pour EPFOC, et une forme présentant des extrémités aiguës (anguleuses). Selon **Madene. (2006)**, la lyophilisation favorise la production de particules extrêmement hétérogènes.

La morphologie des poudres joue un rôle important dans l'aptitude à la compression : une poudre constituée de microparticules irrégulières présentant des surfaces rugueuses sont

plus comprimable que celle composées de particules cristallines, de forme ronde et surface lisse (Ndindayino, 2002).

V-6 Caractérisation physiques des comprimés de dattes élaborés

L'élaboration des comprimés à base des poudres dattes sont réalisées à application d'une force de compression de :

-6 N pour CPDE;

- 7 N pour CPDDP, C (PDE/EPFOC) et C (PDE/EPFOC)

Les différents comprimés de dattes obtenus avec ou sans incorporation de la poudre de l'extrait aqueux lyophilisé sont présentés dans la **Figure V-17**.



Figure V-17 : Photographie des comprimés de dattes obtenus avec et sans la poudre de l'extrait aqueux lyophilisé : **A** : CPDE, **B** : CPDE/PEFOC, **C** : CPDDP1 et **D** : CPDDP1/PEFOC.

En ce qui concerne les deux autres poudres (PDDP2 et PDDT), la force de compression maximale appliquée (10N) reste insuffisante (pour élaborer des comprimés). Cela est dû à la faible teneur en sucre qui joue le rôle d'un liant. Alanazi (2010) a utilisé le sirop de dattes, à différentes proportions, comme liant dans la production des comprimés à base de bicarbonate de sodium et de carbonate de calcium. Selon Gil et al. (2008), les dextrines de la canne à sucre sont comprimables à une force de 14 KN.

Des essais préliminaires ont montré qu'il est possible d'élaborer des comprimés à base de PDDP2 et de PDDT en appliquant respectivement des forces de compression importante et qui sont de l'ordre de 150 et 200 KN (réalisées par une pastilleuse manuelle de type HERZOG avec une force de compression varie de 10 à 200KN). La **Figure V-18** montre une photographie de comprimés à base de PDDP2 et PDDT.

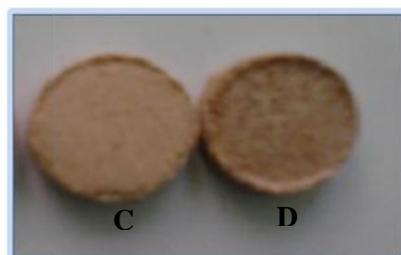


Figure V-18 : Photographie des CPDDP2 et CPDDT.

Les caractéristiques physiques des comprimés élaborés à base de PDE et PDDP1 avec ou sans incorporation de EPFOC sont récapitulées dans le **Tableau V-12**. Nous rappelons que le taux d'incorporation de l'EPFOC est de 3%.

Tableau V- 13: Caractéristiques physiques des comprimés à base de PDE et PDDP1 avec ou sans incorporation de EPFOC

Paramètres	CPDE	CPDDP1	C (PDE/EPFOC)	C (PDDP1/EPFOC)
Poids (g)	0,51±0,03 ^a	0,56±0,03 ^a	0,48±0,04 ^a	0,48±0,03 ^b
Diamètre (mm)	12,13±0,03 ^b	12,13±0,05 ^a	12,20±0,07 ^b	12,20±0,08 ^a
Epaisseur (mm)	3,56±0,07 ^a	3,68±0,06 ^b	3,48±0,19 ^a	3,42±0,18 ^b
Dureté (KP)	10	9	10	8
Friabilité (%)	<1	<1	<1	<1
Délitement (min)	13	15	15	15

CPDE : Comprimés de la poudre de dattes entières, **CPDDP1** : Comprimés de la poudre de dattes dé-sucrée partiellement(1), **C(PDE/EPFOC)** : Comprimés de mélange PDE et poudre d'extrait des feuilles d'oliviers de variété *Chetoui* et **C (PDDP1/EPFOC)** Comprimés de mélange de PDDP1 et poudre d'extrait des feuilles d'oliviers de variété *Chetoui*.

La force de compression est un facteur déterminant des caractéristiques physiques des comprimés: la dureté, le délitement et la friabilité des comprimés obtenus (**Adiba et al., 2011**).

Il est aisé de constater qu'il existe une différence significative entre le diamètre et l'épaisseur des comprimés à base de la poudre de dattes (CPDE et CPDDP1) et celles contenues le principe actif (C (PDE/EPFOC) et C (PDDP1/EPFOC)). Tandis que le poids est similaire à l'exception des C (PDDP1/EPFOC).

Les comprimés de dattes analysés présentent des duretés pratiquement identiques, oscillant entre 8 et 10 KP. En effet, le taux faible d'incorporation de l'EPFOC (3%) n'a pas induit une variation dans la dureté des comprimés élaborés. **Adiba et al. (2011)** ont trouvés des valeurs de l'ordre de 49, 94 KP et 6,97KP respectivement pour les comprimés, obtenue avec une force de compression de 10N, à base de poudre de dattes et de spiruline.

Les degrés de friabilité des comprimés analysés montrent des valeurs inférieures à 1%. Cela est conforme aux normes de la pharmacopée européenne.

Les travaux de **Adiba et al. (2011)** montrent des degrés de friabilité de l'ordre de 0,53% et 1,058% respectivement pour les comprimés à base de poudre de dattes et de spiruline. **Okoye et al. (2009)**, **Alanazi (2010)** et **Rongsriyam et al. (2007)**, quant à eux, ont rapporté, pour quelques comprimés pharmaceutiques, des degrés de friabilité de :0,64-0,95% (paracétamol additionné à la gomme d'anacardier et gélatine), 0,8-1,89% (bicarbonates de sodium et de calcium + 50% de sirops de dattes) et 0,07-0,8% (extrait de *Rhinacanthusnasutus*).

Le temps de désintégration des comprimés élaborés varie entre 13 et 15 mn, donc conforme aux exigences de la pharmacopée européenne qui préconise un seuil maximal de 15 min. Pour les comprimés à base de poudre de dattes et de spiruline pure, **Adiba et al. (2011)** ont trouvé respectivement des valeurs de l'ordre de 4,65mn et >120mn. **Soares et al. (2005)**, quant à eux, donnent des temps de délitement de 6-12mn pour les comprimés de *Maytenusilicifolia*, tandis que **Okoye et al. (2009)** ont communiqué des valeurs comprises entre 0,31 et 11,28mn pour les comprimés de paracétamol additionnés à la gomme d'anacardier et gélatine. **Alanazi (2010)** donnent, pour les comprimés de bicarbonate de sodium et carbonate de calcium en utilisant le sirop de dattes comme agent liant, des temps de désintégration qui oscillent entre 2,85 -5,11mn.

Teste d'acceptabilité général

Les résultats de l'analyse sensorielle sont présentés dans les figures V-19 V-20

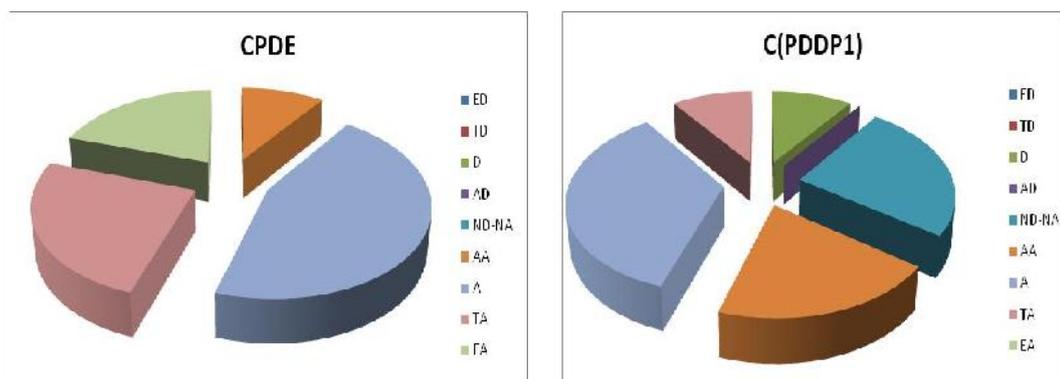


Figure V-19: Résultats de teste sensorielle de CPDE et CPDDP1.

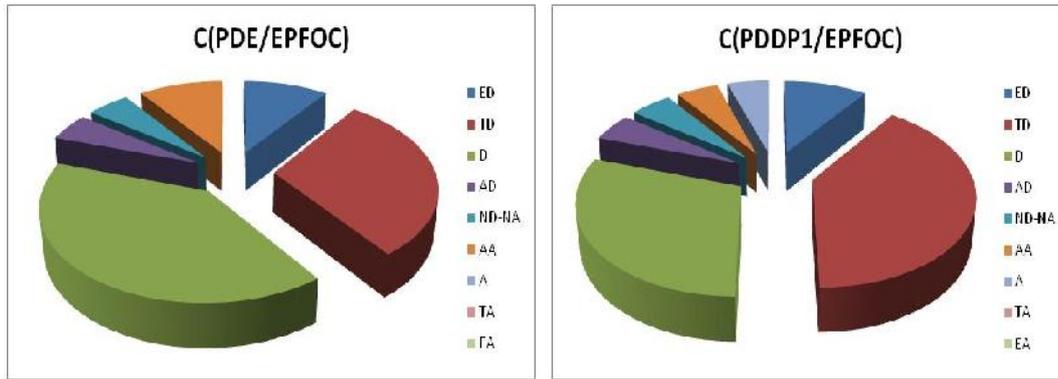


Figure V-20 : Résultats de teste sensorielle de CPDE et CPDDP1.

Comme cela est illustré dans les figures V-19 et V-20, les comprimés à base de PDE et PDDP1 révèlent un goût agréable. Par contre l'addition de l'extrait aqueux lyophilisé à 3% influe négativement sur le goût de ces comprimés, celles-ci deviennent même très désagréable par leur amertume excessive dans le cas des C (PDDP1/EPFOC). Il s'ensuit la nécessité de réduire la dose de l'EPFOC incorporée dans la PDE et PDDP1.

Conclusion

Conclusion

La présente étude porte sur la possibilité d'élaboration de comprimés alimentaires de types fonctionnels à base de poudre de dattes allégées et additionnées d'extrait aqueux de feuilles d'olivier. Les poudres de dattes, préalablement dé-sucrées à différents niveaux servent comme excipient, pouvant convenir aux différentes catégories de consommateurs dont les diabétiques. Les propriétés fonctionnelles (hypotensives, hypoglycémiantes,..) des feuilles d'olivier sont largement rapportées par la bibliographie scientifique.

Le procédé de dé-sucrage permet d'alléger les dattes. Ainsi, quatre poudres, présentant différentes teneurs en sucre, sont obtenues : PDE (76°Brix), PDDP1 (64°Brix), PDDP2 (29°Brix) et PDDT (5°Brix). Les résultats montrent que le dé-sucrage a induit d'importants changements dans les caractéristiques physicochimiques des poudres obtenues : l'appauvrissement en sucre est accompagné d'une réduction de pH (5,25 à 3,48), de protéines solubles (4,3 à 2,74%) et de matières minérales (1,9 à 1,2%), d'une part. D'autre part, un enrichissement en composés bioactifs est constaté : flavonoïdes (0,23 à 3,52%) et polyphénols (1,53 à 3,44%). Une augmentation de la matière grasse (0,1 à 0,7%) est aussi à noter. En ce qui concerne les caractéristiques physiques, les poudres dé-sucrées présentent, comparativement à la poudre entière, une CRE plus élevée, une hygroscopicité plus faible et une Tg plus élevée. Les poudres de dattes obtenues présentent un bon écoulement (angle de repos entre 23 et 28°), une Tg comprise entre 50,7 et 58,6°C, une CRE variant de 1,8 à 7,35g/g...

La modélisation de la cinétique de dé-sucrage montre que l'adéquation des modèles est fonction de la température. Le modèle Logarithmique est le plus convenable pour la description de la cinétique de dé-sucrage à 30°C ($R^2 = 0,993$) et à 40°C ($R^2 = 0,991$) dans le cas de l'extraction acide et aqueuse respectivement. Tandis que les modèles de Peleg et Fick donnent des résultats satisfaisants à 50°C ($R^2 > 0,99$ pour les deux modèles) pour les deux types de solutions d'immersions utilisées.

