

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  
Département de Technologie Alimentaire

**MEMOIRE DE MAGISTER**

Option : Génie Alimentaire

*Préparation et incorporation dans la  
margarine d'un extrait de dattes des  
variétés séches.*

Réalisé par : Mr DJOUAB Amrane

Mr CHIBANE Mohamed  
Mr NOURI L'Hadi  
Mr MADANI Khodir  
Mme GOUGAM Hassina  
Mr BENAMARA Salem

Professeur à l'université de Béjaïa  
Maître de conférences UMB  
Chargé de cours à l'université de Béjaïa  
Chargée de cours UMBB  
Maître de conférences UMBB

Devant le Jury :

Président  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Promoteur

Année universitaire : 2006/2007

## LISTE DES PUBLICATIONS, SEMINAIRES ET POSTERS

### Générés par ce travail

#### Nationales :

**-Djouab\* A., Gougam H., Benamara S., Lechhab F., Noui Y., Chibane H., 2007.** Contribution à la valorisation des noyaux de dattes. Séminaire National sur la Valorisation des Ressources Naturelles en Zones Semi-Arides. Oum El Bouagui le 23-24 Avril 2007, Présentation Poster.

**-Djouab\* A., Gougam H., Benamara S., Lechhab F., Noui Y., Chibane H., 2007.** Contribution à la valorisation des noyaux de dattes. Communication Orale. Séminaire National sur la Gestion Intégrée des Déchets Industriels, Thème 1 : Les déchets non toxiques. Oran 29/30 Mai 2007. Communication Orale.

#### Internationales :

**-Benamara S\*, Gougam H., Chibane H., Djouab A., Noui Y., Benahmed A., 2007.** Some technologic properties of common date (*Poenix dactylifera L.*) fruits. 5th International Congress Food Technology, Thessaloniki (Grece) 9-11 Mars 2007. Présentation Poster. Publication dans le le Tome 1 du Proceeding du Congrès.

**-Amellal née Chibane H\*, Benamara S., Noui Y., Djouab A., 2007.** Some physicochemical and morphological characterization of three varieties of Algerian common dates. The First International Conference on Date, 2-4 Septembre 2007. Communication orale. Publication en vue dans la revue: Egypt Journal Agriculture and Research.

## ملخص

في هذا العمل قمنا بدراسة التركيبية الفيزيوكيميائية للتمر من صنف مش-دقلة و هذا من اجل استعمال مستخلص التمر في صناعة المار غرين.

- البنية الفيزيوكيميائية للتمر اظهرت أن هذا الأخير غني بالسكريات (63 %) من الوزن الرطب، الرماد (2 %) الذي يحتوي أساسا على البوتاسيوم (K)، الكالسيوم (Ca)، المغنيزيوم (Mg)، و ضف إلى هذا فصنف التمر المستعمل يحتوي على نسبة 1.97% من الفينولات.

- تحصلنا على مستخلص التمر باستعمال مزيج من محلولين ( الماء و الكحول بنسبة 50 ح/50 ح ) بعد التركيز في درجة حرارة منخفضة، حصلنا على خلاصة من التمر لها المميزات التالية: PH (5.78)، الرطوبة (20 %)، الحموضة (0.68)، المادة الجافة المتحللة (72.42 %)، الرماد (1.13) الذي يحتوي أساسا على البوتاسيوم (K)، الصوديوم (Na) و الزنك (Zn)، بالإضافة إلى الفينولات بنسبة 2.13 %. هذه الأخيرة أظهرت قدرة مضادة للأكسدة بنسبة 52.15 % معادلة لتلك الخاصة بالحواظ الكيميائية المستعملة في الصناعة الغذائية (BHA،BHT).

- المار غرين بطبيعتها الدسمة معرضة للأكسدة و ليست غنية بالعناصر البيوكيميائية كتلك المتوفرة في التمر. تركيبية المار غرين المأخوذة في هذا العمل اختيرت بعد عدة تجارب على أساس بعض الخواص الفيزيوكيميائية (درجة الذوبان، تماسك المزيج : مواد دسمة/ماء) و الغذائية. المار غرين المتحصل عليها بعد إضافة خلاصة التمر لها الخصائص الفيزيوكيميائية التالية:

الماء (3.88 %)، المواد الدسمة (59.24 %)، مواد غير دهنية (40.76 %)، HP، (4.6)، ثابت اليود (59 غ/100 غ من المار غرين)، الحموضة (0.17 %)، ثابت البيروكسيد (2.3 qem/كغ من المار غرين)، درجة الذوبان (33.2 م°). هذه الخواص مطابقة لمواصفات النوعية المعمول بها.

التحليل الكروماتوغرافي للأحماض الدهنية المكونة للمار غرين بين أن هذه الأخيرة تحتوي على جميع الأحماض الدهنية النباتية (C<sub>8</sub> - C<sub>20</sub>). ضف إلى ذلك فهي غنية بالأحماض الدهنية الأساسية ω<sub>3</sub> (0.47) و ω<sub>6</sub> (18.34) مع تواجد توازن بين الأحماض الدهنية المشبعة و الغير مشبعة يقدر ب 1.02 مقارب لما هو مطلوب من طرف اختصاصي التغذية البشرية.

**الكلمات الدالة:** تثمين، التمر، الخواص الفيزيوكيميائية، الفينولات، مستخلص (ماء/كحول)، خاصية مضادة للأكسدة، المار غرين، الأحماض الدهنية.

## Résumé

Le présent travail porte sur la caractérisation de la datte Mech-Degla et la valorisation de ses constituants mineurs par incorporation d'un extrait de celle-ci dans une recette de margarine allégée.

Les caractéristiques physico-chimiques de la pulpe du fruit étudié montrent que celle-ci est riche en sucres (63.8 % MF), en cendres (2 % MS) constitué essentiellement de K, Ca et Mg et en **polyphénols totaux** (1.97 % MF). Elle est, par contre, pauvre en lipides (0.27 % MF) et en protéines (2.46 % MF).

Un extrait de cette datte obtenu par extraction à froid à l'aide d'un mélange eau/éthanol (50/50 v/v) et concentration à basse température, présente les caractéristiques physico-chimiques suivantes (en % MF) : humidité (20 %), pH (5.78), acidité titrable (0.68), °Brix (72.42), taux de cendres (1.13 %) essentiellement composé de K, Na, Zn... **polyphénols totaux** (2.13 %). De plus, l'extrait hydroalcoolique présente une activité antioxydante intéressante de 52.15 % équivalente à celle du BHT (63.33 %).

Par ailleurs, la margarine est connue pour être sensible à l'altération par oxydation et pauvre en certains éléments essentiels contenus dans l'extrait de dattes. Une recette de margarine basse calorie "Allégée" additionnée de l'extrait de dattes a donc été élaborée après plusieurs essais, sur la base de critères physiques (point de fusion et stabilité de l'émulsion...) et nutritionnels (équilibre en acides gras...).

L'analyse du produit obtenu présente les caractéristiques physico-chimiques suivantes: H<sub>2</sub>O (38.8 %), non gras (40.76 %), matière grasse (59.24 %), pH (4.6), indice d'iode (59 g d'I<sub>2</sub>/100g de margarine), acidité (0.17 %), indice de peroxyde (2.3 méq/Kg de margarine), point de fusion (33.2 °C), valeurs conformes à un produit de bonne qualité. Sa composition en acides gras déterminée par CPG, montre qu'elle possède toute la gamme des AG des huiles végétales (C<sub>8</sub> à C<sub>20</sub>). Elle est en outre riche en acides gras essentiels  $\omega$ -3 (0.47 %) et  $\omega$ -6 (18.34 %), avec un rapport AGPI/AGS de 1.02 proche de celui recommandé par les nutritionnistes (de l'ordre de 0.8).

**Mots clés :** Valorisation, datte, caractérisation physico-chimique, polyphénols, extrait hydroalcoolique, activité antioxydante, margarine, acides gras.

## Abstract

This work concerns the characterization of the Mech-Degla date and the valorization of its minor components by incorporation of an extract of this one in a low calorie margarine receipt.

The physicochemical characteristics of the pulp of the studied fruit show that it's rich in sugars (63.8 % MF), in ashes (2 % ms) essentially made of K, Ca, Mg and of total polyphenols (1.97 % MF). It is, on the other hand, low in lipids (0.27 % MF) and proteins (2.46% MF).

An extract of this date obtained by cold extraction using a mixture water /ethanol (50/50 v/v) and concentrate at low temperature, presents the following physicochemical characteristics (in % MF): moisture (20%), pH (5.78), assayable acidity (0.68), Brix (72.42), ash content (1.13 %) primarily composed of K, Na, Zn total polyphenols (2.13 %). Moreover, the hydroalcoholic extract presents an interesting antioxydant activity of 52.15 % equivalent to that of the BHT (63.33 %).

In addition, the margarine is known to be sensitive to deterioration by oxidation and low in certain essential elements contained in the date extract. A margarine receipt low calorie added with the date extract was elaborate after several tests, on the basis of physical criterion (melting point and stability of the emulsion...) and nutritional (equilibrium of fatty acids...). The analysis of the product obtained shows the following physicochemical characteristics: H<sub>2</sub>O (38.8%), no fat (40.76 %), fat content (59.24%), pH (4.6), iodine value (59 g I<sub>2</sub>/100g of margarine), acidity (0.17 %), peroxyde value (2.3 margarine méq/Kg), melting point (33.2 °C), in conformity with a good quality product. Its composition in fatty acids determined by CG, shows that it has all the fatty acids of vegetal oils (C<sub>8</sub> with C<sub>20</sub>). It is moreover rich in essential fatty acids  $\omega$ -3 (18.34 %) and  $\omega$ -6 (0.47 %), with a ratio AGPI/AGS of 1.02 close relation of that recommended by the nutritionists (about 0.8).

**Key words:** Valorization, date, physicochemical characterization, polyphenols, hydroalcoholic extract, antioxydant activity, margarine, fatty acids.

# Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Recherche de Technologie Alimentaire de l'université de Boumerdes (LRTA) et au Laboratoire  $L_3BS$  de l'université A.Mira de Béjaïa.

Je tiens à remercier en premier lieu Mr Benamara S., Maître de conférences à l'université de Boumerdes (UMBB) pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger ainsi que pour ses discussions enrichissantes, ses conseils qui m'ont permis d'évoluer dans ma vision de la recherche et de la façon de la mener, qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier aussi, Mme Gougam H., ma co-promotrice, Chargée de cours à l'université de Boumerdes (UMBB) pour ses conseils, orientations et ses encouragements ainsi qu'au temps qu'elle a consacré à redonner un peu de rigueur à ma plume

Mme Amellal H., Chargée de cours à l'université de Boumerdes (UMBB) pour son aide précieuse et sa générosité.

Mr Chibane M., Professeur à l'université de Béjaïa pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant mon jury et pour son aide précieuse en nous accueillant au sein de son laboratoire où une bonne partie de notre travail a été faite.

Mr Nouri H., Maître de conférences à l'université de Boumerdes (UMBB) pour avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner et pour ses encouragements tout au long de ce travail.

J'exprime ma reconnaissance à Mr Madani K., Maître de conférences à l'université de Béjaïa d'avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner et pour l'aide qu'il nous a apportée pour l'analyse de nos échantillons au niveau du laboratoire  $L_3BS$ .

Mme Belkebire Zahra mon enseignante du tronc commun pour sa sagesse et son soutien durant mon cursus.

Je tiens à remercier Melle Haderbache L., Maître assistante à l'université de Boumerdes (DTA) pour ses critiques et suggestions.

Mr Abadlia M.T, Mr Hachemi M, Mr Abedia et Mme Abed du laboratoire de Recherche Génie des Matériaux pour leur aide.

Mr Amrouche (COGB) et Mr Bahirene (CEVITAL) pour les échantillons d'huiles utilisés dans cette étude.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail en particulier, Aït Kaci K. (INA), Hidous K. (LRTA), les laborantins(es) du DTA, DGE et SA de Béjaïa.

Sans oublier Si Noui Y. et Si Mechou N. pour leur aide et surtout de m'avoir supporté durant notre parcours

Je tiens à remercier aussi tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

# *Dédicaces*

Je dédie ce travail à :

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

Mes frères: Salah, Hakim, Chabane, Azzedine et Djaffar

Toute ma famille

Mes sœurs: Mme Belekbir Zahra et Mme Amellal Hayet

Tous mes ami(es)

## Liste des abréviations

### Abréviations

**AGI:** Acides gras insaturés

**AGMI:** Acides gras monoinsaturés

**AGPI:** Acides gras polyinsaturés

**AGS:** Acides gras saturés

**AL:** Acide linoléique

**AOCS:** American Oil Chemistry Society

**BHA:** Butylhydroxyanisol

**BHT:** Butylhydroxytoluène

**CCM :** Chromatographie sur couches mince

**CLHP (HPLC):** Chromatographie liquide à haute performance

**COGB:** Complexe des Corps Gras de Béjaïa

**CPG :** Chromatographie en phase gazeuse

**Da :** Dalton

**DAD-MS :** Détecteur à photo diode-Spectroscopie de masse

**DPPH:** Radical 2, 2-diphényl-1-picryldrazyl

**EAG :** Equivalant acide gallique

**EQ :** Equivalant quercétine

**Extrait H :** Extrait hydroalcoolique

**Extrait M :** extrait méthanolique

**F:** Fructose

**FID :** Détecteur à ionisation de flamme

**G:** Glucose

**LDL:** Low-density lipoprotein (lipoprotéine basse densité)

**M :** Margarine

**MF :** Matière fraîche

**MS :** Matière sèche

**RMN:** Résonance magnétique nucléaire

**S:** Saccharose

**SAA:** Spectroscopie d'absorption atomique

**UV :** Ultra-Violet

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Nombre de palmier dattier en Algérie	p 4
<b>Tableau II.1</b> : Stades d'évolution de la datte	p 6
<b>Tableau II.2</b> : Cultivars dominants dans les principaux pays producteurs de dattes dans l'Ancien Monde	p 9
<b>Tableau II.3</b> : Production de dattes en Algérie de la campagne agricole (2000/2001)	p 10
<b>Tableau II.4</b> : Production de dattes par pays (2004)	p 11
<b>Tableau II.5</b> : Teneur en eau de quelques variétés de dattes de la région fliache (Biskra), en %	p 12
<b>Tableau II.6</b> : Teneur en sucres de quelques variétés de dattes algériennes de la région des Zibans, en % de matière sèche	p 13
<b>Tableau II.7</b> : Composition en sucres de la datte Mech-Degla	p 13
<b>Tableau II.8</b> : Composition biochimique des noyaux des dattes Irakiennes en %	p 14
<b>Tableau III.1</b> : Composition moyenne en acides aminés de la datte sèche	p 19
<b>Tableau III.2</b> : Composition en acides gras de la datte Deglet-Nour, en % de matière grasse	p 20
<b>Tableau III.3</b> : Composition minérale de quelques variétés de dattes molles algériennes en mg/100 g de la partie comestible	p 21
<b>Tableau III.4</b> : Composition minérale de quelques variétés de dattes du Moyen-Orient mg/100 g de matière sèche	p 21
<b>Tableau III.5</b> : Composition vitaminique moyenne de la datte sèche	p 22
<b>Tableau III.6</b> : Teneur en composés phénoliques de quelques variétés de dattes algériennes	p 22
<b>Tableau V.7</b> : Teneur en tanins de diverses variétés de dattes Saoudiennes au stade de maturité (Tamar)	p 23
<b>Tableau VI.1</b> : Préparation des dilutions de l'acide gallique pour la réalisation de la courbe standard des polyphénols totaux	p 56
<b>Tableau VI.2</b> : Préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes	p 58
<b>Tableau VII.1</b> : Caractéristiques morphologiques de la datte Mech-Degla	p 75
<b>Tableau VII.2</b> : Composition biochimique de la datte Mech-Degla	p 77
<b>Tableau VII.3</b> : Teneur en sucre totaux, saccharose, fructose, glucose et fructose en % (MF)	p 79
<b>Tableau VII.4</b> : Teneur en éléments minéraux de la pulpe de la datte Mech-Degla, en mg/100g	p 82
<b>Tableau VII.5</b> : Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes de l'extrait méthanolique de la datte Mech-Degla	p 86
<b>Tableau VII.6</b> : Caractérisation physico-chimique de l'extrait hydroalcoolique de la datte Mech-Degla	p 89
<b>Tableau VII.7</b> : Teneur en éléments minéraux de l'extrait hydroalcoolique de la datte Mech-Degla, en mg/100g de matière fraîche	p 90
<b>Tableau VII.8</b> : contenu vitaminique des sirops des dattes Siwi et Amhat	p 92
<b>Tableau VII.9</b> : Activité antioxydante des extraits méthanolique et hydroalcoolique de la pulpe de datte et des solutions de BHA et de BHT	p 93

<b>Tableau VII.10</b> : Recette de la margarine élaborée N° 1	p 95
<b>Tableau VII.11</b> : Recette de la margarine élaborée N° 2	p 96
<b>Tableau VII.12</b> : Caractéristiques physico-chimiques de la margarine élaborée	p 97
<b>Tableau VII.13</b> : Composition en différents acides gras de la margarine élaborée	p 98
<b>Tableau VII.14</b> : Teneurs comparées en différentes classes d'acides gras (en g/100 g) de la margarine extrait de la margarine allégée "Planta Fin"	p 100
<b>Tableau VII.15</b> : Résultats du test de Swift	p101

<b>Liste des figures</b>
--------------------------

<b>Fig II.1</b> : Datte et noyau du palmier dattier	p 7
<b>Fig II.2</b> : Opérations de la transformation de la datte	p 18
<b>Fig IV.1</b> : Les polyphénols les plus répandus dans la nature	p 24
<b>Fig IV.2</b> : Structures chimiques des acides benzoïques	p 26
<b>Fig IV.3</b> : Structures chimiques des principaux acides cinnamiques	p 26
<b>Fig IV.4</b> : Structure chimique commune des flavonoïdes	p 27
<b>Fig IV.6</b> : Famille des flavonoïdes	p 29
<b>Fig IV.5</b> : Structure du cation flavylum 2-phenyl-1-benzopyrilium	p 30
<b>Fig IV.7</b> : Structure générale d'un tanin hydrolysable	p 32
<b>Fig IV.8</b> : Exemple d'ellagitanin (casuarictine)	p 32
<b>Fig IV.9</b> : Structure générale d'un tanin condensé	p 33
<b>Fig IV.10</b> : Pouvoir antioxydant des polyphénols	p 34
<b>Fig V.1</b> : Principales étapes de la production de la margarine	p 42
<b>Fig VI.1</b> : Principales étapes d'extraction des polyphénols	p 55
<b>Fig VI.2</b> : Organigramme représentant le dosage des polyphénols totaux	p 57
<b>Fig IV.3</b> : Organigramme représentant le dosage des flavonoïdes dans l'extrait de dattes	p 59
<b>Fig VI.4</b> : Schéma représentatif de l'extrait de dattes à incorporer dans la margarine	p 62
<b>Fig VI.5</b> : Diagramme de fabrication de la margarine au laboratoire	p 66
<b>Fig VII.1</b> : Pourcentage de la pulpe et du noyau dans la datte entière	p 76
<b>Fig VII.2</b> : Chromatogramme des sucres de la pulpe de la datte Mech-Degla	p 80
<b>Fig VII.3</b> : Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux	p 86
<b>Fig VII.4</b> : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes	p 87
<b>Fig VII.5</b> : Pourcentage d'inhibition des extraits méthanoliques et hydroalcoolique de la pulpe de dattes et des solutions de BHA et de BHT	p 94
<b>Fig VII.6</b> : Composition en acides gras de la margarine à l'extrait de dattes	p 99

## Liste des photos

**Photo VI.1** : Datte Mech-Degla entière et en coupe

p 46

**Photo VI.2** : Dispositif du test de Swift

p 74

## Liste des annexes

### Annexe I

**Fig 1** : Biosynthèse des acides hydroxycinnamiques, flavonoïdes et les tanins

**Tableau 1** : Les anthocyanes les plus souvent rencontrés dans les végétaux supérieurs

**Tableau 1** : Profil phénolique de quelques variétés de dattes algériennes (Ghardaïa)

### Annexe II

**Fig I.1** : Chromatogramme du saccharose.

**Fig I.2** : Chromatogramme des sucres de la datte Mech-Degla.

**Fig I.3** : Courbe d'étalonnage du glucose.

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

## **Etude bibliographique**

### **Chapitre I**

#### **Le palmier dattier**

I. Généralités sur le palmier dattier .....	3
II. Position systématique .....	3
III. Ecologie.....	3
IV. Répartition géographique du palmier dattier .....	4
IV.1. En Algérie .....	4
IV.2. Dans le monde.....	5

### **Chapitre II**

#### **La datte et sa technologie**

I. Définition de la datte.....	6
II. Formation et maturation de la datte.....	6
III. Les variétés de dattes.....	8
IV. Classification des dattes .....	9
V. Production des dattes.....	10
V.1. En Algérie.....	10
V.2. Dans le monde .....	11
VI. Composition biochimique de la datte.....	12
VI.1.Composition biochimique de la partie comestible "Pulpe".....	12
VI.1.1. Constituants majeurs .....	12
VI.1.1.1.L'eau .....	12
VI.1.1.2.Les sucres.....	12
VI.1.1.3. Les fibres.....	14
VI.1.2. Constituants mineurs.....	14
VI.2. Composition biochimique de la partie non comestible "Noyau" .....	14
VI.2. Valeur nutritionnelle de la datte.....	14
VII. Technologie de la datte.....	15
VII.1. Transformation de la datte .....	15
VII.1.1.Confiserie à base de dattes.....	15
VII.1.1.1. Pâte de datte.....	15
VII.1.1.2. Farine de dattes .....	15
VII.1.1.3. Sirop, crèmes et confitures de dattes .....	15
VII.2. Mise en valeur des déchets .....	15

VII.2.1. Biomasse et protéines unicellulaires.....	15
VII.2.2. Alcool .....	16
VII.2.3. Vinaigre .....	16
VII.2.4. Aliments de bétail .....	16
VII.2.5. Autres produits.....	16
VIII. Importance économique de la transformation de la datte.....	16

### **Chapitre III**

#### **Les constituants mineurs de la datte**

I. Les protéines.....	18
II. Les lipides .....	19
III. Les éléments minéraux .....	19
IV. Les vitamines .....	21
V. Les composés phénoliques.....	21
VI. Valeur nutritionnelle de la datte .....	21

### **Chapitre IV**

#### **Les polyphénols**

I. Généralités sur les polyphénols .....	23
II. Biosynthèse des polyphénols .....	24
III. Classification des polyphénols.....	24
III.1 Les acides phénoliques .....	24
III.1.1. Les acides benzoïques .....	24
III.1.2. Les acides cinnamiques .....	25
III.2. Les flavonoïdes .....	26
III.2.1. Les flavonols (hydroxy-3-flavone) .....	26
III.2.2. Les flavones .....	27
III.2.3. Les isoflavones .....	27
III.2.4. Les flavanones .....	27
III.2.5. Les flavanes .....	27
III.3. Les anthocyanes .....	27
III.4. Les tanins .....	30
III.4.1. Les tanins hydrolysables.....	30
III.4.2. Les tanins condensés.....	31
IV. Rôle des polyphénols chez les végétaux.....	32
V. Compartimentage des polyphénols .....	32
VI. Propriétés des polyphénols .....	33

VI.1. Propriétés antioxydantes.....	33
VI.2. Propriétés biologique et intérêt diététique.....	34
VII. Apport journalier en antioxydants non nutriments.....	34
VIII. Polyphénols de la datte.....	34
VIII.1. Profil phénolique des dattes.....	36
VIII.1.1. Les acides cinnamiques.....	36
VIII.1.2. Les flavonoïdes.....	36
VIII.1.2.1. Les flavones.....	36
VIII.1.2.2. Les flavanones.....	36
VIII.1.2.3. Les flavonols.....	36

## **Chapitre V**

### **La margarine**

I. Introduction.....	37
II. Définition.....	38
III. Composition globale de la margarine.....	38
IV. Type de margarines.....	38
IV.1. Margarines de tables.....	38
IV.1.1 Margarine de table tartinable.....	39
IV.1.2. Margarine de table végétale.....	39
IV.1.3. Margarine de table courante.....	39
IV.1.4. Margarine douce battue.....	39
IV.1.5. Minarines.....	39
IV.1.6. Margarines sous forme liquide.....	39
IV.2. Margarines diététiques ou spéciales (Basses calories).....	39
IV.2.1. Margarines enrichies en phytostérols.....	39
V. Schéma général de fabrication de la margarine.....	40
V.1. Préparation de la phase grasse.....	40
V.1.1. Additifs liposolubles.....	42
V.1.1.1. Les émulsifiants.....	42
V.1.1.2. Les agents colorants.....	42
V.1.1.3. Les arômes.....	42
V.1.1.4. Les vitamines liposolubles.....	42
V.2. Préparation de la phase aqueuse.....	42
V.2.1. L'eau.....	42
V.2.2. Le lait.....	43

V.2.3. Les additifs hydrosolubles.....	43
V.2.3.1. Le sel.....	43
V.2.3.2. Les conservateurs.....	43
V.2.3.3. Les correcteurs de pH.....	43
V.2.3.4. Les antioxygènes.....	43
V.2.3.5. Les révélateurs.....	43
V.2.3.6. Le sucre.....	43

## **Etude expérimentale**

### **Chapitre VI**

#### **Matériel et méthodes**

I. Matériel végétal.....	44
I.1. Description et choix de la variété.....	44
I.2. Prélèvement des échantillons.....	44
II. Méthodes d'analyses.....	44
II.1. Caractérisation physique de la datte entière.....	45
II.2. Caractérisation physicochimique de la pulpe.....	45
II.2.1. Détermination de la teneur en eau.....	45
II.2.2. Détermination du pH.....	46
II.2.3. Détermination de l'acidité titrable.....	47
II.2.4. Détermination de la teneur en sucres par HPLC.....	47
II.2.5. Détermination de la teneur en protéines.....	49
II.2.6. Détermination de la teneur en lipides.....	50
II.2.7. Détermination de la teneur en cendres.....	51
II.2.8. Détermination de la teneur en éléments minéraux par SAA.....	51
II.2.9. Détermination de la teneur en pectines.....	52
II.2.10. Détermination de la teneur en polyphénols.....	53
II.2.10.1. Extraction des polyphénols.....	53
II.2.10.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux.....	55
II.2.10.3. Détermination de la teneur en flavonoïdes.....	57
II.3. Obtention et caractérisation de l'extrait hydroalcoolique de la datte Mech-Degla ..	58
II.3.1 Obtention de l'extrait à incorporer dans la margarine.....	58
II.3.2. Caractérisation de l'extrait hydroalcoolique.....	59
II.3.2.1. Détermination du °Brix.....	59
II.3.2.2. Détermination de la densité.....	60
II.4. Détermination du pouvoir antioxydant.....	60

II.4.1. Extraction.....	60
II.4.2. Détermination de l'activité antioxydante par l'inhibition de l'acide linoléique....	60
II.5. Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et évaluation de son oxydation forcée.....	63
II.5.1.1. La formulation .....	63 38
II.5.1.2. Préparation de la phase grasse .....	63
II.5.1.3. Préparation de la phase aqueuse .....	64
II.5.1.4. Emulsification.....	64
II.5.1.5. Refroidissement .....	64
II.5.1.6. Malaxage .....	64
II.5.1.7. Conditionnement .....	64
II.5.1.8. Stockage.....	64
II.5.2. Caractérisation physico-chimique de la margarine à l'extrait et évaluation de sa résistance à l'oxydation forcée.....	66
II.5.2.1. Caractérisation physico-chimique de la margarine .....	66
II.5.2.1.1. Détermination de la teneur en eau et matières volatiles .....	66
II.5.2.1.2. Détermination du gras et du non gras .....	66
II.5.2.1.3. Détermination de la teneur en acides gras par CPG .....	67
II.5.2.1.4. Détermination du pH .....	68
II.5.2.1.5. Détermination de l'indice d'iode.....	68
II.5.2.1.6. Détermination de l'acidité .....	69
II.5.2.1.7. Détermination de l'indice de peroxyde .....	70
II.5.2.1.8. Détermination du point de fusion .....	71
II.5.2.2. Détermination de la résistance à l'oxydation forcée par le test de Swift .....	72

## **Chapitre VII**

### **Résultats et interprétations**

I. Caractéristiques morphologiques de la datte .....	74
II. Composition biochimique de la pulpe.....	76
II.1. Teneur en eau.....	76
II.2. pH .....	76
II.3. Teneur en acidité titrable .....	77
II.4. Teneur en sucres .....	77

II.5. Teneur en protéines .....	79
II.6. Teneur en lipides .....	79
II.7. Teneur en pectines .....	80
II.8. Teneur en cendres .....	80
II.9. Teneur en éléments minéraux .....	80
II.9.1. Teneur en macroéléments .....	81
II.9.2. Teneur en oligoéléments .....	83
II.10. Teneur en polyphénols .....	84
II.10.1. Teneur en polyphénols totaux .....	84
II.10.1. Teneur en flavonoïdes .....	86
III. Obtention et caractérisation de l'extrait de dattes (hydroalcoolique) .....	86
III.1. Obtention de l'extrait .....	86
III.2. Caractérisation physico-chimique de l'extrait hydroalcoolique .....	87
III.2.1. Teneur en humidité et matières volatiles .....	87
III.2.2. pH .....	88
III.2.3. Teneur en acidité titrable .....	88
III.2.4. Teneur en solides solubles (°Brix) .....	89
III.2.5. Teneur en cendres .....	89
III.2.6. Teneur en éléments minéraux dans l'extrait .....	89
III.2.7. Teneur en polyphénols totaux .....	90
III.2.8. Teneur en flavonoïdes .....	90
III.2.9. Teneur en vitamines du groupe B .....	90
IV. Détermination de l'activité antioxydante .....	91
V. Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et évaluation de sa résistance à l'oxydation forcée .....	94
V.1. Elaboration de la recette de la margarine .....	94
V.2. Caractérisation de la margarine .....	96
V.2.1. Caractérisation physico-chimique de la margarine avec extrait de dattes .....	96
V.2.2. Composition en acides gras de la margarine avec extrait de dattes .....	97
V.2.3. Résistance à l'oxydation forcée d'après le test de Swift .....	100
Conclusion .....	102
Références bibliographiques	
Annexes	

## Introduction

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) est une plante vitale pour les régions désertiques du Moyen Orient et du nord africain où il constitue une base de survie à leurs populations. On compte actuellement de par le monde, plus de 2000 variétés ou cultivars différents, mais, seul un nombre limité est valorisé pour la qualité de leurs fruits (**Al-Hooti et al., 2002**).

La datte, fruit du palmier dattier, constitue l'aliment de base des populations locales et nomades du Sahara et sa production mondiale s'élève à 5.85 millions de tonnes en 2004 (**FAO, 2004**). L'Algérie, 6<sup>ème</sup> producteur mondial avec 450 000 tonnes en 2004 (**FAO, 2004**), héberge un patrimoine génétique très diversifié. Elle compte environ 13 millions de palmiers composés de 940 cultivars différents (**Anonyme, 2003 ; Hanachi, 1998**) dont les plus importants sont Deglet-Nour, Degla-Beïda et Mech-Degla (**Anonyme, 2002**).

Le fruit lui-même, fait l'objet d'une activité commerciale très intense et la variété Deglet-Nour détient le monopole des marchés nationaux et internationaux. Elle bénéficie même, d'un certain marketing (présentation, emballage...). En revanche, les autres variétés dites communes et représentant 30 % environ de la production nationale ne retiennent aucune attention particulière.

Cela a engendré de nouvelles tendances agricoles, poussant le cultivateur vers la culture monovariétale de la Deglet-Nour et exposant ainsi, le patrimoine génétique riche de plus de 900 variétés au danger de disparition. A l'heure actuelle, quelques millions de pieds des variétés dites communes sont presque à l'abandon et en quête d'un souffle nouveau autre que comme aliment de bétail.

De plus, en Algérie, la technologie de transformation des dattes, se limite à son conditionnement et à la production de pâtes à partir de la variété molle Ghars. Pourtant, un développement réfléchi de cette technologie par la maîtrise des procédés et la recherche de nouveaux débouchés pour les variétés communes, peut être d'un grand apport. Il peut contribuer à valoriser les variétés molles et demi-molles qui sèchent sur les palmiers faute de conditions climatiques appropriées et il devient impératif, pour la sauvegarde de cette biodiversité et par la même, pour la survie des populations de ces régions. Pour cela, des formulations aussi bien alimentaires que non alimentaires peuvent apporter une valeur ajoutée aux dattes communes.

Notre travail s'inscrit dans ce contexte et porte sur l'identification des constituants mineurs de la datte communes Mech-Degla et leur valorisation par incorporation dans une recette de margarine allégée.

La margarine est une émulsion plastique initialement formulée pour remplacer et suppléer le beurre trop cher et périssable. Sous sa forme standard, elle est constituée de deux phases essentielles grasse et aqueuse et contient, en outre, 2 % d'auxiliaires de fabrication, pour la plupart, d'origine synthétique. Dans sa conception initiale, la margarine est dépourvue de vitamines du groupe B (vitamines hydrosolubles) et de minéraux ; et par sa composition, elle peut subir des détériorations dont la plus importante est l'oxydation.

L'étude de la datte et particulièrement de ses constituants mineurs, met en évidence des substances, aux propriétés très intéressantes pratiquement complémentaires de la margarine comme :

- des vitamines du groupe B ;
- des polyphénols, produits hautement antioxydants ;
- des colorants naturels ;
- des minéraux dont le potassium, le calcium et le magnésium.

Ceci nous a naturellement conduit à formuler une margarine BIO et hautement nutritive dans laquelle nous avons intégré un extrait de dattes.

Le présent travail se compose de deux parties essentielles.

La première théorique est consacrée à :

- une synthèse bibliographique sur l'état de l'art de la datte et de ses constituants mineurs,
- un aperçu succinct sur la composition et la fabrication de la margarine.

La seconde pratique, porte sur :

- la caractérisation biochimique de la datte Mech-Degla objet de notre étude,
- l'obtention d'un extrait hydroalcoolique à partir de la datte étudiée ;
- la caractérisation et l'évaluation de l'activité antioxydante de l'extrait obtenu ;
- l'élaboration d'une recette de margarine BIO enrichie par cet extrait ;
- la caractérisation biochimique de la margarine élaborée et son aptitude à la résistance à l'oxydation.

# Le palmier dattier

## I. Généralités sur le palmier dattier

Le palmier dattier : *Phoenix dactylifera L.*, provient du mot "Phœnix " qui signifie dattier chez les phéniciens, et dactylifera dérive du terme grec " *dactulos* " signifiant doigt, allusion faite à la forme du fruit (Djerbi, 1994).

Le dattier est un arbre probablement originaire du golfe persique, cultivé dans les régions chaudes et humides. C'est une espèce dioïque, monocotylédone arborescente, appartenant à une grande famille d'arbres à palmes et produisant des dattes (Mazoyer, 2002 ; Gilles, 2000).

## II. Position systématique

La place du palmier dattier dans le règne végétal est rappelée ci-dessous (Djerbi, 1994) :

Groupe : Spadiciflores

Ordre : Palmale

Famille : Palmacées

Sous famille : Coryphoidées

Tribu : Phœnicées

Genre : Phoenix

Espèce : *Dactylifera L.*

***Le genre Phœnix comporte au moins douze espèces, la plus connue est le dactylifera, dont les fruits " dattes " font l'objet d'un commerce international important (Espiard, 2002).***

## III. Ecologie

***Le palmier dattier est cultivé comme arbre fruitier dans les régions chaudes arides et semi-arides. Cet arbre peut s'adapter à de nombreuses conditions grâce à sa grande variabilité (Gilles, 2000).***

Le dattier est une espèce thermophile ; il exige un climat chaud, sec et ensoleillé. C'est un arbre qui s'adapte à tous les sols. Il est sensible à l'humidité pendant la période de pollinisation et au cours de la maturation (Toutain, 1979 ; Munier, 1973).

## IV. Répartition géographique du palmier dattier

### IV.1. En Algérie

Le palmier dattier est cultivé au niveau de 17 wilayas seulement, pour une superficie de 120 830 hectares. Cependant, quatre principales wilayas représentent 83,6 % du patrimoine phoenicicole national : Biskra 23 %, Adrar 22 %, El-Oued 21 % et Ouargla 15 %.

**Tableau I.1** : Nombre de palmiers dattiers en Algérie (Anonyme, 2002)

Wilayas	Deglet-Nour (Dattes fines)	Ghars et analogues (Dattes molles)	Degla-Beïda et analogues (Dattes sèches)	Total palmier dattier	Nombre de palmier en rapport
Adrar	0	0	2 150 904	2 904 150	2 860 071
Laghouat	8 470	7 650	11 580	27 700	12 580
Batna	700	3 900	21 270	25 870	25 330
Biskra	1 964 460	436 530	748 200	3 149 190	5 802 012
Bechar	5 650	0	0	770 030	360 150
Tamanrasset	2 940	0	0	417 140	167 760
Tebessa	49 550	49 550	10 650	68 970	25 200
Djelfa	2 610	860	210	3 680	1 610
M'sila	0	0	18 000	18 000	14 000
Ourgla	1 092 330	783 850	193 130	2 310 069	1 130 667
El-Bayadh	0	45 900	0	193 130	22 500
Illizi	2250	16 340	73 030	91 620	49 930
Tindouf	350	24 250	0	24 600	3200
El-Oued	1 884 030	703 330	296 300	2 660 883	2 580 238
Khenchela	21 290	44 800	7370	73 460	51 040
Naâma	0	19 600	2600	22 200	15 250
Ghardaia	377 100	154 400	378 900	910 400	631 600
	3 559 930	1 660 761	4 048 710	13 505 880	9 300 370

Ce tableau montre que sur un nombre de 13.50 millions de plants cultivés, 69.4 % sont productifs.

