

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

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES BIOLOGIQUES ET DES SCIENCES AGRONOMIQUES

DEPARTEMENT DE BIOCHIMIE-MICROBIOLOGIE



## Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme Master académique

En Biotechnologie Microbienne

### Thème

Optimisation et caractérisation physico-chimique  
et microbiologique de la mélasse de dattes sèches.

Réalisé par

Mlle Aliouat Katila  
Mr Ben Mouhend Saïd Tayeb  
Mr Bourema Yacine

Soutenu devant le jury composé de

Mr MOUALEK I.	Président	Maître de Conférences classe A à l'UMMTO
Mme LEKSIR C.	Examinatrice	Maître de Conférences classe B à l'UMMTO
Mme BENAHMED DJILALI A.	Promotrice	Professeur à l'UMMTO

Année universitaire 2021 /2022

## **REMERCIEMENTS**

Nous tenons à remercier avant tout, **ALLAH** le tout puissant de nous  
avoir donné la santé, le courage, la volonté, la faculté et la  
patience de réaliser ce modeste travail

*Nous exprimons nos vifs remerciements à notre Promotrice **Madame BENAHMED  
DJILALI A.** qui nous a proposé ce travail mais surtout pour la confiance qu'il  
nous a témoigné. Nous ne saurâmes le remercier assez pour sa collaboration, sa  
disponibilité, son écoute et pour nous avoir donné les moyens et l'assistance  
nécessaire à la réalisation de notre travail. Qu'elle soit assurée de notre respectueuse  
Considération.*

*Nous tenons à remercier **Mr MOUALEK I.** pour l'honneur qu'il nous a fait d'avoir accepté la  
présidence du jury et d'évaluer ce travail*

*Nous exprimons également nos remerciements à **Mme LEKSIR C.** qui nous a fait l'honneur  
d'examiner ce travail*

*Nous tenons à remercier les ingénieurs et techniciens des laboratoires de microbiologie, de  
Physico-chimie et de pédologie de la Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences  
Agronomiques pour leur aide, leurs précieux conseils, leur gentillesse et leur disponibilité.*

*Nos hommages vont à tous nos Enseignants du Département de Biochimie Microbiologie pour  
avoir fortement contribué à enrichir nos connaissances. Enfin, nos remerciements  
s'adressent à toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail  
ou qui nous ont encouragé et soutenu à tout moment .*

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail que représente le titre de Ma fierté au cours de mon cycle d'étude. A vous très chers parents, je vous dis merci pour votre soutien moral et financier. Je vous suis très reconnaissante, votre fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses;*

*Mes très chers Grands- parents, qui m'ont soutenu, encouragé pour que je puisse mener à bien mes études, et qui attendu ce jour avec patience.*

*A mon unique frère Kouceïla , j'espère que vous trouverez le bonheur pendant toute la vie.*

*A mes deux frangines Thiziri et KENZA , qui m'ont toujours encouragé et poussé à donner le meilleur de moi-même.*

*A toute ma grandefamille ALIOUAT*

*À mes meilleures qui m'ont appuyé chacun à sa manière : Louisa, Mélissa , Aini, Céline et Sandra je vous remercie infiniment*

*À tous mes cousins, cousines, oncles et tantes*

*À mes deux chers camarades Yacine et Tayeb*

*Ainsi que tous les Collègues de ma promotion de Biotechnologie  
Microbienne 2 021/ 2022*

*Katila*

## *Dédicace*

*A mes très chers parents Saïdet Nora:*

*Affables, honorables, aimables : vous représentez pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Vos prières et votre bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que vous méritez pour tous les sacrifices que vous n'avez cessé de me donner.*

*Je vous dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, vous préserver et vous accorder santé, longue vie et bonheur.*

*Assia, celina, fouher, Saloua, souhila, Zouhir et khellaf:*

*Mes chers frères et sœurs qui m'ont été le support dans la vie, les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous. Je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite.*

*A toutes mes tantes et oncles.*

*A mes deux camarades Katila et Yacine*

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit du Primaire, du moyen, secondaire ou de l'enseignement supérieur.*