La détermination des constantes de vitesse K et de l'énergie d'activation E_a a permis de relever que le dé-sucrage est amélioré par l'extraction à des températures élevées (50°C) en utilisant l'eau non acidifiée comme milieu d'immersion quoique, en parallèle, l'intégrité et la couleur des coupeaux de dattes sont affectées.

Conclusion

Les poudres de feuilles d'olivier (PFOC et PFOO) constituent une source appréciable en composés bioactifs (polyphénols : 4,65 % et 3,49%, flavonoïdes : 4,51 % 3,27%, oleuropeine : 9,76 pour PFOC) et en minéraux (Na, Mg, K, Ca et Zn). Elles présentent, respectivement, un pH légèrement acide (5,6 identique pour les deux variétés), une acidité titrable de 2,17% et 2,67% et une teneur en matière grasse de 3,42% et 5,02%. Les extraits aqueux lyophilisés, obtenus à partir de ces poudres, constituent un concentré de composés bioactifs en particulier en oleuropeine au goût amer (28,67% et 27,36%), polyphénols (15,40% et 14,10%) et en flavonoïdes (13,84 et 10,77%). L'acidité titrable, assez élevée des extraits obtenus est de l'ordre de 10,83 (EPFOC) et 11,67% (EPFOO). Tandis que leurs pH sont comparables à ceux de poudres.

Les essais d'élaboration des comprimés ont révélé que les poudres PDE et PDDP1 sont comprimables en appliquant une force de compression d'environ 10 N tandis que les deux autres poudres, renfermant moins de sucre, nécessitent des forces de compression dépassant 150KN.

Les résultats de la caractérisation physique des comprimés élaborés (CPDE, CPDDP1, C (PDE/EPFOC) et C (PDDP1/EPFOC) sont conformes aux normes de la pharmacopée européenne: poids de 0,48-0,56g, diamètre de 12mm et épaisseur de 3,42- 3,68 mm. La dureté oscille entre 8-10 KP, la friabilité est inférieure à 1% et le temps de délitement est compris entre 13 et 15min.

Notons enfin que l'analyse sensorielle révèle que l'incorporation de l'EPFOC dans la PDE et PDDP1 à une proportion de 3% donne des comprimés avec une amertume de même assez prononcée.

Au vu des résultats obtenus et tenant compte de la problématique traitée, il nous semble judicieux de compléter le présent travail par :

- Analyse microbiologiques des différentes poudres obtenues ;
- Etude de tests de dissolution des comprimés obtenus ;
- Etude poussée de la caractérisation de l'extrait aqueux lyophilisé des feuilles d'olivier en utilisant les analyses fines ;
- Utilisation de la poudre de dattes entière comme agent liant au dragéifiant dans le domaine pharmaceutique.

***Références
bibliographiques***

Références bibliographiques :

- Abou zied, A. A., Khoja, S. M. 1993. Utilization of dates in the fermentative formation of citric acid by *Candida lipolytica*. *Zentral Microbiology*, vol. 148, pp.213–221.
- Achat, S., Tomao, V., Madani, K., Chibane, M., Elmaataoui, M., Dangles, O., Chemat, F. 2011. Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. *Ultrasonics Sonochemistry*.
- Acourene, S., Buelguedj, M., Tama, M., Taleb, B., 2001. Caractérisation, évaluation de la qualité de la datte et identification des cultivars rares de palmier dattier de la région des Ziban. *Revue Recherche Agronomique*, N° 8, Ed. INRAA, pp19-39.
- Acourene, S., Tama, M., 1997. Caractérisation physico-chimique des principaux cultivars de dattes de la région des Zibans. *Recherche Agronomique*, Vol. 1, pp. 59-66.
- Adiba, B-D., Benamara, S., Saidi, N., Meksoud, A., 2010. Preliminary characterization of food tablets from date (*Phoenix dactylifera* L.) and spirulina (*Spirulina* sp.) powders. *Powder Technology*, vol. 208, pp. 725–730
- AFNOR (NF), 1982. Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. Ed. AFNOR, 325 p.
- Ait Ameer, L., 2001. Analyse du processus de diffusion des sucres, des acides organiques et de l'acide ascorbique dans le système : Mech-Degla/Jus de citron. Mémoire de magister, Département de technologie alimentaire, Boumerdes, 80 p.
- Alanzi, F-K. 2010. Utilization of date syrup as a tablet binder comparative study. *Saudi Pharmaceutical Journal*, vol.18, pp. 81–89.
- Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Al-Abid, M., Al-Shoaily K., Al-Amry M., Al-Rawahy F., 2007. Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and their by-products. *Journal of Food Chemistry*, Vol. 104, pp. 943–947.
- Al-Hooti, S., Sidhu, J.S., Qabazard, H, 1997. Physicochemical characteristics of five date fruit cultivars grown in the united Arab Emirates. *Journal of Plants Foods for Human Nutrition*, Vol. 50, pp. 101-113.
- Allalout, A., Krichene, D., Methenni, K., Taamalli, A., Oueslati, I., Daoud, D., Zarrouk, M. 2009. Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*, vol. 120, pp.77–83.
- Altiok, E. Recovery of phytochemicals (having antimicrobial and antioxidant characteristics) from local plants. These in *Chemical Engineering*. zmir Institute of Technology.
- Ansari, M., Kazemipour, M., and Fathi, S., (2010). Development of a simple green extraction procedure and hplc method for determination of Oleuropein in Olive Leaf Extract Applied to a Multi-Source comparative study. *Journal of the Iranian Chemical Society*, Vol. 8, p. 38-47.
- Aouidi, F., Ayari, S., Ferhi, H., Roussos, S., Hamdi, M. 2011. Gamma irradiation of air-dried olive leaves: Effective decontamination and impact on the antioxidative properties and on phenolic compounds.
- Awad, M- A. 2006. Water spray as a potential thinning agent for date palm flowers (*Phoenix dactylifera* L.) c.v. 'Lulu'. *Scientia Horticulturae*, vol. 111, pp.44–48.

- Aziz, N.H., Farag, S.F., Mousa, L.A., Abou-Zaid, M.A. (1998). Comparative antibacterial and antifungal effects of some phenolic compounds. *Journal of Microbios*, Vol. 93, p. 43–54.
- Bahloul, N., Boudhrioua, N., Kechaou, N., 2008. Moisture desorption–adsorption isotherms and isosteric heats of sorption of Tunisian olive leaves (*Olea europaea* L.) industrial crops and products, vol. 28, pp. 162–176.
- Baliga, M-S., Baliga, B-R-V., Kandathil, S-M., 2011. A review of the chemistry and pharmacology of the date fruits (*Phoenix dactylifera* L.). *Food Research International*, vol. 44, pp. 1812–1822.
- Belarbi, A., Aymard Ch., Meot, J-M., Themelin, A., Reynes, M. 2000. Water desorption isotherms for eleven varieties of dates. *Journal of Food Engineering*, vol. 43, pp. 103-107.
- Benamara, S., Chibane, H., Boukhelifa, M., 2004. Essai de formulation d'un yaourt naturel aux dattes. *Journal of Industries Alimentaires et Agricoles IAA, Actualités techniques et scientifiques*, N° ½ mensuel, pp. 11-14.
- Bajorun, T., Gressier, B., Trotin, F., Brunet, C., Dine, T., Luyckx, M., Vasseur, J., Cazin, M., Cazin, J.C., Pinkas, M. 1996. Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations *Arzneimittelforschung*, vol. 46, pp. 1086-1089.
- Benavente-Garcia, O., Castillo, J., Lorente, J., Ortuno, A., et Del Rio, J.A., (2000). Antioxidant activity of phenolics extracted from *Olea europaea* L. leaves. *Journal of Food Chem*, vol 68, p 457–462.
- Benchelah, A.-C., Maka, M., 2008. Les Dattes, intérêt et nutrition. *Phytothérapie (ethnobotanique) Springer*, vol N°6, pp. 117 -121.
- Benchelah, A.-C., Maka, M., 2006. Les dattes, de la préhistoire à nos jours. *Phytothérapie (ethnobotanique) Springer*, vol N°1, pp. 43 - 47.
- Bennani-Kabchi, N., Fdhil, H., Cherrah, Y., El Bouayadi, F. 2000. Effet thérapeutique des feuilles d'*Olea europaea* var. *oleaster* sur le métabolisme glucido-lipidique chez le rat des sables (*Psammomys obesus*) obèse prédiabétique. *Pharm*, vol. 58, pp. 271-277.
- Berruti, F-M., Klaas, M., Briens, C., Berruti, F. 2009. Model for convective drying of carrots for pyrolysis. *Journal of Food Engineering*, vol. 92, pp. 196–201.
- Besbes, S., Drira, L., Blecker, K., Deroanne, C., Hamadi, A., 2009. Adding value to hard date (*Phoenix dactylifera* L.): compositional, functional and sensory characteristics of date jam. *Journal of Food Chemistry*, Vol. 112, pp. 406-411.
- Bhandari, B-R. Howes, T. 1999. Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering*, vol. 40, pp. 71-79.
- Biglari, F., Al-Karkhi Abbas, F.M., Mat, E.A., 2008. Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits from Iran. *Journal of Food Chemistry*, Vol. 107, pp. 1636–1641.
- Bisignano, G., Tomaino, A., Lo Cascio, R., Crisafi, G., Uccella, N., Saija, A. (1999). On the in-vitro antimicrobial activity of oleuropein and hydroxytyrosol. *J Pharm Pharmacol*. Vol. 5, p. 971–974.
- Boccio, P., Dideo, A., De Curtis, A., Celli, N., Iacoviello, L., Rotilio, D. (2003). Liquid chromatography-tandem mass spectrometry analysis of oleuropein and its metabolite hydroxytyrosol in rat plasma and urine after oral administration. *Journal of Chromatogr B*. Vol. 785, p. 47–56.

- Booij, I., Piombo, G., Risterucci, J. M., Coupe, M., Thomas, D., Ferry, M., 1992. Etude de la composition chimique de dates à différents stades de maturité pour la caractérisation variétale de divers cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). *Journal of Fruits*, vol. 47, N° 6, pp. 667-677.
- Boudhrioua, N., Bahloul, N., Ben Slimen, I., Kechaou, N. 2009. Comparison on the total phenol contents and the color of fresh and infrared dried olive leaves. *Industrial crops and products*, vol. 29, pp. 412-419.
- Boudhrioua, N., Kouhila, M., Kechaou, N. 2008. Experimental and mathematical investigations of convective solar drying of four varieties of olive leaves. *Food and Bioprocess Technology*, vol. 1, pp. 176-184.
- Boukhiar, A. 2009. Analyse du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation. Mémoire de Magister spécialité génie alimentaire, Université de Boumerdès.
- Breton, C., Tersac, M., Bervillé, A. 2006. Genetic diversity and gene flow between the wild olive (*Olea europaea* L.) and the olive: several Plio-Pleistocene refuge zones in the Mediterranean basin suggested by simple sequence repeats analysis. *Journal Biogeography*, vol. 10, pp. 1365-2699.
- Briones, R., Serrano, L., Ben Younes, R., Mondragón, I., Labidia, J. 2011. Polyol production by chemical modification of date seeds. *Industrial Crops and Products*, vol. 34, pp. 1035-1040.
- Bruneton, J. 2009. *Pharmacognosie. phytochimie. plantes médicinales*. 4^{ème} édition. Lavoisier, pp. 717-719.
- Belguedj, M. 2001. Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du Sud-Est Algérien., INRAA El-Harrach N° 11, Alger, 289 p.
- Belguedj, M. 2002. Les ressources génétiques du palmier dattier : Caractéristiques des cultivars de dattiers dans les palmiers du sud-Est Algérien. *Revue annuelle de l'INRAA* N°1/2002. 28-289.
- Busignies, V. 2005. Recherche de lois de mélange sur des propriétés mécaniques de systèmes granulaires compacts. Thèse en pharmacie. Université de Paris XI.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P.-C., Ramos, A.-M., Cal-Vidal, J. 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, vol. 6, pp. 420-428.
- Caponio, F., Gomes, T., Pasqualone, A. 2001. Phenolic compounds in virgin olive oils: influence of the degree of olive ripeness on organoleptic characteristics and shelf-life. *Eur Food Res Technol*, vol. 212, pp. 329-333.
- Chaira, N., Ferchichi, A., Mrabet, A., Sghairoun, M., 2007. Chemical composition of the flesh and the pit of date palm fruit and radical scavenging activity of their extracts. *Journal of Pakistan journal of Biological Sciences*, Vol. 10 (13), pp. 2202-2207.
- Chaira, N., Smaali, M. I., Martínez-Tomé, M., Mrabet, A., Murcia, M. A., & Ferchichi, A. (2009). Simple phenolic composition, flavonoid contents and antioxidant capacities in water-methanol extracts of Tunisian common date cultivars (*Phoenix dactylifera* L.). *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, vol. 60, pp. 316-329.
- Chamayou, A. et Fages, J., 2003. Broyage dans les industries alimentaires. Technologie des pulvérisés dans les IAA. Techniques et documentation, Lavoisier, Paris.