## **IV.2. Dans le monde**

Le palmier dattier fait l'objet d'une plantation intensive en Afrique méditerranéenne et au Moyen-Orient.

L'Espagne est l'unique pays européen producteur de dattes principalement dans la célèbre palmeraie d'Elche (**Toutain, 1996**).

Au Etats-Unis d'Amérique, le palmier dattier fût introduit au XVIII<sup>ème</sup> siècle. Sa culture n'a débutée réellement que vers les années 1900 avec l'importation des variétés irakiennes (**Matallah, 2004 ; Bouguedoura, 1991 ; Hilgeman, 1972**).

Le palmier dattier est également cultivé à plus faible échelle au Mexique, en Argentine et en Australie (**Matallah, 2004**).

## La datte et sa technologie

### I. Définition de la datte

La datte, fruit du palmier dattier, est une baie, généralement de forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau, ayant une consistance dure, entouré de chair.

La partie comestible de la datte, dite chair ou pulpe, est constituée de **(Espiard, 2002)** :

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

Les dimensions de la datte sont très variables, de 2 à 8 cm de longueur et d'un poids de 2 à 8 grammes selon les variétés. Leur couleur va du blanc jaunâtre au noir en passant par les couleurs ambres, rouges, brunes plus ou moins foncées **(Djerbi, 1994)**.

### II. Formation et maturation de la datte

Les fleurs fécondées, à la nouaison, donnent un fruit qui évolue en taille, en consistance et en couleur jusqu'à la récolte **(Gilles, 2000)**.

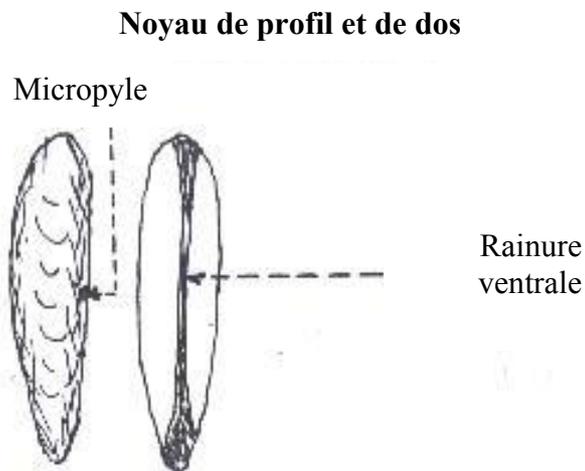
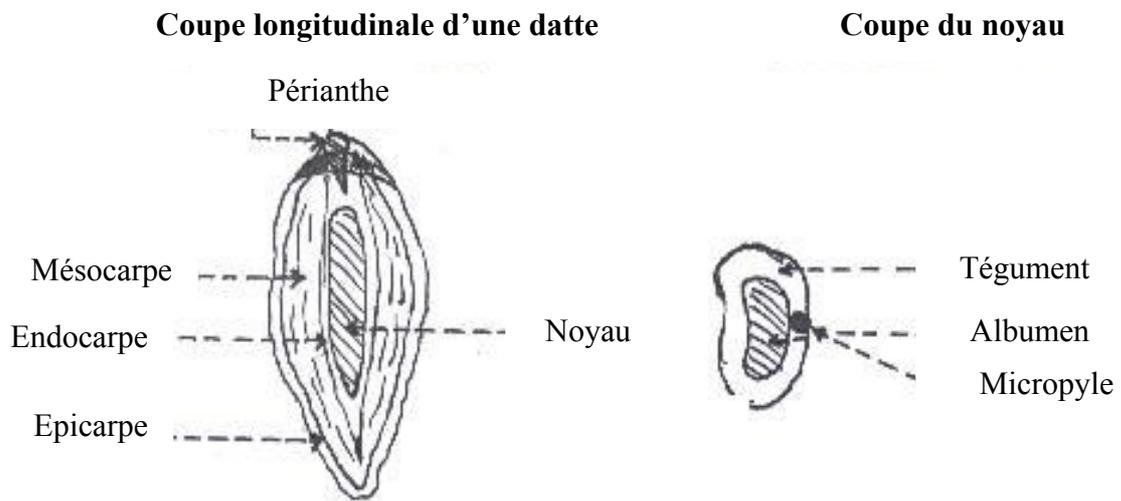
La datte passe par différents stades d'évolution **(Al-Shahib et Marshall, 2002 ; Benchabane et al., 1996 ; Sawaya et al., 1983)**.

Le tableau II.1: illustre les stades d'évolution et les appellations utilisées en Afrique du Nord et en Irak.

**Tableau II.1** : Stades d'évolution de la datte (Djerbi, 1994)

Pays	Stades de développement de la datte				
	I	II	III	IV	V
Irak	Hababouk	Kimiri	Khalal	Routab	Tamr
Algérie	Loulou	Khalal	Bser	Martouba	Tamr
Libye	-	Gamag	Bser	Routab	Tamr
Mauritanie	Zeï	Tefejena	Engueï	Blah	Tamr

La figure II.1 montre une coupe de datte et du noyau.



**Fig II.1** : Datte et noyau du palmier dattier (Buelguedj, 2001)

De nombreux auteurs ont adapté la terminologie utilisée en Irak. Les différents stades peuvent être définis comme suit (Djerbi, 1994) :

- **Hababouk** : Il commence juste après la fécondation et dure environ cinq semaines. A ce stade le fruit est entièrement recouvert par le périanthe et se caractérise par une croissance lente.
- **Kimiri** : Il se caractérise par la couleur verte et un grossissement rapide du fruit ainsi qu'une augmentation des concentrations en tanins et en amidon et une légère augmentation des sucres totaux et de la matière sèche. Ce stade dure neuf à quatorze semaines.
- **Khalal** : Ce stade dure trois à cinq semaines. La couleur du fruit passe du vert au jaune clair, puis vire au jaune, rose ou rouge selon les variétés. Cette phase est marquée par une augmentation rapide de la teneur en sucres totaux, de l'acidité active, par contre la teneur en eau diminue.
- **Routab** : La couleur jaune ou rouge du stade khalal passe au foncée ou au noir. Certaines variétés deviennent verdâtres comme la khadraoui (Irak) et la Bouskri (Maroc). Ce stade se caractérise par :
  - La perte de la turgescence du fruit suite à la diminution de la teneur en eau.
  - L'insolubilisation des tanins qui se fixent sous l'épicarpe du fruit.
  - L'augmentation de la teneur des monosaccharides.
- **Tamr** : C'est le stade final de la maturation de la datte. Le fruit perd beaucoup d'eau, ce qui donne un rapport sucre/eau élevé.

### III. Les variétés de dattes

Elles sont très nombreuses, seulement quelques unes ont une importance commerciale. Elles se différencient par leurs saveur, consistance, forme, couleur, poids et dimensions (Buelguedj, 2001 ; Djerbi, 1988).

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

- **La Deglet-Nour** : Variété commerciale par excellence. C'est une datte demi-molle, considérée comme étant la meilleure variété de datte du fait de son aspect, son onctuosité et sa saveur. A maturité la datte est d'une couleur brune ambrée avec un épicarpe lisse légèrement plissé et brillant, le mésocarpe présente une texture fine légèrement fibreuse (Kendri, 1999 ; Boudrar et al., 1997).
- **Les variétés communes** : Ces variétés sont de moindre importance économique par rapport à Deglet-Nour. Les plus répandues sont : Ghars, Degla-Beïda et Mech-Degla (Masmoudi, 2000 ; Kendri, 1999).

Selon **Belguedj (2001)**, une grande proportion des variétés communes est de consistance molle.

Tableau II.2 : **Cultivars dominants dans les principaux pays producteurs de dattes de l'Ancien Monde (Munier, 1973)**

Pays	Cultivars	Pays	Cultivars
Algérie	Degla-Beïda, Mech-Degla, Deglet-Nour.	Libye	Bikraari, Khadraï, Tafert.
Arabie - Saoudite	Rouzeiz, Koulass, Kounneizi.	Maroc	Jihel, Bou feggous, Mehjoul.
Egypte	Hayani, Saïdi ou Siwi, Samani.	Mauritanie	Ahmar, Tinterguel, Tidiguert, Sekani, Amersi.
Irak	Zahidi, Sayir, Hallaoui, Deri, Hadraoui, Hestaoui, Tsiptab, Barhi.	Pakistan	Jawan Sor, Berni, Karoch, Siah, Karba, Kalud, Rabaï, Dandari, Mazawali, Sabzo, Abdandan, Alini, Muzawijat, Kluskeech, Zard Mokrani, Begum, Jangi, Zardan ou Zard Irani.
Iran	Savir, Mouzâfti, Kabkab, Chahani, Mordasang.	Tchad	Martchiano, Zalao, Mektouli, Koudidou.
Tunisie	Dglet-Nour, Allig ou Fitmi.		

#### IV. Classification des dattes

D'après **Espiard (2002)**, la consistance de la datte est variable. Selon cette caractéristique, les dattes sont réparties en trois catégories :

1-Dattes molles : Ahmar (Mauritanie), Kashram et Miskani (Egypte, Arabie-Saoudite).

2-Dattes demi-molles : Deglet-Nour (Tunisie, Algérie), Mehjoul (Mauritanie), Sifri et Zahidi (Arabie-Saoudite).

3-Dattes sèches de consistance dure : Degla-Beïda et Mech-Degla (Tunisie et Algérie), Amersi (Mauritanie).

## V. Production des dattes

### V.1. En Algérie

La production réalisée dans la campagne agricole (2000/2001) est de 4.18 millions de quintaux (Anonyme, 2002).

**Tableau II.3** : Production de dattes en Algérie de la campagne agricole (2000/2001), en quintaux (Anonyme, 2002)

Wilayas	Deglet-Nour	Ghars et analogues (Dattes molles)	Degla-Beïda et analogues (Dattes sèches)	Total
Adrar	0	0	572 000	572 000
Laghouat	350	1990	2070	4 410
Batna	210	1430	4870	6510
Biskra	769 620	134 760	292 280	1 196 660
Bechar	0	0	94 890	94 890
Tamanrasset	0	0	47 930	47 930
Tebessa	4620	4000	1740	10 360
Djelfa	250	100	50	400
M'sila	0	0	2500	2500
Ourgla	434 110	207 760	66740	708 610
El-Bayadh	0	8750	0	8750
Illizi	90	620	8000	8710
Tindouf	0	500	0	500
El-Oued	895 450	234 920	105 820	1 236 190
Khenchela	1610	4880	1480	7970
Naama	0	1690	190	1880
Ghardaia	106 000	38 600	131 400	276 000
<b>Total</b>	<b>2 212 310</b>	<b>640 000</b>	<b>1 331 960</b>	<b>4 184 270</b>

D'après le tableau II.3, près de 58.14 % de la production nationale de dattes est réalisée par les deux wilayas suivantes : El-Oued (29.54 %) et Biskra (28.6 %).

La variété Deglet-Nour, occupe la première place et représente 52.87 % de la production totale des dattes.

## V.2. Dans le monde

Les principaux pays producteurs de dattes sont : l’Egypte, l’Iran, l’Arabie-Saoudite, l’Emirats Arabes Unis, le Pakistan, l’Algérie et le Soudan. La production mondiale de dattes réalisée en 2004 est de 5.85 millions de tonnes (FAO, 2004).

**Tableau II.4 : Production de dattes par pays, en 2004**  
(F A O, 2004)

<b>Pays</b>	<b>Production, en tonnes</b>
Egypte	1 100 000
Iran	880 000
Arabie-Saoudite	830 000
Emirats Arabes Unis	760 000
Pakistan	650 000
Algérie	450 000
Soudan	330 000
Oman	238 611
Libye	140 000
Tunisie	110 000
Maroc	54 000
Yémen	33 000
Mauritanie	24 000
Tchad	18 000
U.S.A	18 000
Bahreïn	17 000
Qatar	16 500

Du point de vue quantitatif, la production algérienne représente 7 % de la production mondiale, mais du point de vue qualitatif, elle occupe le premier rang grâce à la variété Deglet-Nour, la plus appréciée mondialement.

## VI. Composition biochimique de la datte

### VI.1. Composition biochimique de la partie comestible "Pulpe "

#### VI.1.1. Constituants majeurs

##### VI.1.1.1. L'eau

La teneur en eau est en fonction des variétés, du stade de maturation et du climat. Elle varie entre 8 et 30 % du poids de la chair fraîche avec une moyenne d'environ 19 % (**Matallah, 1970**).

**Tableau II.5 :** Teneur en eau de quelques variétés de dattes de la région  
Fliache (Biskra), en % (Kenfhar, 2004)

Variétés	Consistance	Teneur en eau
Deglet-Nour	Demi-molle	22.60
Mech-Degla	Sèche	13.70
Ghars	Molle	25.40

##### VI.1.1.2. Les sucres

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

La teneur en sucres totaux est très variable, elle dépend de la variété et du climat. Elle varie entre 60 et 80 % du poids de la pulpe fraîche (**Siboukeur, 1997**).

**Tableau II.6 :** Teneur en sucres de quelques variétés de dattes algériennes de la région des Zibans, en % de matière sèche (Acourene et Tama, 1997)

Variétés	Consistance	Sucres totaux	Saccharose	Sucres réducteurs
Chars	Molle	87.42	5.00	82.12
Tantboucht		79.80	0.90	78.80
Deglet-Ziane		84.00	2.45	81.45
Ltima	Demi-molle	78.51	4.29	73.40
Safraia		79.00	1.31	77.61
El-Ghazi		94.90	0.80	94.00
Mech-Degla	Sèche	75.10	52.40	20.00
Kenta		72.30	40.55	36.80
Horra		82.46	50.00	29.86

Ce tableau montre la teneur en sucres dans les dattes, signalons une grande variabilité des teneurs pour le saccharose et les sucres réducteurs. La teneur en saccharose varie entre 0.8 et 52.4 %, celle des sucres réducteurs est de 20 à 94 % de matière sèche.

Les proportions des différents sucres dans la datte, varient en fonction de la variété et des stades de maturation (Djerbi, 1994).

**Tableau II.7 :** Composition en sucres de la datte Mech-Degla (Aït Ameer, 2001)

Sucres	Teneur en g/100 g du poids sec
Sucres totaux	80.77
Saccharose	51.79
Glucose	14.91
Fructose	14.07

### VI.1.1.3. Les fibres

La datte est riche en fibres, elle en apporte 8.1 à 12.7 % du poids sec (**Al-Shahib et Marshall, 2002**). Selon **Benchabane (1996)**, les constituants pariétaux de la datte sont : la pectine, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine.

Du fait de leur pouvoir hydrophile, les fibres facilitent le transit intestinal et exercent un rôle préventif des cancers colorectaux, des appendicites, de la diverticulose, des varices et des hémorroïdes. Ils ont également un effet hypocholestérolémiant (**Jaccot et Campillo, 2003 ; Albert, 1998**).

### VI.1.2. Constituants mineurs (voir chapitre III)

## VI.2. Composition biochimique de la partie non comestible "Noyau "

Le noyau présente 7 à 30 % du poids de la datte. Il est composé d'un albumen blanc, dur et corné protégé par une enveloppe cellulosique (**Espiard, 2002**).

**Tableau II.8 :** Composition biochimique des noyaux des dattes irakiennes et tunisiennes en %

Constituants	Munier, 1973	Besbes et al., 2004
Eau	6.46	8.6 – 9.4
Glucides	62.51	81 – 83.1
Protides	5.22	5.17 – 5.56
Lipides	8.49	10.19 – 12.67
Cellulose	16.20	/
Cendres	1.12	1.12 – 1.15

Selon **Djerbi (1994)**, les noyaux constituent un sous produit intéressant. En effet, de ces derniers, il est possible d'obtenir une farine dont la valeur fourragère est équivalente à celle de l'orge.

Selon **Hamada et al., (2002)** le noyau de dattes contient jusqu'à 13.2 % de matière grasse. Cette dernière contient 14 types d'acides gras alors que seulement 8 sont présents dans la pulpe à des teneurs très faibles (**Al-Shahib et Marshall, 2003**).

Selon **Besbes et al., (2005)** et **Besbes et al., (2004)**, l'huile du noyau de dattes est une huile oléique avec une teneur en acide oléique de 41.3 – 47.7 % selon les variétés, présentant une

résistance au traitement thermique équivalente à celle de l'huile d'olive due en partie à la présence des polyphénols.

## **VII. Valeur nutritionnelle de la datte**

La datte constitue un excellent aliment, de grande valeur nutritive et énergétique (**Gilles, 2000 ; Toutain, 1979**) :

- La forte teneur en sucres confère à ces fruits une grande valeur énergétique.
- Une teneur intéressante en sucres réducteurs facilement assimilables par l'organisme.
- Les protéines de la datte sont équilibrées qualitativement, mais en faible quantité.
- Un apport important en éléments minéraux. Les dattes sont riches en minéraux plastiques : Ca, Mg, P, S et en minéraux catalytiques : Fe, Mn (**Matallah, 1970**). Elles sont reminéralisantes et renforcent notablement le système immunitaire (**Albert, 1998**).
- Le profil vitaminique de la datte se caractérise par des teneurs appréciables en vitamines du groupe B. Ce complexe vitaminique participe au métabolisme des glucides, des lipides et des protéines (**Tortora et al., 1987**).

## **VIII. Technologie de la datte**

### **VIII.1. Transformation de la datte**

#### **VIII.1.1. Confiserie à base de dattes**

##### **VIII.1.1.1. Pâte de dattes**

Les dattes molles ou ramollies par humidification donnent lieu à la production de pâte de datte. La fabrication est faite mécaniquement. Lorsque le produit est trop humide il est possible d'ajouter la pulpe de noix de coco ou la farine d'amande douce. La pâte de dattes est utilisée en biscuiterie et en pâtisserie (**Espiard, 2002 ; Kendri, 1999**).

##### **VIII.1.1.2. Farine de dattes**

Elle est préparée à partir de dattes sèches ou susceptibles de le devenir après dessiccation. Riche en sucre, cette farine est utilisée en biscuiterie, pâtisserie, aliments pour enfants (**Aït-Ameur, 2001 ; Kendri, 1999**) et yaourt (**Benamara et al., 2004**).

##### **VIII.1.1.3. Sirop, crèmes et confitures de dattes**

Ces produits sont également fabriqués à base de dattes saines car il est important d'éviter tout arrière goût de fermentation.

Selon **Espiard (2002)**, cette gamme de produit est basée sur l'extraction des sucres par diffusion de ces derniers et des autres composants solubles de la datte. Par mélange et cuisson de

pâte ou de morceaux de dattes et de sirop nous pouvons obtenir des crèmes ou des confitures d'excellente qualité.

## **VIII.2. Mise en valeur des déchets**

Les dattes abîmées et de faible valeur marchande peuvent être utilisées en raison de leur forte teneur en sucre pour la production de :

### **VIII.2.1. Biomasse et protéines unicellulaires**

La production de protéines reste un objet essentiel afin de subvenir aux besoins mondiaux. A cet égard des essais de production de protéines d'organismes unicellulaires par culture de la levure *Saccharomyces cerevisiae* sur un milieu à base de dattes ont été réalisés. Selon (**Kendri, 1999**), l'analyse des biomasses produites montre leur richesse en protéines à raison de 32 à 40 % de poids sec.

### **VIII.2.2. Alcool**

Les dattes constituent un substrat de choix pour la production de l'alcool éthylique. Selon **Touzi (1997)**, l'alcool éthylique a été produit au laboratoire avec un rendement de 87 %.

### **VIII.2.3. Vinaigre**

Les dattes peuvent être utilisées pour l'élaboration de nombreux produits alimentaires parmi lesquels le vinaigre (**Ould El Hadj et al., 2001**). Ce dernier a été produit par culture de la levure *Saccharomyces uvarum* sur un extrait de dattes (**Boughnou, 1988**).

### **VIII.2.4. Aliments de bétail**

Les rebuts et les noyaux de dattes constituent des sous produits intéressants pour l'alimentation du bétail.

La farine des noyaux de dattes peut être incorporé avec un taux de 10 % dans l'alimentation des poulets sans influencer négativement leurs performances (**Gualtieri et Rappaccini, 1990**).

### **VIII.2.5. Autres produits**

La datte constitue un substrat de choix pour la production de nombreux autres produits tels que : le vin (**Espiard, 2002**) et le jus de datte (**Siboukeur, 1997**).

La figure III.1 illustre les différentes opérations de transformation de la datte et du noyau.

#### **IV. Importance économique de la transformation de la datte**

La datte est un produit qui présente des avantages comparatifs et pour lequel il n'existe pas de problèmes de concurrence entre les pays développés et les pays sous-développés, comme c'est le cas pour d'autres produits agricoles (tomates, agrumes, olives,...etc).

La datte, fait l'objet d'un commerce intérieur et extérieur important, surtout la variété Deglet-Nour. Les autres variétés, même si elles ne sont pas largement commercialisées sur les marchés, peuvent être transformées en divers produits dont l'impact socio-économique est considérable tant du point de vue de la création d'emplois et la stabilisation des populations dans les zones à écologie fragile. Ainsi les produits issus de la transformation de la datte limiteraient, par ailleurs la dépendance économique du pays vis-à-vis de l'étranger et lui permettraient d'économiser des devises susceptibles d'être dégagées pour d'autres secteurs (**Touzi, 1996**).

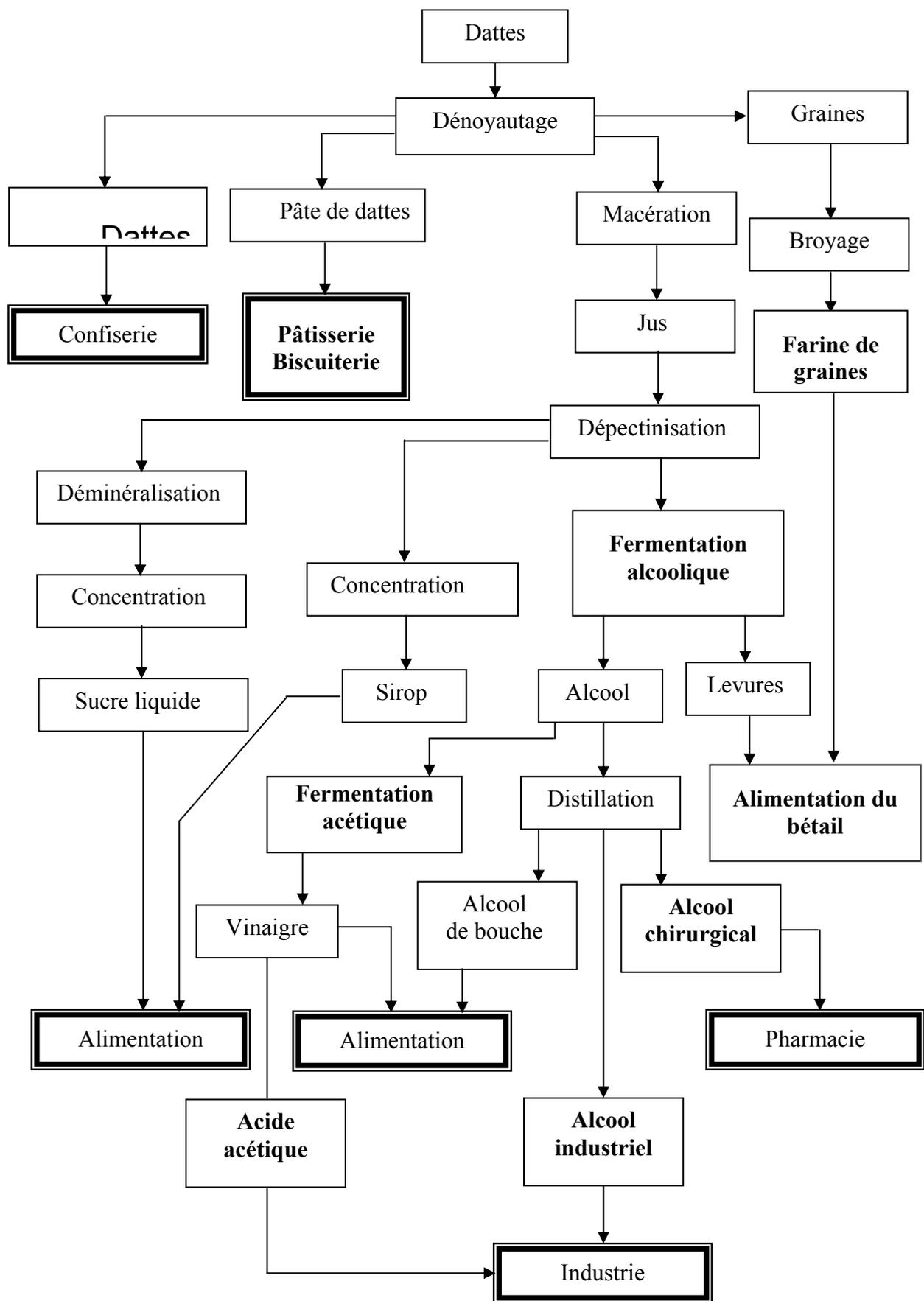


Fig II.2 : Opérations de transformation de la dattes (Estanove, 1990)

## Les constituants mineurs de la datte

### I. Les protéines

Les dattes sont caractérisées par une faible teneur en protéines. Elle varie entre 0.38 et 2.5 % du poids sec (Razi, 1993). Malgré cette faible teneur, les protéines de la datte sont équilibrées qualitativement (Kendri, 1999 ; Yahiaoui, 1998).

**Tableau III.1** : Composition moyenne en acides aminés de la datte sèche  
(Favier et al., 1993)

Acides aminés	Teneur de la pulpe, en mg/100 g
Isoleucine	64
Leucine	103
Lysine	72
Méthionine	25
Cystine	51
Phénylalanine	70
Tyrosine	26
Thréonine	69
Tryptophane	66
Valine	88
Arginine	68
Histidine	36
Alanine	130
Acide aspartique	174
Acide glutamique	258
Glycocolle	130
Proline	144
Sérine	88

Selon Al-Shahib et Marshall (2003), les protéines de la datte contiennent 23 acides aminés dont certains ne sont pas présent dans certains fruits comme la banane, la pomme et l'orange.

## II. Les lipides

La datte renferme une faible quantité de lipides. Leur taux varie entre 0.43 et 1.9 % du poids frais (**Matallah, 1970**). Cette quantité est en fonction de la variété et du stade de maturation.

Selon **Yahiaoui (1998)**, la teneur en lipides passe de 1.25 % au stade Hababouk à 6.33 % au stade Kimiri. Cette teneur diminue progressivement au stade Routab pour atteindre une valeur de 1.97 % de matière sèche au stade Tamar.

**Tableau III.2 :** Composition en acides gras de la datte Deglet-Nour, en % de matière grasse (**Yahiaoui, 1998**)

Acides gras	Teneur en % de matière grasse
Acide myristique (C <sub>14:0</sub> )	8.66
Acide palmitique (C <sub>16:0</sub> )	7.89
Acide stéarique (C <sub>18:0</sub> )	10.47
Acide oléique (C <sub>18:1</sub> )	10.74
Acide linoléique (C <sub>18:2</sub> )	11.47
Acide linoléique (C <sub>18:3</sub> )	12.30

## III. Les éléments minéraux

L'étude de 58 variétés de dattes cultivées dans la région des Zibans faite par **Acourene et al., (2001)**, montre que le taux de cendres est compris entre 1.10 et 3.69 % du poids sec. La datte est l'un des fruits les plus riches en éléments minéraux essentiellement le potassium, le magnésium, le phosphore et le calcium.

Les tableaux III.3 et III.4 donnent la teneur en éléments minéraux de quelques variétés de dattes molles algériennes et du Moyen-Orient.

**Tableau III.3** : Composition minérale de quelques variétés de dattes molles algériennes, en mg/100 g de la partie comestible (Siboukeur, 1997)

Eléments minéraux	Variétés		
	Chars	Tanslit	Litm
Potassium (K)	664	435	452
Chlore (Cl)	256	176	157
Calcium (Ca)	80.5	60.1	61.2
Magnésium (Mg)	17.38	20.61	20.2
Fer (Fe)	2.03	0.83	1.30
Sodium (Na)	2.03	0.83	1.30
Cuivre (Cu)	1.92	0.99	1.10
Manganèse (Mn)	2.1	120	1.50

**Tableau III.4** : Composition minérale de quelques variétés de dattes du Moyen-Orient, en mg/100g de matière sèche

	Sawaya (1982)	Sawaya (1983)	Ahmed (1995)	Al- Hooti (1996)	Al-Farsi (2005)
P	68.3 – 76.6	69.0 – 74.2	/	48.8 – 68.2	59.3 – 74
K	831 -1035	808 – 905	565 – 916	402.8 – 652.1	603 – 742
Ca	36.7 – 45.5	35.9 – 45.6	9.5 – 19	43.2 – 56.5	55 – 84.7
Mg	42.2 – 61.9	48.2 – 48.4	47 – 82	43.6 – 53.3	60.9 – 76.2
Na	15.7 – 23.5	15.5 – 17.4	55 – 287	1.5 – 5.1	2.43 – 3.61
Fe	1.9 – 2.1	1.7 – 1.9	0.3 – 1.6	1.38 – 2.17	0.58 – 1.09
Cu	0.5 -0.7	0.5 – 0.6	0.1 – 0.5	0.27 – 0.35	0.64 - 0.77
Mn	/	/	0.3 – 0.6	0.31 – 0.44	0.19 – 0.30
Zn	0.4 – 0.8	0.5 – 0.7	0.1 – 0.6	0.29 – 0.67	0.45 – 0.60
Cr	/	/	/	/	0.01
Co	/	/	/	/	0.03
Se	/	/	/	/	0.36 – 0.53

#### IV. Les vitamines

En général, la datte ne constitue pas une source importante de vitamines notamment liposolubles. La fraction vitaminique se caractérise par des teneurs appréciables en vitamines du groupe B. Ce sont des précurseurs immédiats des coenzymes indispensables à presque toutes les cellules vivantes où elles jouent un rôle primordial (Vilkas, 1993).

**Tableau III.5 :** Composition vitaminique moyenne de la datte sèche  
(Favier et al., 1995)

Vitamines	Teneur moyenne pour 100 g
Vitamine C	2.00 mg
Thiamine B <sub>1</sub>	0.06 mg
Riboflavine B <sub>2</sub>	0.10 mg
Niacine B <sub>3</sub> (PP)	1.70 mg
Acide pantothénique B <sub>5</sub>	0.80 mg
Pyridoxine B <sub>6</sub>	0.15 mg
Folates B <sub>9</sub>	28.00 µg

#### V. Les composés phénoliques

La datte renferme des substrats dits composés phénoliques (Benazzouk et al., 1999 ; Yahiaoui, 1998 ; Barreveled, 1993). Leurs teneurs varient selon les variétés et les régions de cultures (voir tableau III.6 et III.7).

**Tableau III.6 :** Teneur en composés phénoliques de quelques variétés de dattes algériennes (Mansouri et al., 2005)

Variétés	Teneur en mg / 100 g du poids frais
Tazizaout	2.49
Ougherouss	2.84
Akerbouche	3.55
Tazarzait	3.91
Tafiziouine	4.59
Deglet -Nour	6.73
Tantbouchte	8.36

L'analyse qualitative des composés polyphénoliques de la datte a révélée la présence des acides cinnamiques, des flavones, des flavanones et des flavonols (Mansouri et al., 2005).

**Tableau III.7 :** Teneur en tanins de diverses variétés de dattes saoudiennes au stade de maturité (Tamar).

Variété de datte	Teneur en tanins (% matière sèche)	Sources bibliographiques
Khudari	1.58	Sawaya et al., 1982
Sulladj	1.33	Sawaya et al., 1982
Barni	2.4	Sawaya et al., 1983
Ruzeiz	1.3	Sawaya et al., 1983
Sifri	1.4	Sawaya et al., 1983
Khsab	3.2	Sawaya et al., 1983

L'oxydation enzymatique des polyphénols de la datte est à l'origine d'un brunissement plus ou moins intense (**Matallah, 2004 ; Jarrah et al., 1972**). Un certain degré de brunissement est en effet recherché lors de la maturation des dattes (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

Selon **Henk et al., (2003)**, les polyphénols jouent un rôle important dans le corps : elles ont des effets anti-inflammatoires, antioxydants, abaissant la tension artérielle et renforçant le système immunitaire.

# Les polyphénols

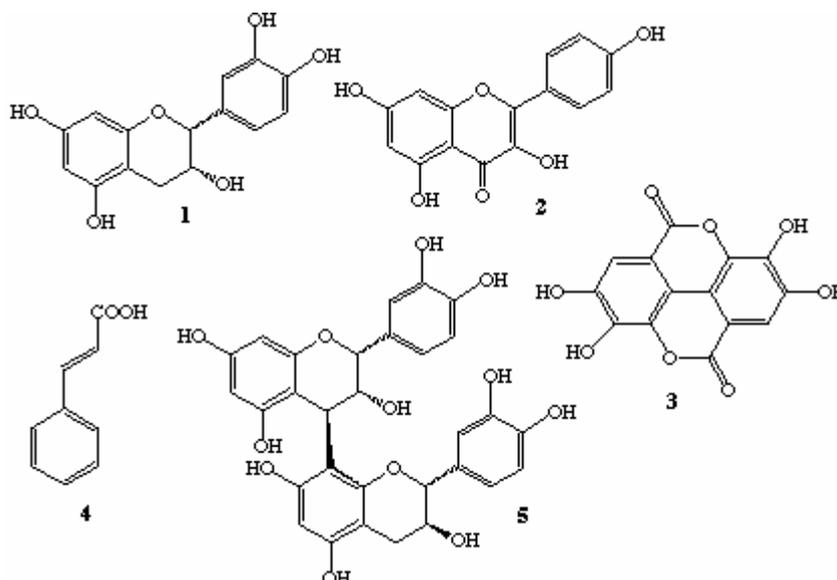
## I. Généralités sur les polyphénols

Les polyphénols constituent un ensemble de molécules très largement répandues dans la nature. On les trouve dans les plantes, depuis les racines jusqu'aux fruits.

Les polyphénols naturels sont des métabolites secondaires (**Guignard, 2000**), ce qui signifie qu'ils n'exercent pas de fonction directe au niveau des activités fondamentales de l'organisme végétal, comme la croissance ou la reproduction.

Les polyphénols sont des composés organiques possédant un ou plusieurs noyaux aromatiques, auxquels sont directement liés un ou plusieurs groupements hydroxyles libres ou engagés dans une fonction ester, éther ou hétéroside (**Bruneton, 1993**).

Parmi les polyphénols les plus abondants dans la nature, citons l'(-)-epicatechine (1), le kaempferol (2), l'acide ellagique (3), l'acide cinnamique (4), la procyanidine B<sub>1</sub>(5) (Fig IV.1) ainsi qu'une famille de molécules ayant un squelette carboné de base à quinze atomes de carbones C<sub>15</sub> : les flavonoïdes (fig IV.4).



**Fig IV.1** : Les polyphénols les plus répandus dans la nature  
(Elhabiri, 1997 ; Ribéreau-Gayon, 1969)

## II. Biosynthèse des polyphénols (voir annexe 1)

Selon **Guignard (2000)**, les polyphénols sont synthétisés à partir des métabolites primaires via deux voies principales :

- la voie des schikimates.
- La voie des polyacétates.

## III. Classification des polyphénols

C'est une famille constituée d'environ 8000 composés repartis en différentes classes selon leurs structures chimiques de base (**Gómez-Caravaca, 2006 ; Guendouze, 2005**). Cependant, plusieurs classifications sont citées dans la littérature. **Ribéreau-Gayon (1972)** a classé les polyphénols de la façon suivante :

- les acides - phénols,
- les flavones,
- les anthocyanes,
- les tanins.

**Calabrese (2003)** a, quant à lui, classé les polyphénols comme suit :

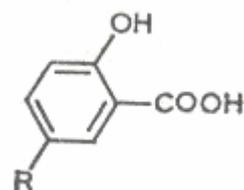
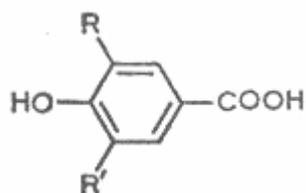
- Acides phénoliques ;
- Acides hydroxycinnamiques ;
- Flavonoïdes ;
- Tanins ;

### III.1. Les acides phénoliques

On englobe sous la dénomination générale d'acides phénoliques, d'une part, les acides benzoïques en C<sub>6</sub>- C<sub>1</sub> et d'autre part les acides cinnamiques en C<sub>6</sub>- C<sub>3</sub> (**Cheyrier, 2005**).

#### III.1.1. Les acides benzoïques

Les acides benzoïques ont une structure générale de C<sub>6</sub>-C<sub>1</sub> dérivant directement de l'acide benzoïque (**Häkkinen, 2000 ; Macheïx, 1990**) (fig IV.2). Les variations des structures de différents acides benzoïques se situent dans les hydroxylations et les méthylations du noyau aromatique (**Häkkinen, 2000**). Ils peuvent être présent sous forme de combinaisons avec des sucres ou des acides organiques par des combinaisons généralement de type ester, dont ils sont libérés par hydrolyse alcaline (**Ribéreau-Gayon, 1972**).