*A toute la promotion biotechnologie microbienne 2021/2 022.*

*Tayeb*

## *Dédicace*

*Avant tout je remercie Dieu de m'avoir donné le courage, la force et la patience pour réaliser ce mémoire.*

*Je dédie ce modeste travail à:*

*La mémoire de mon frère **Kamel** qui est toujours dans nos cœurs.*

*Mes chers parents **Hocine** et **Ourdia** qui ont œuvré pour ma réussite par votre soutien infini,*

*votre amour, toutes les sacrifices consentis et vos précieux conseils et votre présence dans ma*

*vie. J'espère que je serai une source de fierté pour vous.*

*Mes frères **Samir** et **Djamel** qui m'ont été d'une source de motivation et de soutien durant*

*mon parcours et à toute ma grandefamille **BOUREMA***

*Tous mes amis pour leurs encouragements*

*Tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.*

*Mes deux camarades **Tayeb** et **Katila** et à toute la promotion **biotechnologie microbienne***

*2021/2022*

*Yacine*

## Résumé

En Algérie, les dattes communes sont disponibles, mais elles posent un problème de conservation et de commercialisation. L'objectif de la présente étude, est transformer les dattes sèches de la variété *Mech-Degla* en mélasse (Rob). L'optimisation des conditions de fabrication de cette mélasse a été réalisée selon la méthode traditionnelle en appliquant le plan d'expériences composite centré.

La méthodologie de surface de réponse a été utilisée pour optimiser les conditions optimales de préparation de cette mélasse. Trois variables ont été étudiées à savoir : la Température de traitement thermique (T (°C)), le temps de traitement thermique (t(min)) et le temps de concentration du sirop (t(min)).

Les paramètres physico-chimiques (pH, HMF, taux de cendres, Total de Solides Solubles(TSS), teneur en eau et l'acidité, ...) et biochimiques (Taux de flavonoïdes et caroténoïdes) de 18 échantillons de mélasse de dattes sèches ont été déterminés. En outre, la qualité microbiologique et l'activité antimicrobienne de la de la meilleure mélasse optimisée ont été évaluées.

Les valeurs des variables optimales (température de traitement thermique,, temps de traitement thermique, et temps de cuisson) de fabrication de la mélasse de dattes sont respectivement: T=100,159 °C, temps de cuisson t= 240,527min et le temps de concentration t=90,2723min. Les réponses prévues de la mélasse optimisée sont TSS= 88,1156 (°Brix), HMF= 62,8473 (mg/kg) et % d'inhibition du DPPH = 105% avec une désirabilité globale de 94,46%.

**Mots clés :** Dattes sèches, transformation, sirop, optimisation, plan d'expériences composite centré, modélisation, qualité microbiologique et biochimique.

## Abstract

In Algeria, common dates are available, but they pose a problem of conservation and marketing. The objective of the present study is to transform dry dates of the Mech-Degla variety into molasses (Rob). The optimisation of the manufacturing conditions of this molasses was carried out according to the traditional method by applying the centred composite design of experiments.

The response surface methodology was used to optimise the optimal conditions for the preparation of this molasses. Three variables were studied, namely: the heat treatment temperature ( $T$  (°C)), the heat treatment time ( $t$ (min)) and the syrup concentration time ( $t$ (min)).

The physico-chemical (pH, HMF, ash content, Total Soluble Solids (TSS), water content and acidity, ...) and biochemical (flavonoid and carotenoid content) parameters of 18 dry date molasses samples were determined. In addition, the microbiological quality and antimicrobial activity of the best optimised molasses were evaluated.

The values of the optimal variables (heat treatment temperature, heat treatment time, and cooking time) for the manufacture of date molasses are respectively:  $T=100.159$  °C, cooking time  $t= 240.527$ min and concentration time  $t=90.2723$ min. The predicted responses of the optimised molasses are TSS= 88.1156 (°Brix), HMF= 62.8473 (mg/kg) and

DPPH inhibition % = 105% with an overall desirability of 94.46%.