- Chantraine.F.2006.Contribution a la résolution des problèmes posés par la présence de tension actif. Thèse en Biologie Science Sante. Université de LIMOGES.
- Chibane, H., 2008. Aptitudes Technologiques de Quelques Variétés Communes de Dattes : Formulation d'un Yaourt Naturellement Sucré et Aromatisé. Thèse de doctorat spécialité génie alimentaire, Université de Boumerdès.
- Chibane, H., Benamara, S., Madani,K., 2007. Possibility of obtaining yoghurt made with the addition of date powder of dry variety Mech-Degla. Journal of Saudi Chemical Society, Volume 11(3).
- Chibane, H., Benamara, S., Noui, Y., Djouab, A., 2007. Some physicochemical and morphological characterisation of three varieties of Algerien commun dates.Europian journal of scientific research, vol.18 N° 1, pp. 134-140.
- Civantos, L. 1983. Valorisation des sous-produits de l'olivier, Réunion du comité technique (FAO), p. 143-145.
- Dapledt.F.2002.Evaluation sensorielle manuelle méthodologique.2^{eme} edition.Tec.Doc. Lavoisier.
- Djantou Njantou.E-B.2006.Optimisation du broyage des mangues séchées (*Manguifera indica* var Kent) : Influence sur les propriétés physicochimiques et fonctionnelles des poudres obtenues. Thèse en Biotechnologies et Alimentaire. INPL. Lorraine.
- Djantou,E-B. Mbofung ,C-M-F .Scher , J. Phambu , N. Morael J-D.2011. Alternation drying and grinding (ADG) technique: A novel approach for producing ripe mango powder.LWT.Food Science and Technology,vol.44, pp.1585-1590.
- Djouab, A., 2007. Contribution à l'identification des constituants mineurs de la datte Mech-Degla. Essai de valorisation par incorporation dans une recette de margarine allégée. Memoire de Magister spécialité génie alimentaire, Université de Boumerdès
- El Arem ,A., Flamini ,G., Saafi Emna, B., Issaoui ,M., Zayene ,N., Ferchichi ,A.,Hammami, M., Helal ,A-N., Achour, L.2011. Chemical and aroma volatile compositions of date palm (*Phoenix dactylifera* L.)fruits at three maturation stages.Food Chemistry,vol.127,pp.1744–1754.
- Elleuch, M., Besbes, S., Roiseux, O., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N.E., Hamadi, A., 2008. Date flesh: Chemical composition and characteristics of the dietary fibre. Journal of Food Chemistry, Vol. 111, pp. 676–682.
- Emami,S. Tabil, L-G.2007. Friction and compression characteristics of chickpea flour and components.Powder Technology, vol. 175, pp.14–21.
- Erbay,Z., Icier,F.2009.Optimization of hot air drying of olive leaves using response surface methodology. Journal of Food Engineering, vol. 91,pp. 533–541.
- Esmaeili-Mahania,S., Rezaeezadeh-Roukerda, M., Esmaeilpoura,K.2010.Olive (*Olea europaea* L.) leaf extract elicits antinociceptive activity, potentiatesmorphine analgesia and suppresses morphine hyperalgesia in rats. Journal of Ethnopharmacology,vol. 132 ,pp.200–205.
- Espiard, E., 2002. Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Tech et Doc Lavoisier, pp147-155.
- European Pharmacopoeia, 6th edition, 2007.
- Furneri, P.M., Marino, A, Saija, A., Ucella, N., Bisignano,G.(2002). In vitro antimycoplasmal activity of oleuropein.Journal of Antimicrob Agents.Vol. 20, P. 293–296.

- Galland,S., Ruiz,T., Delalonde,M., Krupa,A., Bataille,B.2005. Texturing the spherical granular system influenceof the spheronisation stage.Powder Technology,vol. 157, pp.156 – 162.
- Gallo, L., Llabot,L-M., Allemandi,D.,Bucalá,V .Piña,J.,.2011.Influence of spray-drying operating conditions on Rhamnus purshiana(Cáscara sagrada) extract powder physical properties.Powder Technology,vol. 208, pp.205–214.
- Garcia,M., D. Ruiz,Y., Moumen,A., Alcaide,M.2006.Effect of polyethylene glycol, urea and sunflower meal onolive (*Olea europaea* var. *europaea*) leaf fermentation incontinuous fermentors. Small Ruminant Research ,vol.61, pp. 53–61.
- Ghedira, K. (2008). L'olivier. Journal de la Phytothérapie, vol. 6, p. 83–89.
- Gil,E-C., Colarte A-I, AEI Ghzaoui,A-E-I ., Durand,D., Delarbre,J-L. Bataille,B. 2008.A sugar cane native dextran as an innovative functional excipientfor the development of pharmaceutical tablets. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics ,vol.68,pp.319–329.
- Guattieri, M., Rapaccini, S., 1994. Date stones in broiler's feeding. In Technologie de la datte. Ed. GRIDAO, 35 p.
- Harnkarnsujarit,N., Charoenrein,S.2011.Effect of water activity on sugar crystallization and b-carotene stabilityof freeze-dried mango powder.Journal of Food Engineering,vol.105,pp. 592–598.
- Hassan,F-A., Ismail,A., Abdul Hamid,A., Azlan,A., Al-sheraji,S-H. 2011.Characterisation of fibre-rich powder and antioxidant capacityof *Mangifera pajang* K. fruit peels .Food Chemistry,vol .126,pp. 283–288.
- Hayes ,J-E., Allen,A., Brunton,N., O'Grady,M-N., Kerry,J-B.2011.. Phenolic composition and in vitro antioxidant capacity of four commercialphytochemical products: Olive leaf extract (*Olea europaea* L.), lutein, sesamoland ellagic acid. Food Chemistry, vol.126,pp. 948–955.
- Hinneburg, I., Damian Dorman, H.J., Hiltunen, R., 2006. Antioxidant activities of extracts from selected culinary herbs and spices. Journal of Food Chemistry 97, pp. 122-29.
- [http : www.01santé.com](http://www.01santé.com).
- Ismaila,B. Haffarb,I. Baalbakic, R. Henryd ,J.2008.Physico-chemical characteristics and sensory quality of two datevarieties under commercial and industrial storage conditions.LWT ,vol.41,pp. 896–904.
- Jassim, S- A- A., et Naji, M-A. (2008). In vitro evaluation of the antiviral activity of an extract of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) pits on a pseudomonas phage. Evidence based complementary and alternative medicine,vol. 15, pp. 1–6.
- Jemai, H., EL Feki, A., Saydi, S.2009. Antidiabetic and Antioxidant Effects of Hydroxytyrosol and Oleuropein from Olive Leaves in Alloxan-Diabetic Rats.J. Agric. Food Chem, pp 3-6.
- Jemai, H., EL Feki, A., Saydi, S.2009. Antidiabetic and Antioxidant Effects of Hydroxytyrosol and Oleuropein from Olive Leaves in Alloxan-Diabetic Rats.J. Agric. Food Chem, pp 3-6.
- Jemaia,H., Bouaziza,M., Fkia,I., El Fekib,A., Sayadia,S.,2011.Olive (*Olea europaea* L.) leaf extract attenuates early diabetic neuropathic pain through prevention of high glucose-induced
- Jha, S.N., Kingsly, A.R.P., Sangeeta, C., 2006. Physical and mechanical properties of mango during growth and storage for determination of maturity. Journal of Food Engineering, Vol. 72, pp. 73–76.

- Joki , S., Veli , D., Bili ,M., Buci -Koji , A., Plan ini ,M., Sre ko,T.2010.Modelling of the Process of Solid-Liquid Extraction of Total Polyphenols from Soybeans.Czech J. Food Sci, Vol. 28, pp. 206–212.
- Juntachote, T., Berghofer, E., Siebenhandl, S., Bauer, F., 2006. The antioxidative properties of Holy basil and Galangal in cooked ground pork. *Meat Science*, 72, pp 446.
- Kaeidia,A.,Esmaeili-Mahanib,S.,Sheibania,V.,Abbasnejadb,M.,Rasoulianc,B., Hajializadeha,Z., Afrazia,S. 2011. Olive (*Olea europaea* L.) leaf extract attenuates early diabetic neuropathic pain through prevention of high glucoseinduced apoptosis: In vitro and in vivo studies. *Journal of Ethnopharmacology*,pp 1-45.
- Kha ,T- C.. Nguyen, M- H ..Roach P-D .2010.Effects of spray drying conditions on the physicochemical and properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder.*Journal of Food Engineering*,vol.98,pp.385-392.
- Khalil, K.E., Abd-El-Bari, M. S., Hafiz, N. E., Entsar, Y. A., 2002. Production, evaluation and utilization of date syrup concentrate (Debis). *Egypt. J. Food Sci.* 30 N° 2, pp. 179-203.
- Khan, M- K., Vian, M-B ., Fabiano-Tixier,A-S.,Dangles,O., Chemat,F.2010. Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides)from orange (*Citrus sinensis* L.) peel. *Food Chemistry* ,vol. 119, pp. 851–858.
- Lalas,S., Athanasiadis,V.Gortzi ,O., Bounitsi,M., Giovanoudis,I.,Tsaknis,J., Bogiatzis,F. 2011.Enrichment of table olives with polyphenols extracted from olive leaves.*Food Chemistry*,vol.127,pp.1521–1525.
- Lee,O-H., Lee, B., Lee ,J., Lee, H-B,. Son, J-Y., Park,C-S., Shetty,K., Kim,Y-C. 2009.Assessment of phenolics-enriched extract and fractions of olive leavesand their antioxidant activities.*Bio resource Technology*, vol. 100, pp. 6107–6113.
- Madene. A.2006.Etude des transferts d`aromes encapsulees dans une matrice alimentaire. Type Génoise. Thèse doctorat en procédé biotechnologique et alimentaire. LORRAINE.
- Mansouri A., Embarek G., Kokkalou E., Kefalas P. 2005. Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Journal of Food Chemistry*, Vol. 89, pp. 411–420.
- Martin-Garcia, A.I., Moumen, A., Yáñez Ruiz, D.R., Molina, A.E., (2003). Chemical composition and nutrients availability for goats and sheep of two-stage olive cakeand olive leaves.*Animal Feed Science and Technology*.vol.107, p.61–74.
- Melcion,J.,Ilari,J.2003.Technologie des pulvérulents dans les IAA.Edition Tec & Doc.Lavoisier. Paris.
- Melcion,J-P.2000.La granulométrie de l`aliment: principe , mesure et obtention. *INRA Prod Anim*, vol.13,pp.81-97.
- Melcion.J-M.2003.Mise en forme par compaction.Technologie des pulvérulents dans les IAA.Techniques et Documentation, Lavoisier, Paris.P622-639.
- Meligi, M.A., Sourial, G.F., 1982. Fruit quality and general evaluation of some Iraqi date palm cultivars grown under conditions of barrage region.Ed : First symposium on the date palm, Saudi-Arabia, 23-25 March, pp. 212-220.
- Menendez, J.A., Vazquez-Martin, A., Colomer, R., Brunet, J., Carrasco-Pancorbo, A., Garcia-Villalba, R., Fernandez-Gutierrez, A., Segura-Carretero, A. 2007.Olive oil's