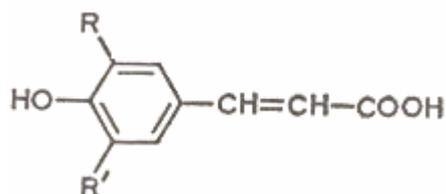


- |   |  |
|---|--|
| (1) $R = R' = H$ ; acide <i>p</i> -hydroxybenzoïque | (6) $R = H$ ; acide salicylique (acide <i>o</i> -hydroxybenzoïque) |
| (2) $R = OH, R' = H$ ; acide protocatéchique        | (7) $R = OH$ ; acide gentisique                                    |
| (3) $R = OCH_3, R' = H$ ; acide vanillique          |  |
| (4) $R = R' = OH$ ; acide gallique                  |  |
| (5) $R = R' = OCH_3$ ; acide syringique             |  |

**Fig IV.2:** Structures chimiques des acides benzoïque (Ribéreau-Gayon, 1968)

### III.1.2. Les acides cinnamiques

Les acides cinnamiques ont une structure générale de  $C_6-C_3$ , les plus répandus chez les végétaux sont l'acide *p*-coumarique (8), caféique (9), férulique (10) et sinapique (11) (**Häkkinen, 2000 ; Macheïx, 1990**). On rencontre au moins un d'entre ces quatre acides, dans pratiquement tous les végétaux supérieurs. Ces acides existent dans les tissus végétaux sous formes de différentes combinaisons généralement de type ester avec l'acide quinique, les sucres, l'acide tartrique (**Ribéreau-Gayon, 1968**), les formes libres étant provoquées par l'hydrolyse chimique ou enzymatique durant l'extraction des tissus végétaux (**Häkkinen, 2000**).



- |   |   |
|---|---|
| (8) $R = R' = H$ ; acide <i>p</i> -coumarique | (9) $R = OH, R' = H$ ; acide caféique   |
| (10) $R = OCH_3, R' = H$ ; acide férulique    | (11) $R = R' = OCH_3$ ; acide sinapique |

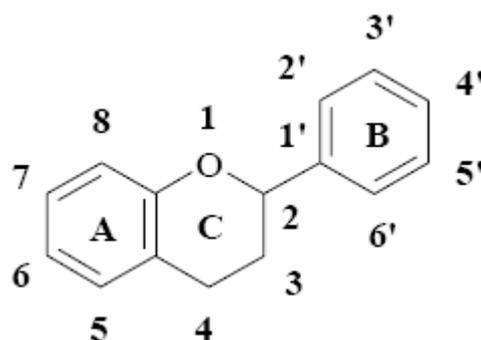
**Fig IV.3 :** Structures chimiques des principaux acides cinnamiques

(Ribéreau-Gayon, 1968 ; Häkkinen, 2000).

Aux acides cinnamiques il faut rattacher les coumarines, constituées également par un élément en  $C_6-C_3$ , dans lequel la chaîne en  $C_3$  est sous forme d'hétérocycle oxygène ; l'umbelliférone est un exemple de coumarine (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

### III.2. Les flavonoïdes

Du latin *flavus*, jaune, sont des substances généralement colorées très répandues chez les végétaux : on les trouve dissoutes dans la vacuoles à l'état d'hétérosides ou comme constituant des plastes particuliers, les chromoplastes (**Guignard, 2000**). Elles représentent le plus grand groupe des métabolites secondaires les plus répandus chez les végétaux (**Robard et Antolovitch, 1997**). Elles seraient plus de 5000 dérivés flavonoïdes et leurs activités antioxydantes sont très différentes (**Gómez-Caravaca, 2006**). Leur biosynthèse s'effectuerait à partir d'un acide aminé, la phénylalanine (**Morelle, 2003 ; Naczk, 2006**).



**Fig IV.4 :** Structure chimique commune des flavonoïdes (Frakas, 2004)

Les flavonoïdes sont des composés qui possèdent un noyau flavone  $C_{15}$  ( $C_6-C_3-C_6$ ). Il sont composés de deux cycles benzéniques (A et B) reliés par le biais d'un cycle pyrone (oxygène contenu au niveau d'une pyrane) (**Häkkinen, 2000 ; Rice-Evans et al., 1996**).

Selon le degré d'oxydation du cycle 'C' l'hydroxylation du motif flavone et la nature du substituant au niveau du carbone  $C_3$ , les flavonoïdes peuvent être classés en plusieurs sous classes : flavonols (catéchines), flavones, isoflavones, flavanones, flavanes, les anthocyanines et les proanthocyanidines.

A l'état naturel, les flavonoïdes se trouvent généralement sous forme de glycosides. Une ou plusieurs de leurs fonctions hydroxylées sont alors glycosylées. La partie du flavonoïde autre que le sucre est appelée aglycone.

#### III.2.1. Les flavonols (hydroxy-3-flavone)

Les flavonols se différencient des flavones par l'existence d'un OH en position 3. Ce sont les flavonoïdes les plus répandus ; les trois principales structures sont le kaempferol, la

quercétine et la myricétine. La quercétine est sans doute le composé phénolique le plus répandu dans la nature (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

### **III.2.2. Les flavones**

Les flavones proprement dites ont un rôle moins important que les flavonols ; cependant l'apigénine et la lutéoline, dont l'hydroxylation correspond respectivement à celle du kaempférol et la quercétine, sont des constituants assez fréquents dans les différentes familles d'Angiospermes (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

### **III.2.3. Les isoflavones**

Les isoflavones telle que la génistéine n'ont pas la structure classique en C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> des autres flavonoïdes ; elles sont beaucoup moins répandues que les précédentes, mais il existe dans cette famille un grand nombre de structures peu classiques (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

### **III.2.4. Les flavanones**

Les flavanones ou dihydro-2,3-flavones dérivent des flavones par disparition de la double liaison de l'hétérocycle central. Ils sont également assez peu répandus, les principales substances sont la naringénine et l'éridictyol qui sont hydroxylés comme le kaempférol et la quercétine (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

### **III.2.5. Les flavanes**

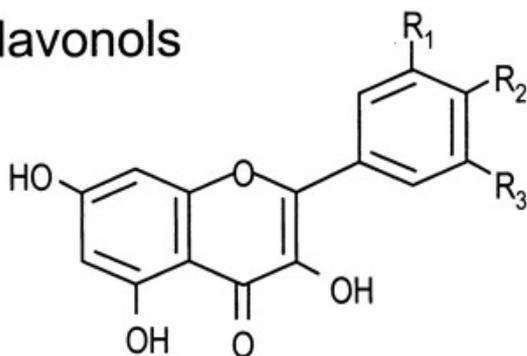
Les flavanes contiennent un hétérocycle central, dont, d'une part est entièrement saturée, d'autre part ne possède pas de groupement -CO- ; on rencontre fréquemment dans les tissus végétaux des flavanols (catéchine) et surtout des flavanediols 3-4 (ou leucoanthocyanidines) qui interviennent dans la constitution des tanins condensés . Les flavanes les plus importants sont les catéchines et les gallocatéchines, la leucocyanidine et la leucodélfidine.

Les flavanes se différencient des autres composés phénoliques en ce sens qu'elles existent dans la nature sous forme d'aglycones, le plus souvent polymérisés, alors que les flavones, flavonols et composés voisins sont toujours sous forme hétérosidique.

## **III.3. Les anthocyanes**

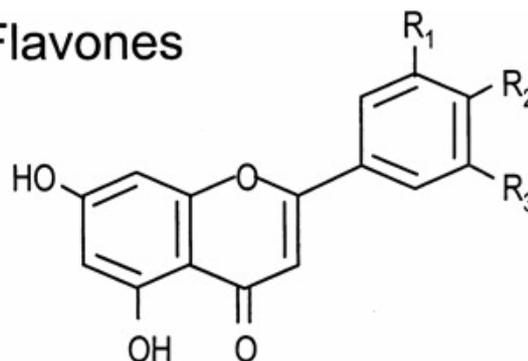
Du grec *anthos*, fleur et *kuanos*, (bleu violet) terme, généralement, qui regroupe les anthocyanidols et les dérivés glycosylés ou anthocyanosides (**Guignard, 2000**). Les anthocyanes, molécules faisant partie de la famille des flavonoïdes et capables d'absorber la lumière visible, sont des pigments qui colorent les plantes en bleu, rouge, mauve, rose, ou orange (**Cheyrier, 2005**).

## Flavonols



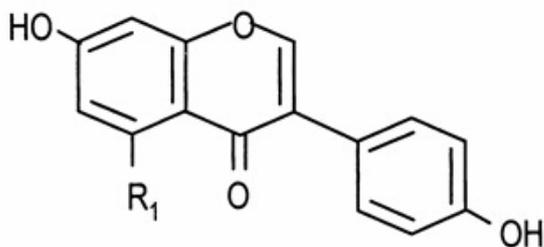
$R_2 = OH$  ;  $R_1 = R_3 = H$  ; Kaempférol  
 $R_1 = R_2 = OH$  ;  $R_3 = H$  ; Quercétine  
 $R_1 = R_2 = R_3 = OH$  ; Myricétine

## Flavones



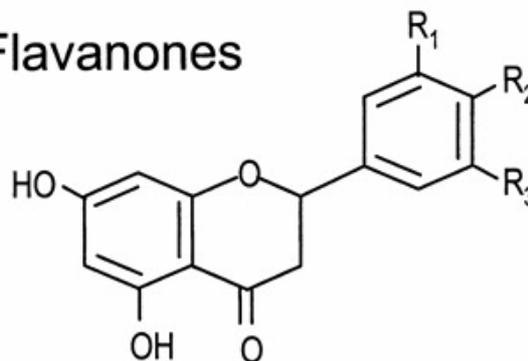
$R_1 = H$  ;  $R_2 = OH$  ; Apigénine  
 $R_1 = R_2 = OH$  ; Lutéoline

## Isoflavones



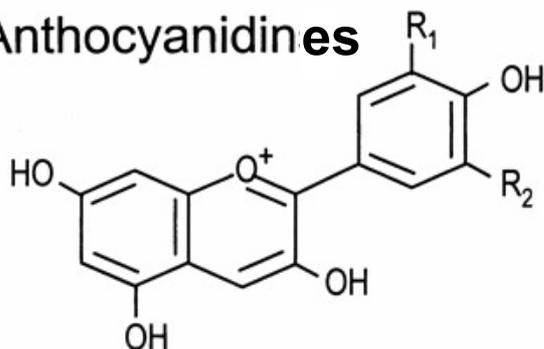
$R_1 = H$  ; Daïdzéine  
 $R_1 = OH$  ; Génistéine

## Flavanones



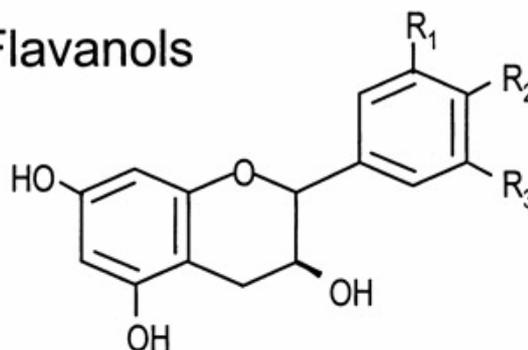
$R_1 = H$  ;  $R_2 = OH$  ; Naringénine  
 $R_1 = R_2 = OH$  ; Éridictyol  
 $R_1 = OH$  ;  $R_2 = OCH_3$  ; Hespérétine

## Anthocyanidines



$R_1 = R_2 = H$  ; Pélargonidine  
 $R_1 = OH$  ;  $R_2 = H$  ; Cyanidine  
 $R_1 = R_2 = OH$  ; Delphinidine  
 $R_1 = OCH_3$  ;  $R_2 = OH$  ; Pétunidine  
 $R_1 = R_2 = OHH_3$  ; Malvidine

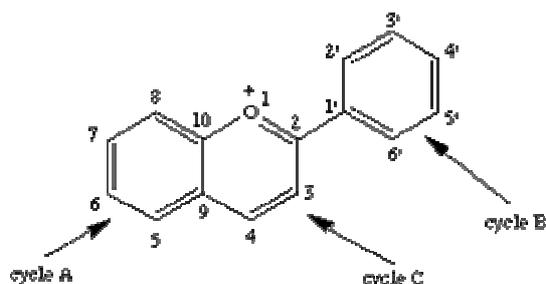
## Flavanols



$R_1 = R_2 = OH$  ;  $R_3 = H$  ; Catéchines  
 $R_1 = R_2 = R_3 = OH$  ; Gallocatéchine

Fig IV.6 : Famille des flavonoïdes (Manach et al., 2004)

A l'origine de la couleur des fleurs, des fruits et des baies rouges ou bleues, elles sont généralement localisées dans les vacuoles épidermiques ce qui les rendent très visibles. Si la coloration des fleurs et des baies est le rôle le plus connu, on trouve également les anthocyanes dans les racines, les tiges, les feuilles et les graines. En automne, les couleurs caractéristiques des feuilles des arbres sont dues aux anthocyanes et aux carotènes qui ne sont plus masquées par la chlorophylle (Elhabiri, 1997).



**Fig IV.5 :** Structure du cation flavylium : 2-phényl-1-benzopyrylium (Ribéreau-Gayon, 1968 ; Elhabiri, 1997)

Une liste d'anthocyanidines (aglycones), parmi les plus importantes, est fournie dans le tableau de l'annexe 1.

Les anthocyanes sont glycosylés, le plus souvent, en position 3 et 5 les sucres les plus fréquents étant des monosaccharides (glucose, galactose, rhamnose, arabinoses) des di-et trisaccharides formés par combinaison des monosaccharides précédents.

A leurs tours, les sucres peuvent être acylés par l'acide cinnamique, *p*-coumarique, caféique, férulique, sinapique ou encore l'acide malonique.

Malgré leur pouvoir colorant les anthocyanes sont peu utilisées dans l'industrie alimentaire et cosmétique et ce-ci du fait de leur instabilité (perte ou changement de couleur) vis-à-vis de facteurs physico-chimiques incontournables (lumière, température et pH) ainsi que des réactions avec le dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>) utilisé comme agent conservateur des aliments, de leur faibles solubilité dans l'eau et d'une possible précipitation d'anthocyanes sous forme de complexes avec les protéines (Elhabiri, 1997).

## II.4. Les tanins

Le mot tanin a été utilisé pour la première fois par Seguin en 1779 pour désigner les constituants chimiques de la noix de galle qui est capable de transformer la peau fraîche en cuir et imputrescible et peu perméable (**Ribéreau-Gayon, 1968**). Du point de vue chimique, les tanins résultent de la polymérisation de molécules élémentaires à fonction phénol ; d'après la nature de ces molécules élémentaires on distingue les tanins hydrolysables ou pyrogalliques et les tanins condensés ou pyrocatechiques. Leurs poids moléculaires varient entre 500 et 3000 Da.

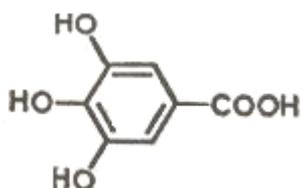
Les tanins sont caractérisés par leurs propriétés de donner des combinaisons avec des protéines (**Boulekbache, 2005 ; Hagerman et Butler, 1989**) et des polymères tels que les polysaccharides, cette propriété explique aussi bien leurs astringences provoquées par une perte des propriétés lubrifiantes de la salive par suite de la précipitation, par les tanins, des protéines et des glycoprotéines qu'elle contient. Également, l'intervention des tanins dans le collage des vins résulte de la formation d'une combinaison avec les protéines utilisées comme colle.

Enfin, les tanins inhibent les enzymes par combinaison avec leur fraction protéique (**Ribéreau-Gayon et al., 1972 ; Perret, 2001**).

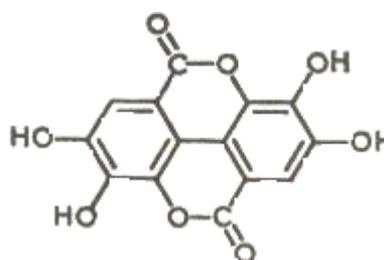
### III.4.1. Tanins hydrolysables

Les tanins hydrolysables sont des esters de glucides et d'acides phénols, ou de dérivés d'acides phénols ; la molécule glucidique peut être du glucose ou des polysaccharides.

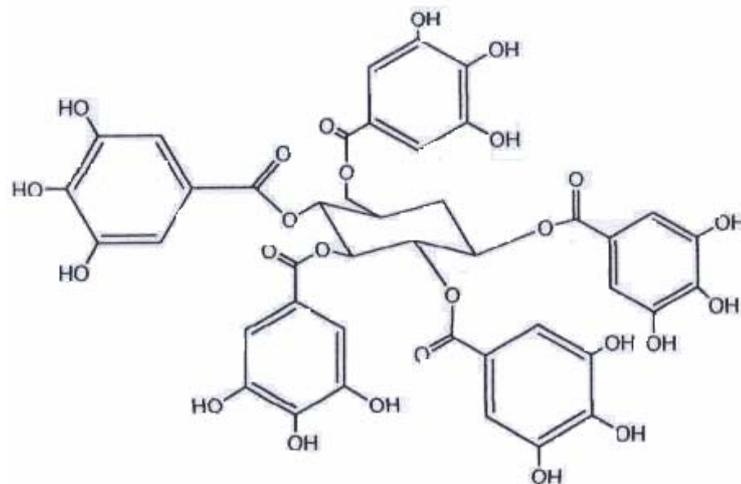
Ces tanins se différencient en tanins galliques (ou gallotanins) qui donnent uniquement de l'acide gallique (1) par hydrolyse et en tanins éllagiques (ou éllagitanins), les plus nombreux, qui, dans les mêmes conditions, donnent à côté de l'acide gallique, l'acide éllagique (2) parmi lesquels il est le plus important.



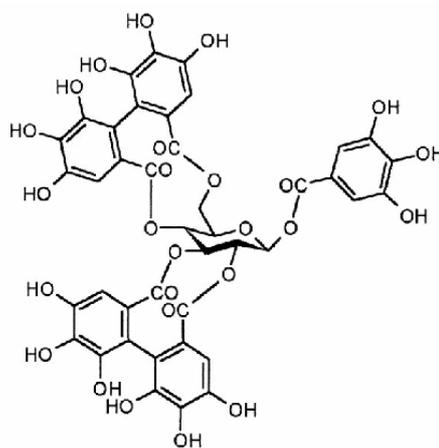
(1) Acide gallique



(2) Acide éllagique



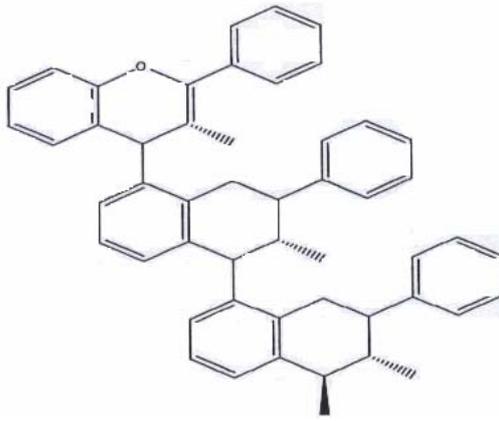
**Fig IV.7 :** Structure générale d'un tannin hydrolysable (Boulekbache, 2005)



**Fig IV.8 :** Exemple d'ellagitanin (casuarictine), (Scalbert, 2000).

#### III.4.2. Tanins condensés (non hydrolysables)

Les tanins condensés sont des polymères formés de deux ou de plusieurs molécules de flavane-3-ols dits catéchétiques ou de flavane-3,4-diols dit leucoanthocyaniques. Ils peuvent également résulter de l'union de ces deux types de molécules (**Romani et al., 2006 ; Hurabielle, 1981 cité par Guendouz, 2005**). Ils ne s'hydrolysent pas sous l'action des acides minéraux dilués, mais forment, à ébullition, des composés insolubles appelés phlobaphènes ou rouges de tanins. Ces tanins se rencontrent sur l'ensemble des végétaux, des fougères aux plantes à fleurs (**Guignard, 2000**).



**Fig IV.9 :** Structure générale d'un tanin condensé (Boulekbache, 2005).

#### **IV. Rôle des polyphénols chez les végétaux**

Les composés phénoliques sont d'une importance en tant que matériel et support des parois cellulaires, principalement sous forme de polymères telle que la lignine, servant d'appui et de barrière mécanique contre l'invasion microbienne (**Häkkinen, 2000**).

Les polyphénols contribuent à la coloration des fleurs et des fruits. Ce qui permet d'attirer les insectes et les oiseaux vers la pollinisation et la dispersion des graines (**Naczk et Shahidi, 2006 ; Guignard, 2000 ; Häkkinen, 2000**).

Les composés phénoliques peuvent influencer la concurrence entre les plantes, un phénomène appelé allélopathie (**Bouton, 2005 ; Häkkinen, 2000**).

Les polyphénols, particulièrement les flavonoïdes, peuvent agir en tant que molécules de signal dans l'interaction entre la plante et les bactéries fixatrices d'azote dans certaines plantes légumineuses (**Guignard, 2000 ; Häkkinen, 2000**).

Les polyphénols jouent un rôle dans les mécanismes de défense de la plante contre l'excès des rayons UV ; destruction des cellules en protégeant l'ADN contre la dimérisation et la rupture ; blessures ou infections (**Häkkinen, 2000**).

#### **V. Compartimentage des polyphénols**

La connaissance du compartimentage des polyphénols est très important afin d'optimiser le rendement dans les produits traités des baies, fruits et légumes (**Häkkinen, 2000**).

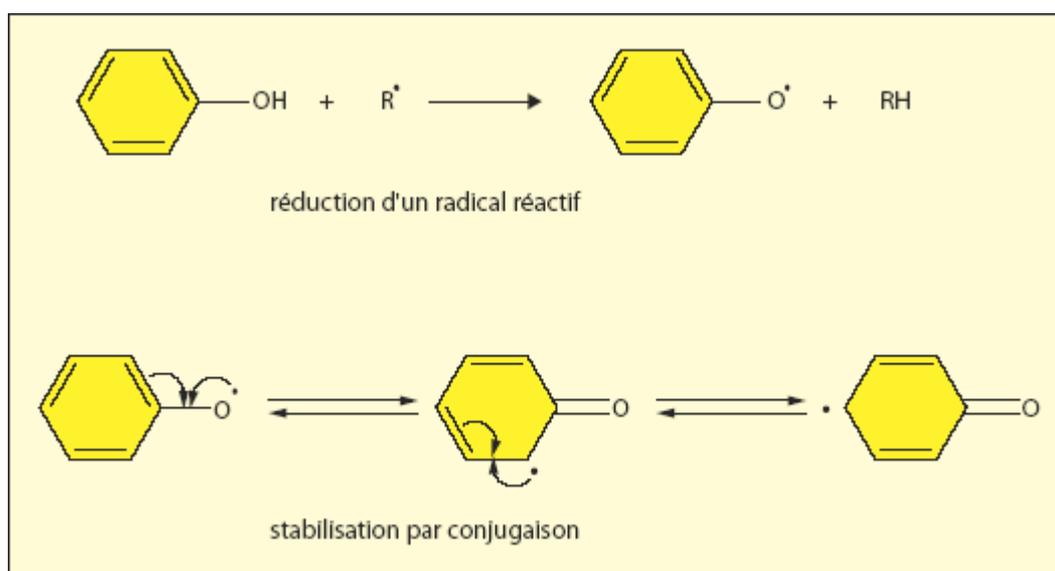
L'accumulation des composés phénoliques est plus grande dans les tissus externes que dans les tissus internes. Ces composés sont principalement déposés dans les parois cellulaires où la

lignine et les molécules plus simples (des flavonoïdes et esters d'acides féruliques) s'accumulent, et dans les vacuoles où des composés phénoliques solubles et leurs dérivés sont stockés (**Peschel et al., 2006 ; Wolfe et al., 2003 ; Hakkinen, 2000 ; Wallenweber, 1994 ; Macheix, 1990**).

## VI. Propriétés des polyphénols

### VI.1 Propriétés antioxydantes

Les polyphénols sont capables de piéger les radicaux libres découlant aussi bien des réactions d'oxydations de différents nutriments que de celles de l'organisme. Le mécanisme global de cette réaction est schématisé dans la figure suivante fig IV.10.

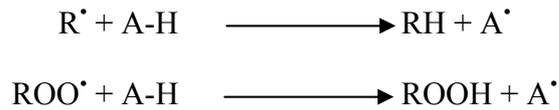


**Fig IV.10.** Pouvoir antioxydant des polyphénols (Rolland, 2004)

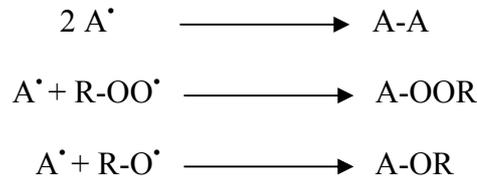
L'oxydation est un phénomène irréversible, qui peut et qui doit être ralenti. Parmi les solutions, les meilleures sont sûrement issues de la nature, comme les désormais célèbres tocophérols et polyphénols. Ces derniers doivent leur activité à, comme leur nom l'indique, un très grand nombre de résidus hydroxyles, qui sont autant de munitions pour lutter contre les radicaux libres de tout genre et stopper la réaction en chaîne comme le montre la figure VI.10 (**Rolland, 2004**).

Les polyphénols étant des antioxydants primaires et radicalaires, peuvent ralentir la formation de radicaux libres et interrompre la chaîne autocatalytique.

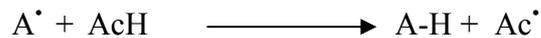
Dans le cas particulier des lipides, les polyphénols (A-H) réagissent avec un radical libre lipidique pour le convertir soit en acide gras de départ R-H soit en hydroperoxyde R-OOH ou en dérivé hydroxylipidique de type R-OH. Simultanément, un radical A• issu de l'antioxydant est formé. Celui-ci est plus stable que le radical lipidique.



En règle générale, les formes radicalaires de l'antioxydant peuvent soit subir des réactions de réarrangement interne, soit réagir entre elles pour donner des dimères ou encore réagir avec un second radical lipidique pour stopper la chaîne radicalaire.



De plus, le radical phénolique  $A^{\bullet}$  peut être régénéré par un synergisant comme l'acide citrique (AcH), qui en plus, est un chélateur des métaux, largement utilisé en technologie des corps gras.



## VI.2. Propriétés biologiques et intérêt diététique des polyphénols

Tous les polyphénols sont capables de piéger les radicaux libres générés en permanence par notre organisme ou formés en réponses à des agressions de notre environnement (cigarette, polluants, infections, etc.) qui favorisent le vieillissement cellulaire (Silva et al., 2007 ; Djeridane et al., 2006 ; Lahouel, 2004 ; Calabrese, 2003 ; Morelle, 2003 ; Scalbert et al., 2002 ; Kahkonen et al., 2001 ; Scalbert et al., 2000).

Ils préviennent l'oxydation des lipoprotéines (LDL) qui est l'un des facteurs clé du processus physiopathologique de l'athérosclérose (Nawaz et Shahidi, 2006 ; Anonyme, 2004 ; Calabrese, 2003 ; Landrault et al., 2003 ; Scalbert et al., 2000 ; Teissedre et al., 1995).

Ils seraient également impliqués dans la prévention de nombreux cancers (colon, poumon, peau, vessie, estomac, foie, sein, prostate, etc.) à tous stade de carcinogenèse (Moon et al., 2006 ; Anonyme, 2004 ; Calabrese, 2003 ; Morelle, 2003 ; Chung et al., 2000 ; Scalbert et al., 2000 ; Teissedre et al., 1995).

Ils pourraient exercer des effets protecteurs contre les maladies hormono-dépendantes telle que l'ostéoporose en modulant la réponse aux œstrogènes endogènes (Anonyme, 2004 ; Scalbert et al., 2000 ; Guignard, 2000).

Ils ont aussi des propriétés antiprolifératives, anti-âge, antivirales, antibactériennes, antifongiques, anti-inflammatoires (Rodríguez et al., 2007 ; Zellague, 2005 ; Anonyme, 2004 ; Farkas et al., 2004 ; Morelle, 2003 ).

Les polyphénols réduisent le stress oxydatif des cellules nerveuses, ce qui pourrait constituer une protection contre les modifications nerveuses liées à l'âge telles que celles constatées dans la maladie d'Alzheimer (**Ceslik et al., 2006 ; Calabrese et al., 2003**).

Les polyphénols inhibent les systèmes enzymatiques déstabilisants ; c'est le cas des lipases qui libèrent les acides gras de leurs glycérides, des décarboxylases qui détruisent les fonctions acides des acides aminés et d'autres enzymes qui attaquent le collagène et le milieu dans lequel ils se trouvent appelé "substance fondamentale" (**Morelle, 2003**).

Les flavonoïdes jouent un rôle fondamental dans la biosynthèse du collagène en activant une enzyme dénommée prolyoxydase qui réalise sa synthèse (**Morelle, 2003**) et les tanins inhibent l'activité des enzymes telle que la stilbène oxydase (**Perret, 2001**).

Ils jouent un rôle d'astringence et d'amertume (**Silva et al., 2007 ; Scalbert et al., 2002 ; Ribéreau-Gayon, 1972**) et ils ont un effet chélateur sur les métaux (**Elhabiri et al., 2007 ; Jung et al., 2006**).

## **VII. Apport journalier en antioxydants non nutriments**

Les apports journaliers en antioxydants non nutriments sont variables en fonction du type d'alimentation. Certains auteurs avancent des apports alimentaires journaliers en composés phénoliques chez l'homme compris entre 100 et 1000 mg. (**Roberfroid, 2002 ; Scalbert et al., 2000**).

## **VIII. Polyphénols de la datte**

Les polyphénols auxquels appartiennent les tanins, peuvent constituer jusqu'à 3 % de matière sèche de la chair de la datte (**Barreveld, 1993**). Un de leurs effets principaux lors du processus de maturation est leur aptitude à passer d'une forme soluble (astringente au palais) en une forme insoluble (insipide), résultant probablement d'une combinaison avec les protéines.

Comme rapporté par la littérature, la synchronisation de cette conversion change et détermine largement la saveur sucrée des dattes à l'étape (rouge) jaune dure. Les tanins sont censés, également, jouer un rôle dans le brunissement des dattes aux étapes post-récolte bien que ceci n'ait pas été confirmé par des essais (en utilisant des tannins comme substrat pour le brunissement enzymatique par la phénolase) (**Maier et Metzler, 1965**). La réaction de brunissement enzymatique est maintenant davantage attribuée aux polyphénols simples tels que les flavanes (**Maier et Metzler, 1964**), tandis que les tanins plus complexes, jouent un rôle dans le brunissement oxydant non enzymatique. Pour des buts pratiques on peut affirmer que le traitement thermique des dattes retarde le brunissement durant le stockage indiquant qu'un processus enzymatique est également impliqué.

## **VIII.1. Profil polyphénolique des dattes**

Selon **Mansouri et al., (2005)**, toutes les variétés de dattes étudiées contiennent approximativement le même type de composés phénoliques avec de légères différences (voir annexe 1)

### **VIII.1.1. Les acides cinnamiques**

L'analyse par HPLC-DAD-MS a démontrée que les composés phénoliques prédominants dans toutes les variétés sont les acides cinnamiques et leurs dérivés. Les acides, férulique, coumarique et sinapique sont les composés principaux de toutes les variétés étudiées.

### **VIII.1.2. Les flavonoïdes**

La plupart des flavonoïdes identifiés sont des flavones. Toutefois, quelques flavonols et flavanones sont détectés.

Comparés aux acides cinnamiques détectés, la concentration des flavonoïdes est très basse.

#### **VIII.1.2.1. Les flavones**

Divers flavones glycosides à différents poids moléculaires ont été identifiés dans toutes les variétés étudiées.

#### **VIII.1.2.2. Les flavanones**

Les flavanones glycosides sont plus rares et à des poids moléculaires différents, ils n'apparaissent que dans certaines variétés.

#### **VIII.1.2.3. Les flavonols**

Les flavonols ne sont pas aussi nombreux que les flavones.

# MARGARINE

## 1. Introduction

La margarine est une émulsion plastique (de type eau dans l'huile), initialement formulée pour remplacer et suppléer le beurre trop cher et périssable. Sous sa forme standard, elle est constituée de deux phases essentielles :

- 80 à 82 % de phase grasse (mélange d'huiles de différents points de fusion),
- 16 à 18 % de phase aqueuse (eau et/ou lait).

Elle contient en outre, 2 % d'auxiliaires de fabrication (ingrédients lipo et hydrosolubles) utilisés pour des raisons technologiques (émulsifiants), sensorielles (sucres, arômes, colorants), de conservation (correcteurs de pH, antioxydants ...) nutritionnelles (vitamines) et de législation (révélateurs).

Les progrès technologiques et la popularité dont jouit la margarine auprès du consommateur ont fait que sa production s'est accrue en quantité et en diversité. De nos jours, le terme « margarines » se décline désormais au pluriel et des formules dites diététiques ont fait leur apparition, avec à leur tête, les margarines basses calories (60 % de phase grasse et 40 % de phase aqueuses). Ces dernières ont été élaborées pour contribuer à la lutte contre l'obésité, fléau des temps modernes.

Dans sa conception initiale, la margarine est dépourvue de vitamines du groupe B (vitamines hydrosolubles) et de par sa composition, elle peut subir des détériorations dont la plus importante est l'oxydation.

De plus, ses auxiliaires de fabrication sont en majorité, d'origine synthétique.

L'étude de la datte et particulièrement de ses constituants mineurs, met en évidence des substances, aux propriétés très intéressantes pratiquement complémentaires de la margarine :

- des vitamines du groupe B ;
- des polyphénols, produits hautement antioxydants ;
- des colorants naturels ;
- des minéraux dont le potassium.

Ceci nous a naturellement conduit à formuler une margarine BIO et hautement nutritive dans laquelle nous avons intégré un extrait de dattes.

## II. Définition

La margarine est une émulsion de type eau dans l'eau W/O qui comprend deux phases essentielles.

- Une phase continue : phase grasse.
- Une phase dispersée : phase aqueuse.

Elle contient aussi des additifs (lécithine, monoglycérides, sel, colorant, antioxydants, conservateurs, vitamines) repartis en partie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse (**Karleskind, 1992**).

L'émulsion est un système liquide comprenant deux phases non miscibles, une des deux phases étant finement dispersées dans l'autre. Mais du fait de son instabilité thermodynamique, l'émulsion tend à se séparer. Pour redonner les deux phases d'origine, il est donc nécessaire, dans le cas de la margarine de faciliter la mise en émulsion et de stabiliser celle-ci. C'est le rôle des émulsifiants qui réduisent la quantité de travail nécessaire à la formation d'un mélange homogène à partir de ces deux phases non miscibles : la stabilité finale du produit sera obtenue par cristallisation de la phase grasse à haut point de fusion au sein de l'émulsion.

La définition complète de la margarine est donc celle d'un système polydispersée de corps gras à l'état solide et à l'état liquide, d'eau et/ou lait, d'ingrédients et quelquefois de bulles de gaz(**Karleskind, 1992**).

## III. Composition globale de la margarine

En général, toutes les margarines ont une composition globale identique :

- 80 % à 82 % de lipides, appelé phase grasse.
- 16 % à 18 % d'eau et/ou lait, constituant la phase aqueuse.
- 2 % d'additifs, obligatoires ou facultatifs.

## IV. Types de margarines

Il est difficile de donner une composition même typique des margarines tant celles-ci peuvent varier en fonction des utilisations, des saisons, des régions.

Du point de vue commercial, on peut distinguer plusieurs types de margarines.

### IV.1. Margarines de tables

Elles sont destinées aux emplois ménagers et culinaires, dont :

#### **IV.1.1. Margarine de table tartinable**

Elles ont un apport élevé en acides gras polyinsaturés principalement, linoléique de 20 à 30 %, 25 à 40 % d'acides mono-insaturés, 10 à 30 % d'acides gras saturés, 15 à 30 % d'acides trans. Le rapport polyinsaturés /saturés est de 0.3 à 0.7.

#### **IV.1.2. Margarine de table végétale**

Elles contiennent de 6 à 12 % d'acides gras polyinsaturés, 25 à 55 % d'acides mono-insaturés, 10 à 30 % d'acides gras à chaînes courtes et moyennes, 35 à 75 % d'acides saturés et jusqu'à 51 % d'acides trans. Le rapport polyinsaturés/saturés varie de 0.1 à 0.3 %

#### **IV.1.3. Margarine de table courante**

Elles sont assez voisines des précédentes, mais s'en différencient par le fait qu'elles peuvent contenir une certaine proportion d'huiles et de graisses d'origine animale ou marine. De ce fait, ces margarines contiennent une certaine quantité de *cholestérol*, de l'ordre de 0.1 à 0.2 %, alors que les deux catégories précédentes n'en contiennent pas ou juste des traces inévitables.

#### **IV.1.4. Margarine douce battue**

Contenant jusqu'à 50 % d'air injecté, disponible aux Etats-Unis sous forme de six paquets d'une livre chacun et emballé dans du papier aluminium, et enveloppé hermétiquement dans un carton d'aluminium laminé (**Debruyne, ASA**).

#### **IV.1.5. Minarines**

Qui ne sont pas réglementées par la norme relative aux margarines ordinaires ou diététiques, contiennent entre 72 % et 52.5 % de matières grasses, se vendent en forme de paquets ou de barquettes. Le paquet est emballé et cartonné tout comme la margarine ordinaire.

#### **IV.1.6. Margarine sous forme liquide**

Contenant 80 % de matières grasses, vendue dans des tubes en plastique d'une livre.

### **IV.2. Margarines diététiques ou spéciales (basses calories)**

Elles sont spécialement fabriquées pour certains emplois particuliers : « sportifs, enfants, vieillards, amaigrissant, etc... ».

#### **III.2.1. Margarines enrichies en phytostérols**

Fruit d'or a été le premier producteur à lancer sa margarine "santé". C'est la fameuse Pro.activ : 20 g par jour (environ 4 tartines) permettraient de réduire de 15 à 20 % le taux de mauvais cholestérol (correspondant à une réduction de plus de 40 % des risques cardiovasculaires). Et cela sans modifier le taux de bon cholestérol. Un enrichissement en

certaines composés, les phytostérols (stérols d'origine végétale). Or la force de Pro.activ est d'avoir enrichi sa margarine pour arriver à 8 % de phytostérols. Et ses qualités ont été démontrées par de nombreuses études scientifiques (**Girardet, 2006 ; Ho et Pal, 2005 ; Vogt et al., 2004 ; Mussner et al., 2002 ; Serfaty-Lacrosniere et al., 2001 ; Ayesh1 et al., 1999 ; Miettinen et al., 1995**). Ce produit est destiné aux gens souffrant d'hypercholestérolémie.