**Key words:** Dry dates, processing, syrup, optimisation, centred composite design, modelling, microbiological and biochemical quality.

## Sommaire

### Liste des abréviations

### Liste des tableaux

### Listes des figures

### Résumé

### Introduction ..... 1

## Chapitre I: Palmier dattier et les dattes

1. Palmier dattier .....	3
1.1. Généralités sur le palmier dattier .....	3
1.2. Ecologie .....	4
1.3. Répartition géographique .....	5
a). Dans le monde .....	5
b). En Algérie .....	5
1.4. Taxonomie .....	5
1.5. Morphologie .....	6
1.6. Cultivars des dattes .....	6
2. Dattes .....	6
2.1. Description .....	6
2.2. Classification .....	7
2.3. Valeur nutritive .....	8
2.4. Usage traditionnel et effets thérapeutiques .....	8

## Chapitre II : Transformation technologique de dattes sèches (Mélasse de dattes)

1. Généralités sur la mélasse .....	10
2. Composition biochimique .....	10

3. Propriétés	11
3.1. Propriétés organoleptiques	11
a. Goût	11
b. Couleur	11
3.2. Propriétés physiques	12
Viscosité	12
Activité de l'eau	12
4. Activité photochimique	12
5. Utilisation	12
6. Méthodes d'élaboration	12
6. 1. Procédé par pressurage (méthode traditionnelle)	12
6. 2. Procédé par trempage dans de l'eau, à basse température	13
6. 3. Procédé par trempage dans l'eau à haute température	13
6. 4. Extraction avec enzymes (cellulase et pectinase)	13
6. 5. Extraction par diffusion	13
7. Bienfaits et valeur nutritionnelle	13

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

### **Chapitre III : Matériels et Méthodes**

1. Matériel végétal	15
2. Méthodes d'analyses	15
2.1. Fabrication de la mélasse de dattes	17
2.2. Analyses physico-chimique	20
2.2.1. pH (potentiel Hydrogène)	20
2.2.2. Taux d'humidité	21

2.2.3. Détermination de l'acidité titrable .....	21
2.2.4. Teneur en cendres .....	22
2.2.5. Degré Brix .....	23
2.2.6. Détermination de HMF .....	23
2.2.7. Dosage des sucres .....	24
2.2.8. Dosage des substances bioactives .....	26
2.2.8.1. Extraction et dosage des caroténoïdes .....	26
2.2.8.2. Dosage des flavonoïdes .....	27
2.2.9 Détermination de l'activité antioxydante (Test DPPH) .....	28
2.3. Analyse microbiologique .....	28
Recherche des germes .....	30
Dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM) .....	30
Dénombrement des levures et des moisissures .....	30
Dénombrement des Clostridium Sulfito-Réducteurs .....	30
Dénombrement des coliformes totaux et fécaux .....	31
2.4. Activité antimicrobienne .....	32

## **Chapitre IV : Résultats et discussion**

1. Analyses physicochimiques .....	35
2. Résultats d'analyses microbiologiques de la mélasse de dattes optimisée .....	47
3. Résultats de l'activité antibactérienne .....	49

<b>Conclusion générale .....</b>	<b>51</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>53</b>
<b>Annexes</b>	