- bitter principle reverses acquired autoresistance to trastuzumab (Herceptin™) in HER2- over expressing breast cancer cells. *Journal of BMC Cancer*.vol.7.p. 80.
- Micol, V., Caturla, N., Pérez-fons, L., Màs, V., Pérez, L., Estepa, A. (2005).The olive extract exhibits antiviral activity against viral haemorrhagic septicaemia rhabdovirus (VHSV). *Journal of Antiviral research*.Vol.66, pp.129-136.
 - Micol, V., Caturla, N., Pierez-Fons, L., Mias, V., Pierez, L., Estepa, A. 2005. The olive leaf extract exhibits antiviral activity against viral haemorrhagic septicaemia rhabdovirus (VHSV). *Antiviral Research*, vol. 66, pp. 129–136
 - Mitrejet, A. 2006. Formulation of tablets from the crude extract of *Rhinacanthus nasutus* (Thai local plant) against *Aedes Aegypti* and *Culex Quinquefasciatus* larvae: a preliminary study. *Asian J. Trop. Med. Public Health*, vol. 37 (2), pp. 265–271.
 - Moßhammer, M- R. Stintzing, F- C. Carle, R. 2006. Evaluation of different methods for the production of juice concentrates and fruit powders from cactus pear. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, vol. 7, pp. 275–287.
 - Ndindayino, F. 2002. Isomalt comme excipient dans la fabrication des comprimés .Thèse Doctorat en Science Pharmaceutiques. Université Gent.
 - Noui, Y., 2007. Caractérisation physico-chimique comparative des deux tissus constitutifs de la pulpe de datte Mech-Degla. Mémoire de Magister spécialité génie alimentaire, Université de Boumerdès.
 - Obon, J-M., Castellar, M-R., Alcaid, M., Fernandez-Lopez, J-A. 2009. Production of a red-purple food colorant from *Opuntia stricta* fruits by spray drying and its application in food model systems. *Journal of food engineering*, vol. 90, pp. 471-479.
 - Okoye, E-I., Onyekweli, A-O., Ohwoavworhua, F.O., Kunle, O.O. 2009. Comparative study of some mechanical and release properties of paracetamol tablets formulated with cashew tree gum, povidone and gelatin as binders. *African Journal of Biotechnology* Vol. 8 (16), pp. 3970-3973.
 - Omar, S.H. 2010. Oleuropein in Olive and its Pharmacological Effects. *Journal of Sci Pharm*. Vol. 78, p.133–154.
 - Ould El Hadj, M.D., Sebihi, A.H., Siboukeur, O., 2001. Qualité hygiénique et caractéristiques physicochimiques du vinaigre traditionnel de quelques variétés de dattes de la cuvette de Ouergla. *Rev. Energ. Ren. : Production et valorisation – Biomasse*, pp. 87-92.
 - Pereira, A-P., Ferreira, I., Marcelino, F., Valentão, P., Andrade, P-B., Seabra, R., Estevinho, L., Bento, A., Pereira, J-A .2007. Phenolic Compounds and Antimicrobial Activity of Olive (*Olea europaea* L. Cv. Cobrançosa) Leaves. *Molecules*, vol. 12, pp. 1153-1162.
 - Perez-Alvarez, J-A. 2004. Preparation of high dietary fiber powder from lemon juice by products. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, vol. 5, pp. 113–117.
 - Plazer, S. 2005. The effect of glass transition on the desired and undesired agglomeration of amorphous food powders. *Chemical Engineering Science*. Vol. 60, pp. 3959-3968.
 - Puri, A., Sahai, R., Singh, K. L., Saxena, R. P., Tandon, J. S., & Saxena, K. C. (2000). Immunostimulant activity of dry fruits and plant materials used in Indian traditional medical system for mothers after childbirth and invalids. *Journal of Ethnopharmacology*, vol. pp. 71, 89–92.
 - Putier, F. 2003. Caractéristiques comportementales. Technologie des pulvérulents dans les IAA. *Techniques et Documentation*, Lavoisier, Paris. P236-272 .

- Rahman, M-S., Kasapis, S., Al-Kharusi, N-S-Z., Al-Marhubi, I-M., Khan, A-J. 2007. Composition characterisation and thermal transition of date pits powders. *Journal of Food Engineering*, vol. 80, pp. 1–10.
- Rakotondramasy-Rabesiakaa, L., Haveta, J-L., Portea, ., Fauduetb, H. 2010. Estimation of effective diffusion and transfer rate during the protopine extraction process from *Fumaria officinalis* L. *Separation and Purification Technology*, vol. 76, pp. 126–131.
- Rasool, N., Ngd, J., Islam, N., Thomas V. Riley, T-V., Hammera, K-A., 2008. Hypolipidemic and antioxidant activities of oleuropein and its hydrolysis derivative-rich extracts from Chemlali olive leaves. *International Journal of Antimicrobial Agents*, vol. 33, pp. 461–463.
- Rebour, H. (1948). Situation actuelle de l'olivier en Algérie. Série économique numéro 36. p.6.
- Saenz, C., Tapia, S., Chavez, J., Robert, P. 2009. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). *Food Chemistry*, vol. 114, pp. 616–622.
- Selvam, A. B. D. (2008). Inventory of vegetable crude drug samples housed in botanical survey of India, Howrah. *Pharmacognosy Reviews*, vol. 2, pp. 61–94.
- Shraideh, Z. A., Khaled, H., Abu-Elteen, & Sallal, A. K. J. (1998). Ultrastructural effects of spray drying and its functional characterization. *Food Science and Emerging Technologies* 6 (2005) 420 – 428.
- Soni, M-G., Burdock, G-A., Christian, M-S., Bitler, C-M., Crea, R. 2006. Safety assessment of aqueous olive pulp extract as an antioxidant or antimicrobial agent in foods. *Food and Chemical Toxicology*, vol. 44, pp. 903–915.
- Sriamornsak, S., Thirawong, N., Weerapol, A., Nunthanid, J., Sungthongjeen, S. 2007. Swelling and erosion of pectin matrix tablets and their impact on drug release behavior. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, vol. 67, pp. 211–219.
- Stamatopoulos, K., Katsoyannos, E., Chatzilazarou, A., Konteles, S. 2012. Improvement of oleuropein extractability by optimising steam blanching process as pre-treatment of olive leaf extraction via response surface methodology. *Food Chemistry* xxx.
- Sudjana, A-N., D'Orazi, C., Ryan, V. 2009. Antimicrobial activity of commercial *Olea europaea* (olive) leaf extract. *International Journal of Antimicrobial Agents*, vol. 33, pp. 461–463.
- Susalit, E., Idris, N., Effendia, I., Tjandrawinata, R-R., Nofriarny, D., Perrinjaquet Moccetti, T., Verbruggen, M. 2010. Olive (*Olea europaea*) leaf extract effective in patients with stage-1 hypertension: Comparison with Captopril. *Phytomedicine*.
- Tahraoui, A., El-Hilaly, J., Israili, Z. H., Lyoussi, B. (2007). Ethnopharmacological survey of plants used in the traditional treatment of hypertension and diabetes in south eastern Morocco (Errachidia province). *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 110, pp. 105–117.
- Teunou, E., Fitzpatrick, J-J., Synnott, E-C. 1999. Characterisation of food powder flowability. *Journal of Food Engineering*, vol. 39, pp. 31–37.
- Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Martín-Sánchez, A., Sánchez-Zapata, E., Fernández-López, J., Sendra, E., Sayas-Barberá, E., Navarro, C., Pérez-Álvarez, J-A. 2011. Chemical, physico-chemical and functional properties of pomegranate (*Punica granatum* L.) bagasses powder co-product. *Journal of Food Engineering*.
- Voca Sandra, Dobricevic Nadica, Dragovic-Uzelac Verica, Duralija Boris, Druzic Jasmina, Cmelik Zlatko, Skendrovic Babojelic Martina, 2008. Fruit Quality of New

- Early Ripening Strawberry Cultivars in Croatia. *Journal of Food Technol. Biotechnol.*, Vol. 46 (3), pp. 292-298.
- Weiss, R.F., Fintelmann, V., (2000). *Herbal Medicine*. 2^e édition, Thieme, Allemagne, p 174.
 - Wright, C-I., Van-Buren, L., Kroner, C-I., Koning, M-M-G. 2007. Herbal medicines as diuretics. *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 114, pp. 1–31.
 - Zhang, L-H, Huai-de Xu, Shun-feng Li., 2009. Effects of micronization on properties of *Chaenomeles sinensis* (Thouin) Koehne fruit powder. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, vol. 10, pp. 633–637.

Annexes

Annexe I : Préparation des courbes d'étalonnage

1 Préparation de la courbe d'étalonnage des protéines.

	Tube 0	Tube 1	Tube 2	Tube 3	Tube 4	Tube 5
Solution BSA (μ l)	00	10	20	30	40	50
Solution PBS (μ l)	50	40	30	20	10	00
R. Bradford (ml)	2	2	2	2	2	2
[BSA] (μ g/ml)	0,00	0,30	0,60	0,90	1,20	1,50

2- Préparation de la courbe d'étalonnage des polyphénols totaux

Dilution	S	S/2	S/4	S/8	S/16	S/32	S/64	S/128	S/256
Acide gallique (mg/ml)	2	1	0,5	0,25	0,125	0,0625	0,03125	0,0156	0,00782

3- Préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes

Dilutions	S	S/2	S/4	S/8	S/16	S/32	S/64
[quercitine] (mg/ml)	0,4	0,2	0,1	0,05	0,025	0,0125	0,00625

4 -Préparation de la courbe d'étalonnage de pouvoir réducteur

Dilution	S	S/2	S/4	S/8	S/16	S/32	S/64	S/128	S/256
Concentration (mg/ml)	1	0,5	0,25	0,125	0,0625	0,03125	0,0156	0,0782	0,0039

- Courbes d'étalonnages

- Courbe d'étalonnages des protéines solubles

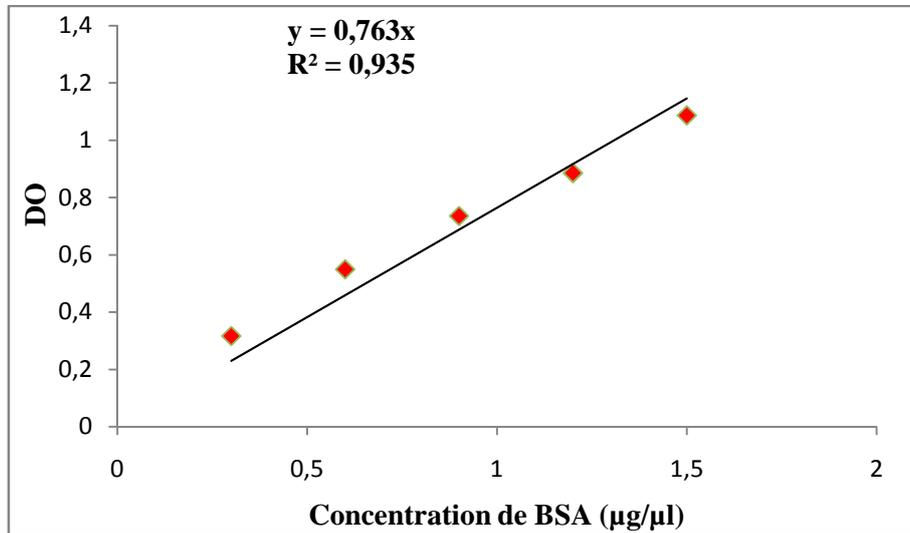


Figure 1 : Courbe d'étalonnage de BSA (Dosage des protéine)

- Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux

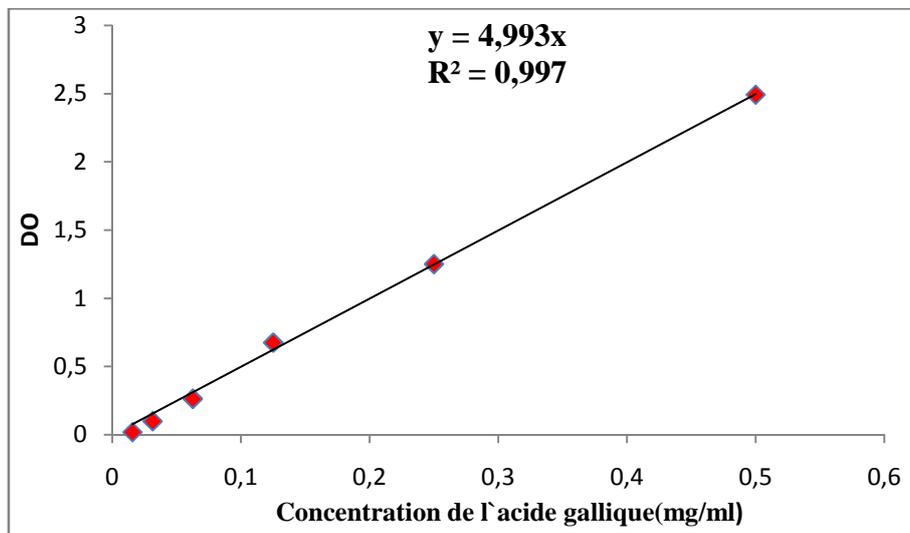


Figure2:courbe d'étalonnage de l'acide gallique (polyphénols totaux).