## **V. Schéma général de fabrication de la margarine (Karleskind, 1992)**

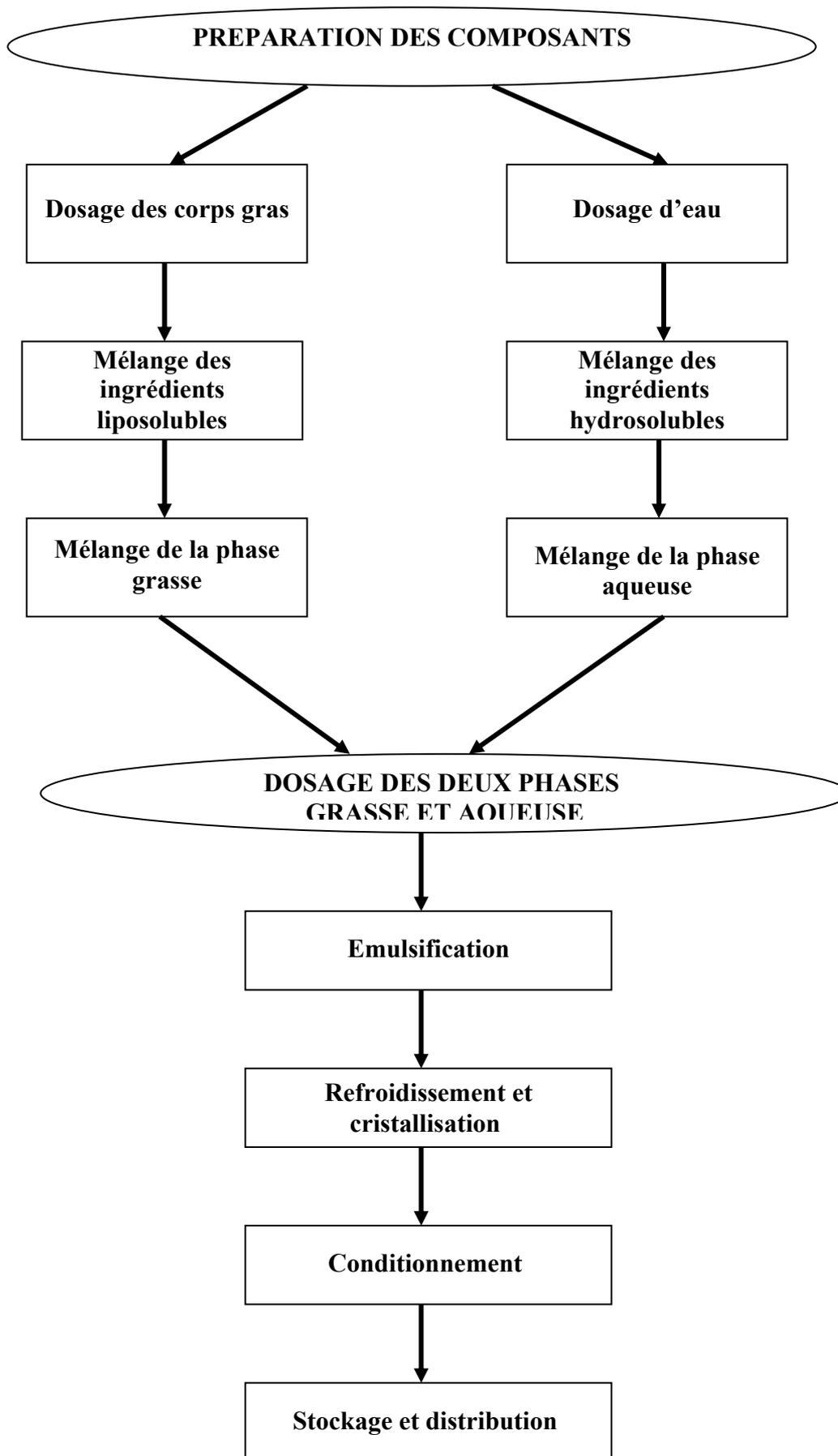
La fabrication de la margarine est une technologie connue est maîtrisée. Elle comprend succinctement les phases suivantes :

- Préparation de la phase grasse complète : huile et graisses telles qu'elles raffinées et/ou modifiées par hydrogénation, interstérification ou fractionnement, lécithine, monoglycérides et colorants.
- Préparation de la phase aqueuse complète : eau, lait, sel, sucre, arôme, conservateurs, correcteur de pH...etc.
- Préparation de l'émulsion qui est le mélange de ses deux phases.
- Refroidissement, cristallisation, malaxage de l'émulsion de matière à lui conférer les caractéristiques rhéologiques espérées et la stabilité désirée. Ces trois opérations peuvent avoir lieu séquentiellement les unes à la suite des autres ou bien simultanément.
- Conditionnement du produit qui peut être sous enveloppement (margarines traditionnelles ou bien en pots confectionnés en différents matériaux).

Le choix des matières grasses (composition et propriétés), ainsi que les conditions de fabrications jouent un rôle important pour obtenir les caractéristiques des margarines souhaitées. La figure V.1 résume les différentes étapes de production de la margarine.

### **V.1. Préparation de la phase grasse**

La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion, 82 à 84% dans les margarines traditionnelles. Elle est constituée par un mélange d'huiles raffinées et d'huiles concrètes d'origines végétales, animales et/ou marines selon les performances souhaitées par la production, c'est-à-dire que le choix des huiles de cette phase détermine en grande partie, les qualités du produit fini, notamment : la texture, la consistance, le point de fusion et la stabilité vis-à-vis de l'oxygène.



**Fig V.1:** Principales étapes de la production de la margarine (Karleskind, 1992)

### **V.1.1. Additifs liposolubles**

Ce sont des émulsifiants, colorants, vitamines et arômes.

#### **V.1.1.1. Les émulsifiants**

Ce sont des composés ayant des propriétés tensioactives, dues à leur caractère amphiphatique : leurs structures chimiques étant composées à la fois de groupes hydrophiles et lipophiles et de ce fait pouvant se dissoudre dans les deux phases, permettant leur union sous forme d'émulsion homogène. Ces corps sont caractérisés par leur équilibre hydrophile-lipophile ou HLB. Les émulsifiants utilisés dans les margarines sont les mono et diglycérides et la lécithine.

#### **IV.1.1.2. Les agents colorants**

La couleur de la margarine doit être assez voisine de celle du beurre, elle est obtenue soit par addition d'huile de palme rouge riche en caroténoïdes, soit de  $\beta$ -carotène de synthèse (**Luterotti et al., 2006**) .

#### **IV.1.1.3. Les arômes**

Les margarines sont souvent aromatisées par le diacétyle arôme naturel du beurre ou le butane Dione 1.3. On utilise une solution dans l'huile à 4 %. Au-delà d'une certaine limite le goût n'est pas agréable et jugé comme artificiel.

#### **IV.1.1.4. Les vitamines liposolubles**

Afin de réduire les risques de carences en vitamines A du fait du remplacement du beurre par la margarine, certains pays européens avaient depuis longtemps invités les fabricants de margarine à introduire 20 à 30 UI de vitamine A dans leurs produits.

### **IV.2. Préparation de la phase aqueuse**

Cette phase représente environ 16 à 18 % de la composition globale de la margarine.

Elle est constituée soit d'eau soit de lait, soit d'un mélange eau/lait. Elle est la plus sensible des constituants de la margarine, à des contaminations microbiennes, et nécessite donc une pasteurisation préalable.

#### **V.2.1. L'eau**

L'eau utilisée doit répondre aux critères de potabilité, elle doit subir un adoucissement pour éliminer les ions métalliques catalyseurs d'oxydation et les substances toxiques et une pasteurisation pour éliminer les microorganismes.

### **V.2.2. Le lait**

Le lait est à la fois une solution, une suspension et une émulsion. Les sels minéraux et le lactose sont en solution, les matières azotées en suspension et les matières grasses en émulsion. On utilise généralement le lait écrémé, le lait reconstitué, ou un mélange de ces deux derniers. Avant utilisation le lait doit subir une fermentation pour produire le diacétyle suivi d'une pasteurisation.

### **V.2.3. Les additifs hydrosolubles**

#### **V.2.3.1. Le sel**

Il est en premier lieu ajouté pour améliorer la sapidité, mais il peut jouer un rôle protecteur "Bactériostatique". Les teneurs peuvent varier de 0.1 à 1 et même 2 %. Le sel utilisé doit être de qualité alimentaire, pratiquement anhydre, neutre ou faiblement alcalin avec absence de sels de Mg, de Fe et d'ions  $\text{SO}_2$  qui accélèrent l'oxydation des graisses. En solution dans l'eau il doit donner une saumure limpide et claire.

#### **IV.2.3.2. Les conservateurs**

Outre le sel de table (NaCl), l'addition de l'acide sorbique (E200) ainsi que celle de ses sels de sodium (E201), de potassium (E202) et de calcium (E203) isolément ou ensemble dans une proportion pondérale de 2 g par kilogramme de produit fini. Emploi autorisé si le pH de la phase aqueuse est inférieur à 5,5. L'acide sorbique est un acide faible, avec ses sels, il présente un bon effet fongicide dont l'action inhibitrice est fonction de la concentration en acide non dissous, elle augmente quand le pH diminue.

#### **IV.2.3.3. Les correcteurs de pH**

L'acide citrique, lactique et leurs sels de  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^+$ , sont autorisés.

L'acide citrique est autorisé à la dose maximale de 1 g par Kg de produit fini. Au niveau des corps gras c'est un antioxydant synergiste puissant. En général on fixe le pH entre 4 et 5.5

#### **IV.2.3.4. Les antioxygènes**

On peut ajouter des tocophérols (extrait naturels) via la phase grasse, qui ont pour rôle d'éviter l'oxydation des huiles en retardant l'apparition du rancissement.

#### **IV.2.3.5. Les révélateurs**

L'amidon en tant que révélateur à une dose de 0.2 % permet de différencier la margarine du beurre, quoiqu'il existe actuellement d'autres moyens de les distinguer.

#### **IV.2.3.6. Le sucre**

Le sucre augmente les qualités organoleptiques, et donne la douceur aux margarines, il est utilisé dans les margarines de tables à raison de 0.2 à 0.3 %.

# **Partie expérimentale**

# Matériel et méthodes

## I. Matériel végétal

### I.1. Description et choix de la variété

La variété de datte retenue dans cette étude, est très répandue dans les palmeraies de la région Sud-Est. C'est la variété : Mech-Degla (photo VI.1).

La datte Mech-Degla est de forme sub-cylindrique, légèrement rétrécie à l'une de ses extrémités. A maturité, la datte est plutôt beige clair, teinté d'un marron peu prononcé. L'épicarpe est ridé, peu brillant et cassant. Le mésocarpe est peu charnu de consistance sèche et de texture fibreuse (**Buelguedj, 1996**).

Le choix de cette variété se justifie par sa qualité gustative, son abondance au niveau national et sa facilité de conservation étant une datte sèche.

### I.2. Prélèvement des échantillons

La datte étudiée provient des palmeraies de la région M'chouneche, de la wilaya de Biskra. La méthode d'échantillonnage suivie est celle préconisée par : **Girard (1965)** ; **Acourene et Tama (1997)**. Nous avons subdivisé la palmeraie en différentes parcelles. Le prélèvement est réalisé sur deux à trois palmiers homogènes de chacune d'elles. Les fruits sont prélevés au hasard sur plusieurs régimes à diverses hauteurs et orientations. L'échantillon global obtenu a été réduit en échantillon de laboratoire par divisions successives. Les dattes sont récoltées à pleine maturité et conservées à 4°C.

## II. Méthodes d'analyses

Elles se rapportent aux expériences suivantes :

- 1- Caractérisation physique de la datte ;
- 2- Analyses physico-chimiques de la pulpe de datte ;
- 3- Obtention et caractérisation de l'extrait hydroalcoolique de la datte Mech-Degla;
- 4- Détermination de l'activité antioxydante des extraits méthanolique et hydroalcoolique ;
- 5- Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et évaluation de sa résistance à l'oxydation forcée.



**Photo VI.1** : Datte Mech-Degla entière et en coupe

## II.1. Caractérisation physique de la datte entière

Les caractéristiques physiques sont réalisées sur 10 fruits prélevés au hasard sur lesquels sont déterminés :

- 1- Les dimensions du fruit entier et de son noyau (longueur et largeur) au moyen d'un pied à coulisse.
- 2- Le poids de la datte, de sa pulpe et de son noyau au moyen d'une balance analytique à la précision de  $\pm 0.001$ .

## II.2. Caractérisation physico-chimique de la pulpe

### II.2.1. Détermination de la teneur en eau

#### □ Principe

La teneur en eau est déterminée sur une partie aliquote de 1 g d'échantillon broyé étalé dans une capsule en porcelaine puis séché dans une étuve réglée à une température de  $103 \pm 2$  °C, jusqu'à obtention d'un poids constant.

### • Mode opératoire

- Sécher des capsules vides à l'étuve durant 15 mn à  $103 \pm 2$  °C ;
- Tarer les capsules après refroidissement dans un dessiccateur ;
- Peser dans chaque capsule 1 g d'échantillon préalablement broyé et les placer dans l'étuve réglée à  $103 \pm 2$  °C pendant 3 heures ;
- Retirer les capsules de l'étuve, les placer dans le dessiccateur et après refroidissement les peser. L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant (en réduisant la durée de séchage à 30 mn) pour éviter la caramélisation.

### ➤ Expression des résultats

La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

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

Soit :

$H$  % : Humidité.

$M_1$  : Masse de la capsule + matière fraîche avant séchage en g.

$M_2$  : Masse de l'ensemble après séchage en g.

$P$  : Masse de la prise d'essai en g.

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

## II.2.2. Détermination du pH (NF V 05-108, 1970)

### □ Principe

Détermination en unité de pH de la différence de potentiel existant entre deux électrodes en verre plongées dans une solution aqueuse de pulpe de datte broyée.

### • Mode opératoire

- Couper en petits morceaux une partie de l'échantillon, éliminer les noyaux et les loges carpel-laires ;
- Placer le produit dans un bécher et y ajouter trois fois son volume d'eau distillée ;
- Chauffer au bain-marie pendant 30 mn en remuant de temps en temps avec une baguette de verre ;
- Broyer ensuite le mélange obtenu dans un mortier et procéder à la détermination du pH en prenant soins que l'électrode soit complètement immergée dans la solution.

### II.2.3. Détermination de l'acidité titrable (NF V 05-101, 1974)

#### □ Principe

Titration de l'acidité d'une solution aqueuse de dattes avec une solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

#### • Mode opératoire

- Peser à 0.01g près au moins 25 g de dattes broyées ;
- Placer l'échantillon dans une fiole conique avec 50 ml d'eau distillée chaude récemment bouillie et refroidie, puis mélanger jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène ;
- Adapter un réfrigérant à reflux à la fiole conique puis chauffer le contenu au bain-marie pendant 30 mn ;
- Refroidir, transvaser quantitativement le contenu de la fiole conique dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée récemment bouillie et refroidie, bien mélanger puis filtrer ;
- Prélever à la pipette 25 ml du filtrat et les verser dans un bêcher ;
- Ajouter 0.25 à 0.5 ml de phénolphthaléine et tout en agitant, titrer avec de la solution d'hydroxyde de sodium 0.1 N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

#### ➤ Expression des résultats

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

$$A\% = \frac{(250 \times V_1 \times 100)}{(V_0 \times M \times 10)} \times 0.07 = 175 \frac{V_1}{V_0 \times M}$$

Soit :

$M$  : Masse, en grammes de produit prélevé.

$V_0$  : Volume en millilitres de la prise d'essai.

$V_1$  : Volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium à 0.1 N utilisé.

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

## II.2.4. Détermination de la teneur en sucres par HPLC

### □ Principe

L'analyse des sucres par HPLC a fait l'objet de plusieurs travaux (**Multon, 1991 ; Mathlouthi et Reiser, 1995**). Il s'agit d'une méthode de séparation des constituants d'un mélange injecté à l'entrée de la colonne chromatographique. Un fluide appelé phase mobile parcourant la colonne, entraînera les constituants du mélange qui seront inégalement retenus lors de la traversée. A la sortie de la colonne le liquide passe dans un dispositif de détection à indice de réfraction, lui-même relié à un ensemble électronique capable d'amplifier, d'enregistrer et d'intégrer les signaux.

### • Mode opératoire

#### ➤ Extraction (Godon et Loisel, 1984)

- Peser 2.5 g de dattes broyées dans une fiole de 250 ml ;
- Ajouter 40 ml d'éthanol à 80 % et porter la fiole adaptée au réfrigérant et munie d'un agitateur en verre à palette, à l'ébullition douce dans un bain-marie pendant 30 mn ;
- Agiter de temps en temps pour éviter la formation d'agglomérats ;
- Refroidir et centrifuger pendant 10 mn à 3500-4000 tours/mn ;
- Décanter le surnageant dans une fiole de 250 ml ;
- Recommencer l'extraction à chaud sur le résidu avec 40 ml d'éthanol à 80 % ;
- Laver deux fois le résidu avec 20 ml d'éthanol à 80 % à température ambiante ;
- Centrifuger, décanter et conserver la solution éthanolique à 4 °C.

#### ➤ Purification

- Evaporer la solution éthanolique au rotavapor et reprendre le résidu d'évaporation par l'eau distillée dans une fiole de 50 ml ;
- Ajouter 1 ml de solution de carrez I, agiter, puis 1ml de la solution carrez II (pour précipiter les protéines) ;
- Ajuster à 50 ml avec de l'eau distillée ;
- Agiter et filtrer sur papier filtre Wattman ;
- Cette solution concentrée et purifiée doit être conservée au congélateur, au cas où les différentes déterminations ne peuvent être réalisées le jour même.

#### ➤ Conditions d'injection (JAOAC, 1992)

- Colonne : C<sub>18</sub>, type alkyl-amine ( $\mu$ Bondapack NH<sub>2</sub>) ;
- Phase mobile : Acétonitrile/eau (80/20) ;
- Détecteur : Réfractomètre ;

- Boucle d'injection : 2  $\mu$ l ;
- Débit : 3.5 ml/mn ;
- Température : 25 °C.

➤ **Interprétation des résultats**

Les sucres sont identifiés par leurs temps de rétentions par rapport à un chromatogramme de référence d'un mélange standard de saccharose, fructose et glucose de composition et concentration connues.

## **II.2.5. Détermination de la teneur en protéines (Méthode de kjeldhal) (NF-V 03-050, 1970)**

□ **Principe**

Le principe de la méthode est basé sur la transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium sous l'action de l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur. Le sulfate d'ammonium obtenu est distillé sous forme d'ammoniac et dosé après déplacement, en milieu alcalin (**Lecoq, 1965**).

• **Mode opératoire**

- Introduire dans un matras de minéralisation 1 g de poudre de dattes, ajouter une pincé de sulfate de cuivre et de potassium comme catalyseur ;
- Ajouter 15 ml d'acide sulfurique pur ;
- Après une attaque à froid pendant 15 mn jusqu'à l'apparition de vapeurs blanches d'anhydride sulfurique; porter dans un minéralisateur à une température de 420 °C pendant 4 à 5 heures ;
- Quand la solution devient limpide, elle est refroidie puis complétée à 100 ml avec de l'eau distillée ;
- La distillation se fait dans un distillateur automatique VELP où l'ajout de 20 ml de lessive de soude à 35 % dans le matras et 25 ml d'acide borique dans une fiole de 250 ml est réalisé selon un programme établi.
- Le dégagement d'ammoniac est capté par la solution d'acide borique contenant l'indicateur coloré (mélange de bleu de méthylène et rouge de méthyle).
- L'excès d'ammoniac est titré par une solution d'acide sulfurique à 0.05 N dans un titrateur automatique jusqu'à apparition du virage.

**NB :** un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions opératoires.

### ➤ Expression des résultats

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

$$N \% = \frac{\frac{V}{V'} \times (N - N') \times 0.05 \times 1.4}{P} = \frac{\frac{V}{V'} \times (N - N') \times 0.07}{P}$$

Soit :

$V$  : Solution minéralisée et complétée à 100 ml ;

$V'$  : Solution de la soude ajoutée (20 ml) ;

$N$  : La quantité d'acide sulfurique lue après titration ;

0.05 : Normalité d'acide sulfurique ;

$P$  : Poids de la prise d'essai (1 g).

### II.2.6. Détermination de la teneur en lipides (NF EN ISO 734-1, 2000)

#### □ Principe

Les corps gras sont les substances organiques qui peuvent être extraites à partir des fruits et végétaux par des solvants organiques non polaires au moyen de l'appareil Soxhlet.

#### • Mode opératoire

- Sécher le ballon de 500 ml à l'étuve à 105 °C pendant une heure;
- Refroidir le ballon au dessiccateur pendant 30 mn ;
- Peser le ballon à la précision de 0.001g ;
- Broyer 25 g de pulpe de datte fraîche dans un mortier ;
- Peser 20 g environ de broyat ;
- Introduire le broyat dans la cartouche de papier filtre ;
- Placer la cartouche avec la prise d'essai à l'intérieur de l'appareil Soxhlet ;
- Verser 200 ml de l'éther de pétrole dans le ballon et 50 ml dans l'extracteur ;
- Chauffer le ballon sur le chauffe ballon pendant 4 heures (20 siphonages par heure) jusqu'à l'épuisement de la matière grasse ;
- Après, éliminer le solvant du ballon par distillation ;
- Sécher le résidu du ballon dans une étuve à 70-80 °C ;
- Refroidir le ballon au dessiccateur pendant 30 mn ;
- Peser le ballon avec l'huile à la précision de 0.001g ;
- Répéter l'opération de séchage jusqu'à l'obtention d'un poids constant du ballon.

### ➤ Expression des résultats

La teneur en matière grasse est calculée selon la formule suivante :

$$MG \% = \frac{(P_2 - P_1)}{P_3} \times 100$$

Soit :

$P_2$  : Poids du ballon vide (g).

$P_1$  : Poids du ballon avec l'huile extraite (g).

$P_3$  : Poids de la prise d'essai (g).

### II.2.7. Détermination de la teneur en cendres (NF V 05-113, 1972)

#### □ Principe

La pulpe de datte broyée est calcinée à 550 °C dans un four à moufle jusqu'à obtention d'une cendre blanchâtre de poids constant.

#### • Mode opératoire

- Dans des capsules en porcelaine, peser 2 g de pulpe de dattes broyées ;
- Placer les capsules dans un four à moufle réglé à  $550 \pm 15$  °C pendant 5 heures jusqu'à obtention d'une couleur grise, claire ou blanchâtre.
- Retirer les capsules du four et les mettre à refroidir dans le dessiccateur, puis les peser.

### ➤ Expression des résultats

$$MO \% = \frac{(M_1 - M_2)}{P} \times 100$$

Soit :

$MO$  % : Matière organique.

$M_1$  : Masse des capsules + prise d'essai

$M_2$  : Masse des capsules + cendres.

$P$  : Masse de la prise d'essai.

La teneur en cendres ( $Cd$ ) est calculée comme suit :

$$Cd = 100 - MO \%$$

## II.2.8. Détermination de la teneur en éléments minéraux par spectroscopie d'absorption atomique

### □ Principe

En absorption atomique la concentration est déduite de la mesure de l'absorption de la lumière par les atomes de l'élément restés à l'état fondamental lorsqu'ils sont éclairés par une source lumineuse convenable (**Franciss et Annick, 1992**). La mesure de l'intensité lumineuse est faite à une longueur d'onde spécifique de l'élément à doser.

### • Mode opératoire (NF V 05-113, 1972)

- Dissoudre les cendres obtenues dans 1 ml d'acide chlorhydrique, puis ajouter avec précaution 10 ml d'eau distillée;
- chauffer quelques minutes au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution complète des cendres;
- Verser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, puis compléter à 100 ml avec de l'eau distillée;

A partir de cette solution nous avons effectué le dosage des éléments minéraux suivant :  
Le potassium, le calcium, le sodium, le magnésium, le zinc, le fer, le cuivre et le manganèse, par spectrophotométrie d'absorption atomique.

## II.2.9. Détermination de la teneur en pectine

### □ Principe

Les pectines sont dosées sous forme de pectate de calcium après extraction à l'eau chaude, saponifiées par NaOH et précipitation par CaCl<sub>2</sub> en milieu acétique (**Multon, 1990 ; Markh et al., 1989**).

### • Mode opératoire

- Peser 2.5 g de pulpe de dattes broyées et les introduire dans une fiole conique à col rodé de 100 ml ;
- Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique 1/30 N ;
- Boucher la fiole par un tube réfrigérant ;
- Porter dans un bain-marie bouillon pendant 30 mn ;
- Filtrer et laver le précipité à l'eau chaude (1<sup>er</sup> Filtrat) ;
- Faire passer le papier filtre dans une fiole conique ;
- Ajouter 50 ml de l'acide oxalique et adapter la fiole à un tube réfrigérant ;
- Porter au bain-marie à 100 °C pendant 20 mn ;
- Filtrer et laver le précipité à l'eau chaude (2<sup>ème</sup> Filtrat) ;
- Introduire les deux filtrats dans une fiole jaugée de 200 ml, neutraliser avec la soude caustique à 15 % en présence de phénophtaléine ;

- Compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ;
- Pipeter 50 ml du filtrat obtenu dans une fiole de 50 ml ;
- Ajouter 50 ml de la soude caustique à 0.4 % ;
- Laisser reposer pour faire passer la saponification des liaisons complexes ;
- Après saponification, ajouter 50 ml de l'acide acétique 1 N et 50 ml de la solution de chlorure de calcium à 11.1 % ;
- Laisser réagir 30 mn ;
- Faire passer le précipité sur un papier filtre séché, taré et lavé par la solution de chlorure de calcium à 0.5 %, puis à l'eau distillée froide, ensuite à l'eau chaude jusqu'à élimination complète des ions de chlore ;
- Sécher le papier filtre avec le précipité jusqu'au poids constant dans une étuve réglée à 100-105 °C, puis le peser.

### ➤ Expression des résultats

La teneur en pectine est exprimée en pourcentage de matière sèche par la formule suivante :

$$P \% = \frac{A \times 200 \times 0.9235}{50 \times a} = \frac{A}{a} \times 3.694$$

Soit :

*A* : Poids du précipité (g);

*200* : Volume du filtrat (ml);

*0.9235* : Coefficient de transformation du pectate de calcium en pectine ;

*a* : Poids du filtrat (g);

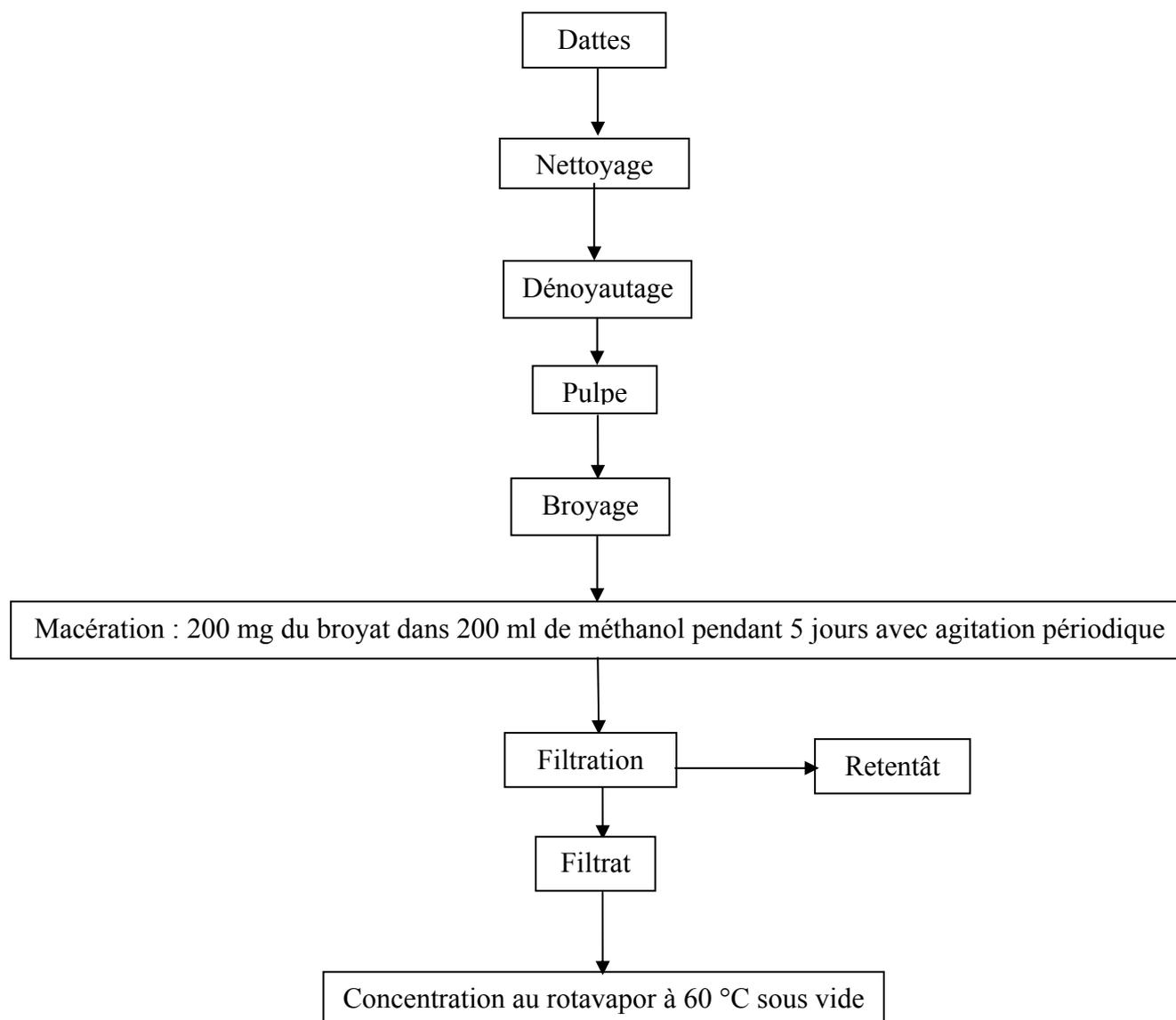
*50* : Volume du filtrat pris pour la précipitation (ml).

## II.2.10. Détermination de la teneur en polyphénols

### II.2.10.1. Extraction des polyphénols

Il s'agit d'une extraction solide-liquide. Le principe consiste en ce que le solvant doit franchir la barrière de l'interface solide liquide, dissoudre le principe actif à l'intérieur du solide et l'entraîner à l'extérieur. La plus part des auteurs suggèrent que l'entrée du solvant se fait par un mécanisme osmotique et la sortie du soluté par dialyse ou par diffusion. Le solvant utilisé dans cette présente étude est le méthanol pur (99 %). Celui-ci possède l'avantage d'être plus facilement éliminé sous vide. Il donne en plus un meilleur rendement d'extraction (**Diallo et al., 2004 ; Owen et Johns, 1999 ; Vercautern et al., 1996 ; Ribéreau-Gayon, 1968**) dépassant celui obtenu avec l'eau de 7 fois. Le rendement d'extraction en polyphénols augmente aussi avec le temps de contact (**Lapornik et al., 2004**).

Le procédé d'extraction est réalisé comme suit fig VI.1.



**Fig VI.1** : Principales étapes d'extraction des polyphénols (Owen et Johns, 1999)

## II.2.10.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux

### □ Principe

En présence de phénols, le mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et phosphomolibdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ) est réduit en oxydes bleus de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $Mo_8O_{23}$ ), que l'on détermine par colorimétrie (**Ribéreau-Gayon, 1972**).

### • Mode opératoire

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé par la méthode décrite par **Juntachote et al., (2006)**, avec quelques modifications (voir fig VI.2).

### A) Préparation de la gamme d'étalonnage

- Peser 200 mg d'acide gallique;
- Les dissoudre dans 100 ml d'éthanol, soit une solution ( $S_1$ ) avec une concentration de 2 mg/ml ;
- Diluer la solution mère comme suit :
  - \* Prélever 5ml de la solution mère puis ajouter 5 ml d'eau distillée et l'en obtient la dilution S/2;
  - \* Prélever 5 ml de la solution S/2 puis rajouter 5 ml d'eau distillée et l'en obtient la dilution S/4;
  - \* Refaire la même procédure pour les autres dilutions.

### B) Détermination de la teneur proprement dite

- Prélever 0.5 ml de chaque dilution d'échantillon dans des tubes à essais ;
- Ajouter 5 ml d'eau distillée dans chaque tube ;
- Ajouter 0.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu's ;
- Après 3 mn, ajouter 0.5 ml de carbonate de sodium à 20 % ;
- Laisser incuber pendant une heure à température ambiante et à l'abri de la lumière.

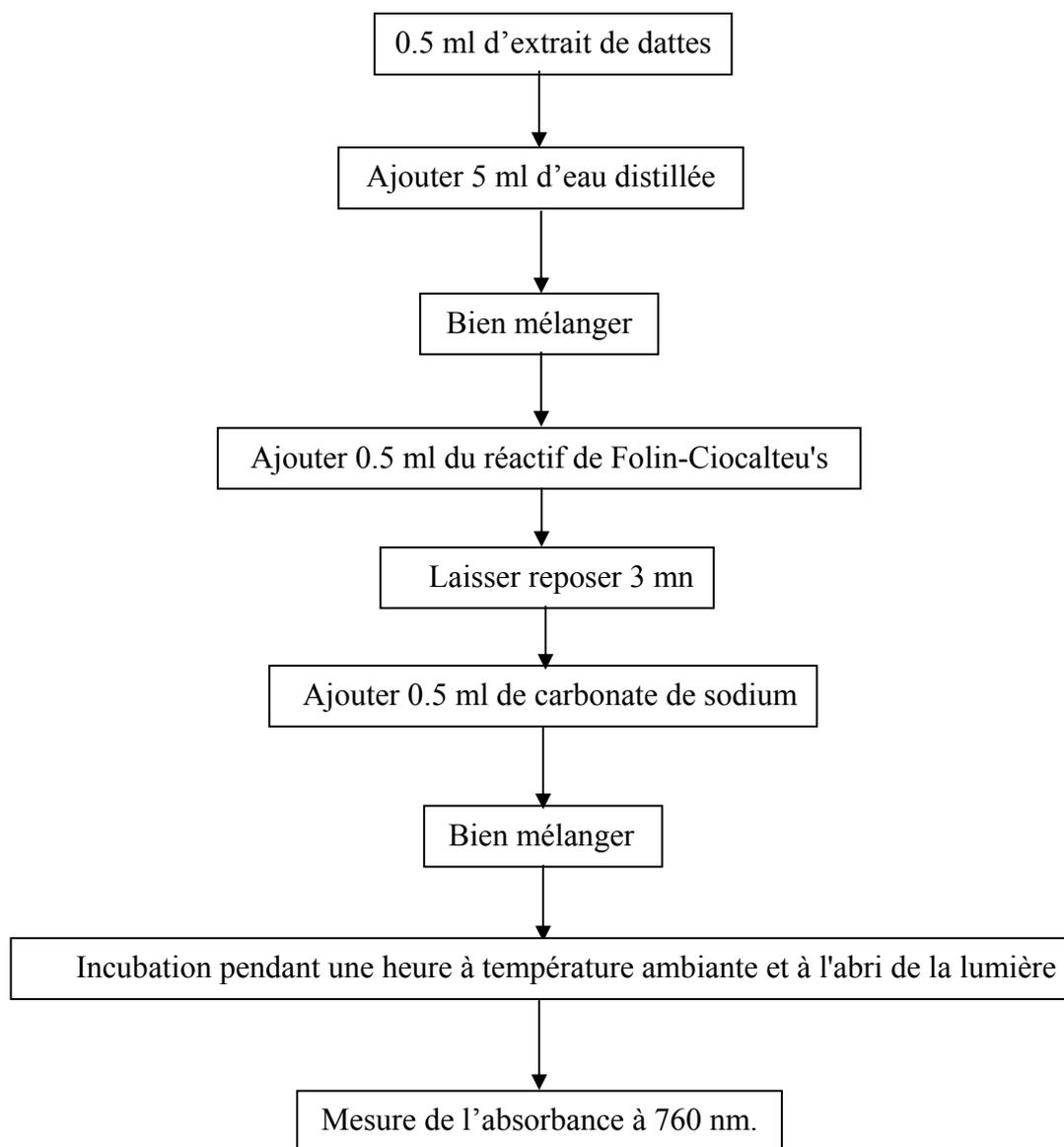
**Tableau VI.1** : Préparation des dilutions de l'acide gallique pour la réalisation de la courbe standard des polyphénols totaux

Dilutions	S	S/2	S/4	S/8	S/16	S/32	S/64	S/128	S/256	S/512
Concentrations (mg/ml)	200	100	50	25	12.5	6.25	3.13	1.56	0.78	0.39

Le blanc est représenté par 5 ml d'eau distillée additionné de 0.5 ml de Folin-Ciocalteu's et 0.5 ml de carbonate de sodium à 20 %.

La lecture des absorbances est faite à 760 nm, après agitation et repos d'une heure. La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage voir fig VII.3.

Le dosage des polyphénols totaux dans l'extrait de dattes est représenté par l'organigramme de la fig VI.2.