## Liste des abréviations

**Ab** : Absorbance

**AlCl<sub>3</sub>** : trichlorure d'Aluminium

**Brix** : Taux de solides solubles

**CSR** : *Clostridium sulfito-réducteurs*

**D** : Facteur de dilution

**DO** : Densité optique

**DPPH** : 2,2 diphenyl-1-picryl hydrazyl

**FAO** : Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture.

**FTAM**: Flore Totale Aérobie Mésophile

**HMF**: Hydroxy-Méthyl-Furfural

**H** : Humidité

**HCL** : Chlorure d'hydrogène

**GN** : gélose nutritive

**MH** : Muller Hinton

**MS** : Matière sèche.

**pH** : Potentiel d'Hydrogène.

**Sr** : quantité des sucres réducteurs

**UV** : Ultra- violet

**VRBL** : Milieu lactosé bilié au cristal violet au rouge neutre.

**VF** : Milieu Viande-Foie.

## Liste des figures

<b>Figure 1:</b> <i>Phoenix dactylifera</i> L.....	3
<b>Figure 2 :</b> Carte de la répartition des zones d'observation et phoenicol en Algérie.....	5
<b>Figure 3 :</b> Datte entière (à gauche) et coupe longitudinale (à droite). Variété Aharetan.....	7
<b>Figure 4 :</b> Mélasse de dattes .....	10
<b>Figure 5:</b> Aspect des dattes de la variété <i>Mech-Degla</i> .....	15
<b>Figure 6 :</b> Lavage des dattes de la variété <i>Mech-Degla</i> .....	18
<b>Figure 7 :</b> a) : Morceaux de dattes <i>Mech-Degla</i> et b) : mélange dattes –eau.....	17
<b>Figure 8 :</b> Traitement thermique du mélange eau- morceaux de dattes au niveau du bain-marie.....	19
<b>Figure 9 :</b> Récupération d'extrait aqueux de dattes par filtration.....	19
<b>Figure 10 :</b> Concentration du jus de dattes sur une plaque chauffante.....	20
<b>Figure 11:</b> Aspect du sirop de dattes obtenu(rob) .....	20
<b>Figure 12 :</b> Réfractomètre CAUTION (S/N 280067).....	23
<b>Figure 13 :</b> étapes de dosage des flavonoïdes .....	27
<b>Figure 14:</b> Protocole expérimental d'analyses microbiologiques de la mélasse de dattes .....	29
<b>Figure 15:</b> Effet des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (Température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min <sup>o</sup> ) et temps de cuisson (min) sur le TSS (°Brix), a): Pareto plot, b): Surface de réponses.....	40
<b>Figure 16:</b> Effet des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (Température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min <sup>o</sup> ) et temps de cuisson (min) sur le HMF (mg/Kg), c): Pareto plot, d): Surface de réponses.....	41

**Figure 17:** Effet des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (Température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min°) et temps de cuisson (min) sur le pourcentage d'inhibition du DPPH, e): Pareto plot, f): Surface de réponse..... 42

**Figure 18 :** Effets de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le Total des Solides solubles (TSS) ..... 43

**Figure 19 :** Effets de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le taux des HMF de la mélasse de dattes ..... 44

**Figure 20 :** Effets de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le pourcentage de réduction du DPPH par la mélasse de dattes ..... 45

**Figure 21:** Effets des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min), et temps de cuisson (min)) sur la désirabilité ..... 46

## Liste des tableaux

<b>Tableau I</b> : Classification des dattes selon leur consistance .....	7
<b>Tableau II</b> : Composition biochimique de la mélasse de dattes.....	11
<b>Tableau III</b> : Conditions de la conception expérimentale, pour la fabrication de sirop de dattes basée sur le plan d'expériences composite centré à cinq niveaux .....	16
<b>Tableau IV</b> : Niveaux des variables utilisées pour la conception du plan composite centré ...	27
<b>Tableau V</b> : Valeurs de la gamme d'étalonnage des caroténoïdes .....	33
<b>Tableau VI</b> : Interprétation des diamètres des zones d'inhibition .....	34
<b>Tableau VII</b> : Résultats de la conception expérimentale, pour l'extraction de sirop de dattes basée sur le plan d'expériences composite centré à cinq niveaux (n=3) .....	35
<b>Tableau VIII</b> : Coefficients de régression des modèles de second ordre et leur signification .....	37
<b>Tableau IX</b> : Coefficients de régression des model de second ordre et leurs significative.....	39

# **Introduction générale**

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est considéré comme l'arbre des régions désertiques du globe connues pour leur climat chaud et sec. En raison de ses utilités alimentaires, écologiques, sociales et économiques, le palmier dattier est l'arbre fruitier le plus apprécié par les populations des oasis (Tirichine, 2010).