- Courbe d'étalonnage des flavonoïdes

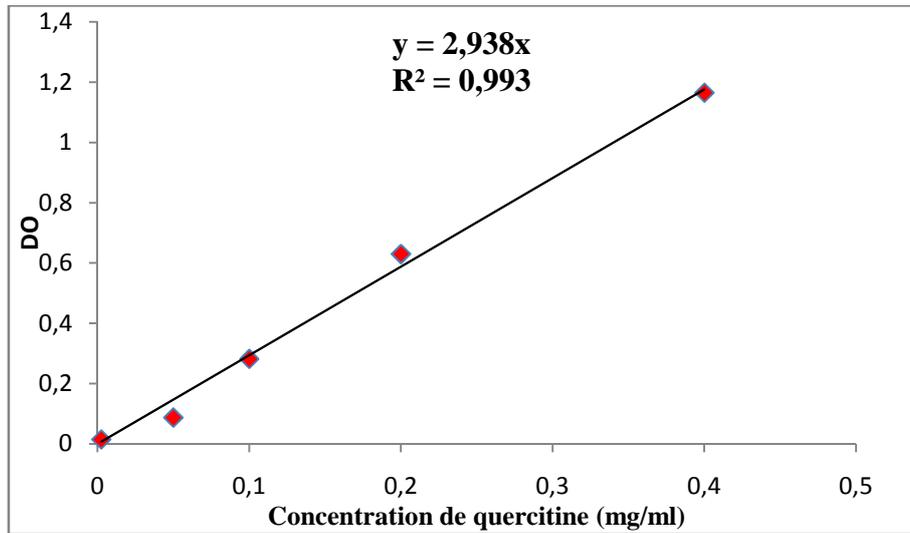


Figure3 : courbe d'étalonnage de la quercitine (Flavonoïdes).

- Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur

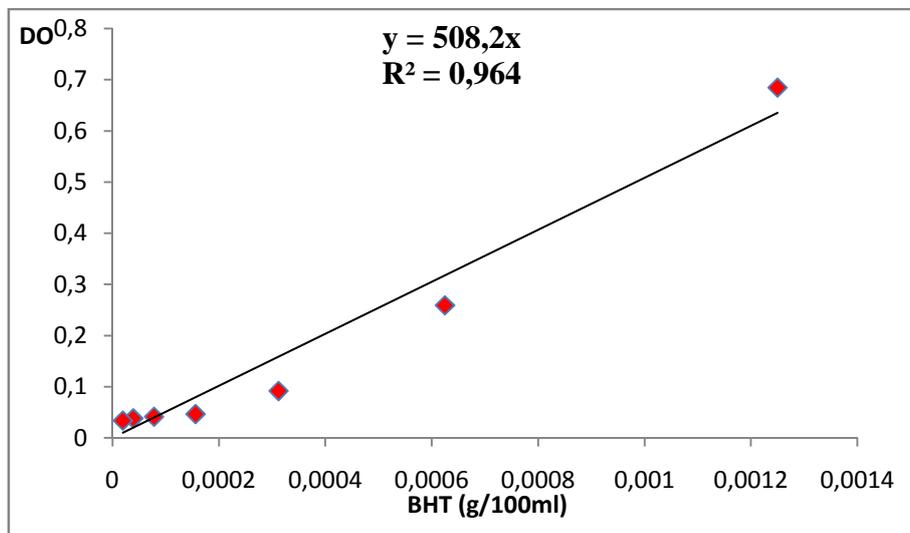


Figure4 : Courbe d'étalonnage de BHT (pouvoir réducteur)

- Corrélation entre le °Brix et l'acidité titrable

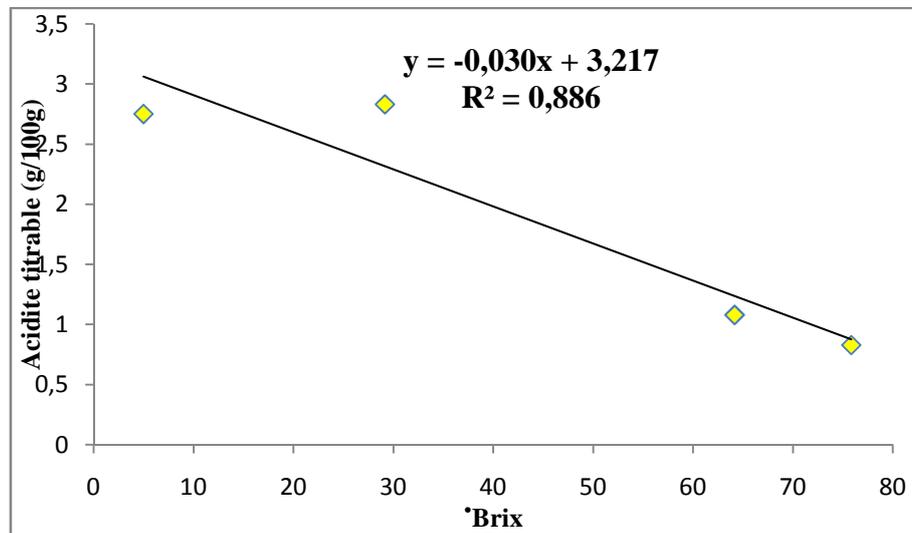
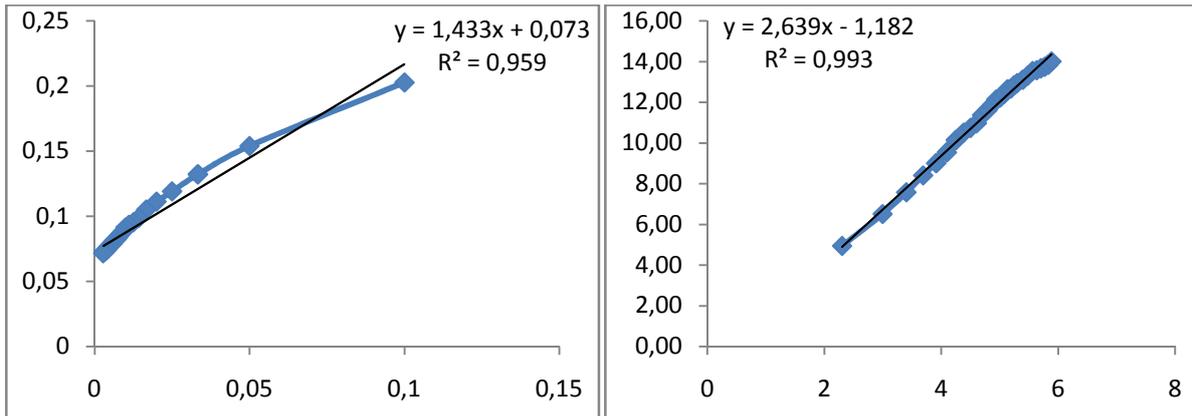


Figure 5: Corrélation entre l'acidité et le Brix des poudres de dattes.

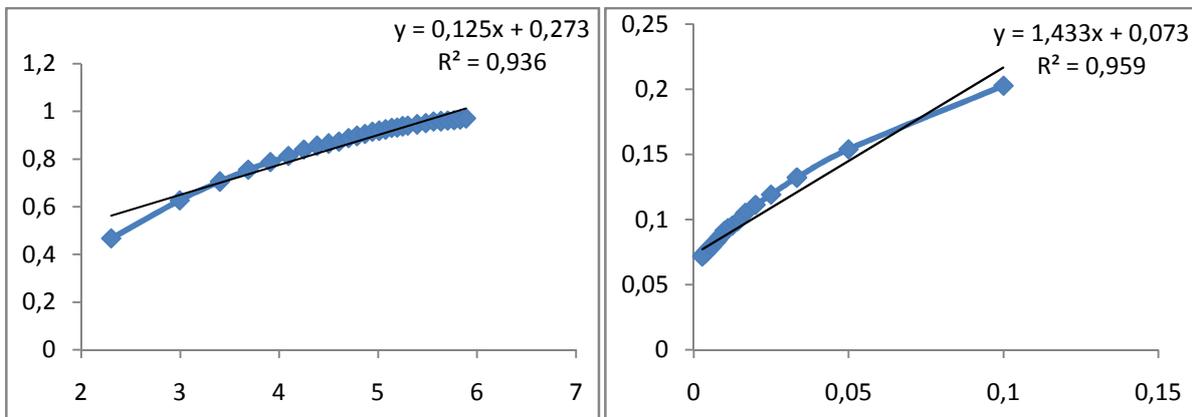
Annexe II : formes linéaires des modèles appliqués

3- Cas de l'extraction acide

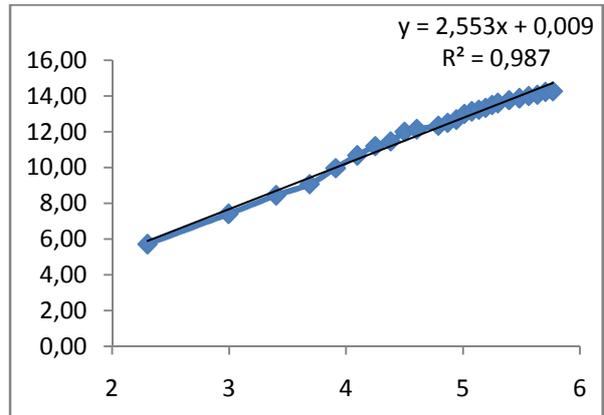
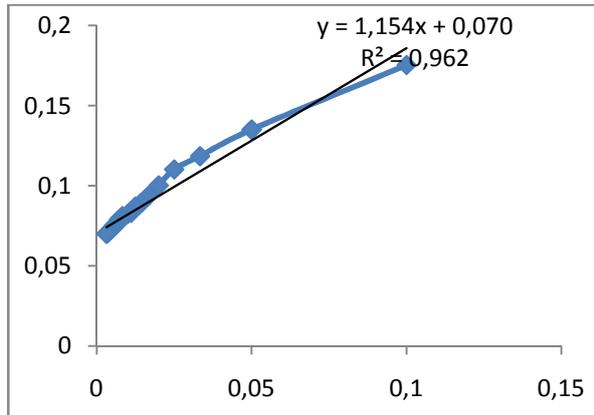
Forme linéaire de modèle de Peleg et logarithmique à 30°C



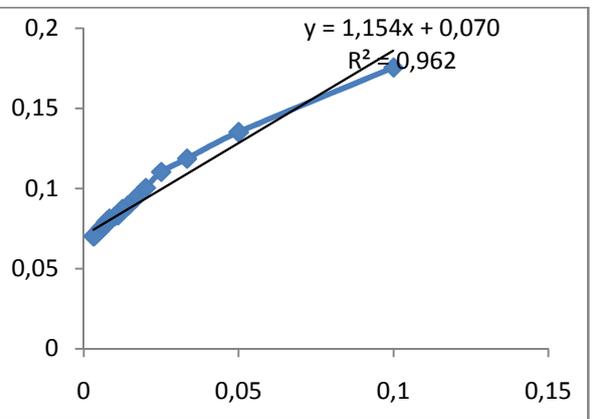
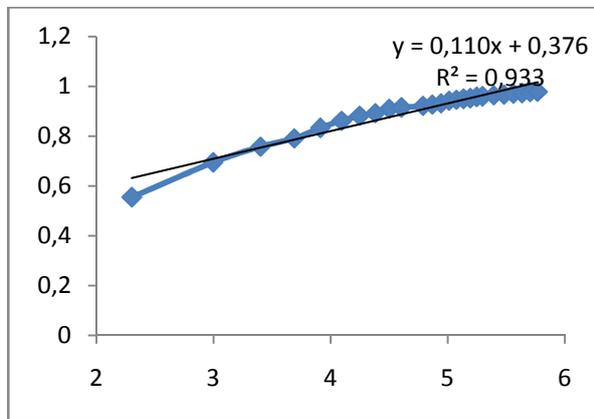
Forme linéaire de modèle de Page et Fick à 30°C