**Fig VI.2** : Organigramme représentant le dosage des polyphénols totaux (Juntachote et al., 2006)

### II.2.10.3. Détermination de la teneur en flavonoïdes

#### □ Principe

L'estimation de la teneur en flavonoïdes totaux contenus dans les extraits de dattes est réalisée par la méthode de **Bahorun et al., (1996)**.

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyl (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 métaux (fer et aluminium) (**Boulekbache, 2005**). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

#### • Mode opératoire

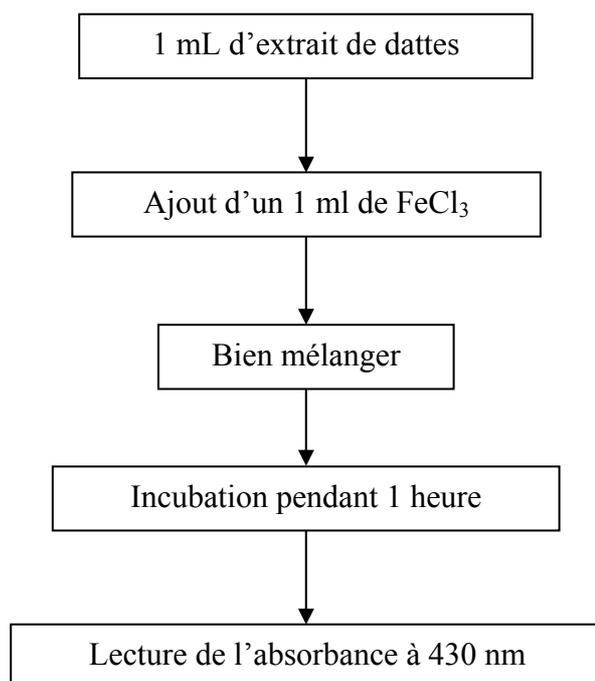
- Mettre 1 ml d'extrait de dattes dans un tube à essai ;
- Ajouter 1 ml de solution méthanolique de chlorure d'aluminium à 2 % ;
- Après 10 mn, l'absorbance est lue à 430 nm.

La préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes est illustrée dans le tableau suivant :

**Tableau VI.2 :** Préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes

Dilutions	S/2	S/4	S/8	S/16	S/32	S/64
Concentrations (µg/ml)	25.00	16.67	10.00	5.00	2.50	0.50

La concentration des flavonoïdes contenus dans les extraits de dattes est calculée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant la quercétine comme standard (voir fig VII.4). Le dosage des flavonoïdes dans l'extrait de datte est représenté par l'organigramme de la figure VI.3.



**VI.3 :** Organigramme représentant le dosage des flavonoïdes dans l'extrait de dattes  
(Bahorun et al., 1996)

## **II.3. Obtention et caractérisation de l'extrait hydroalcoolique**

### **II.3.1. Obtention de l'extrait à incorporer dans la margarine**

Avant d'entamer l'extraction une série de tests préliminaires a été effectuée pour fixer le solvant approprié pour notre étude. Elle consiste en :

Une prise d'essai de 100 g de dattes, environ 19 dattes : (18.09 g de noyaux et 81.91 g de pulpe).

La pulpe est broyée dans un mortier/ pilon en fines particules.

1. On prend 25 g de pulpe broyée dans 50 ml d'éthanol.
2. On prend 25 g de pulpe broyée dans 50 ml d'éther de pétrole.
3. On prend 25 g de pulpe broyée dans 50 ml d'eau.
4. On prend 25 g de pulpe broyée dans 50 ml de mélange éthanol/eau à (50/50).

On laisse macérer pendant 24 h à température ambiante et à l'abri de la lumière.

Après macération on filtre sur papier filtre Wattman.

## ❖ Extraction

D'après les tests préliminaires portant sur le choix du solvant d'extraction nous avons opté pour le système éthanol/eau (50/50) : il donne un meilleur extrait en coloration et d'arome.

Nous attendons de l'extrait à incorporer dans la margarine, en plus de l'arome et de la couleur, une richesse en polyphénols, en vitamines du groupe B, en sucre, en différents minéraux. Pour cela le solvant éthanol/eau semble être l'idéal.

L'éthanol a été choisi parce qu'il ne représente aucune toxicité par rapport au méthanol, il est facile à éliminer et s'avère un solvant approprié pour l'extraction des polyphénols (**Escribano-Bailon et Santos-Buelga, 2000**) et des vitamines du groupe B (**Bourgeois, 2003**). Il dénature en plus les enzymes végétales et inhibe du coup l'activité des enzymes (polyphénol-oxydase) (**Escribano-Bailon et Santos-Buelga, 2000**).

L'eau favorise la solubilisation des sucres, des minéraux ainsi que des polyphénols.

A fin d'éviter la dégradation de nos précieux composés (polyphénols et vitamines) nous avons effectué l'extraction à T° ambiante 20-25 °C et à l'abri de la lumière.

Pour une meilleure extraction nous avons opté pour le principe « des lavages multiples » : cinq lavages successifs à raison de 150 ml pour chaque prise. Pour mieux rationaliser l'opération nous avons procédé à des agitations régulières. La durée de chaque extraction est de 4 jours (**Bimbenet et al., 2001 ; Escribano-Bailon et Santos-Buelga, 2000**). Le diagramme d'extraction est illustré par la figure VI.4.

### II.3.2. Caractérisation physico-chimique de l'extrait hydroalcoolique

Le degré Brix et la densité de l'extrait hydroalcoolique obtenu ont été déterminés dans l'appareil ATAGO-5000.

L'humidité, le pH, l'acidité titrable, les polyphénols totaux, les tanins, les flavonoïdes, l'activité antioxydante, le taux de cendres et les minéraux ont été déterminés selon les méthodes citées précédemment.

#### II.3.2.1. Détermination du degré Brix

##### □ Principe

Le Brix (%) exprime le pourcentage de la concentration des solides solubles contenus dans un échantillon (une solution d'eau). Le contenu des solides solubles représente le total de tous les solides dissous dans l'eau, incluant les sucres, les sels, protéines, acides, etc. et la mesure lue est leur somme totale. Fondamentalement, le Brix (%) est calibré en fonction du nombre de grammes de sucre de canne contenus dans une solution de sucre de canne de 100 grammes.

Donc, lors de la mesure d'une solution de sucre, le Brix (%) devrait parfaitement correspondre à la concentration réelle. Dans le cas de solutions contenant d'autres composants, en particulier lorsqu'il s'agit de connaître la concentration exacte, une table de conversion est nécessaire ([http://www.atago.net/French/pop\\_knowledge.html](http://www.atago.net/French/pop_knowledge.html)).

**AFNOR (NF V 05-109, 1970)** : on entend par résidu sec soluble (déterminé par réfractomètre) la concentration en saccharose d'une solution aqueuse ayant le même indice de réfraction que le produit analysé, dans des conditions déterminées de préparation et de température. Cette concentration est exprimée en pourcentage en masse.

### **II.3.2.2. Détermination de la densité**

#### **□ Principe**

On appelle densité le rapport du poids d'un volume d'un liquide quelconque à température T au poids d'un même volume d'eau à la température 4 °C.

## **II.4. Détermination de l'activité antioxydante des extraits méthanolique et hydroalcoolique**

### **II.4.1. Extraction**

Dans cette étude, deux types d'extractions ont été effectués. L'une avec le méthanol pur 99 % pour le dosage des polyphénols et la détermination de l'activité antioxydante du fruit de la datte Mech-Degla, l'autre avec un mélange éthanol/eau (50/50 v/v) pour incorporation dans la recette de la margarine tout en effectuant un test d'activité antioxydante au préalable (avant incorporation).

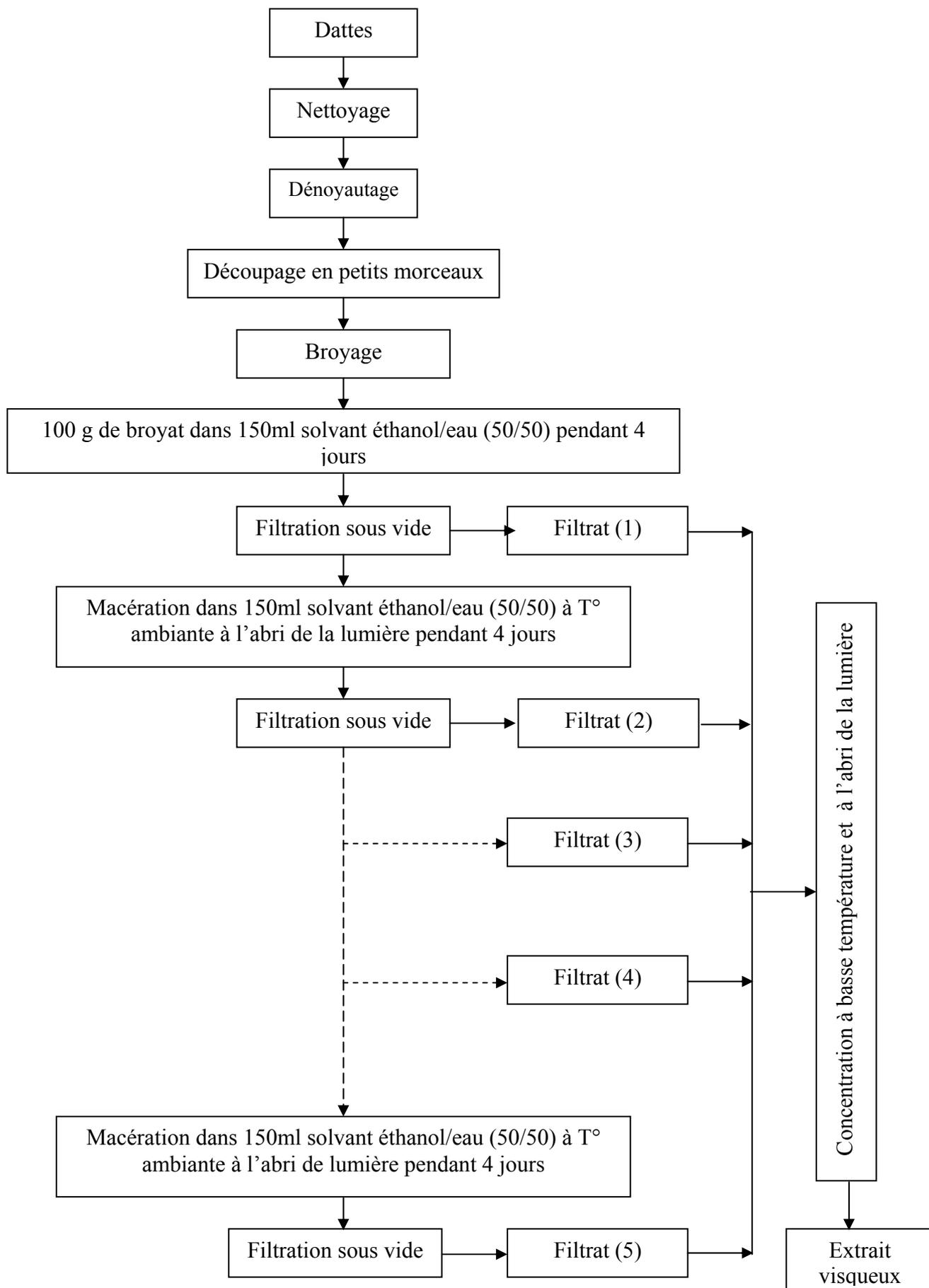
Sont désignés alors extrait méthanolique et hydroalcoolique, les extraits obtenus respectivement selon les protocoles des figures V.1 et V.4.

### **II.4.2. Détermination du pouvoir antioxydant par l'inhibition de l'oxydation de l'AL**

#### **□ Principe**

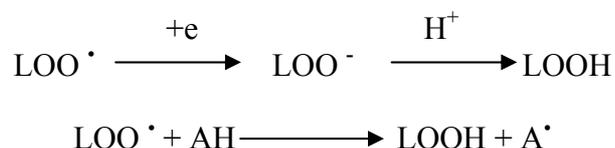
La mesure de l'inhibition du degré d'oxydation de l'acide linoléique est l'une des méthodes les plus utilisées pour la détermination de l'activité antioxydante (**Wang et al., 2003**).

La peroxydation des lipides est une réaction en chaîne qui conduit à la dégradation des lipides via la formation des radicaux libres. Au stade initial de cette peroxydation et à pression en oxygène normale (pression atmosphérique), le radical lipidique majeur est le radical peroxy  $\text{LOO}^{\bullet}$



**Fig VI.4** : Schéma représentatif de l'obtention de l'extrait de dattes à incorporer dans la margarine

Ce radical est un agent oxydant qui peut être réduit en anion  $\text{LOO}^-$  et de là, il sera convertit en hydroperoxyde par un donneur d'électrons ou il peut être converti directement en hydroperoxyde par un donneur d'hydrogène AH.



La présence d'antioxydants va donc inhiber l'oxydation des lipides par la réduction des radicaux libres (**Gordon, 1990**).

Dans le test utilisé dans la présente étude, le taux d'oxydation est estimé par la méthode colorimétrique au thiocyanate ferrique (FTC) qui permet d'évaluer le taux des peroxydes présents dans le milieu réactionnel. Une absorbance élevée traduit une oxydation importante et par conséquent une absorbance faible signifie une activité antioxydante élevée.

### • **Mode opératoire**

L'activité antioxydante est mesurée selon la méthode rapportée par **Hashimoto et al., (2003)** :

- Mélanger dans des tubes à essais : 5 ml d'extrait de dattes, 0.5 ml d'acide linoléique (2.52 %) dans de l'éthanol à 99.5 %, 1 ml de tampon phosphate (0.05 M, pH 7) et 0.5ml d'eau distillée ;
- Incuber à 40 °C et à l'abri de la lumière ;
- Transférer toutes les 24 h un aliquote (100 µl) dans un tube à essai additionné de 3 ml d'éthanol à 75 % et de 100 µl de thiocyanate d'ammonium à 30 % ;
- Ajouter au mélange réactionnel 100 µl de chlorure ferreux (0.02 M), préparé dans de l'acide chlorhydrique 3.5 % ;
- Mesurer après 3 mn, l'absorbance de la coloration rouge à 482 nm ;
- Répéter la mesure jusqu'à obtention d'une absorbance maximale du témoin.

**NB** : Mener les mêmes opérations pour le témoin et les standards en remplaçant l'extrait de dattes, respectivement, par du méthanol à 80 % et des solutions de BHA et de BHT à 0.01 mg/ml dans du méthanol.

## ➤ Expression des résultats

L'inhibition de l'oxydation des lipides par les antioxydants présents dans les extraits de dattes par le BHA et BHT est exprimée en pourcentage selon l'équation suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique} = 100 - \left[ \frac{A_{I(t=96h)}}{A_{0(t=96h)}} \right] \times 100$$

Soit :

$A_0$  : L'absorbance du témoin ;

$A_I$  : L'absorbance de l'échantillon à tester après 96 heures d'incubation à 40°C.

## II.5. Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et évaluation de son oxydation forcée

### II.5.1. Elaboration de la recette de la margarine

Les différentes étapes sont récapitulées dans la figure VI.5.

#### II.5.1.1. La formulation

La première démarche consiste à fixer les propriétés que l'on désire conférer à notre produit, notamment son point de fusion, son pH et sa teneur en matière grasse totale.

Dans notre étude nous avons formulé une margarine allégée dite "Basse Calorie" dont la composition globale standard est :

- 60 % de phase grasse (matière grasse + ingrédients liposolubles)
- 40 % de phase aqueuse (eau + ingrédients hydrosolubles)

Sa recette détaillée est donnée dans les tableaux du chapitre VII.8 et VII.9.

#### II.5.1.2. Préparation de la phase grasse

Avant de réaliser la formulation de notre margarine on doit d'abord établir une formulation conforme globalement au standard respectant toujours les pourcentages : 60 % de matières grasses et 40 % de phase aqueuse.

La phase grasse utilisée est constituée de quatre huiles : Soja 36/37, fournie par COGB de Bejaïa; Palme 39/40 et 45/46 fournies par Cevital et l'huile de tournesol du commerce. Ces huiles sont préalablement pesées selon la formulation proposée tout en réalisant la pesée des ingrédients liposolubles.

Les huiles sont introduites dans un bêcher de 500 ml et portées à une température de 60-65 °C.

En parallèle, les ingrédients liposolubles en quantités requises par la recette sont dissous

dans un autre b cher de 250 ml contenant l'huile de tournesol.

Ensuite, les deux phases sont m lang es dans le m me b cher de 500 ml. Le m lange ainsi obtenu est maintenu   temp rature de 60-65  C pour faire dissoudre l' mulsifiant, le m lange d'huiles et la dissolution des ingr dients liposolubles dans la phase grasse. La dissolution est r alis e   l'aide d'un agitateur magn tique.

#### **II.5.1.3. Pr paration de la phase aqueuse**

Nous avons utilis  de l'eau pasteuris e et l'extrait de dattes. Pr alablement pes s, on introduit ce m lange dans un b cher de 250 ml qui est port    60-65  C pendant 15 mn pour dissoudre l'extrait et pasteuriser cette phase. L'acidification de la phase aqueuse s'est effectu e par quelques gouttes de jus de citron fra chement press .

#### **II.5.1.4. Emulsification**

Elle consiste en un m lange des deux phases grasse et aqueuse   une temp rature de 60-65  C pendant 15   20 mn avec une agitation. Cette derni re est r alis e au moyen d'un batteur  lectrique afin d'obtenir une  mulsion homog ne et plastique.

#### **II.5.1.5. Refroidissement**

On verse l' mulsion obtenue dans un pot qu'on d pose dans un autre, plus grand, contenant de la glace (-10  C) o  elle fige et se stabilise. Une agitation m canique lente associ e   un raclage manuel de la margarine est appliqu e.

#### **II.5.1.6. Malaxage**

Cette op ration consiste   donner au produit final une plasticit  et une texture convenable. La margarine ainsi obtenue subit un malaxage m canique p riodique de faible vitesse jusqu'  stabilisation totale de la texture.

#### **II.5.1.7. Conditionnement**

La margarine all g e, une fois produite, est mise dans des pots en plastique ferm s herm tiquement.

#### **II.5.1.8. Stockage**

Les pots de margarines sont stock s au r frig rateur   une temp rature de 4  C.

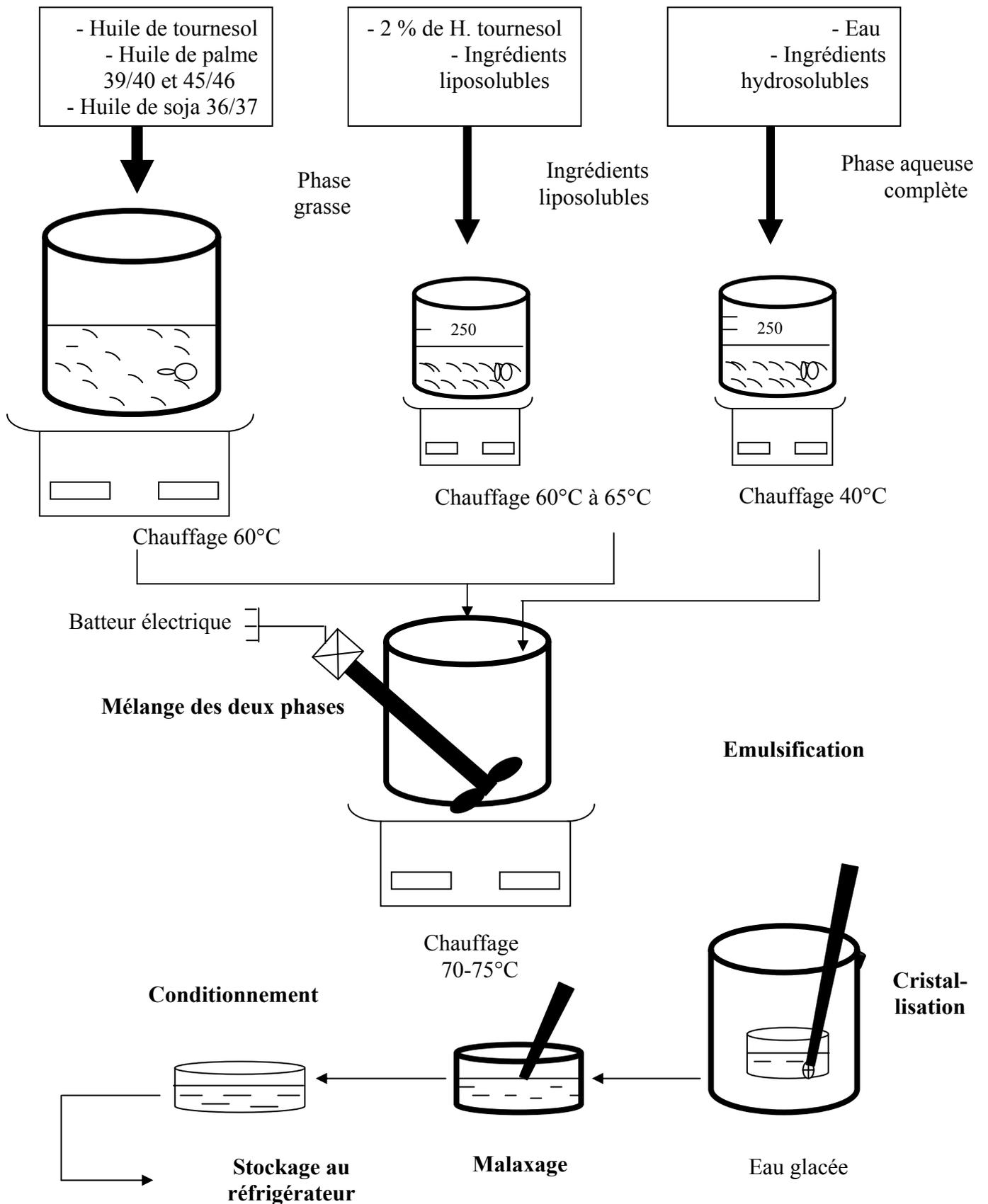


Fig VI.5: Diagramme de fabrication de la margarine au laboratoire.

## II.5.2. Caractérisation physico-chimique de la margarine à l'extrait et sa résistance à l'oxydation forcée

### II.5.2.1. Caractérisation physicochimique de la margarine

#### II.5.2.1.1. Détermination de la teneur en eau et matières volatiles (Wolf, 1968)

##### □ Principe

Le principe est basé sur la perte à l'étuve à 103 °C de la margarine, mélangée avec du sable.

##### • Mode opératoire

- Peser 5 g de margarine dans une capsule contenant 20 g de sable purifié;
- Introduire la capsule et son contenu dans une étuve réglée à 105 °C pendant 30 mn ;
- Sortir la capsule et la laisser refroidir dans un dessiccateur puis la peser ;
- Répéter l'opération (séchage, refroidissement et pesée), jusqu'à obtention d'un poids constant ;
- La perte à l'étuve est terminée quand la diminution de poids ne dépasse pas 0.05 % par demi-heure de chauffage ;

##### ➤ Expression des résultats

$$\text{Eau et matières volatiles (\%)} = \frac{P_1 \times 100}{P_2}$$

Soit :

$P_1$  : Perte de poids (g).

$P_2$  : Poids de la prise d'essai (g)

#### II.5.2.1.2. Détermination du gras et du non gras (Wolf, 1968)

##### □ Principe

Les deux parties grasses et non grasses sont séparées grâce à une extraction par solvant, et leur poids est calculé après séchage à l'étuve réglée à 105 °C.

##### • Mode opératoire

- Peser 5 à 10 g de margarine dans une capsule en porcelaine et porter le tout dans une étuve réglée à 105 °C pendant 1 heure;
- Chauffer le tout sur une plaque électrique à 120 °C;
- Filtrer à travers un filtre préalablement séché et taré,
- Laver le filtre avec une solution d'éther éthylique sous vide;

- Porter le filtre dans une étuve à 105 °C pendant une demi-heure;
- Refroidir dans un dessiccateur puis peser;
- Répéter l'opération jusqu'au poids constant.

➤ **Expression des résultats**

• **Teneur en non gras (NG)**

La teneur en non gras exprimée en % est donnée par la formule suivante:

$$NG \% = \frac{(P_2 - P_1)}{P} \times 100 + \% \text{ eau}$$

$P_1$ : Poids du filtre vide (g).

$P_2$ : Poids du filtre avec le résidu (g).

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

• **Teneur en gras (G)**

La teneur en gras exprimée en % est donnée par la formule suivante:

$$\% G = 100 - \% NG$$

### II.5.2.1.3. Détermination de la teneur en acides gras par CPG (NF EN ISO 5508, 1995)

□ **Principe**

La chromatographie directe des corps gras n'est pas toujours possible en raison de:

- Leurs températures d'ébullitions trop élevées
- Leurs insatiabilités thermiques

La transformation chimique des acides gras constituant le corps gras en esters méthyliques permet d'abaisser leurs températures d'ébullition et d'obtenir des dérivés thermostables.

• **Mode opératoire**

➤ **Obtention des esters méthyliques par la méthode directe (NF EN ISO 5509, 2000)**

- Peser 4 g de corps gras dans un ballon de 100 ml;
- Ajouter 50 ml de méthanol et 1 ml potasse méthanolique;
- Introduire un barreau magnétique dans le ballon puis placer sur l'agitateur magnétique;
- Raccorder le ballon au réfrigérant à reflux;
- Mettre l'agitateur et le chauffage en marche, et maintenir l'ébullition pendant 10 mn;
- Interrompre alors le chauffage et l'agitation;
- Verser par le haut du réfrigérant 30 ml d'eau et laisser refroidir;

- Transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter;
- Rincer le ballon plusieurs fois en utilisant en tout 20 ml d'eau, puis 20 ml de chloroforme (ou d'hexane) et les verser dans l'ampoule à décanter;
- Agiter. Les esters méthyliques se rassemblent dans la phase organique;
- Extraire une seconde fois par 20 ml de solvant;
- Réunir les phases organiques dans l'ampoule à décanter et les laver deux fois avec 10 ml d'eau;
- Filtrer sur du sulfate de sodium anhydre et évaporer la presque totalité du solvant au bain-marie;

#### ➤ **Conditions d'injection**

- Détecteur FID;
- Gaz vecteur: N<sub>2</sub> ;
- Température du détecteur: 280 °C ;
- Température de l'injecteur: 260 °C ;
- Température de la colonne en programmation: 80 °C à 180 °C avec une vitesse de 5 °C/mn
- Débit de gaz vecteur: 25ml/mn;

#### ➤ **Expression des résultats**

Les acides gras sont identifiés par leurs temps de rétentions par rapport à un chromatogramme de référence d'un mélange standard d'esters méthyliques de composition et concentration connues.

#### **II.5.2.1.4. Détermination du pH**

##### □ **Principe**

Le pH est déterminé directement sur la phase aqueuse après sa séparation de la margarine, à l'aide d'un pH-mètre.

#### **II.5.2.1.5. Détermination de l'indice d'iode (AOCS, 1997)**

##### □ **Principe**

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation globale des corps gras. Il peut être déterminé de plusieurs manières; soit analytiques soit par calcul lorsque la composition en acides gras du corps gras étudié est connue.

Pour notre part, nous avons utilisé la deuxième méthode préconisée et normalisée par l'AOCS selon Ndir, (2000) cité par Tir, (2005).

## Expression des résultats

L'indice d'iode est calculé selon la formule suivante:

$$II = \% C_{18:1} \times 0.860 + \% C_{18:2} \times 1.732 + \% C_{18:3} \times 2.616$$

### II.5.2.1.6. Détermination de l'acidité (NF EN ISO 660, 1999)

#### □ Principe

L'hydrolyse des corps gras, qu'elle soit d'origine chimique ou enzymatique entraîne la formation d'acides gras libres, dont la mesure permet d'évaluer l'état de son altération par hydrolyse.

L'acidité peut être exprimée de deux manières:

L'indice d'acide (IA) qui est le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un g de corps gras

L'acidité (% A) est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide laurique pour le coprah et le palmiste, en acide palmitique pour le palme et en acide oléique pour la majeure partie des corps gras.

La détermination se fait par un titrage acido-basique.

#### • Mode opératoire

- Peser dans une fiole conique de 100 à 150 ml 3 à 5 g de margarine ;
- Faire dans une autre fiole, un mélange de 50 ml d'alcool éthylique-éther diéthylique dans les proportions 1: 2.
- Ajouter 1 à 2 gouttes de phénolphtaléine et titrer ce mélange par la solution de soude décimale jusqu'à coloration rose pale persistant une dizaine de secondes ;
- Transvaser ce mélange dans la fiole contenant la prise d'essai, dissoudre l'huile en agitant énergiquement. Si l'huile se dissout mal chauffer légèrement ;
- Ajouter dans cette solution 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine et titrer par la solution de soude ;

#### ➤ Expression des résultats

L'indice d'acide en mg de KOH est calculé selon la formule suivante :

$$IA = \frac{V \times 5.61}{P}$$

Soit :  $V$  : le volume de soude employé (ml).

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

5.61 : Le nombre de mg de potasse équivalent à 1 ml de soude à 0.1 N.

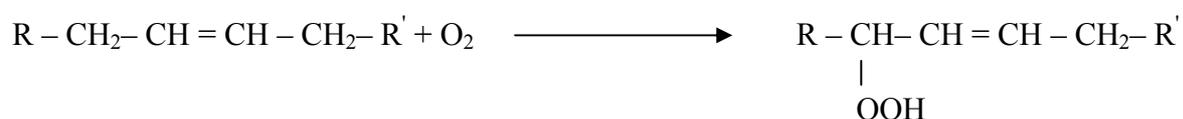
L'acidité en (%) est calculée en équivalent acide oléique

$$A\% = 0.5 \times IA$$

### II.5.2.1.7. Détermination de l'indice de peroxyde (NF T 60-220, 1995)

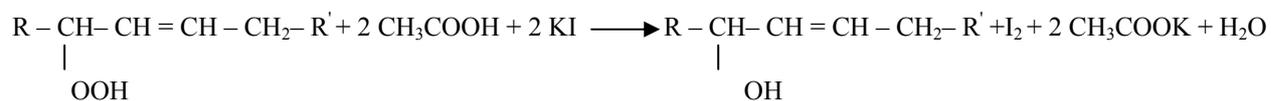
#### □ Principe

L'altération chimique des corps gras insaturés par l'oxygène de l'air débute par la formation d'un peroxyde. Ce phénomène a lieu au cours du stockage, cette réaction étant une réaction autocatalytique, elle commence très lentement, puis après une période d'induction où l'oxydation est pratiquement indécélable, s'accélère de façon exponentielle.



La détermination de la quantité des peroxydes d'un corps gras renseigne sur son altération par oxydation.

Dans une molécule de peroxyde il y'a une molécule d'oxygène fixée, mais sur les deux atomes d'oxygène, un seul est actif capable d'oxyder, par exemple, les iodures en iode d'après la réaction suivante.



L'iode libéré sera réduit par le thiosulfate de sodium d'après la réaction :



#### • Mode opératoire

- Peser 1 à 3 g de corps gras (en fonction de l'indice de peroxyde présumé) dans une fiole conique de 250 ml;
- Ajouter 10 ml d'alcool éthylique et dissoudre le corps gras (s'il se dissout mal, chauffer légèrement);
- Ajouter 20 ml d'acide acétique glacial et 1 ml de solution d'iodure de potassium saturée.
- Boucher aussitôt la fiole; agiter énergiquement pendant 1 mn et laisser à l'abri de la lumière pendant 5 mn;
- Rincer le bouchon avec de petites quantités d'eau distillée;

- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium à 0.01 N jusqu'à apparition d'une coloration jaune paille;
- Ajouter 1ml de solution d'amidon (la coloration devient bleue) et continuer de titrage jusqu'à décoloration totale.
- Faire parallèlement un essai à blanc dans les mêmes conditions mais sans le corps gras

➤ **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde (*IP*) exprimé méq/Kg, est donné par la formule suivante:

$$IP \text{ (méq / Kg)} = \frac{V - V_1}{P} \times 10$$

Soit :

*V* : le volume de thiosulfate employé pour l'échantillon.

*V<sub>1</sub>* : le volume de thiosulfate employé pour l'essai à blanc.

*P* : le poids de la prise d'essai

#### II.5.2.1.8. Détermination du point de fusion (ISO 6321, 2002)

□ **Principe**

Chaque substance chimiquement pure, possède sa propre température de fusion. C'est une des plus importantes caractéristiques physiques permettant de juger de la pureté de la substance envisagée, par la même, de l'identifier.

Un corps gras n'est pas une substance individuelle mais un mélange de plusieurs triglycérides dont les températures de fusion diffèrent. Outre cela, les triglycérides présentent le phénomène de polymorphisme ; la plupart d'entre eux peuvent, en effet, cristalliser sous différentes formes polymorphiques dont chacune possède sa propre température de fusion.

Il n'existe pas de température de fusion de corps gras mais un intervalle de températures dans lequel se fondent leurs différents constituants.

Par convention, la température de fusion d'un corps gras correspond à la température du début de la fusion de celui-ci.

• **Mode opératoire**

- Introduire un tube capillaire propre, dans l'échantillon de margarine et le remplir sur une hauteur de 2 cm. ;
- Refroidir le tube capillaire et son contenu au congélateur pendant 20 mn.
- Attacher ce tube à un thermomètre de façon que la colonne du corps gras se trouve au même niveau que le réservoir du thermomètre.
- Introduire l'ensemble dans un bêcher contenant de l'eau ayant une température inférieure de

10 °C environ de la température de fusion présumée.

- Chauffer le bêcher de façon que la température s'élève d'environ 0.5 °C par minute, en surveillant le moment où le corps gras commence à monter dans le tube capillaire.

- Lire cette température.

L'essai doit être réalisé au minimum deux fois et la température de fusion représentera la moyenne arithmétique de ces deux valeurs.

### **II.5.2.2. Détermination de la résistance à l'oxydation forcée par le Test de Swift**

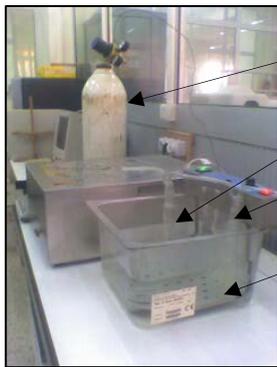
**(NF T 60 219, 1998)**

#### **□ Principe**

La résistance à l'oxydation ne peut être mesurée véritablement que par des essais pratiques de conservation. Mais ceux-ci, en raison de leur durée, ne permettent pas d'exploiter les résultats obtenus. Il faut donc avoir recours à des essais accélérés d'oxydation. Le test de Swift est la méthode la plus couramment employée.

Le principe de la méthode consiste à oxyder par un courant d'air humide le corps gras maintenu à 98 °C dans un bain thermostaté. La mise en évidence de l'oxydation est faite dans le test normalisé de L'A.O.C.S., par la mesure de l'indice de peroxyde de la margarine en fonction du temps. Mais cette méthode est d'une exécution assez complexe, sans que sa reproductibilité soit très satisfaisante.

Nous avons opté dans cette étude pour le test de Swift dans la version modifiée de Louri recommandée par **Wolff (1969)**. Si le principe reste inchangé, l'oxydation n'est pas révélée par la mesure de l'indice de peroxyde mais par la mise en évidence colorimétrique des produits volatils acides qui prennent naissance lorsque l'oxydation devient notable. Les produits acides sont mis en évidence par un changement de couleur d'un indicateur de pH en solution faiblement alcaline, choisi pour que le virage coïncide sensiblement avec la valeur de 5 méq/Kg de l'indice de peroxyde. Le montage utilisé est donné par la photo V.2



Bouteille d'oxygène

Solution de rouge de crésol

Echantillon de margarine

Bain thermostaté

**Photo VI.2** : Dispositif du test de Swift

- **Mode opératoire**

- Chauffer l'échantillon à analyser dans un bain-marie jusqu'à fusion et le rendre homogène par agitation énergique;
- Verser à l'aide d'un entonnoir 20 g d'échantillon préparé dans chaque tube destiné au corps gras;
- Introduire 1 ml, mesuré à la pipette, de la solution d'indicateur dans chacun des tubes prévus à cet effet et diluer avec 10 ml d'eau distillée (le tube peut porter un repère tracé à l'avance);
- Placer le tube contenant la prise d'essai dans le bain thermostaté, établir la connexion entre le tube contenant le corps gras et celui contenant la solution indicatrice à l'aide d'un tube en caoutchouc et faire passer l'oxygène à la vitesse de 8 litres à l'heure soit environ 50 à 60 bulles à la minute;
- Déterminer le temps au bout duquel les produits volatils formés au cours de l'oxydation et entraînés par le courant d'oxygène dans la solution d'indicateur, provoquent l'abaissement du pH de cette solution qui vire du carmin au jaune.

- **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés par la durée en heure entre le début de l'essai et l'observation du virage.

## **Résultats et discussions**

## Résultats et interprétations

### I. Caractéristiques morphologiques de la datte

Les caractéristiques physiques de la datte étudiée sont données dans le tableau ci- dessous :

**Tableau VII.1** : Caractéristiques morphologiques de la datte Mech-Degla

Paramètres	Valeur moyenne
Poids de la datte	6.16 ± 0.89 g
Poids de la pulpe	5.10 ± 0.81 g
Poids du noyau	1.06 ± 0.10 g
Longueur de la datte	3.59 ± 0.20cm
Largeur de la datte	1.91 ± 0.26cm
Longueur du noyau	2.49 ± 0.12 cm
Largeur du noyau	0.81 ± 0.02 cm

Les résultats obtenus pour tous les indices, sont légèrement supérieurs à ceux trouvés par **Khenfar (2004)** ; **Acourene et Tama (1997)**. Ce qui peut s'expliquer par les conditions dans lesquelles sont réalisées les mesures sachant l'instabilité de la teneur en eau du produit et donc de sa structure et les zones géographiques de récolte.