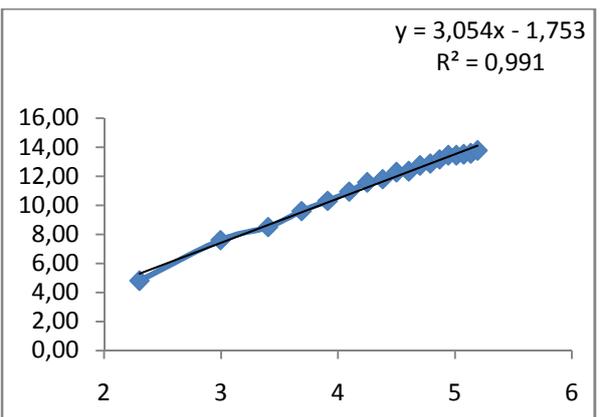
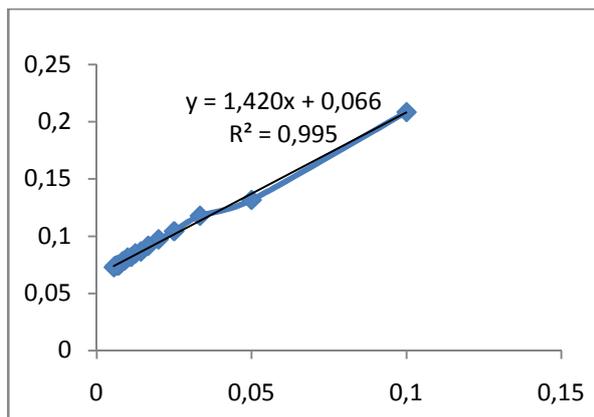
Forme linéaire de modèle de Peleg et logarithmique à 40°C



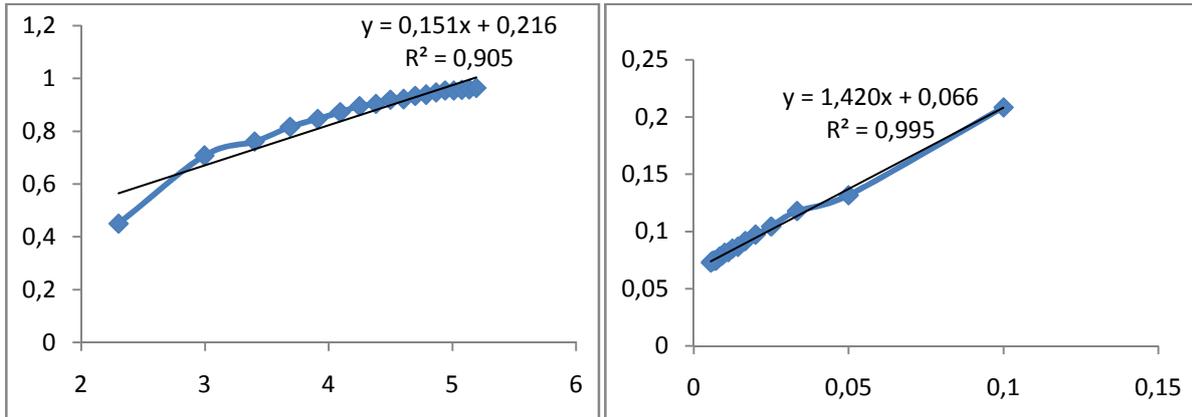
Forme linéaire de modèle de Page et Fick à 40°C



Forme linéaire de modèle de Peleg et Page à 50°C

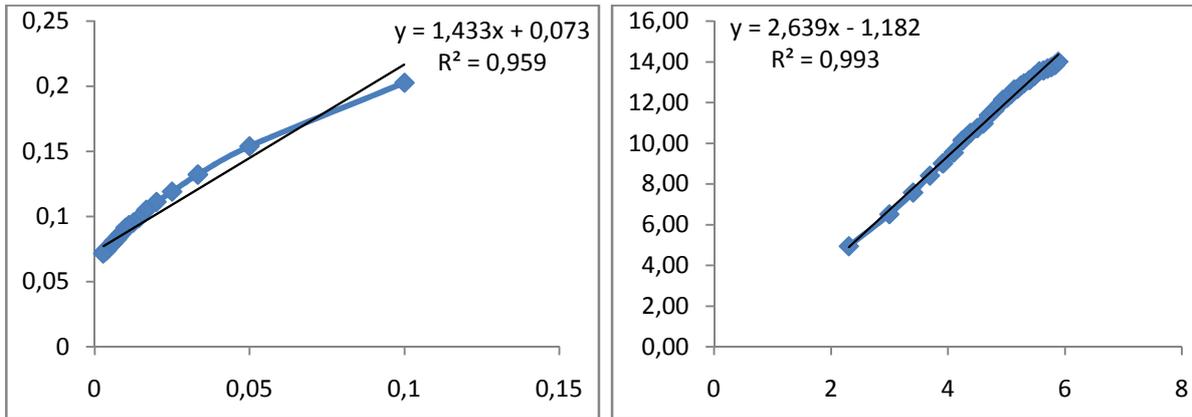


Forme linéaire de modèle de Page et Fick à 50°C

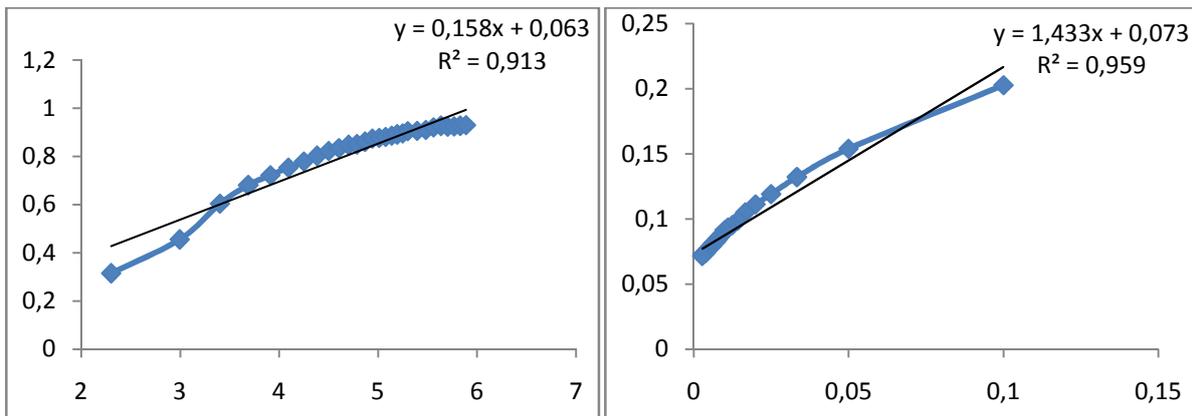


2-Cas de l'extraction aqueuse

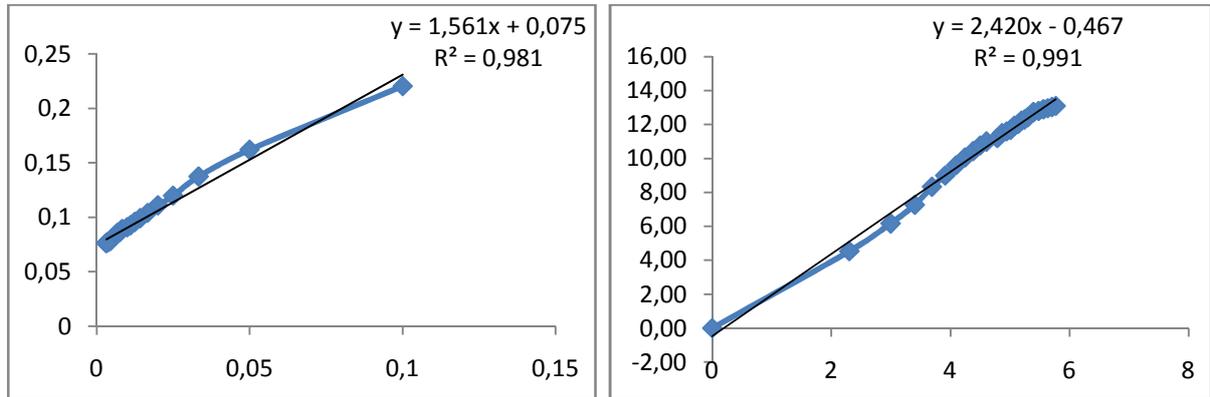
Forme linéaire de modèle de Peleg et logarithmique à 30°C



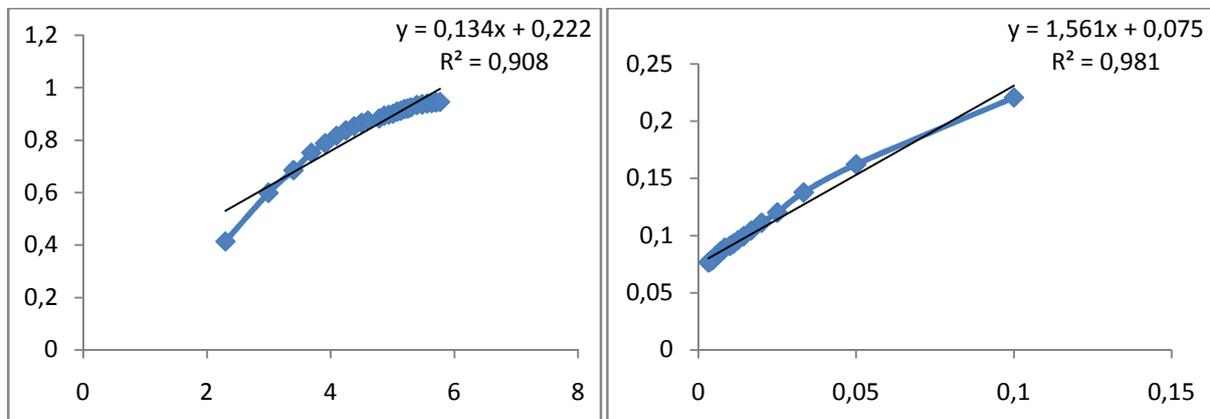
Forme linéaire de modèle de Page et Fick à 30°C



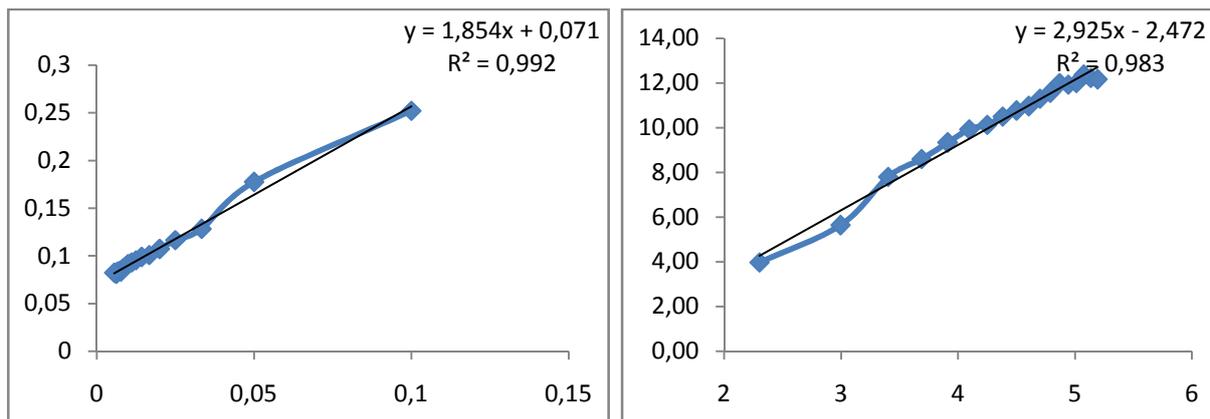
Forme linéaire de modèle de Peleg et logarithmique à 40°C



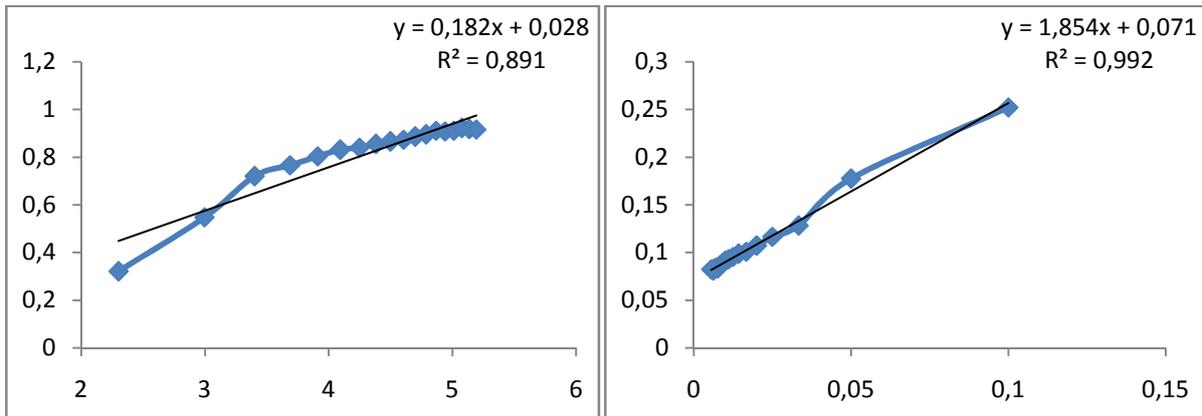
Forme linéaire de modèle de Page et Fick à 40°C



Forme linéaire de modèle de Peleg et logarithmique à 50°C

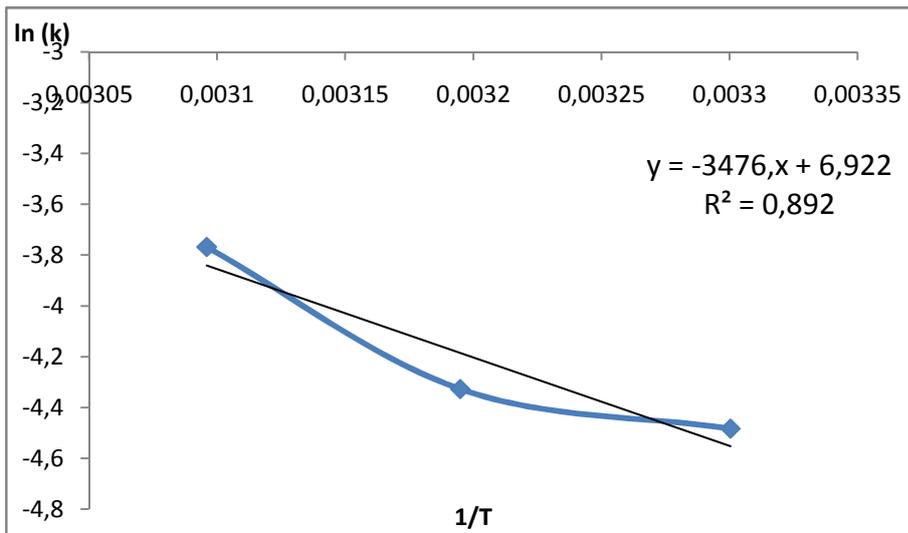


Forme linéaire de modèle de Page et Fick à 50°C

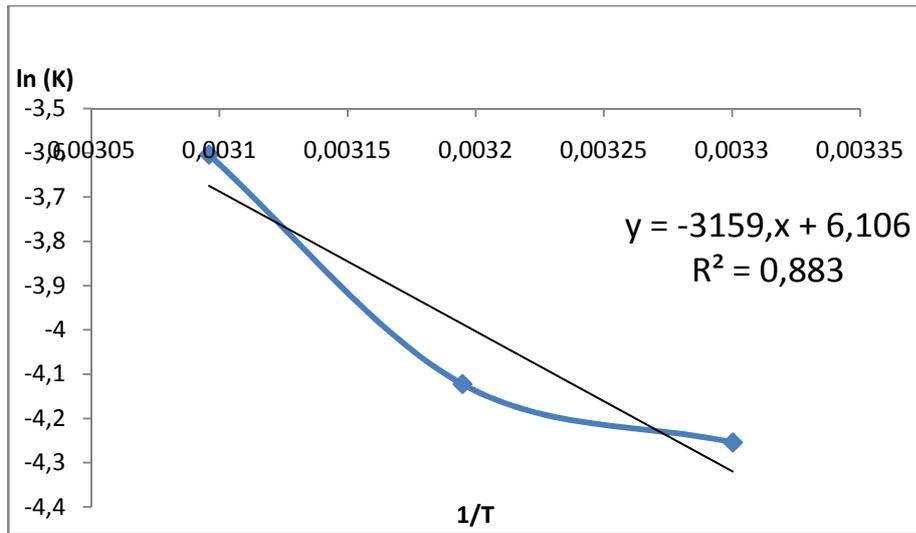


3- Formes linéaires de la loi d'Arrhenius

Cas de l'extraction acide



Cas de l'extraction aqueuse



Annexe IV : Adéquation des valeurs expérimentales de la cinétique de dé-sucrage et les valeurs prédites par les modèles :

A-Cas de l'extraction acide par la solution de jus de citron

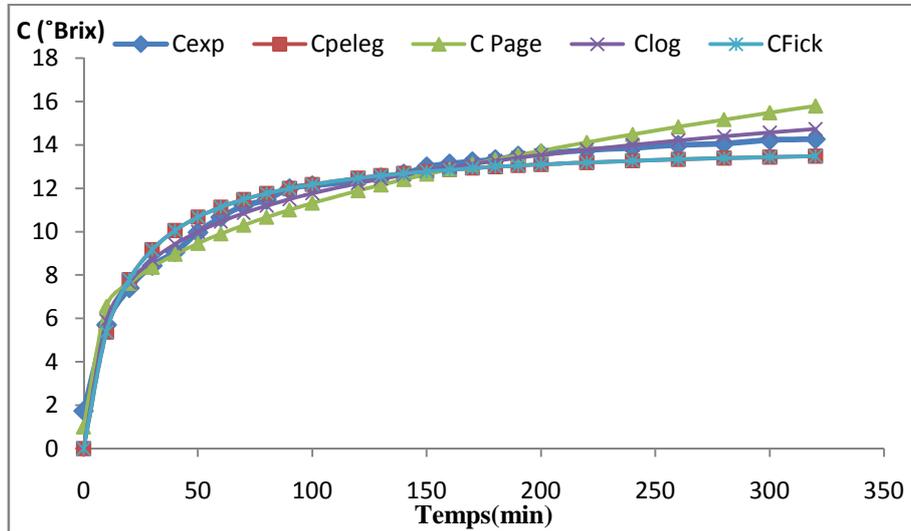


Figure 1: Représentation simultanée des courbes de dé-sucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à 40°C.

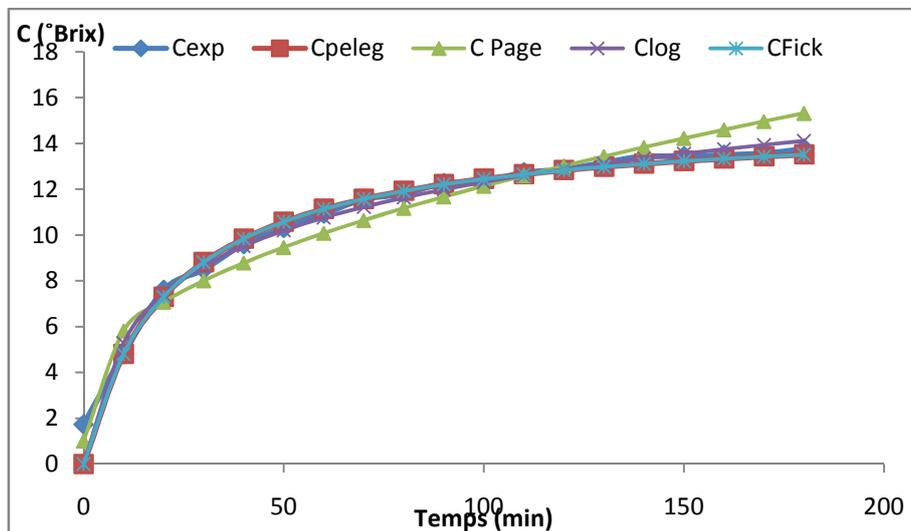


Figure V- 2: Représentation simultanée des courbes de désucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à 50°C.

B- Cas de l'extraction aqueuse

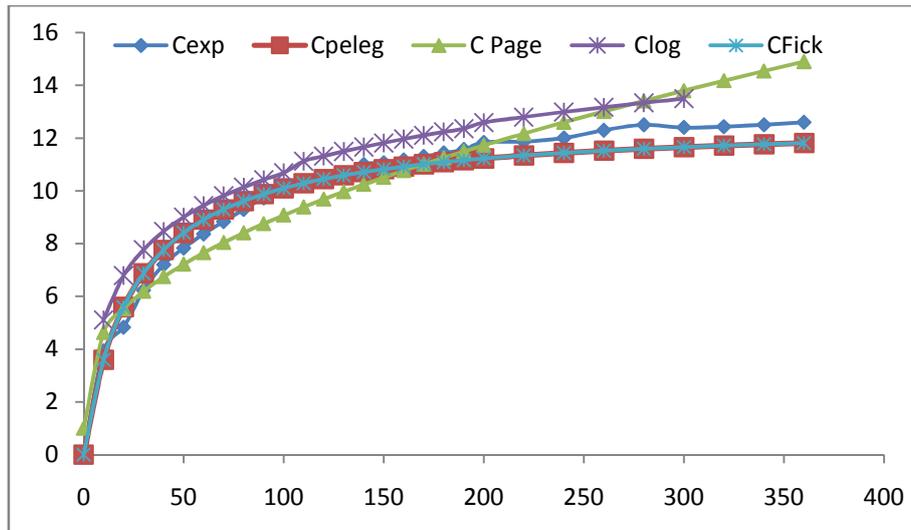


Figure V-3 : Représentation simultanée des courbes de désucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à 30°C.

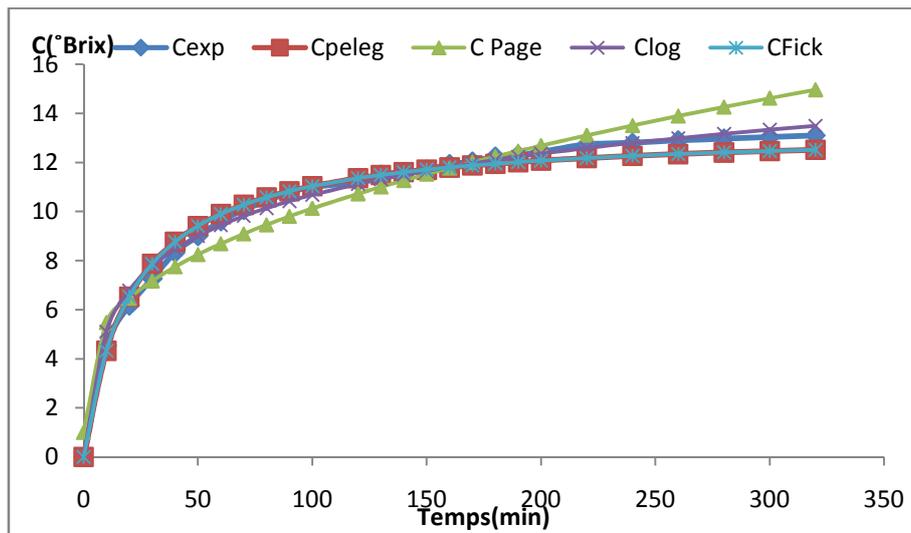


Figure V-4 : Représentation simultanée des courbes de dé-sucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à 40°C.