Une datte est dite de qualité physique acceptable quand elle présente (**selon Acourene et al., 2001** ; **Mohammed et al., 1983** ; **Meligi et al., 1982**) :

- Un poids supérieur ou égal à 6 g;
- Un poids de la pulpe supérieur ou égal à 5 g;
- Une longueur supérieure ou égale à 3.5 cm;
- Un diamètre supérieur ou égal à 1.5 cm.

Selon ces critères, la datte étudiée "Mech-Degla" présente une qualité physique acceptable.

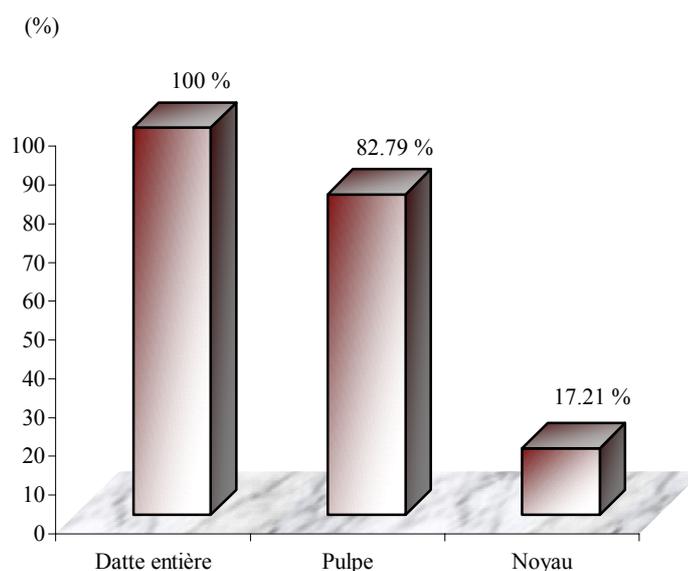
La teneur en pulpe, exprimée en pourcentage pondéral (Poids de la pulpe/Poids du fruit frais), indique que la datte Mech-Degla, présente un pourcentage de 82.79 %. Cette valeur est en accord avec celle trouvée par **Acourene et Tama (1997)**, qui donnent une valeur de 82.45 %. La teneur en pulpe de la datte étudiée est légèrement supérieure à celles des variétés Degla-Beïda et Kenta (dattes sèches algériennes) qui présentent respectivement un rapport de 80.78 et 80.8 % (**Acourene et tama 1997**).

Quant aux dattes molles suivantes : Tanslit, Itma et Ghars, elles présentent respectivement des teneurs en pulpe de 90.86, 88.5 et 90.1 % (**Siboukeur, 1997**). Le rapport en pulpe varie selon les variétés de dattes.

La proportion du noyau par rapport à la datte constitue une caractéristique variétale : une donnée d'appréciation des qualités commerciales et un critère de sélection pour les prospecteurs (**Gilles, 2000**).

Le rapport Pulpe/ Noyau de la datte étudiée est de 4.4. Ce rapport est légèrement supérieur à celui de la datte tunisienne Kentichi (variété sèche), qui présente un rapport de 4.3 (**Reynes et al., 1994**).

La figure .VII.1 illustre les pourcentages de la pulpe et du noyau dans la datte entière.



**Fig VII.1** : Pourcentage de la pulpe et du noyau dans la datte entière

## II. Composition biochimique de la pulpe de la datte Mech-Degla

### II.1. Teneur en eau

L'humidité nous permet de rapporter les résultats des constituants biochimiques à la matière sèche. La teneur en eau de la datte étudiée est de 14.71 %. Cette valeur est comparable à celle donnée par **Aït Aneur (2001)** avec une teneur de 15 % pour la même variété, et à celles des autres variétés de dattes sèches. **Acourene et Tama (1997)**, donnent des teneurs de 14.75, 15 et 14.75 % respectivement pour les variétés sèches algériennes suivantes : Degla-Beïda, Horra et Kenta.

Enfin, cette teneur est favorable à une bonne conservation de la datte.

### II.2. pH

La datte Mech-Degla présente un pH de 6.14, valeur légèrement supérieure à celle donnée par **Boutaida (2004)** qui est de 6 pour la même variété.

En comparant le pH de la datte étudiée à celui de quelques variétés irakiennes et égyptiennes, nous pouvons conclure que notre résultat est en accord avec ceux cités par : **Youssif et al., (1982)** ; **Khalil et al., (2002)**, qui donnent des valeurs entre 5.6 et 6.8.

Il est à signaler que cette valeur est favorable pour la conservation de certaines vitamines du groupe B telles que B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, B<sub>5</sub>, B<sub>9</sub> B<sub>12</sub> (**Bourgeois et al., 2003**), vitamines prédominantes dans les dattes.

**Tableau VII.2** : Composition biochimique de la datte Mech-Degla (en % du poids frais)

Paramètres	Teneurs moyennes
Humidité (%)	14.71 ± 1.23
pH	6.14 ± 0.06
Acidité titrable (% d'acide citrique)	0.24 ± 0.05
Protéines (%)	2.46 ± 0.29
Lipides (%)	0.27 ± 0.08
Pectines (%)	0.18 ± 0.01
Taux de cendres (%)	2 ± 0.12

### II.3. Teneur en acidité titrable

La datte étudiée présente une acidité de 0.24 % (par rapport à la matière fraîche "MF"), correspondant à une teneur de 0.28 % (par rapport à la matière sèche "MS"). Cette valeur est légèrement supérieure à celles trouvées sur des variétés égyptiennes Siwi et Amhat et variant entre 0.1 et 0.22 % (MS) (**Khalil et al., 2002 ; Youssef et al., 1992**). Toutefois, notre résultat reste largement inférieur à celui rapporté par **Al-Farsi et al., (2005a)** qui ont trouvé des valeurs s'étendant de 1.9 à 2.7 % et celles d'autres fruits qui sont de 0.7 % pour la fraise **Pérez et al., (1997)** et 4 % pour le cassis **Rodriguez et al., (1992)**.

Les acides organiques sont, en général des intermédiaires des processus métaboliques. Ils influencent la croissance des microorganismes et affectent la qualité de conservation des produits. Ils sont directement impliqués dans la croissance, la maturation et la sénescence de la datte (**Al-Farsi et al., 2005a**). Ces acides influent aussi sur les propriétés sensorielles des fruits (**Jadhav et Andrew, 1997 ; Siebert, 1995**).

La présence et la composition en acides organiques peuvent être affectés par divers facteurs comme la variété, les conditions de croissances, la maturité, la saison, l'origine géographique, la fertilisation, le type de sol, les conditions de stockages, le taux d'exposition au soleil et la période de récolte... (**Al-Farsi et al., 2005a ; Ahmed et al., 1995 ; Youssef et al., 1992**).

Un certain nombre d'acides organiques, prédominants, tels que les acides citrique, malique, oxalique et succinique ont été isolés dans la chair de la datte. Cependant, c'est au cours de la maturation que leurs teneurs tendent à décroître et à se stabiliser (**Al-Farsi et al., 2005a ; Barreveld 1993**).

### II.4. Teneur en sucres

Les sucres sont les constituants prédominants de la datte.

D'après le tableau VII.3, la datte renferme une teneur de 63.8 % (MF) de sucres totaux, correspondant à une teneur de 75.10 % (MS). Cette valeur est comparable à celle trouvée pour la même variété, par **Boutaida (2001)** et qui est de 79.75 % (MS).

L'indice de qualité  $r$  (rapport sucres totaux /teneur en eau), permet de déterminer la consistance de la datte (**Reynes et al., 1994**). Il est égal à 5.11 ( $>3.5$ ) pour la datte Mech-Degla qui de ce fait, peut être considérée comme variété sèche.

D'après le chromatogramme de la fig VII.2, la datte Mech-Degla contient principalement trois types de sucres le saccharose, le glucose et le fructose. Leur proportions respectives de 16.79, 20.15 et 18.23 % des sucres totaux. De ces résultats, nous remarquons la prédominance des sucres réducteurs qui présentent 38.38 % (glucose et fructose), ce qui est différent des

résultats trouvés par **Aït Ameur (2001)** qui signale une teneur de 51.79 de saccharose, 14.91 de glucose et 14.07 % (MS) du fructose pour la même variété.

Du point de vue qualitatif, nos résultats se rapprochent de ceux trouvés par **Reynes et al., (1994)** qui signalent la présence du saccharose, du glucose et du fructose dans certaines variétés tunisiennes telles que : Kentichi, Deglet-Nour, Farmla, Boufagous, Allig, Zahidi et Bich-Haman.

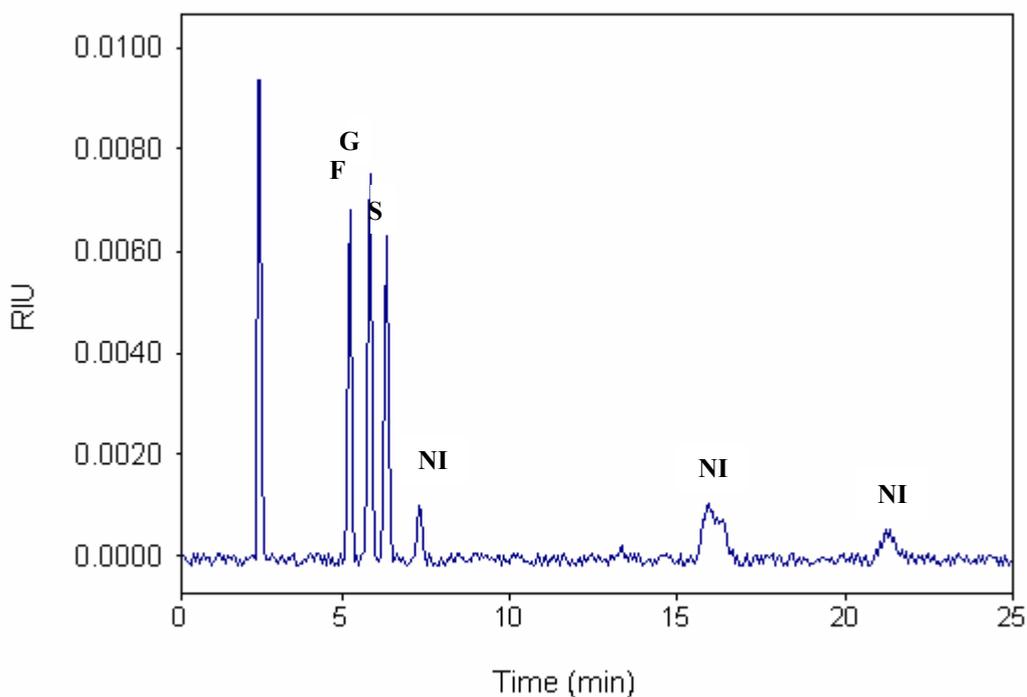
Par contre, les variétés omaniennes, saoudiennes et emiratiennes ne contiennent que le glucose et le fructose (**Al-Farsi et al., 2005a ; Al-Hooti et al., 1997 ; Ahmad et al., 1995 ; Sawaya et al., 1983**). Cette différence peut être due à la variété, à l'origine géographique et aux conditions de stockage.

De ces résultats, le reste des pics ne peut être interprété qu'après analyse approfondie (emploi des étalons pour les identifier). En effet, la datte contient en plus du saccharose, fructose et glucose d'autres sucres, mais en faible proportion tels que : le sorbitol, le galactose et le xylose (**Myhara et al., 1998 ; Boudrar et al., 1997 ; Siboukeur, 1997 ; Favier et al., 1995**).

Il convient tout de même de rappeler que les sucres réducteurs sont aisément absorbés pendant la digestion et augmentent rapidement le taux de sucre dans le sang et que le fructose est deux fois plus doux que le glucose, il induit un sentiment de satiété et peut également réduire la prise calorique journalière (**Al-Farsi et al., 2005a**).

**Tableau VII.3** : Teneur en sucre totaux, saccharose, glucose et fructose en % (MF)

Type de sucre	Teneurs
Sucre totaux	63.8 ± 0.35
Saccharose	16.79
Glucose	20.15
Fructose	18.23
Glucose/Fructose	1.11



**Fig VII.2** : Chromatogramme des sucres de la pulpe de la datte Mech-Degla

## II.5. Teneur en protéines

La teneur en azote total dans la datte est de 0.43 % (MF). Pour évaluer le taux en protéines, nous avons utilisé le coefficient 6.25 (**Claudes, 1981**). Le taux en protéines est estimé à 2.46 % (MF). Cette teneur est supérieure à celle trouvée par **Boudrâa (2004)**, qui donne une valeur de 1.09 % (MF) pour la même variété. Cette différence peut être due aux conditions climatiques et édaphiques.

Comparant notre résultat avec ceux donnés par certains auteurs, nous remarquons que cette teneur est comparable aux résultats bibliographiques. En effet, **Youssif et al., (1982)** donnent des teneurs comprises entre 2.16 et 2.78 % (MS) pour les variétés irakiennes. **Al-Hooti et al., (2002)** donnent des teneurs de 2.03 et 2.6 % respectivement pour les deux variétés saoudiennes Birhi et Sifri.

## II.6. Teneur en lipides

La teneur en lipides dans la datte est évaluée à 0.27 % (MF), soit une valeur de 0.32 % de (MS). Cette teneur est supérieure à celles trouvées par **Al-Hooti et al., (1997)**, qui estiment la teneur en lipides dans les dattes emiratiennes entre 0.1 et 0.2 % (MS). Cette différence peut être due à la variété de datte et les conditions édaphiques.

De ce résultat, la datte ne renferme qu'une faible teneur en lipides.

## **II.7. Teneur en pectines**

Le taux des pectines dans la datte Mech-Degla est de 0.18 % (MF). Cette valeur est inférieure à celles données par **Al-Hooti et al., (2002)**, qui signalent des teneurs de 0.56 % et 0.44 % (MF) respectivement pour les deux variétés saoudiennes Birhi et Safri.

**Espiard (2002)**, signale des teneurs de 0.2 et 0.3 % respectivement pour les variétés: Degla-Beïda (Algérie) et Khudari (Arabie Saoudite). En effet, **Al-Hooti et al., (1997)** donnent des valeurs entre 1.3 et 1.9 % (MS) pour les dattes emiratiennes. Cette différence peut être due à la variété.

La datte Mech-Degla n'est pas riche en pectines comparativement aux autres espèces de fruits. A l'évidence, les fibres de la datte ne sont pas constituées majoritairement de pectines. Sur le plan technologique on ne risque pas de rencontrer des difficultés majeures pour les produits de jus clarifiés (Processus de clarification).

En effet, **Khalil et al., (2002)** ont ramener le taux de pectines des dattes (Siwi et Amhat qui est respectivement, de 3.25 et 4.68 % à 0.25 et 0.5 % dans les sirops élaborés à partir de ces mêmes variétés.

## **II.8. Teneur en cendres**

Le taux de cendres représente la quantité totale en sels minéraux présents dans un échantillon. La valeur trouvée dans la datte est de 2 % (MS). Cette valeur est légèrement supérieure à celle donnée par **Boudrâa (2004)**, qui donne une valeur de 1.74 % (MS) pour la même variété. **Acourene et al., (2001)** rapportent des valeurs de 1.8 et 2.9 % (MS) dans les dattes sèches qu'ils ont étudié.

## **II.9. Teneur en éléments minéraux**

Les résultats des éléments minéraux que nous avons dosés par SAA sont mentionnés dans le tableau VII.4.

Tableau VII.4 : Teneur en éléments minéraux de la pulpe de datte Mech-Degla, en mg/100 g (MS)

Eléments minéraux	Datte entière
Potassium (K)	678.00
Calcium (Ca)	231.75
Magnésium (Mg)	21.00
Sodium (Na)	34.00
Zinc (Zn)	1.27
Fer (Fe)	0.99
Cuivre (Cu)	0.13
Manganèse (Mn)	0.05

### II.9.1. Teneur en macroéléments

#### ▪ Le Potassium

Comme le montre le tableau VII.4, la teneur en potassium dans la datte est de 678 mg/100g (MS) par ce fait il est l'élément prédominant dans la datte. Cette teneur est conforme aux résultats trouvés par **Al-Farsi et al., (2005a)**, qui donnent des valeurs entre 603 et 742 mg/100 g (MS) pour les variétés omaniennes.

Par ailleurs, **Al-Hooti et al., (1997)** donnent des teneurs comprises entre 402,8 et 652.1mg/100 g (MS) dans les dattes emiratiennes selon les variétés.

La forte teneur en potassium dans la datte confère au fruit une prédominance alcaline aux cendres (**Booij et al., 1992**).

Selon **Tortora et al., (1987)** le potassium est le principal cation du liquide intracellulaire, il joue un rôle dans la transmission des influx nerveux et la contraction musculaire. Il n'y a aucune recommandation journalière pour le potassium, bien que les experts recommandent un apport de 2 à 2.5 g/j ([www.saintfranciscar.net/13344.cfm](http://www.saintfranciscar.net/13344.cfm))

#### ▪ Le calcium

La teneur en calcium dans la datte est de 231.75 mg/100g (MS) et le classe comme deuxième élément prédominant. Cette valeur est légèrement supérieure aux résultats trouvés par **Youssif et al., (1982)**, qui donnent des valeurs comprises entre 133 et 207 mg/100g (MS) pour les dattes irakiennes selon les variétés.

Selon **Sawaya et al., (1983)** les dattes saoudiennes renferment des teneurs qui varient entre 36.7 et 45.5 mg/100 g (MS). **Al-Hooti et al., (1997)** signalent des teneurs qui se situent entre 48.2 et 56.2 mg/100 g (MS) dans les dattes emiratiennes. Nous remarquons que ces teneurs sont inférieures à nos résultats. Cette différence peut être due à la variété étudiée et aux conditions édaphiques.

Le calcium est le cation majoritaire du tissu osseux, il entre dans la formation des os et des dents, intervient dans la coagulation du sang, l'activité musculaire et nerveuse (**Tortora et al., 1987**). Les apports journaliers conseillés sont de l'ordre 800 mg pour les adultes et de 1000 à 1400 mg pour les personnes âgées (**Dupin et al., 1992**).

#### ▪ Le sodium

Le sodium se trouve dans la datte avec une teneur de 34 mg/100g (MS). Cette teneur est comparable à celle trouvée par **Boutaida (2004)**, qui donne une valeur de 30 mg/100 g (MS) pour la même variété " Mech-Degla ".

Par contre, **Sawaya et al., (1983)** signalent des valeurs de 15.7 à 23.5 mg/100 g (MS) pour les dattes saoudiennes. La teneur en sodium dans les dattes emiratiennes varie entre 55 et 287 mg/100 g (MS) selon les variétés (**Al-Hooti et al., 1997 ; Ahmed et al., 1995**).

En tant que cation le plus abondant du liquide extracellulaire, le sodium influence fortement la distribution de l'eau par osmose, fait partie du système tampon bicarbonate de sodium, joue un rôle dans la distribution des influx nerveux (**Jaccot et Campillo, 2003 ; Tortora et al., 1987**). Un apport normal de sodium (sel de table) suffit aux besoins de l'organisme.

#### ▪ Le magnésium

La teneur en magnésium dans la datte est de 21 mg/100 g (MS). Cette valeur est inférieure aux résultats trouvés par certains auteurs qui ont travaillé sur d'autres variétés algériennes.

En effet, **Kendri (2001)** donne une valeur de 30.30 mg/100 g (MS) pour la variété Ghars (datte molle). Cependant, **Bouddrar et al., (1996)** signalent une teneur de 23 mg/100 g (MS) dans la datte Deglet-Nour (datte demi-molle).

En comparant la teneur enregistrée dans la datte étudiée avec celles des variétés étrangères, nous remarquons que cette teneur est inférieure aux résultats trouvés par **Sawaya et al., (1982)**, qui mentionnent des valeurs de 48.4 et 48.2 mg/100 g (MS) respectivement pour les deux variétés saoudiennes : Khudari et Sullaj. Cependant, **Ahmed et al., (1995)** estiment que la teneur en magnésium dans les dattes emiratiennes se situe entre 47 et 82 mg/100 g (MS) selon les variétés.

Le magnésium est indispensable à l'activation presque de toutes les enzymes de la glycolyse, à la synthèse des acides nucléiques et au déroulement des réactions d'oxydation phosphorylante. Les apports journaliers recommandés sont de 350 mg chez l'adulte (**Dupin et al., 1992**).

### **II.9.2. Teneur en oligoéléments**

#### **▪ Le fer**

La teneur en fer dans la dattes est de 0.99 mg/100 g (MS). Cette valeur se situe dans l'intervalle donné par la littérature.

En effet, **Siboukeur (1997)** a rapporté des valeurs de 0.83, 1.3 et 2.03 mg/100 g (MS) pour les dattes algériennes respectivement pour les variétés : Tanslit, Litim et Ghars (dattes molles). Les variétés émiratiennes quant à elles renferment des teneurs qui varient entre 0.3 et 2.17 mg/100 g (MS) (**Al-Hooti et al., 1997 ; Ahmed et al., 1995**). Cette différence peut être due à la variété.

Le fer a des fonctions biologiques essentielles à la vie : il entre dans la constitution de l'hémoglobine, la myoglobine du muscle et les enzymes essentielles au métabolisme cellulaire. Il joue un rôle majeur dans les échanges d'oxygène et de gaz carbonique avec le milieu extérieur (**Dupin et al., 1992 ; Tortora et al., 1987**).

La dattes est un fruit riche en fer (**Al-Farsi et al., 2005a**). Les apports journaliers recommandés en cet élément sont de 7 à 9 mg pour les nourrissons et 15 mg pour les adultes (**Dupin et al., 1992**).

#### **▪ Le cuivre**

Le cuivre se trouve dans la dattes avec une teneur de 0.13 mg/100 g (MS). Cette teneur se situe dans l'intervalle donné par **Ahmed et al., (1995)** qui signalent des valeurs comprises entre 0.1 et 0.5 mg/100 g (MS) dans les dattes émiratiennes selon les variétés.

Le cuivre participe à de nombreuses fonctions : antioxydant, synthèse de collagène, de l'élastine, de la myéline et joue un rôle dans l'immunité cellulaire (**Jaccot et Campillo, 2003**). Les besoins journaliers moyens de l'adulte sont de 2 à 5 mg (**Albert, 1998**).

#### **▪ Le Zinc**

La teneur en zinc dans la dattes est de 1.27 mg/100 g (MS). Cette teneur est en accord avec les résultats trouvés par **Youssif et al., (1982)** qui donnent des valeurs comprises entre 0.74 et 1.82 mg/ 100 g (MS) pour les dattes irakiennes selon les variétés.

Le zinc est un composant de plus de 50 enzymes, il participe à la synthèse protéique, à l'immunité cellulaire et humorale, à la transcription génique et à la structure des hormones (**Jaccot et Campillo, 2003 ; Albert, 1998**).

Les apports conseillés en zinc sont de l'ordre de 5 mg/jour chez le nourrisson, 10 mg chez l'enfant, 15 mg chez l'adulte et 20 à 25 mg chez les femmes enceintes et allaitantes (**Dupin et al., 1992**).

#### ▪ Le manganèse

Le manganèse se trouve à l'état de trace dans la datte. La teneur en cet élément est de 0.05 mg/100g (MS). Cette teneur est inférieure à celle donnée dans la littérature.

En effet, **Al-Farsi et al., (2005a)**, mentionnent des valeurs comprises entre 0.19 et 0.30 mg/100 g (MS) pour les dattes omaniennes. **Al-Hooti et al., (1997)** signalent des teneurs comprises entre 0.31 et 0.44 mg/100 g (MS) pour les dattes emiratiennes. Cette différence peut être due à la variété de datte et les conditions édaphiques.

Le manganèse joue le rôle d'antioxydant, c'est aussi un activateur enzymatique pour les hydrolases, les carboxylases, kinases et les transférases. Les apports journaliers recommandés sont de l'ordre de 2 à 5 mg (**Jaccot et Campillo, 2003**).

De cette étude des minéraux de la datte Mech-Degla on remarque qu'elle contient une teneur élevée en potassium et une teneur faible en sodium. Ce résultat est en accord avec les résultats trouvés par **Al-Farsi et al., (2005a)**.

Cette composition en potassium et sodium est souhaitable pour les personnes souffrant d'hypertension **Al-Farsi et al., (2005a)**.

## II.11. Teneur en polyphénols

### II.11.1. Teneur en polyphénols totaux

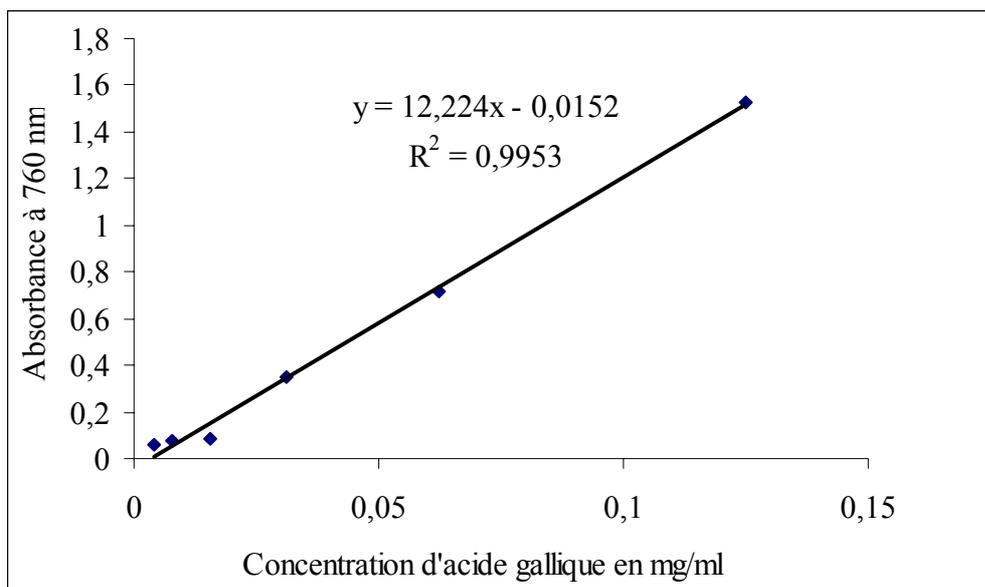
Le dosage des polyphénols totaux nous donne une estimation globale de la teneur en différentes classes des composés phénoliques contenus au niveau de l'extrait de la datte Mech -Degla.

La valeur moyenne de la concentration en polyphénols est de 1.97 % EAG (1970 mg/100g (MF), correspondant à une teneur de 2.31 % (MS). Notre résultat est nettement supérieur à celui trouvé par **Mansouri et al., (2005)** sur des variétés algériennes qui varient entre 2 et 8 mg /100g (MF) mais reste en accord avec ceux trouvés par **Khalil et al., (2002)** qui donnent des valeurs de 1.8 et 2.35 % de polyphénols totaux (MS) pour les variétés égyptiennes Siwi (sèche) et Amhat (molle). **Barreveld (1993)**, quant à lui, cite des valeurs atteignant les 3 % de la pulpe pour différentes variétés de dattes du monde.

En comparant la teneur en polyphénols de la datte Mech-Degla à celle d'autres fruits polonais qui sont respectivement de 1.54, 0.273, 0.2, 0.425, 0.217, 0.132 et 0.217 % (MF) pour les sureaux, le kiwi, les prunes, les pamplemousses, les pommes et l'orange (Cieslik et al., 2006) on peut estimer que la datte est une bonne source d'antioxydants naturels et de ce fait, un aliment fonctionnel ou bien un ingrédient fonctionnel pour les produit alimentaires Al-Farsi et al., (2005b) et Al-Farsi et al., (2007).

**Tableau VII.5 :** Teneur en polyphénols totaux et en flavnoïdes de l'extrait méthanolique de la datte Mech-Degla

Constituants	Teneurs en matière fraîche
Polyphénols totaux en g/100g	1.97 ± 0.01
Flavonoïdes en mg/100g	69.61 ± 0.06

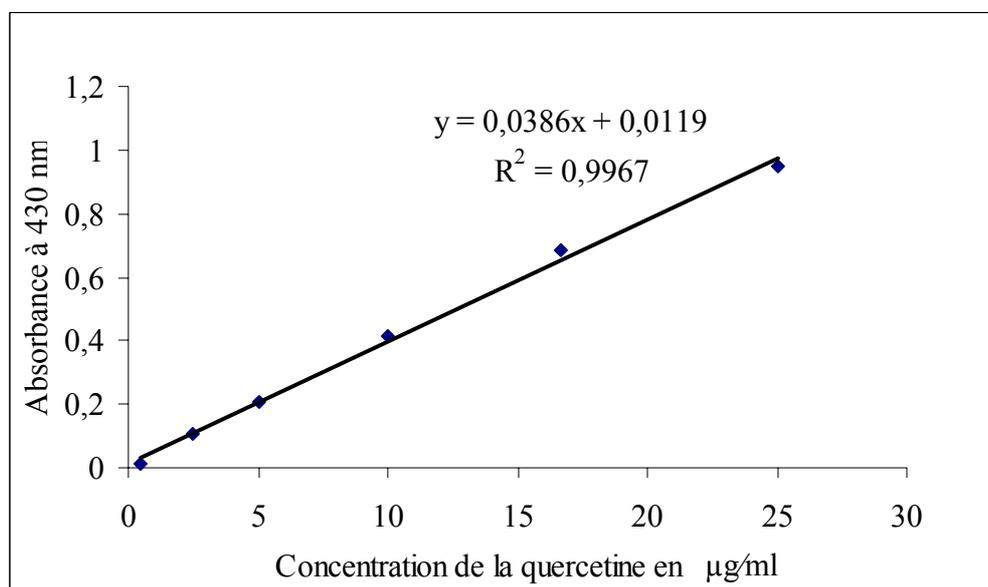


**Fig VII.3 :** Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux

### II.11.2. Teneur en flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes de la datte est de 69.61 mg/100g (MF) (tableau VII.5) ce qui représente 3.53 % des polyphénols totaux.

La teneur en flavonoïdes de la datte Mech-Degla est supérieure à celle des flavonoïdes donnés par **Haddadi, (2005)** des fruits et légumes : tomate, mandarine, pamplemousse, pomme et fraise qui sont respectivement de 1.98, 3.22, 7.12, 2.10 et 17.53 mg/100g de poids frais.



**Fig VII.4 :** Courbe d'étalonnage des flavonoïdes

### III. Obtention et caractérisation de l'extrait hydroalcoolique de dattes

#### III.1. Obtention de l'extrait

Avant d'opter pour le solvant à utiliser pour l'extraction nous avons effectué des tests préliminaires qui ont donné les résultats suivants :

❖ **Remarques 1** (voir matériel et méthodes)

1. La filtration est aisée pour 1 ; 2 et 4.
2. La filtration est impossible pour le 3 : solubilisation de toute la masse fruitière d'où l'obtention d'une dispersion assez complexe difficile à fractionner.

Les filtrats collectés excepté le N° 3 sont ensuite concentrés sous vide et à basse température.

❖ **Remarques 2**

Les extraits obtenus se caractérisent par :

1. L'extrait N° 1 : coloration jaune claire et faible rendement (matière sèche appréciée visuellement selon la consistance).
2. L'extrait N° 2 : coloration très claire et rendement très faible.
3. L'extrait N° 4 : arôme et coloration marron caractéristiques de la datte.

Une fois le choix du solvant est fixé (éthanol/eau 50/50) nous avons effectué l'extraction selon le protocole de la figure VI.4 (voir matériel et méthodes).

La concentration est arrêtée lorsque l'extrait devient visqueux et exempt d'odeur d'alcool.

Visuellement, l'extrait concentré obtenu est un sirop de dattes qui a l'aspect du miel du point de vue couleur et viscosité. La saveur de l'extrait fait rappeler l'arôme spécifique de la datte, avec un goût astringent certainement dû à la présence des tanins. Cette saveur est due aux substances volatiles présentes, qui peuvent être des hydrocarbures insaturée, des aldéhydes, des cétones, des alcools ...etc (**Harrak et al., 2005 ; Barreveld, 1993 ; Jaddou et al., 1984**).

La couleur de l'extrait est due à des pigments de différentes natures. Selon la littérature ils peuvent être des caroténoïdes, des anthocyanes, des flavones, des flavonoles, du lycopène, des carotènes, des flavoxanthine et lutéine (**Barreveld 1993 ; Gross et al.,1983 ; Nezam El-Din et al., 1982**).

L'extrait obtenu est un vrai concentré de sucre et de constituants mineurs de la datte qui peut être utilisé dans diverses préparations de produits alimentaires tels que la boulangerie, la confiserie, les gelées et comme substituant du sucre de canne (**Kalil et al., 2002**).

### **III.2. Caractérisation physico-chimique de l'extrait hydroalcoolique**

Les caractéristiques physico-chimiques de l'extrait hydroalcoolique sont données dans le tableau VII.6.

#### **III.2.1. Teneur en humidité et en matières volatiles**

La teneur en eau et matières volatiles de notre extrait, qui est un sirop de dattes, est de 20 %. Cette valeur est supérieure à celles trouvées par **Al-Hooti et al., (2002)** qui sont de 16.76 % et 16.25 % pour les sirops des variétés saoudiennes Bihri et Safri respectivement.

Cette légère différence est corroborée par le taux de solide soluble de l'extrait d'**Al-Hooti et al., ( 2002)** qui est de 80 °Brix et pourrait s'expliquer par les degrés de concentrations.

Cette différence peut être due aux techniques d'obtention de l'extrait.

**Tableau VII.6 :** Caractéristiques physico-chimiques de l'extrait hydroalcoolique de la datte Mech-Degla

<b>Paramètres</b>	<b>Teneurs</b>
Humidité (%)	20 ± 0.66
pH	5.78 ± 0.03
Acidité titrable (% en acide citrique)	0.68 ± 0.08
°Brix	72.42 ± 0.18
Taux de cendres (%)	1.13 ± 0,05
Densité	1.03
Polyphénols totaux (%)	2.13 ± 0,55
Flavonoïdes (µg/ml)	643.38 ± 130,84

### III.2.2. pH

L'extrait hydroalcoolique possède un pH de 5.78. Cette valeur est supérieure à celle annoncée par **Al-Hooti et al., (2002)** qui est de 4.09 et 4.11 pour les extraits des variétés Bihri et Safri respectivement.

Cette différence peut s'expliquer par la variété de la datte étudiée et la méthode de détermination.

### III.2.3. Teneur en acidité titrable

L'acidité titrable de l'extrait hydroalcoolique est de 0.68 %. Cette valeur est supérieure à celle de l'extrait obtenu par **Kalil et al., (2002)** qui est de 0.25 % et 0.33 % pour les variétés Siwi et Amhat respectivement. Par contre, notre valeur se rapproche de celle trouvée par **Al-Hooti et al., (2002)** qui est de 0.67 % pour la variété Safri.

### III.2.4. Teneur en solides solubles (°Brix)

Le°Brix de notre extrait hydroalcoolique est de 72.47 correspondant à un indice de réfraction de 1.47. Cette valeur est supérieure à celles trouvées par **Kalil et al., (2002)** qui sont de 69.15 et 69.58 pour les variétés Siwi et Amhat respectivement. Par contre, notre valeur est inférieure à celles trouvées par **Barreveld (1993)** qui est de 76 et 76.8 pour des variétés iraqiennes et libyennes respectivement.

### III.2.5. Teneur en cendres

La teneur en cendres de l'extrait hydroalcoolique est de 1.12 %. Cette valeur est inférieure à celle citée par **Al-Hooti et al., (2002)** qui est de 1.77 % et 1.51 % pour les extraits obtenus à partir des variétés saoudiennes Birhi et Safri respectivement.

**Kalil et al., (2002)** quant à eux annoncent des valeurs de 2.15 % et 2.31 % pour les variétés égyptiennes Siwi et Amhat respectivement. Aussi, **Barreveld (1993)** avance des valeurs de 1.8 % et 1.63 % pour les variétés iraqiennes et libyennes respectivement.

### III.2.6. Teneur en éléments minéraux de l'extrait

Les résultats des éléments minéraux déterminés par SAA sont mentionnés dans le tableau VII.7:

Les résultats obtenus indiquent que notre extrait est une bonne source en différents éléments minéraux.

Tableau VII.7 : **Teneur en éléments minéraux dans l'extrait hydroalcoolique de la datte Mech-Degla, en mg/100 g (MF)**

<b>Eléments minéraux</b>	<b>Teneur</b>
Potassium (K)	355.49
Sodium (Na)	198.5
Zinc (Zn)	4.68
Fer (Fe)	4.51
Magnésium (Mg)	< 0.041
Manganèse (Mn)	<0.041

Le potassium s'avère l'élément minéral prédominant. Ce résultat est en accord avec ceux trouvés par **Kalil et al., (2002)** sauf que ce dernier a obtenu un rendement plus élevé. En effet, notre résultat, 355.49 mg/100g (MS), est inférieur à ceux trouvés par **kalil et al., (2002)** qui est de 1536.14 et 1891.14 mg/100g (MS) pour les variétés Amhat et Siwi respectivement.

La teneur en sodium de 198.5 mg/100g est largement supérieure à celles trouvées par **Kalil et al., (2002)** pour les sirops des deux variétés Amhat et Siwi qui sont de 69.97 et 86.97 mg/100g de matière sèche.

Notre extrait s'avère aussi, riche en oligo-éléments. La teneur en fer de l'extrait hydro-alcoolique est de 4.51 mg/100g (MS) tandis que celles obtenues par **Kalil et al., (2002)** sont de 7.71 et 11.71 mg/100g de matière sèche.

La teneur en zinc est de 4.68 mg/100g (MS) est supérieure à celle du sirop de la variété Amhat qui est de 1.74 mg/100g cité par **Kalil et al., (2002)**.

### III.2.7. Teneur en polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux de l'extrait de dattes est de 2.13 %. Cette valeur est de 0.14 % et 0.23 % pour les sirops des variétés égyptiennes Siwi et Amhat citées par **Kalil et al., (2002)**.