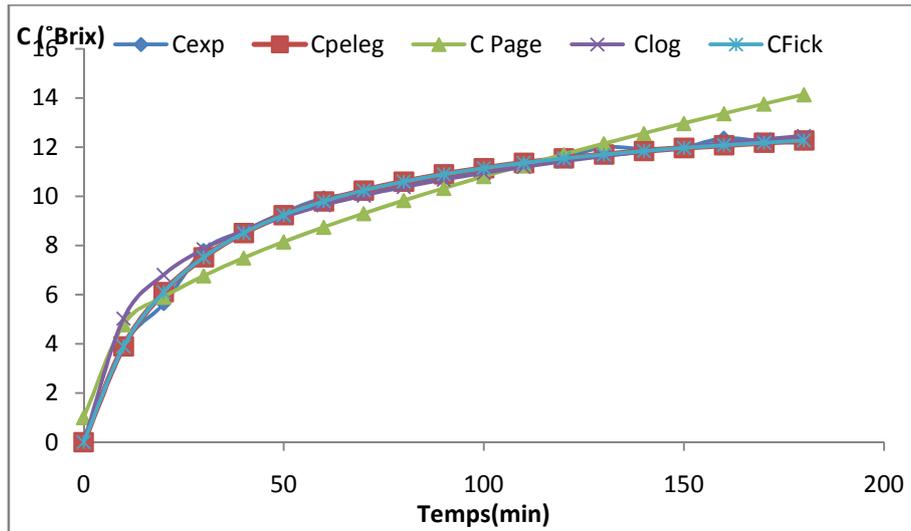


Figure V- 5: Représentation simultanée des courbes de dé-sucrage expérimentales et théorique (prédites par les modèles) à 50°C.

Annexe V: Résultats de la DSC/ATG des poudres de dattes obtenues

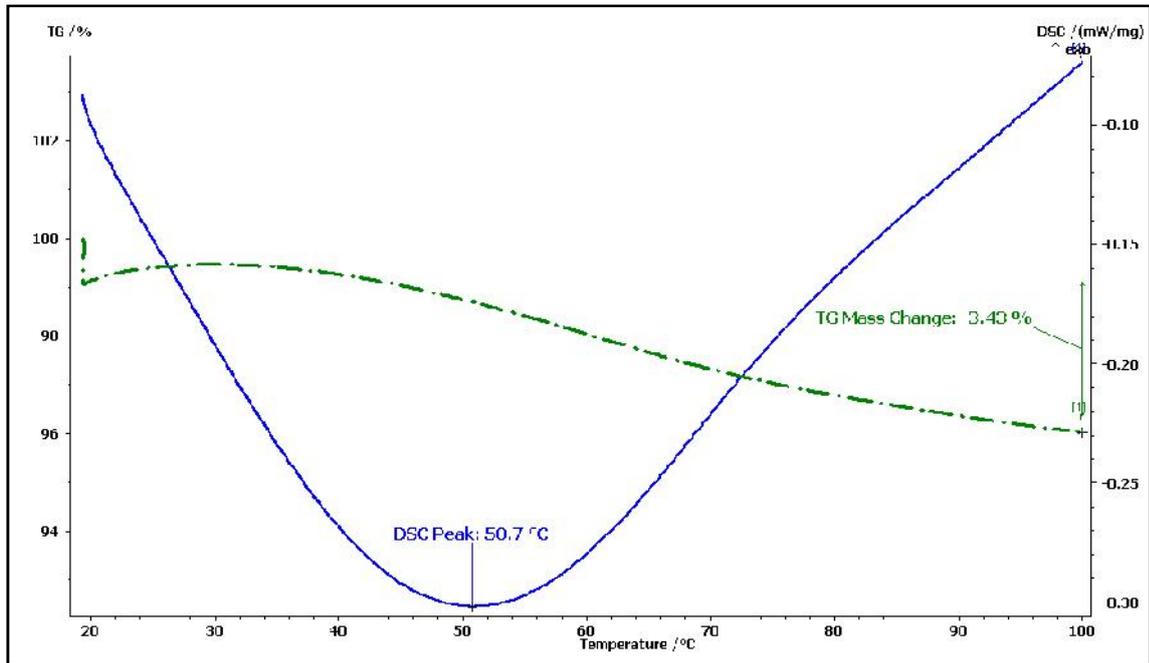


Figure 1: thermogramme de la PDE.

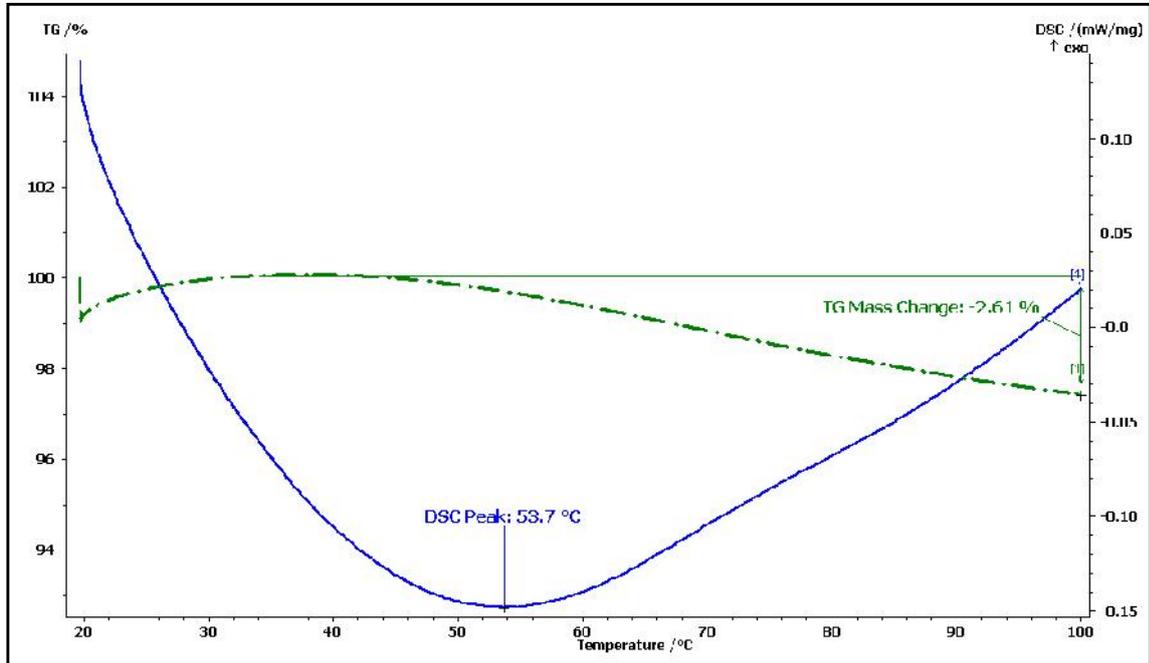


Figure 2 : Thermogramme de la PDDP1.

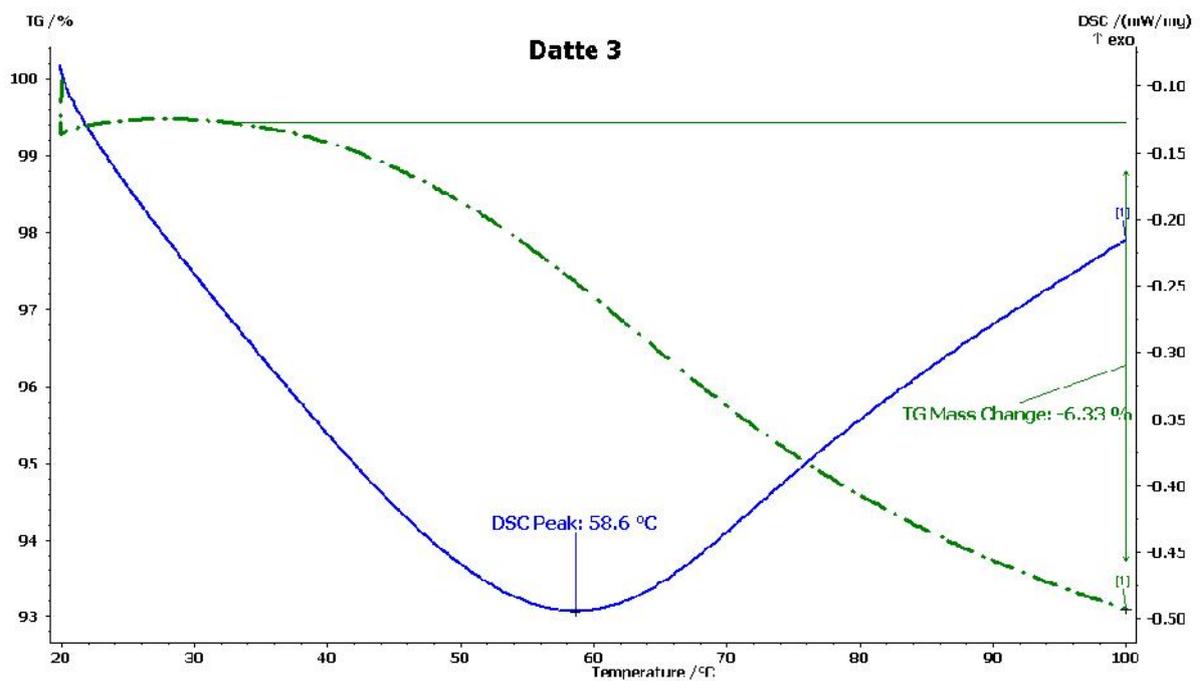


Figure3 : Thermogramme de la PDDP2.

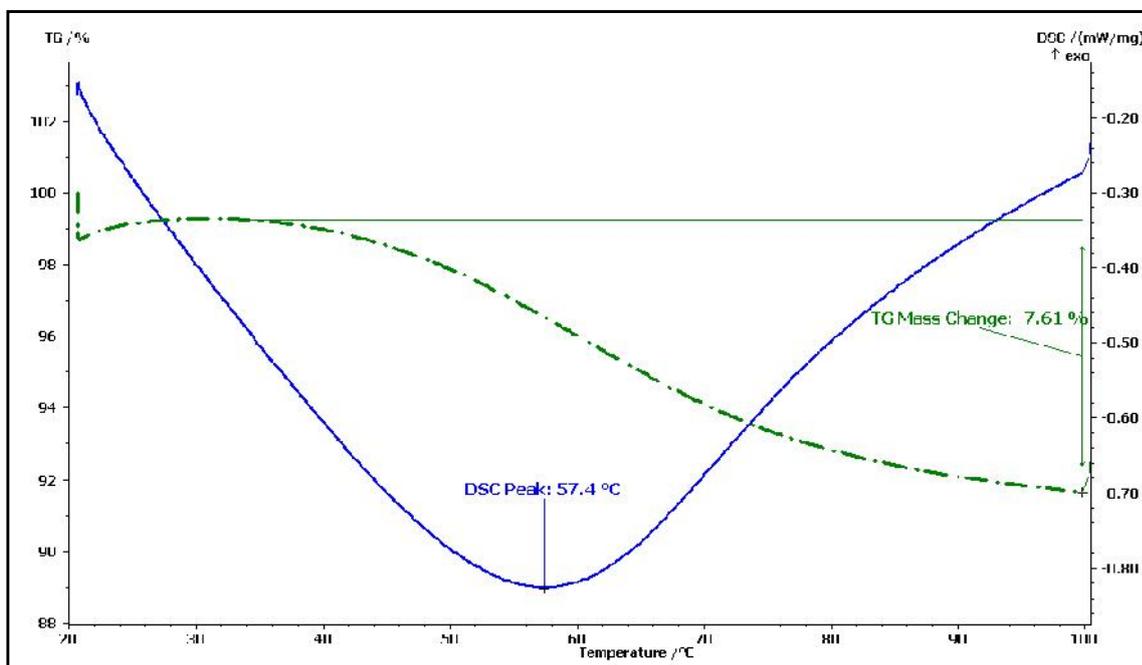


Figure 4 : Thermogramme de la PDDT.