Cette différence peut être expliquée par la nature du solvant utilisé pour l'extraction. En effet, **Kalil et al., (2002)** ont utilisé l'eau comme solvant alors que nous avons utilisé un mélange éthanol/ eau (50/50). Ceci a certainement favorisé la solubilisation des polyphénols.

L'extrait constitue une bonne source en polyphénols et de ce fait peut être considéré comme un ingrédient fonctionnel pour les produits alimentaires.

### III.2.8. Teneur en flavonoïdes

La teneur moyenne en flavonoïdes est de 643.37 µg/ml. Aucune donnée bibliographique n'existe pour ce paramètre à notre connaissance pour pouvoir comparer nos résultats.

### III.2.9. Teneur en vitamines du groupe B

L'analyse n'a pas pu être réalisée mais toute fois, selon la littérature, l'extrait de dattes concentrerait des vitamines du groupe B existant dans la datte. Selon **Favier et al., (1993)** la datte renferme : 0.02 - 0.09 mg/100g de B1 ; 0.03 - 0.16 mg/100g de B2 ; 1.1 - 2.2 mg/100g de B3 ; 0.78 - 0.8 mg/100g de B5 ; 0.1 - 0.17 mg/100g de B6 et 17 - 57 µg/100g

En effet, **Kalil et al., (2002)** ont identifiés la vitamine B<sub>1</sub> ( thiamine) et la vitamine B<sub>2</sub> (riboflavine) dans les sirops des variétés égyptiennes Siwi et Amhat. Leurs résultats sont mentionnés dans le tableau suivant :

**Tableau VII.8** : Contenu vitaminique des sirops des dattes Siwi et Amhat (Kalil et al., 2002)

Vitamines	Concentration (mg/100g)	
	Siwi	Amhat
Thiamine (B <sub>1</sub> )	0.254	0.115
Riboflavine (B <sub>2</sub> )	0.139	0.095

#### IV. Détermination de l'activité antioxydante

Le tableau VII.8 et la figure VII.5 montrent les pourcentages d'inhibition comparés de l'oxydation de l'acide linoléique par les antioxydants présents dans notre extrait, dans un extrait méthanolique de dattes, les solutions méthanoliques de BHA et le BHT, ceci dans les mêmes conditions.

L'extrait méthanolique présente une activité inhibitrice de 61.82 % proche de celle du BHA et du BHT qui sont respectivement de 66.42 % et 63.33 % tandis que l'extrait hydroalcoolique présente une activité légèrement inférieure qui est de 52.15 %.

Ces résultats montrent que les extraits méthanolique et hydroalcoolique des dattes, de la variété Mech-Degla, possèdent un potentiel antioxydant important dû aux polyphénols et éventuellement aux caroténoïdes. Ces derniers sont présents dans les dattes omaniennes à des teneur de 1.31 – 3.03 mg / 100 g (MF) (Al-Farsi et al., 2005b) et de 64.3, 145, 51.3 µg / 100 g (MF) pour les variétés algériennes Deglet-Nour, Tanteboucht et Hamraya respectivement (Boudries et al., 2006).

Stahl et Sies (2004) et Stahl et Sies (2003) affirment que les caroténoïdes sont des antioxydants contre les deux formes réactives de l'oxygène moléculaire, singulet et les radicaux peroxy. De plus ils sont des désactivateurs efficaces des molécules électroniquement excitées ceux qui sont impliqués dans la génération des radicaux et de l'oxygène singulet d'où ils contribuent à la défense contre la peroxydation des lipides.

Les résultats obtenus par Al-Farsi et al., (2007), Al-Farsi et al., (2005b), Mansouri et al., (2005), Guo et al., (2003) et Vayalil (2002), confirment que la datte possède un pouvoir antioxydant et antimutagénique élevé.

**Tableau VII.9 :** Activités antioxydantes des extraits méthanoliques et hydroalcoolique de la pulpe de dattes et des solutions de BHA et de BHT

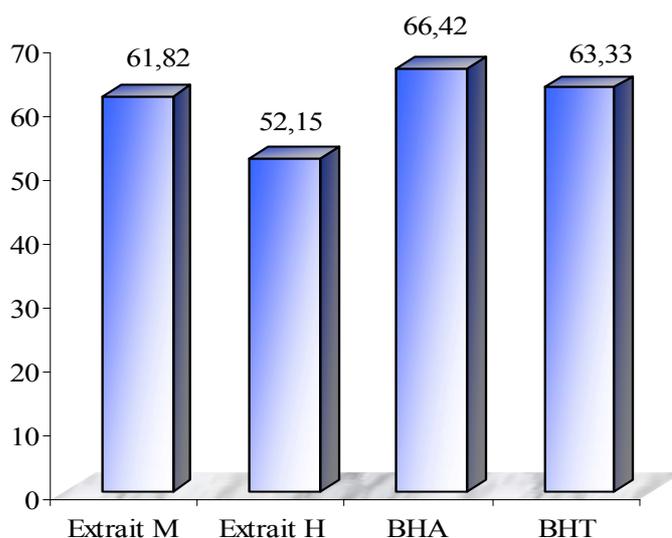
Echantillons	Activité antioxydante, en %
Extrait méthanolique	61.82 ± 0.03
Extrait hydroalcoolique	52.15 ± 0.05
Solution de BHA	66.42 ± 0.02
Solution de BHT	63.33 ± 0.03

Selon **Vayalili (2002)**, la concentration d'extrait de datte (variété Koweitienne) nécessaire pour inhiber 50 % de radicaux de superoxydes est équivalente à 0.8 mg / ml.

Aussi une concentration de 4 mg / ml inhibe complètement la peroxydation des lipides et la formation des peroxydes lipidiques et carbonyle protéique.

De plus, **Guo et al., (2003)** ont rapporté que la datte possède la deuxième activité antioxydante la plus élevée parmi 28 fruits communément consommés en Chine.

L'extrait méthanolique de la datte présente une activité antioxydante supérieure à celle de l'extrait hydroalcoolique ; ce-ci peut être expliqué par la viscosité élevée de l'extrait hydroalcoolique qui rend l'inhibition difficile du fait de la moindre mobilité des molécules et d'une forte interaction probable des polyphénols avec d'autres molécules tels que les sucres.



**Fig VII.5 :** Pourcentage d'inhibition des extraits méthanolique et hydroalcoolique de la datte Mech-Degla et des solutions de BHA et de BHT

## V. Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et sa résistance à l'oxydation forcée

### V.1. Elaboration de la recette de la margarine

**Tableau VII.10 :** Recette de la margarine élaborée N° 1

<b>Matières premières</b>	<b>Composition en %</b>
-Huile de tournesol	24.4
-Huile de soja hydrogénée 36/37	15
-Huile de palme hydrogénée 39/40	20
-Huile de palme hydrogénée 45/46	0
<u>Ingrédients liposolubles</u>	
-Mono et di-glycérides	0
-Lécithine	0.6
- Eau	39
<u>Ingrédients hydrosolubles</u>	
- Extrait	1
- Jus de citron	Quelques gouttes
- Sel	0
pH	4.5
Point de fusion (°C)	30

### ❖ Remarques

- Point de fusion trop bas, nécessité d'utiliser plus de matières grasses solides;
- Goût et couleur imperceptibles pour la margarine, nécessité d'augmenter la teneur en extrait de dattes;
- Emulsion instable nécessité d'augmentation de la teneur en émulsifiant.

**Tableau VII.11 : Recette la margarine élaborée N° 2**

<b>Matières premières</b>	<b>Composition en %</b>
-Huile de tournesol	24.2
-Huile de soja hydrogenée 36/37	15
-Huile de palme hydrogenée 39/40	10
-Huile de palme hydrogenée 45/46	10
<u>Ingrédients liposolubles</u>	
- Mono et di-glycérides	0.8
- Lécithine	0
-Eau	38
<u>Ingrédients hydrosolubles</u>	
- Extrait	2
- Jus de citron	Quelques gouttes
- Sel	0
pH	4.5
Point de fusion	33

### ❖ Remarques

- Point de fusion recherché est atteint;
- Goût et couleur appréciables pour une margarine;
- Emulsion stable.

La recette de la margarine retenue est la deuxième qui répond aux critères recherchés, celle-ci fera l'objet d'une caractérisation, d'un test d'oxydation forcée (test de Swift) pour apprécier sa résistance à l'oxydation.

Une margarine sans extrait est élaborée en parallèle afin de servir de témoin pour le test de Swift.

## V.2. Caractérisation de la margarine

### V.2.1. Caractérisation physico-chimique de la margarine avec extrait de dattes

Les résultats de la caractérisation physicochimique de la margarine élaborée sont récapitulés dans le tableau VII.11

**Tableau VII.12 :** Caractéristiques physico-chimiques de la margarine allégée avec l'extrait de dattes

Paramètres	Teneurs
H <sub>2</sub> O (%)	38.8
Non gras (%)	40.76
Matière grasse (%)	59.24
pH	4.6
Indice d'iode (g d'I <sub>2</sub> /100g M)	59
Acidité (%)	0.17
Indice de peroxyde (mécq d'O <sub>2</sub> /Kg)	2.3
Point de fusion (°C)	33.2

M : margarine

La composition en matière grasse, en eau et le pH de notre margarine correspondent aux critères fixés pour son élaboration.

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation global de la margarine. La valeur trouvée 59 g d'iode pour 100 g de margarine est en corrélation avec la composition en acides gras de cette dernière contenant 29.77 % d'AGI totaux constitués de 18.48 % d'AGMI et 11.29 % d'AGPI.

L'acidité renseigne sur le degré d'altération des corps gras par hydrolyse. Celle de notre margarine (0.17 %) est dans les normes car elle est inférieure à 0.2 %, maximum fixé par les spécialistes (**Karleskind, 1992**).

L'indice de peroxyde rend compte de l'altération des corps gras par oxydation, inconvénient majeur touchant essentiellement les AGI. Notre produit a un indice de 2.3 méq d'O<sub>2</sub>/kg, valeur inférieure à 5 méq d'O<sub>2</sub>/kg, maximum requis par les normes.

Le point de fusion de 33.2 °C de la margarine correspond à celui choisi pour la recette retenue (33 °C). Etant un pays chaud, le point de fusion de la margarine doit être fixé de manière à ce qu'elle soit fondante dans la bouche mais aussi plastique à température ambiante pour

supporter le travail mécanique lors de la tartinabilité. A titre comparatif, notre résultat se situe dans l'intervalle des températures de fusions de 15 margarines de Turquie se situant entre 31.2 et 34.9 °C (Karabulut et Turan, 2006).

### V.2.2. Composition en acides gras de la margarine avec extrait de dattes

Les résultats de la composition en acides gras de notre margarine sont donnés dans le tableau VII.12 et la figure VII.6.

**Tableau VII.13 :** Composition en différents acides gras de la margarine élaborée

Acides gras	Teneur en % des AG totaux
C <sub>8:0</sub> Acide caprylique	2.56
C <sub>10:0</sub> Acide caprique	2.21
C <sub>12:0</sub> Acide laurique	12.52
C <sub>14:0</sub> Acide myristique	6.08
C <sub>16:0</sub> Acide palmitique	15.34
C <sub>16:1</sub> Acide palmitoléique	0.76
C <sub>18:0</sub> Acide stéarique	9.22
C <sub>18:1</sub> Acide oléique	30.04
C <sub>18:2</sub> Acide linoléique	18.34
C <sub>18:3</sub> Acide linoléinique	0.47
C <sub>20:0</sub> Acide arachidique	0.68
Autres non identifiés	1.69

Le tableau VII.12 et la figure VII.6 représentent la composition en acides gras (AG) de notre margarine par rapport aux AG totaux. Elle comporte toute la gamme des AG des huiles végétales (de C<sub>8</sub> à C<sub>20</sub>).

La présence de C<sub>8:0</sub>, C<sub>10:0</sub>, C<sub>12:0</sub>, C<sub>14:0</sub> à des teneurs de 2.56, 2.21, 12.52 et 6.08 % respectivement ne peuvent provenir que des huiles lauriques (coprah et/ou palmiste), mais dans notre recette on n'a pas utilisé ces dernières. Ce-ci peut être expliqué par une erreur d'étiquetage des échantillons d'huiles pendant leur réception ou bien une confusion entre l'huile de palme et de palmiste.

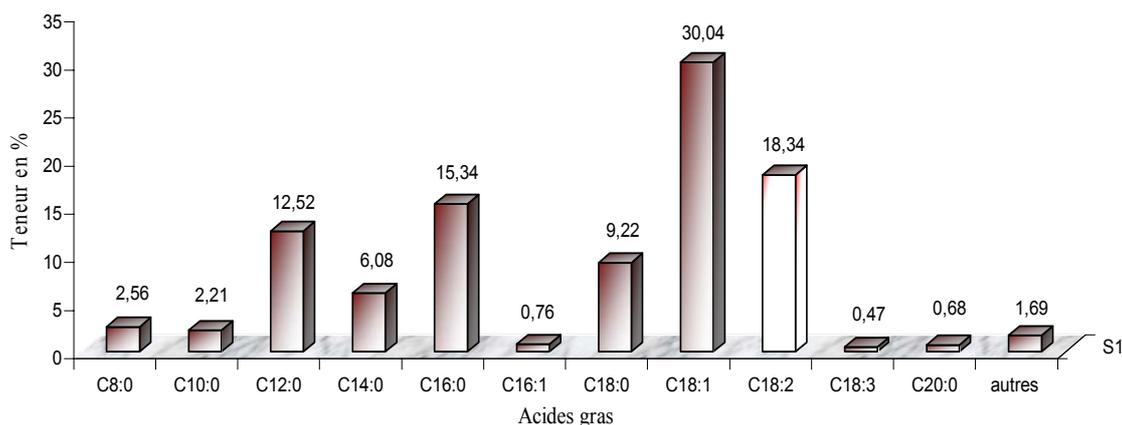


Fig VII.6: Composition en acides gras de la margarine à l'extrait de dattes

En effet, les huiles de palme et de palmiste sont extraites d'un même fruit mais elles ont des compositions en AG différentes. L'huile de palme est extraite de la pulpe (riche en acide palmitique et oléique) quant à l'huile de palmiste elle est extraite du noyau (riche en acide myristique, laurique, caprique et caprylique).

La présence de l'acide palmitique  $C_{16:0}$  à une teneur de 15.34 % provient de l'huile de palme entrant dans la recette de notre margarine.

La présence des  $C_{18}$  ( $C_{18:0}$ ,  $C_{18:1}$ ,  $C_{18:2}$  et  $C_{18:3}$ ) est due à l'utilisation des huiles de tournesol, de soja hydrogénée et en partie, du palme qui renferment des teneurs importante en ces acides.

L'acide oléique s'avère l'AG prédominant dans notre margarine avec une teneur de 30.04 %. De récentes études ont démontrées que les régimes alimentaires riches en acide oléique sont associés à une diminution des LDL (mauvais cholestérol) dans le plasma sanguin et peuvent réduire donc, l'incidence des maladies cardiovasculaires. Comparé aux acides gras polyinsaturés l'acide oléique résiste mieux à l'oxydation au stockage à températures ambiante, et aux températures élevées de cuisson et de friture (Anwar et al., 2006).

La teneur en acide linoléique (AL) dans notre margarine est de 18.34 % des AG totaux. Ce paramètre sert à la classification des margarines. En effet, Ovesen et al., (1998) cité par Karabulut et Turan (2006), rapportent que les margarines peuvent être classées en trois catégories en fonction de leur teneur en AL :

- (i) les margarines hard (dures) contenant moins de 20 % d'AL ;
- (ii) les margarines semisoft (demi-molles) contenant 20 à 40 % d'AL;

(iii) les margarines soft (molles) contenant plus de 40 % d'AL.

En se referant à cette classification, notre margarine est dite hard (dure).

Les trans isomers des  $C_{18:1}$ ,  $C_{18:2}$ ,  $C_{18:3}$  effet indésirable de l'hydrogénation, ne sont pas mis en évidence dans cette analyse. Ceci peut être expliqué par les conditions de l'analyse par CPG qui ne sont pas appropriées à leurs séparation et identification.

**Tableau VII.14 :** Teneurs comparées en différentes classes d'acides gras (en g/100g) de la margarine avec extrait et de la margarine allégée "Planta Fin"

Types d'acides gras	Margarine avec extrait	Margarine Planta Fin
Acides gras saturés (AGS)	29.22	24.8
Acides gras monoinsaturés (AGMI)	18.48	15.8
Acides gras polyinsaturés (AGPI)	11.29	16.5
Acides gras insaturés (AGI)	29.77	32.3
Insaturés/Saturés	1.02	1.3

Le tableau VII.13 donne la composition en diverses classes d'acides gras de notre margarine comparée à celle de la margarine allégée "Planta Fin" (Favier, 1997).

Notre margarine contient 29.77 % d'AGI dont 18.48 % d'AGMI et 11.29 % d'AGPI. Cette composition apporte les acides gras essentiels (AGE)  $\omega$ -3 et  $\omega$ -6.

Les  $\omega$ -3 et  $\omega$ -6 sont indispensables à la vie car ils ont un rôle anti-agrégant plaquettaire, hypotriglycéridémiant, dans les réactions immunitaires anti-inflammatoires, dans la prévention des maladies cardiovasculaires, des cancers et des fonctions de reproduction (Rossignol-Castera, 2006 ; Sioen et al., 2006 ; Tricia et al., 2006 ; Karleskind, 1992).

En comparaison des deux recettes, on remarque que la nôtre contient plus d'AGMI et d'AGS, et moins d'AGPI que "Planta Fin". Cette différence de composition est due à un choix imposé par nos conditions climatiques, nécessaire afin que la margarine reste plastique (solide) à température ambiante. Il est à signaler que les AGMI et les AGS résistent mieux à l'oxydation et constituent une barrière de protection des AGPI.

Le rapport AGPI/AGS de notre margarine est de 1.02, légèrement inférieur à celui de la margarine "Planta Fin" qui est de 1.3. Il est toutefois proche des recommandations des nutritionnistes qui est de l'ordre de 0.8 (Karleskind, 1992).

### V.2.3 Résistance à l'oxydation forcée d'après le test de Swift

Tableau VII.15 : Résultats du test de Swift

Type de margarine	Temps nécessaire pour le changement de couleur de l'indicateur (heures)
Margarine sans extrait de dattes	6.06 ± 0.09
Margarine avec extrait de dattes	3.55 ± 0.64

D'après le tableau VII.14 on remarque que la margarine sans extrait résiste mieux à l'oxydation que la margarine avec extrait de dattes.

D'après ce résultat, on peut déduire que l'extrait de dattes a joué un rôle de catalyseur d'oxydation, dû certainement aux métaux pro-oxydants existant dans l'extrait (4.51 mg/100g pour le fer dans l'extrait et 0.13 mg/100g pour le cuivre dans la datte). En effet, les métaux notamment le fer et le cuivre sont de puissants catalyseurs d'oxydation des lipides (**Hinneburg et al., 2006 ; Rolland, 2004 ; Graille, 2003 ; Karleskind, 1992**). Ces métaux inhibés par l'acide citrique provenant du jus de citron entrant dans la recette de la margarine (sous forme de citrates) ont été détruits par la température élevée du test ce qui les a réactivés.

L'oxydation prématurée de la margarine, avec l'extrait de datte, et sa non résistance malgré la présence des polyphénols dans l'extrait peut s'expliquer aussi par le fait que ces derniers soient thermoinstables donc détruits par la température élevée du test de Swift (98 °C). La margarine s'est retrouvée dépourvue d'antioxydants et même en présence de catalyseurs d'oxydation ce qui l'a rendue vulnérable par rapport au témoin.

Les tests à haute température ne peuvent être valablement comparés car les mécanismes mis en jeu sont différents : la vitesse d'oxydation dépend de la concentration en oxygène dont la solubilité croît à haute température et les réactions secondaires de polymérisation, de cyclisation ou de scission deviennent importantes. Il n'y a pas de système de vieillissement accéléré idéal, et chaque test doit être adapté au type de matière grasse, au type de milieu. Il convient donc de choisir une méthode, d'adapter un protocole et de s'y tenir pour la totalité des essais à réaliser (**Rolland, 2004**).

Dans notre cas les polyphénols sont très sensibles aux températures élevées donc on suggère d'autres tests où la température est moins élevée afin de préserver les polyphénols et ainsi adapter les conditions de stockages au test.

En effet, notre extrait est obtenu à température ambiante puis concentré à basse température. De plus, dans la fabrication de la margarine on ne relève aucun traitement

thermique susceptible de détruire les polyphénols et son stockage durant toute sa durée de vie s'effectue à 6°C.

On peut conclure que le test de Swift ne convient pas dans ce cas de figure, il va de soit qu'il est indispensable de faire d'autres essais de résistances à l'oxydation dans des conditions plus proches de celles de la conservation de la margarine et n'altérant ni les citrates ni les polyphénols. Ou le cas échéant de faire appel à des techniques de suivi d'altération plus longues et plus complexes comme :

L'indice de peroxyde ; la recherche des produits secondaires d'altérations (aldéhydes, cétones) ; les diènes et triènes conjugués à dans l'UV à 232 et 270 nm ; les composés polaires...etc

## Conclusion

Le présent travail a englobé la caractérisation de la datte Mech-Degla, l'obtention et la caractérisation de l'extrait hydroalcoolique suivi de la détermination de son activité antioxydante, la formulation et la caractérisation d'une margarine à base de cet extrait et enfin, l'analyse de sa résistance à l'oxydation par un test d'oxydation forcée (test de Swift).

Concernant les résultats de la caractérisation physique de la datte entière, on peut affirmer qu'elle est de qualité acceptable avec des proportions de 82.79 % en pulpe et de 17.21 % en noyau.

Les caractéristiques biochimiques de la pulpe de la datte étudiée montrent qu'elle contient 14.71 % d'humidité. Elle est riche en sucres (63.8 %), en cendres (2 %) dont les minéraux prédominants sont K (678 mg/100g, Ca (231.75 mg/100g), Mg (21 mg/100g) et en polyphénols (1.97 %). Elle est, par contre pauvre en lipides (0.27 %) et en protéines (0.18 %). La Mech-Degla n'a rien à envier à la variété Deglet-Nour à l'exclusion de son humidité, de son aspect et de sa consistance.

Les extraits méthanolique et hydroalcoolique de la datte présentent une activité antioxydante élevée. Ils peuvent être considérés comme des ingrédients fonctionnels dans les industries alimentaires.

L'extrait hydroalcoolique de part sa couleur (celle du miel), sa saveur (arômes de dattes), sa richesse en polyphénols (2.13 %), en cendres (1.13 %) et en sucres (72.42 %) présente des aptitudes pour diverses formulations de produits alimentaires comme substituant avantageux du sucre raffiné et comme ingrédient fonctionnel (antioxydant).

En effet, l'essai de formulation d'une margarine BIO "allégée" (60 % de phase grasse et 40 % de phase aqueuse) additionnée de l'extrait hydroalcoolique a été expérimentée. Plusieurs recettes ont été testées en jouant sur le point de fusion, le goût, la couleur et la stabilité de l'émulsion pour aboutir à la recette retenue de composition suivante :

- Une phase grasse composée de: huile de tournesol: 24.2 %, huile de soja hydrogénée 36/37: 15 %, huile de palme hydrogénée 39/40 (10 %), huile de palme hydrogénée 45/46 (10 %) et émulsifiant (mono et di-glycéride) 0.8 %.

- Une phase aqueuse constituée de: eau (38 %), extrait de dattes (2 %) et dont le pH est ajusté à 4.5 par du jus de citron frais.

Après analyse les critères de composition et de qualité (MG : 59.24 %, H<sub>2</sub>O : 38.8 %, pH : 4.5, Pf : 33.2 °C) s'avèrent conformes à la recette préétablie. En outre, les indices du degré d'altération par oxydation (acidité: 0.17 % et indice de peroxyde : 2.3 méq/Kg) sont conformes aux normes en vigueur.

L'analyse des acides gras par CPG a révélé la présence de toute la gamme des AG des huiles végétales (C<sub>8</sub> à C<sub>20</sub>). Elle est riche en acides gras essentiels  $\omega$ -3 (0.47 %) et  $\omega$ -6 (18.34 %) avec un rapport AGPI/AGS de 1.02 proche des recommandations des nutritionnistes (de l'ordre de 0.8).

Par contre, le test de Swift s'est révélé non adapté pour la margarine à l'extrait de dattes.

Au vu des résultats obtenus et tenant compte de la problématique du sujet, il nous semble conséquent d'approfondir le présent travail par :

- La détermination qualitative et quantitative de la teneur en vitamines du groupe B dans l'extrait.
- La caractérisation de ses arômes et colorants
- La conception d'un test de stabilité approprié à la margarine élaborée.
- L'analyse sensorielle de cette margarine par un jury expérimenté.

## Références bibliographiques

- Abdelfetah K., 1988.** Quelques aspects de l'économie dattière en Tunisie. Communication présentée au séminaire sur " les systèmes agricoles oasiens " Tozeur (Tunisie). Les cahiers de la recherche développement, N° 22, pp 44-56.
- Acourene S., Tama M., 1997.** Caractérisation physicochimique des principaux cultivars de datte de la région de Ziban. *Revue recherche Agronomique*, Ed. INRAA, N° 1, pp 59-66.
- 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.
- Afnor., 1982.** Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. Ed. AFNOR, 325 p.
- Ahmed I.A., Ahmed A.W.K., Robinson R.K., 1995.** Chemical composition of date varieties as influenced by the stage of ripening. *Food Chemistry*, 54, pp 305-309.
- Ahmad J., Ramaswamy H.S., 2006.** Physico-chemical properties of commercial date pastes (*Phoenix dactylifera*). *Journal of Food Engineering*. Article In Press.
- Aït 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.
- Albert L., 1998.** La santé par les fruits. Ed. Veechi, pp 44-74.
- Al-Farsi M., Alasalvar C., Al-Abid M., Al-Shoaily K., Al-Amry M., Al-Rawahy F., 2007.** Composition and functional characteristics of dates, syrup, and by-products. *Food Chemistry*, Article in Press.
- Al-Farsi M., Alasalvar C., Morris A., Baron M., Shahidi F., 2005a.** Compositional and Sensory Characteristics of Three Native Sun-Dried Date (*Phoenix dactylifera L.*) Varieties Grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53, pp 7586-7591.
- Al-Farsi M., Alasalvar C., Morris A., Baron M., Shahidi F., 2005b.** Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, caroténoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (*Phoenix dactylifera L.*) Varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, pp 7592-7599.
- Al-Hooti S., Sidhu J.S., Al-Saqer J.M., Al-Othman A., 2002.** Chemical composition and quality of date syrup as affected by pectinase/cellulase enzyme treatment. *Food Chemistry*, 79, pp 215-220.

- Al-Hooti S., Sidhu J.S., Qabazard H., 1997.** Physiochemical characteristics of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Food for Human Nutrition*, 50, pp 101-113.
- Al-Shahib W., Marshall R.J., 2003.** The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 54, pp 247-259.
- Al-Shahib W., Marshall R.J., 2002.** Dietary fibre content of dates from 13 varieties of date palm *Phoenix dactylifera L.* *International Journal of Food Science and Technology*, 37, pp 719-721.
- Anonyme., 1994.** Polyphénols 94. Edition INRA Paris, Les colloques, N° 69, 487 p.
- Anonyme., 2002.** Statistiques agricoles : Superficies et productions. Ministère de l'agriculture et du développement rural. Serie A, pp 5-6.
- Anwar F., Hussain A.I., Iqbal S., Bahanger M.I., 2006.** Enhancement of the oxidative stability of some vegetable oils by blending with *Moringa oleifera* oil. *Food Chemistry*, Article in Press.
- Ayesh R., Weststrate J.A., Drewitt P.N. Hepburn P.A., 1999.** Safety evaluation of phytosterol esters. part 5. faecal short-chain fatty acid and microflora content, faecal bacterial enzyme activity and serum female sex hormones in healthy normolipidaemic volunteers consuming a controlled diet either with or without a phytosterol ester-enriched margarine. *Food and Chemical Toxicology*. 37, pp 1127-1138.
- Bahorun 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. *Arzneimittel Forshing*, 46 (11), pp1086-1089.
- Barreveled W.H., 1993.** Date Palm Products. FAO, Agricultural services, Bulletin N°101, FAO, Rome, 211 p.
- Benamara S., Chibane H., Boukhelifa M., 2004.** Essai de formulation d'un yaourt naturel aux dattes. *Revue Industrie Agricole et Alimentaire*. Actualités techniques et scientifiques, N° ½ mensuel, pp11-14.
- Benazzouk S., Benharrats I., 1999.** Extraction et identification de l'arome de la datte "Deglet-Nour". Mémoire d'ingénieur, INA. El-Harrach, Alger, 58 p.
- Benchabane A., 1996.** Rapport de synthèse de l'atelier "Technologie et qualité de la datte". In Options méditerranéennes, série A, N° 28. Séminaires méditerranéens. Ed. IAM, Zaragoza, Spain, pp 205-210.
- Besbes S., Blecker C., Deroanne C., Drira N.E., Attia H., 2004.** Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food Chemistry*, 84, pp 577-584,

- Besbes S., Blecker C., Deroanne C., Lognay G., Drira N.E., Attia H., 2005.** Heating effects on some quality characteristics of date seed oil. *Food Chemistry*, 91, pp 469–476,
- Bimbinet J-J., Duquenoy A., Trystram G., 2002.** Génie des procédés alimentaires, des bases aux applications. Ed Dunod. 553p.
- Booij I., Piombo G., Risterucci J.M., Coupe M., Thomas D., Ferry M., 1992.** Etude de la composition chimique de dattes à différents stades de maturité pour la caractérisation variétale de divers cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*). *Fruits*, 47, N°6, pp 667-678.
- Boudrâa S., 2004.** La production de biomasse "*Saccharomyces cerevisiae*" cultivée sur un milieu à base de datte variété sèche "Mech-Degla". Mémoire d'Ingénieur agronome. Département D'Agronomie. Batna, 60 p.
- Boudrar C., Bouzid L., Nait Larbi H., 1997.** Etude des fractions minérale et glucidique de la datte Deglet-Nour au cours de la maturation. Mémoire d'Ingénieur agronome INA El-Harrach, 60 p
- Boudries H., Kefalas P., Hornero-Méndez D., 2007.** Carotenoid composition of Algerian date varieties (*Phoenix dactylifera*) at different edible maturation stages. *Food Chemistry*, 101, pp 1372-1377.
- Boughnou N., 1988.** Essai de production de vinaigre à partir de déchets de dattes. Thèse magister, INA.El Harrach, Alger, 82 p.
- Bouguedoura N., 1991.** Connaissance de la morphogenèse du palmier dattier. Etude in situ et in vitro du développement morphogénétique des appareils végétatifs et reproducteurs. Thèse de Doctorat. U.S.T.H.B. Alger, 201 p.
- Boulekbache L., 2005.** Profil GC-MS des polyphénols d'une plante médicinale : *Eucalyptus globulus*. Thèse de Magister. Université de Bejaïa, 71p.
- Bourgeois C., 2003.** Les vitamines dans les industries agroalimentaires. Ed. Tech & Doc, Paris, 483 p
- Bourgeois C.M., Mescle J.F., Zucca J., 1996.** Microbiologie alimentaire. Tome1 : Aspect microbiologie de la sécurité et de la qualité des aliments. Ed. Tec & Doc, p 650.
- Boutaida N., 2004.** Etude de la composition biochimique de la datte variété sèche " Mech-Degla". Mémoire d'Ingénieur agronome. Département d'agronomie. Batna, 30 p.
- Bouton F., 2005.** Mise en évidence du potentiel allélopatique de la graminée *Festuca paniculata* dans les prairies subalpines. Rapport de stage de Master 1. Université JOSEPH FOURIER – UFR de biologie. Grenoble, 18p.

- Branen A.L., Davidson P.M., Katz B., 1980.** Antimicrobial properties of phenolics antioxydants and lipids. *Food Technology*, pp 42-63.
- Buelguedj M., 2001.** Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du sud-Est Algérien. Revue annuelle, N° 11, INRAA. El-Harrach, Alger, 289 p.
- Buelguedj M., 1996.** Caractéristiques des cultivars de dattiers du Sud-Est du Sahara algérien. Volume I. Conception et réalisation : Filière "Cultures pérennes" de l'ITDAS, 67 p.
- Calabrese G., 2003.** Valeur nutritionnelle des raisins de table. *Bultion de l'Office Intenationale du Vin*. pp 862-864.
- Cheftel J., Cheftel C., 1977.** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Vol I, 4<sup>ème</sup> tirage. Ed. Tec & doc, Paris, 367 p.
- Cheynier V., 2005.** Dietary polyphenols and health: Proceedings of the 1<sup>st</sup> international conference on polyphenols and health. *American Journal of Clinical and Nutrition*, 81 (1), pp 223S-229S.
- Cieslik E., Greda A., Adamus W., 2006.** Contents of polyphenols in fruit and vegetables. *Food Chemistry*, 94, pp 135-142.
- Claudes C., 1981.** Protéines foliaires et alimentation. Ed. Bordas, Paris, 266 p.
- Cuvelier M., Richard H., Bercet C., 1992.** Comparison of the antioxydant activity of some acid-phenols: Structure –activity relationships. *Bioscience , Biotechnology and Biochemistry*, 56, pp 324-325.
- Debruyne,** Les matières grasse destinées aux produits de boulangerie. Que sont-elles ? Comment fonctionnent-elles ? ([www.asa.com](http://www.asa.com))
- Diallo D., Sanogo R., Yasambou H., Traoré A., Coulibaly K., Maïga A., 2004.** Étude des constituants des feuilles de *Ziziphus mauritiana* Lam.(Rhamnaceae), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali. *C. R. Chimie* 7, pp 1073–1080.
- Djerbi M., 1994.** Précis de phoéniculture. FAO, 192 p.
- Djeridane A., Yousfi M., Nadjemi B., Boutassouna D., Stocker P., Vidal N., 2006.** Antioxydant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolics coumpounds. *Food Chemistry*, 97, pp 654-660.
- Dupin H., Cuq J.L., Malewiak M.I., Rouaud C.L., Berthier A.M., 1992.** Alimentation et nutrition humaines. Ed. ESF, Paris, 1533 p.
- ElHabiri M., 1997.** Thèse Doctorale. [www.membres.lycos.fr/mourad/](http://www.membres.lycos.fr/mourad/)

- ElHabiri M., Carrër C., Marmolle F., Trabolssi H., 2007.** Complexation of iron (III) by catecholate-type polyphenols. *Inorganica Chimica Acta*, 360, pp 353-359.
- Erlund I., 2002.** Chemical analysis and pharmacokinetics of the flavonoids quercetin, hesperetin and naringenin in humans. Thèse de doctorat, université d'Helsinki, Finlande.
- Escribano-Bailon M.T., Santos-Buelga C., 2003.** Polyphenols extract from food In "Methods in polyphenols analysis. Ed Royal Society of Chemistry, pp1-16.
- Espiard E., 2002.** Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Lavoisier, pp147-155.
- Estanove P., 1990.** Note technique : Valorisation de la datte. In Options méditerranéennes, série A, N°11. Systèmes agricoles oasiens. Ed. CIHEAM, pp 301-318.
- Farkas O., Jakus J., Héberger K., 2004.** Quantitative Structure – Antioxidant Activity Relationships of Flavonoid Compounds. *Molecules* 2004, 9, pp 1079-1088
- Favier J.C., Ireland R.J., Laussucq C., Feinberg M., 1993.** Répertoire général des aliments. Table de composition des fruits exotiques, fruits de cueillette d'Afrique. Tome 3, Ed. Orstom Editions, Lavoisier, INRA Edition, pp 27-28.
- Favier J.C., Ireland R.J., Toque C., Feinberg M., 1995.** Répertoire général des aliments. Table de composition. Ed. Tec & Doc Lavoisier, INRA Editions, CNEVA et CIQUAL, 897 p.
- Geddawy M.A.H., El-Rifty M. N., Ramadan B.R., 1992.** Study of amino acid, organic acid, and free sugar composition of new valley dates and certain date products. *Acta Aliment*, 21, pp 325-335.
- Gilles P., 2000.** Cultiver le palmier dattier .Ed. Ciras, 110 p.
- Girard J., 1965.** L'évolution de la datte au cours de sa croissance et sa maturation. Compte rendu des travaux de recherches effectuées à la station d'El –Arfiane.
- Girardet J.P., 2006.** Prise en charge des hypercholestérolémies de l'enfant. *Archives de pédiatrie*, 13. pp 104–110.
- Gómez-Caravaca A.M., Gómez-Romero M., Arráeza-Román D., Segura-Carretero A., Fernández-Gutiérrez A., 2006.** Advances in the analysis of phenolic compounds in products derived from bees. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 41, pp1220-1234.
- Gordon M.H., 1990.** The mechanism of antioxidant action *in vitro*. In "Food antioxidants". Ed. B.J.F. Hudson- London et New York . pp 1-18.
- Graille J., 2003.** Lipides et corps gras alimentaires. Edition Lavoisier Paris, 469 p.

- Gross J., Habero O., Ikan R., 1983.** The carotenoid pigments of the date. *Scientia Horticulturae*, 20(3).
- Guattieri M., Rapaccini S., 1994.** Date stones in broiler's feeding. In *Technologie de la datte*. Ed. Gridao, p 35.
- Guendouz N., 2005.** Etudes des interactions protéines- polyphénols. Etude de feuilles de *Erica arborece* avec la protéine Sérum Albumine Bovine (BSA). Thèse de Magister. FSNV. Bejaïa, 69 p.
- Guo C., Yang J., Wei J., Li Y., Xu J., Jiang Y., 2003.** Antioxydant activities of peel, pulp and seed fractions of common fruits as determined by FRAP assay. *Nutrition Reseach*, 23,1719-1726.
- Haddadi H., 2005.** Détermination de l'activité antioxydante de quelques fruits. Mémoire de magister. Université de Bejaïa (FSNV), 76 p.
- Hagerman A.E., Butler L.G., 1989.** Choosing appropriate methods and standards for assaying tannin. *Journal of Chemical Ecology*, 15(6), pp 1795-1810.
- Häkkinen S., 2000.** Flavonols and phenolic acids in berries and berry products. Thèse doctorale. KUOPIO. 93 p.
- Hamada J.S., Hashim I.B., Sharif F.A., 2002.** Preliminary analysis and potential uses of date pits in foods. *Food Cemistry*, 76, pp 135-137.
- Hanachi S., Khitri D., Benkhalifa A., Brac de Perrière R.A., 1998.** Inventaire variétal de la palmeraie algérienne. 225 p.
- Harrak H., Reynes M., Lebrun M., Hamouda A., Brat P., 2005.** Identification et comparaison des composés volatils des fruits de huit variétés de dattes marocaines. *Fruit*, 60, pp 267-278.
- Hashimoto F., Ono M., Masuoka C., Ito Y., Sakata Y., Shimizu K., Nonaka G., Nishioka I., Nohara T., 2003.** Evaluation of the anti-oxidative effect (in vitro) of tea polyphenols. *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*, 67 (2), pp 396-401.
- Henk J., Zwir E., Rik L., 2003.** Caroténoïdes et flavonoïdes contre le stress oxydatif. *Aromes Ingrédients Additifs*, 44, pp 42-45.
- Hinnenberg I., Dorman H.J.D., Hiltunen R., 2006.** Antioxidant activities of extracts from selected culinary herbs and spices. *Food Chemistry*, 97. pp 122-129.
- Ho S.S., Pal S., 2005.** Margarine phytosterols decrease the secretion of atherogenic lipoproteins from HepG2 liver and Caco2 intestinal cells. *Atherosclerosis*, 182, pp 29–36

- Hurabielle M., 1981.** Généralités monographiques In "Abrégé de matière médicalopharmacologie". Tome 1, Paris. Ed. Masson, pp 72-113.
- Hussein F., 1970.** Fruit growth and composition of tow dry date cultivars grown in Aswan. *Tropical. Agriculture. Trinidad*, 47, pp 157-162.
- Ireland-Ripert J., Favier J.C., Tanneau X., Feinberg M., 1997.** Répertoire général des aliments. Tome 5, Aliments de marque. P 152.
- Jaccot B., Campillo B., 2003.** Nutrition humaine. Ed. Masson, Paris, 311 p.
- Jaddou H., Miasen M.T., Al-Hakim M., 1984.** Flavour volatile anaysis of Zahdi dates by gas-liquid chromathography. *Date Palm Journal* , 3, (2).
- Jadhav S.J., Andrew W.T., 1977.** Effects of cultivars and fertilizers on nonvolatile organic acids in potato tubers. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*. 10, pp 13-21.
- JAOAC., 1992.** Détermination des sucres par HPLC sur colonne NH<sub>2</sub>., Vol: 75, N°3, CCRF. Code COFRAC SC 30.
- 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 446-456.
- Kahkonen P.M., Hopia M., Heinomen A., 2001.** Beerg polyphenolics and their antioxidant activity. *Journal of Agriculture Food Chemical*, 49, pp 4076-4082.
- Karabulut I., Turan S., 2006.** Some properties of margarines and shortenings marketed in Turkey. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19, pp 55-58.
- Karleskind A., 1992.** Manuel des Corps Gras. Ed.Tech & Doc,Paris, Tome 1 et Tome 2.1579 p.
- Kendri S., 1999.** Caractéristiques biochimiques de la biomasse "*Saccharomyces cerevisiae*" produite à partir des dattes "Variété Ghars". Mémoire d'Ingénieur Agronome. Département d'agronomie Batna, 51 p.
- Khalil K.E., Abd-El-Bari M.S, Hafiz N.E., Ahmed E.Y. 2002.** Production, evaluation and utilization of date syrup concentrate (Dibis). *Egypte Journal Food Science*, 30 (2), pp 179-203.
- Khenfar B., 2004.** Contribution à l'étude de quelques caractéristiques morphologiques de quatre cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) dans la région de droh (Wilaya de Biskra). Mémoire d'Ingénieur agronome. Département d'agronomie. Batna, 87 p.
- Lahouel M., Boulkour S., Segueni N., Fillastre J.P., 2004.** Effet protecteur des flavonoïdes contre la toxicité de la vinblastine, du cyclophosphamide et du paracétamol par inhibition de la

peroxydation lipidique et augmentation du glutathion hépatique. *Pathologie Biologie*, 52, pp 314–322.

**-Landrault N., Poucheret P., Krosniak M., Gasc F., Tenin G., Cros G., Teissedre P.L., 2003.** Effet de la consommation d'un vin blanc de cépage Chardonnay enrichi en polyphénols chez le rat diabétique. *Bulletin de l'Office International du Vin*, 76, pp 105-119.

**-Lapornik B., Prosek M., Wondra A.L., 2004.** Comparison of extracts prepared from plant by-products using different solvents and extraction time. *Journal of Food Engineering*. Article in press.

**-Lecoq R., 1965.** Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles. Tome 1. Ed. Doin Deren et Cie, pp 241-251.

**-Liu S., Willet W.C., Stampfer M.J., Hu F.B., Franz M., Sampson L., Hennekens C.H Manson J.A.A., 2000.** A prospective study of dietary glycemic load, carbohydrate intake, and risk of coronary heart disease in US women. *American Journal of clinical and Nutrition*, 71, pp 1455-1461.

**Luterotti S., Bicanic D., Požgaj R., 2006.** New simple spectrophotometric assay of total carotenes in margarines. *Analytica Chimica Acta*, 573–574, pp 466–473.

**-Macheix J.J., Fleuriet A., Billot J., 1990.** Fruit phenolics –boca raton, USA : CRC Press.

**-Maier V.P., Metzler D.M., 1965.** Quantitative changes in date polyphenols and their relation to browning. *Journal of Food Science*, 30.

**-Maier V.P., Metzler D.M. 1964.** Phenolic constituents of the date (*Phoenix Dactylifera*) and their relation to browning. Paper presented at first international congress of food science and technology. *Science Publishers Inc.*, New York.

**-Manach C., Scalbert A., Morand C., Remezy C., Jimenez L., 2004.** Polyphenols : food sources and bioavailability. *Journal American of Clinical and Nutrition*, 79 (5), pp 727-747.

**-Mansouri A., Embarek G., Kokkalou E., Kefalas P., 2005.** Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, 89, pp 411-426.

**-Markh A.T., Zekina T.F., Golubev V.N., 1989.** Contrôle technico-chimique des conserves. Ed. Agropromizdat, Moscou, 304 p.

**-Masmoudi N., 2000.** Essai de production de biomasse "*Saccharomyces cerevisiae*" à partir des dattes "Ghars". Mémoire d'Ingénieur Agronome. Département d'Agronomie. Batna, 52 p

**-Matallah M., 1970.** Contribution à la valorisation de la datte algérienne. Mémoire d'Ingénieur agronome, INA. El-Harrach, Alger, 113 p.

- Matallah M.A.A., 2004.** Contribution à l'étude de la conservation des dates variété Deglet-Nour : Isotherme d'adsorption et de désorption. Mémoire d'Ingénieur agronome, INA. El-Harrach, 79 p.
- Mazoyer M., 2002.** Larousse agricole, le monde agricole au XXI<sup>ème</sup> siècle. Ed. Mathilde Majorel. 224 p.
- 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.
- Miettinen T.A., Puska P., Gylling H., Vanhanen H., Vartiainen E. 1995.** Reduction of serum cholesterol with sistostanol-ester margarine in a mildly hypercholesterolemic population. *The New England journal of Medicine*, 333, pp 1308-1312.
- Mohammed S., Shabana H.R., Mawloud E.A., 1983.** Evaluation and identification of Iraqi date cultivars. Fruits characteristics of fifty cultivars. *Date Palm Journal*, 2 (1), pp 27-55.
- Morelle J., 2003.** L'oxydation des aliments et la santé. Ed. Nouvelle Imprimerie Laballery, Paris, 250 p.
- Moon Y.J., Wang X., Morris M.E., 2006.** Dietary flavonoids: Effects on xenobiotic and carcinogen metabolism. *Toxicology in Vitro*, 20, pp 187-210.
- Multon J.L., 1991.** Techniques d'analyses et de contrôle dans les industries agroalimentaires. Vol.IV. Ed. Lavoisier. Tec & Doc, p 121-137.
- Munier P., 1973.** Le palmier dattier. Ed. Maisonneuve, Paris, 221 p.
- Mussner M.J., Parhofer K.G., Bergmann K.V., Schwandt P., Broedl U., Otto C., 2002.** Effects of phytosterol ester-enriched margarine on plasma lipoproteins in mild to moderate hypercholesterolemia are related to basal cholesterol and fat intake. *Metabolism*, 51 (2). pp 189-194.
- Myhara MM., Taylor M.S., Slominski B.A., Al-Bulushi I., 1998.** Moisture sorption Isothermes and chemical composition of Omani dates. *Journal of Food Engineering*, 37, pp 471-479.
- .Naczk M., Shahidi F., 2006.** Phenolics in cereals, fruits and vegetables: Occurrence, extractio and analysis. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. Article in press.
- Nawaz H., Shi J., Mittal G.S., Kakuda Y., 2006.** Extraction of polyphenols from grape seeds and concentration by ultrafiltration. *Separation and Purification Technology*, 48, pp176-181.

- Ndir B., Lognay G., Wathelet B., Cornelius C., Marlier M., Thonart P., 2000.** Composition chimique du nététu, condiment alimentaire produit par fermentation des graines du caroubier africain *Parkia biglobosa* (Jacq.) Benth. *Biotechnology Agronomic Society Environment*, 4 (2), pp 101-105.
- Nezam El-din., A.M., Ali L.M. 1982.** Study on the pigment contents of some varieties of date. *Journal of Research for Agriculture and Water Ressources* (Iraq), 1 , (2).
- Ould El Hadj M.D., Sebihi A.H., Siboukeur O., 2001.** Qualité hygiénique et caractéristique physico-chimique du vinaigre traditionnel de quelques variétés de dattes de la cuvette de Ouargla. *Revue Energie Renouvelable : Production et Valorisation-Biomasse*, pp 87-92.
- Ovesen L., Torben L., Hansen K., 1998.** Fatty acid composition and contents of trans monounsaturated fatty acids in frying fats, and in margarines and shortenings marketed in Danmark. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 75, pp 1079-1083.
- Owen P.L., Johns T., 1999.** Xanthine oxidase inhibitory activity of north eastern North American plant remedies used for gout. *Journal of Ethnopharmacology*, 64, pp 149-160.
- Pérez A.G., Olías R., Espada J., Olías J.M., Sanz C., 1997.** Rapid determination of sugar, nonvolatile acids, and ascorbic acid in strawberry and other fruits. *Journal of Agricultural Food and Chemistry*, 45, pp 3545-3549.
- Perret C., 2001.** Analyse de tanins inhibiteurs de la stilbène oxydase produite par *Botrytis cinerea* Pers. : Fr. Thèse Doctorale à l'Université de Neuchâtel (France).173 p.
- Peschel W., Sánchez-Rabaneda F., Diekmann W., Plescher A., Gartzía I., Jiménez D., Lamuela-Raventós R., Buxadreas S., Codina C., 2006.** An industrial approach in the search of natural antioxidants from vegetable and fruit wastes. *Food Chemistry*, 97, pp 137-150.
- Posta T-L., Gebauer S-K., Kris-Etherton P., 2006.** Dietary Omega-3 fatty acid intake and cardiovascular risk. *The American Journal of Cardiology*, 98, pp 3i-18i.
- Razi M., 1993.** Contribution à l'étude de la valeur nutritive du jus de datte de quatre variétés molles (Ghars, Itma, Tanslit et Takermoust ) en comparaison avec le miel d'abeille. Mémoire d'Ingénieur agronome, I.T.A.S. Ouargla, 66 p.
- Regnault-Roger C., Hadidane R., Biard J.F., Boukel K., 1987.** High performance liquid and thin-layer chromatographic determination of phenolic acids in palm (*Phoenix dactylifera*) products. *Food Chemistry*, 25, pp 61-71.
- Reynes M., Bouabidi H, Piombo G, Risterucci A.M., 1994.** Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie. *Fruit*, 49, (4), pp 289-298.

- Ribéreau-Gayon P., 1968.** Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod Paris, 254 p.
- Ribéreau-Gayon J., Peynaud E., Sudraud P., Ribéreau-Gayon P., 1972.** Sciences et techniques du vin. Tome 1. Ed. Dunod. Paris. 671 p.
- Rice-Evans C.A ; Miller N.J ; Paganga G. 1996.** Structure-antioxydant Activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Biology and Medicine*, 20, (7), pp 933-956.
- Robard K., Antolovich M., 1997.** Analytical chemistry of fruit bioflavonoids. *Analyst*, 122, pp 11-34.
- Roberfroid M., 2002.** Aliments fonctionnels. Ed. Tec & Doc-Lavoisier, p 308.
- Rodier J., 1997.** L'analyse de l'eau, eau naturelles, eau résiduares, eau de mer. Ed. Dunod, 8<sup>ème</sup> Edition, pp 57-65.
- Rodríguez M.A.R., Oderiz M.L.V., Hernandez J.L., Lozano J. S., 1992.** Determination of vitamin C and organic acid in various fruits by HPLC. *Journal of Chromatographie Science*, 30, pp 433-437.
- Rodríguez Vaquero M.J., Alberto M.R., Manaca de Nadra M.C., 2007.** Antibacterial effect of phenolic compounds from different wines. *Food Control*, 18, pp 93-107.
- Rolland R., 2004.** Antioxydants naturels végétaux. *Oléagineux Corps Gras et Lipides*, 11, (6), pp 419-424.
- Romani A., Ieri F., Turchetti B., Mulinacci N., Vincieri F.F., Buzzini P., 2006.** Analysis of condensed and hydrolysable tannins from commercial plant extracts. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 41, pp 415-420.
- Rossignol-Castra A., 2006.** conférence Ingrédients nutritionnels et Fonctionnels. Journées Aliments et Santé- La Rochelle. Document interne ITERG. ([http://www.iterg.fr/article.php3?id\\_article=648](http://www.iterg.fr/article.php3?id_article=648)).
- Sawaya W.N., Khalil J.K., Safi W.M., Al-Shalat A., 1983.** Physical and chemical characterization of three Saudi date cultivars at various stages of development. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 16, (2), pp 87-93.
- Sawaya W.N., Khtchadourian H.A., Khalil J.K., Safi W.M., Al-Shalat A., 1982.** Growth and Compositional Changes During the Various Developmental Stages of Some Saudi Arabian Date Cultivars. *Journal of Food Science*, 47, pp 1489-1497.
- Scalbert A., Morand C., Manach C., Rémésy C., 2002.** Absorption and metabolism of polyphenols in the gut and impact on health. *Biomedicine and Pharmacotherapy*, 56, pp 276-282.
- Serfaty-Lacrosniere C., Nigon F., Chauvois D., Neveu C., Chapman J. <sup>(1)</sup> ; Bruckert E., 2001.** Les phytostérols: Une nouvelle approche dans la prise en charge diététique de l'hypercholestérolémie. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 36, pp. 341-347.

- Siboukeur O., 1997.** Qualité nutritionnelle, hygiénique et organoleptique du jus de dattes. Thèse de Magister, INA. El-Harrach, Alger, 106 p.
- Siebert K.J., 1999.** Modeling the flavor thresholds of organic acids in beer as a function of their molecular properties. *Food Quality and Preference*, 10, pp 129-137.
- Silva E.M., Souza J.N.S., Rogez H., Rees J.F., Larondelle Y., 2007.** Antioxidant activities and polyphenolic contents of fifteen selected plant species from the Amazonian region. *Food chemistry*, 101, pp 1012-1018.
- Sioen I., Haak L., Raes K., Hermans C., De Henauw S., De Smet S., Van Camp J., 2006.** Effects of pan-frying in margarine and olive oil on the fatty acid composition of cod and salmon. *Food Chemistry*, 98, pp 609-617.
- Stahl W., Sies H., 2005.** Bioactivity and protective effects of natural carotenoids. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1740, pp 101-107.
- Stahl W., Sies H., 2003.** Antioxidant activity of carotenoids. [\*Molecular Aspects of Medicine\*, 24](#), pp 345-351.
- Teissedre P.L., Waterhouse A.L., Walzem R.L., German J.B., Frankel E.N., Clifford A.J., 1995.** Composés phénoliques du raisin et du vin et santé. Université de Californie, Davis. Mention d'honneur du jury 1995 de l'Academy Amarin, pp 23.
- Tir R.,** Extraction et analyse de l'huile de graine de sésame. Mémoire de Magister. USTHB, 122 p.
- Tortora G.J., Anagnostakos N.P., 1987.** Principes d'anatomie et de physiologie. 5<sup>ème</sup> édition, pp 688-693.
- Toutain G., 1977.** Eléments d'agronomie saharienne : de la recherche au développement. Ed. Jouve, paris, 276 p.
- Toutain G., 1996.** Rapport synthèse de l'atelier "Techniques culturelles du palmier dattier". In Options méditerranéennes, série, N° 28. Le palmier dattier dans l'agriculture d'oasis des pays méditerranéens. Ed. IAM, Zaragoza, Spain, pp 201-205.
- Vayalil P.K., 2002.** Antioxydant and antimutagenic properties of aqueous extract of date fruit (*Phoenix dactylifera.L . Arecaceae*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, pp 610-617.
- Vercauteren J., Cheze C., Triau J., 1996.** Polyphenols 96. Edition : INRA, Paris : pp 31-43.
- Vilkas M., 1992.** Vitamines. Ed. Hermann, 158 p.
- Vogt A., Thomas H., Schulze S., Steinhagen-Thiessen E., Kassner U., 2004.** Effect of phytosterol ester-enriched margarine and diet compared to diet on plasma lipids in hypercholesterolemic subjects. *74th EAS Congress, Seville, Spain*. pp 156.

- Wang L., Yen J.H., Liang H.L., Wu M.J., 2003. Antioxidant effect of methanol extracts from Lotus pulmule and Blossom (*Nulembo nucefera* Gerth). *Journal of Food and Drug Analysis*, 11, pp 60-66.
- Waller W.E., 1986. Flavone and flavonols. In: Harborne J.B ; The flavonoids : *Advances in Research Since*. Cambridge. Ed, UK: Chapman et Hall, 1994, pp 259-335.
- Wolfe K.I., Wu X., Liu R.H., 2003. Apple peels as a value-added food ingredient. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, pp 609-614.
- Wolff J.P., 1968. Manuel D'analyse des corps gras. Ed. Azoulay. 524 p.
- Yahiaoui 1998. Caractérisation physico-chimique et l'évolution du brunissement de la datte Deglet-Nour au cours de la maturation. Thèse de Magister, INA. El-Harrach, Alger ,103 p.
- Youssif A.K., Benjamin N.D., Kado A., Alddin S.M., Ali S.M., 1982. Chemical composition of four iraqi date cultivars. *Date Palm Journal*, 1, (2), pp 285-294.
- Zellag F., 2005. Etude des interactions polyphénols-protéines. Etude de cas : Extrait de *Rubus ulmifolius* avec de la protéine Sérum Albumine Bovine (BSA). Mémoire de Magister. Université de Bejaïa, 76 p.

**Sites Internet :**

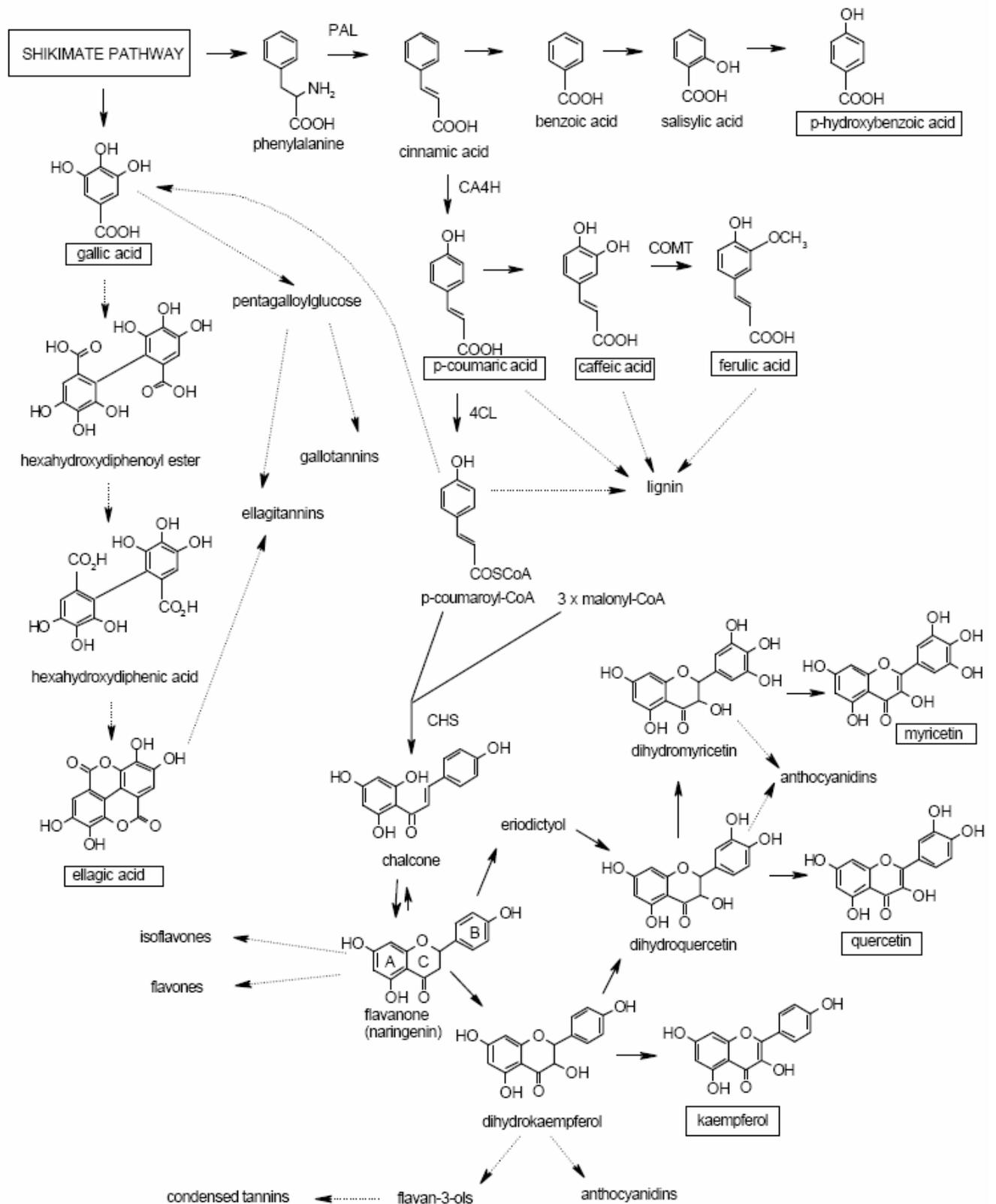
[www.fao.org](http://www.fao.org)

[http://www.atago.net/French/pop\\_knowledge.html](http://www.atago.net/French/pop_knowledge.html)

[www.saintfranciscar.net/13344.cfm](http://www.saintfranciscar.net/13344.cfm)

## *Anneses*

## *Anneses I*



**Fig 1 :** Biosynthèse des acides hydroxycinnamiques, flavonoides et les tanins.(Hakkinen, 2000).

Les flèches continues représentent les réactions bien caractérisées, catalysées par une seule enzyme.

Les flèches discontinues représentent les transformations qui requièrent des enzymes multiples, et sont moins caractérisées, ou varient selon les espèces.

Les enzymes : CA4H, acide cinnamique 4-hydroxylase ; CHS, chalcone synthase ; 4CL, 4-coumarate coenzyme A ligase ; PAL, phénylalanine ammonialyase.

**Tableau I.1:** Les anthocyanidines les plus souvent rencontrées dans les végétaux supérieurs.

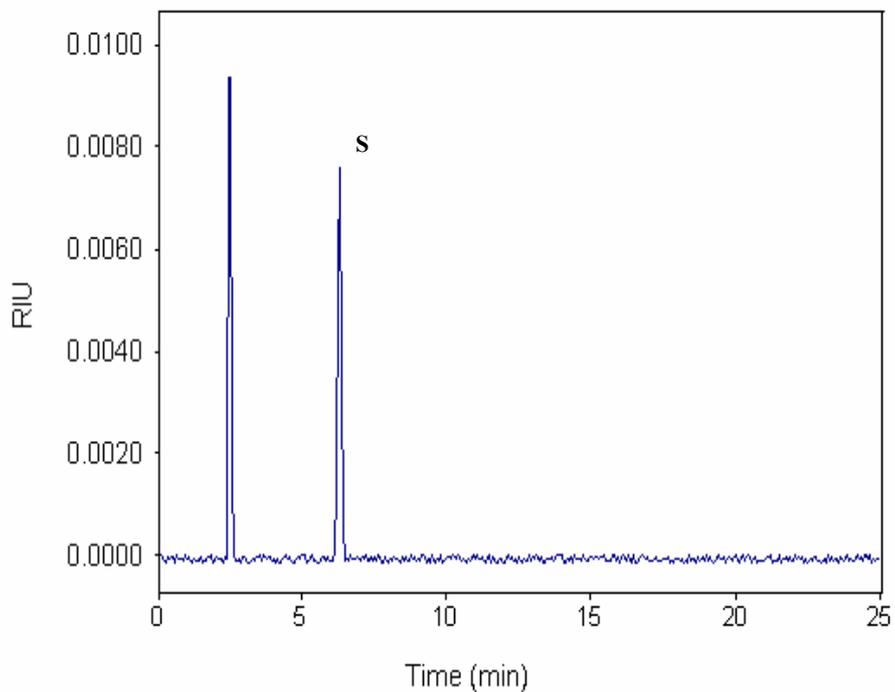
(Elhabiri, 1997)

Nom	Nomenclature	Sequence des substituants							couleur à pH<1
		3	5	6	7	3'	4'	5'	
Apigéninidine	Ap	H	OH	H	OH	H	OH	H	orange
Lutéolinidine	Lt	H	OH	H	OH	OH	OH	H	orange
Tricétinidine	Tr	H	OH	H	OH	OH	OH	OH	rouge
Pélargonidine	Pg	OH	OH	H	OH	OH	H	H	orange
Aurantinidine	Au	OH	OH	OH	OH	H	OH	H	orange
Cyanidine	Cy	OH	OH	H	OH	OH	OH	H	orange-rouge
5-Méthyl cyanidine	5MCy	OH	OMe	H	OH	OH	OH	H	orange-rouge
Péonidine	Pn	OH	OH	H	OH	OMe	OH	H	rouge
Rosinidine	Rs	OH	OH	H	OMe	OMe	OH	H	rouge
6-Hydroxy cyanidine	6OHCy	OH	OH	OH	OH	OH	OH	H	rouge
Delphinidine	Dp	OH	OH	H	OH	OH	OH	OH	violet
Pétunidine	Pt	OH	OH	H	OH	OMe	OH	OH	violet
Malvidine	Mv	OH	OH	H	OH	OMe	OH	OMe	violet
Pulchéliidine	Pl	OH	OMe	H	OH	OH	OH	OH	violet
Europinidine	Eu	OH	OMe	H	OH	OMe	OH	OH	violet
Capensinidine	Cp	OH	OMe	H	OH	OMe	OH	OMe	violet
Hirsutidine	Hs	OH	OH	H	OMe	OMe	OH	OMe	violet

**Tableau I.2:** Profil phénoliques de quelques variétés de dattes algériennes (Ghardaïa)  
par HPLC-DAD-MS (Mansouri et al., 2005).

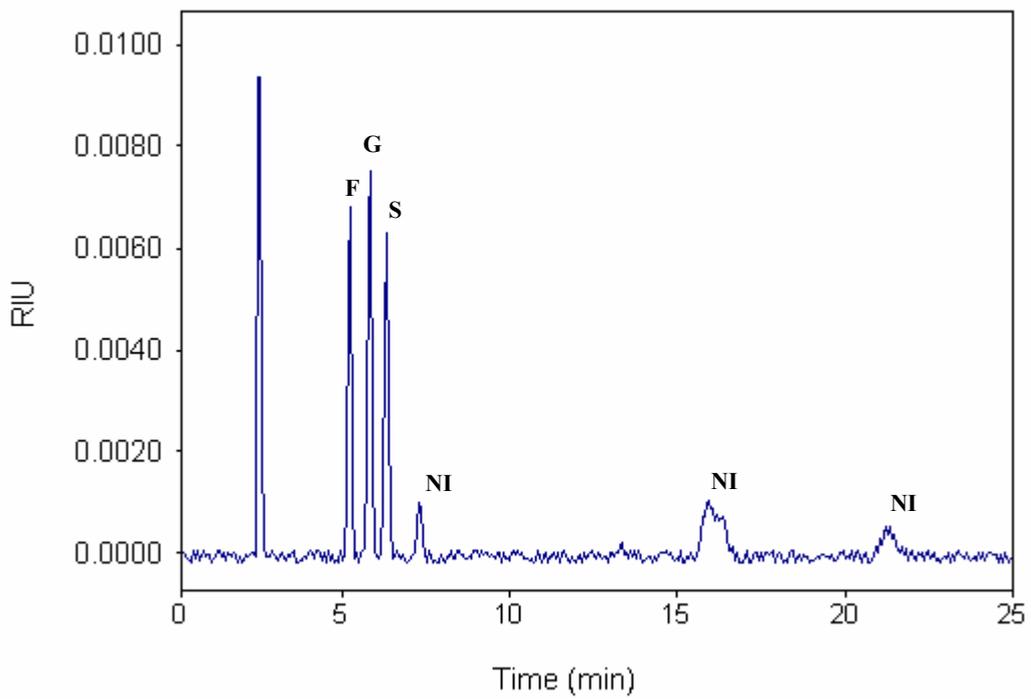
Variété de datte	Polyphénols identifiés
Deglet-Nour	Isomère d'acide 5-o-cafféoylshikimique Acide <i>p</i> -coumarique Acide férulique Acide sinapique Dérivé d'acide cinnamique Flavone glycoside Flavonol glycoside Xanthoxylène
Tantbouchte	Acide coumarique Dérivé d'acide caféique Acide hydrocaféique Acide <i>p</i> -coumarique Acide férulique Acide sinapique Dérivé d'acide cinnamique Flavone glycoside Flavone Flavonol glycoside Xanthoxylène
Ougherous	Dérivé d'acide coumarique Isomère d'acide 5- <i>o</i> -cafféoylshikimique Acide <i>p</i> -coumarique Acide férulique Acide sinapique Dérivé d'acide cinnamique  Flavone glycoside Flavonone glycoside
Tafiziouine :	Isomère d'acide 5- <i>o</i> -cafféoylshikimique Acide hydrocaféique Dérivé d'acide coumarique Acide férulique Acide sinapique Dérivé d'acide cinnamique Flavanone glycoside Flavone glycoside Xanthoxylène
Tazarzait :	Acide coumaroylinique Dérivé d'acide coumarique Isomère d'acide coumarique Isomère 5- <i>o</i> -cafféoylshikimique Isomère d'acide dactyliférique Acide hydrocaféique Acide <i>p</i> -coumarique Acide férulique Acide sinapique Dérivé d'acide coumarique flavone glycoside Xanthoxylène
Akerbouche :	isomère d'acide 5- <i>o</i> -cafféoylshikimique Acide <i>p</i> -coumarique Acide férulique acide sinapique dérivé d'acide cinnamique Flavone glycoside Flavonol glycoside Xanthoxylène

## *Annexe II*



**Fig I.1** : Chromatogramme du saccharose

<b>Retention time</b>	<b>Height</b>	<b>Area</b>
2,49	13.21	631120
6,30	6,30	81144



**Fig I.2 :** Chromatogramme des sucres de la dattes Mech-Degla

**F :** Fructose.

**G :** Glucose.

**S :** Saccharose

**NI :** Non identifié

<b>Retention time</b>	<b>Height</b>	<b>Area</b>
2,48	13,85	624680
5,24	3,80	48944
5,86	4,20	54096
6,35	3,50	45080
7,28	0,60	7728
13,31	0,10	1288
15,88	0,60	7728
16,27	0,40	5152
21,30	0,10	1288

- Colonne C<sub>18</sub>
- Phase mobile : Acétonitrile/eau (80 :20)
- T : 25 °C
- Détecteur : Spécifications RID-10A

Refractive index range	1 – 1.75 RIU
Noise level	Less than 2.5x10 <sup>-9</sup> RIU
Drift	Less than 1x10 <sup>-7</sup> RIU/hour
Range	A mode 0.01 – 500x10 <sup>-6</sup> RIU P and L* modes 1 – 5000x10 <sup>-6</sup> RIU
Response	0.05 – 10 seconds, 10 step selection
Polarity selection	With a switch
Zero point adjustment	Auto, Auto optical, and Fine
Flow cell volume	9 µL

- Solution **Carrez I** :

- Dissoudre l'acétate de zinc 21.9 g Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O ou 23.8 g de Zn ( CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · 3 H<sub>2</sub>O et 3 g d'acide acétique glacial dans 100 ml d'eau distillée.

- Solution **Carrez II** :

- Dissoudre du ferrocyanure de potassium, 10.6 g de K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> · 3H<sub>2</sub>O dans 100 ml d'eau distillée.

❖ **Dosage des sucres totaux (Méthode du Dubois)**

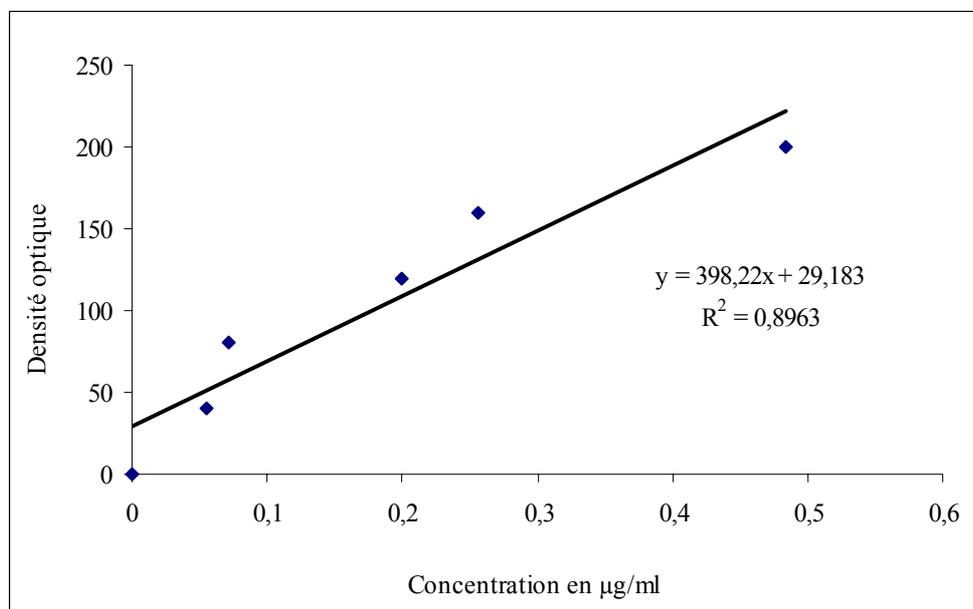
▪ **Principe**

Les sucres totaux sont d'abord extraits avec de l'eau distillée. Ils forment une coloration jaune-rouge avec le phénol et l'acide sulfurique dont l'intensité de la couleur est proportionnelle à la concentration des sucres.

• **Mode opératoire**

- Cette méthode consiste à préparer une gamme étalon à partir d'une solution de glucose à 0.05 % :
- Extraire les sucres de la datte comme suit : 10 g de matière fraîche dans 100 ml d'eau distillée ;
- Introduire dans des tubes à essais 2 ml d'extrait de datte ;
- Ajouter à la gamme étalon et les tubes à essais : 0.05 ml d'une solution de phénol à 80 % et 3 ml d'acide sulfurique concentré ;
- Agiter lentement et légèrement ;

- Laisser la réaction se faire pendant 10 mn à une température cde 25 à 30 °C (apparition de la couleur jaune-rouge) puis stopper la réaction par un courant d'eau froide ;
- La lecture de l'absorbance est faite à 490 nm.



**Fig I.3** : Courbe d'étalonnage du glucose

#### ☒ Solutions du test de Swift

- Solution de soude 0.1 % dans l'éthanol;
- Rouge de crésol à 0.2 % dans l'éthanol;
- Eau distillée neutralisée extemporanément en présence de rouge de crésol à 0.2 % par de la soude N/100;
- Solution indicatrice obtenue en dissolvant 0.1 g de rouge de crésol cristallisé dans 14.3 ml de solution de soude 0.1 N ajustée à 250 ml avec de l'eau distillée dans une fiole jaugée.

Conserver à obscurité cette solution peut servir quelques mois.

## *Annexe III*

## **I- Matériel utilisé**

- Appareil Kjeldhal , type Gerhardt ;
- Appareil Soxhlet ;
- Balance analytique OHAUS, type Adventurer ;
- Centrifugeuse, type Heettich, Rotanta/S ;
- Distillateur automatique VELP ;
- Etuve, type Heraeus ;
- HPLC, type Shimadzu ;
- Matériel courant de laboratoire ;
- Rotavapor, type Büchi R 200 ;
- Spectrophotometre d'Absorption Atomique, type SOLAAR, 969 AA ;
- Spectrophotometre UV- visible, type Shimadzu UVmini1240 ;
- CPG Chrompack CP 9003.