L'Algérie est un pays producteur de dattes (*Phoenix dactylifera* L) avec plus de 500 000 tonnes par an. La partie la plus importante de ce tonnage constitue les dattes communes. Celles-ci sont des variétés sèches à faible valeur marchande (Ben Abbes 2011). En 2017, la production de dattes communes en Algérie (*Degla-Beida* et *Mech-Degla*) a atteint 2,87 millions de quintaux (Ministère de l'agriculture, 2017). Ces dattes sont non commercialisées et sont soit jetées, soit destinées à l'alimentation animale. Le rejet de ces sous-produits est une véritable perte économique car ils sont riches en éléments nobles pouvant être valorisés (Chikhrouhou et al. 2006).

Les dattes sont particulièrement riches en glucides et en éléments minéraux notamment en K, Ca et Mg, les fibres diététiques et vitamines (El-Nagga et Abd El-Tawab, 2012). Elles sont aussi riches en sucres biodégradables d'environ 73 à 83% sur la base de la matière sèche dans les deux formes inversées, le glucose et le fructose (FAO, 2015).

Cependant, les dattes perdent jusqu'à 60% de leur qualité lors la période de stockage. Ainsi, une partie importante de dattes de faible valeur marchande est utilisée pour l'alimentation animale (Bouhlali et al. 2015). Cependant, il existe d'autres alternatives de valorisation telle que la production de sirop de dattes appelé Tahlaoute qui est traditionnellement préparé par les femmes pour une consommation essentiellement familiale. Récemment, on assiste à l'émergence de nouveaux circuits de commercialisation des produits de la transformation des dattes par une production de type "industriel" dans les coopératives comme la confiture, la pâte, le café ou un jus appelé Tassabounte (Sadiki et al. 2019).

L'Algérie ne dispose aucune technologie de transformation, à l'exception du conditionnement et de la production de pâtes «Ghars» à partir des dattes molles. Face à ce constat et pour remédier à cette situation pour mieux valoriser ce produit, il est utile d'optimiser les conditions de fabrication en vue une qualité meilleure du produit fini,. Le sirop de dattes est connu sous l'appellation "Dibs ou Rob" est fabriqué industriellement. Il est obtenu par cuisson des dattes dans l'eau chaude pour faciliter la diffusion des composés sucrés et aromatisés (Benhamed Djilali et al. 2012). Il se caractérise par un taux de solides solubles de l'ordre de 70° Brix, une couleur noire rougeâtre et un goût de dattes dont il est issu (Mimouni, 2015).

Comme tout produit biologique la mélasse de dattes subit au cours du temps des modifications qui ont une importance plus ou moins grande pour sa conservation. Il est donc utile de bien connaître les principaux facteurs qui peuvent altérer sa qualité dont la température est le principal facteur qui dégrade les sucres et conduisant ainsi à la formation d'HydroxyMéthylFurfural qui altère la qualité de mélasse de datte, donc dans le but d'étudier l'évaluation des effets du chauffage du mélasse de dattes à différentes températures sur les principaux paramètres de qualité du produit, nous avons effectué cette études qui a apporté

certaines informations de l'effet de température sur l'évolution d' H.M.F dans la mélasse de dattes

L'objectif principal de cette étude est de valoriser des dattes sèches variété « *Mech-degla* » en vue une meilleure élaboration d'un sirop de bonne qualité physico-chimique et microbiologique. L'optimisation des conditions d'élaboration de ce sirop a été réalisée en appliquant le plan d'expériences.

Ce mémoire comporte deux parties complémentaires

- La première partie constitue une revue bibliographique qui renferme deux chapitres, le premier présente des généralités sur les palmiers dattiers et les dattes, et le second est consacré à la technologie de transformation des dattes sous forme sirop.

- Une deuxième partie expérimentale consacrée à la présentation des protocoles, les différentes méthodologies mises en place et les résultats interprétés.

Les deux parties se terminent avec une conclusion générale, perspectives et références.

---

# **Chapitre 1**

## **Palmier dattier et les dattes**

---

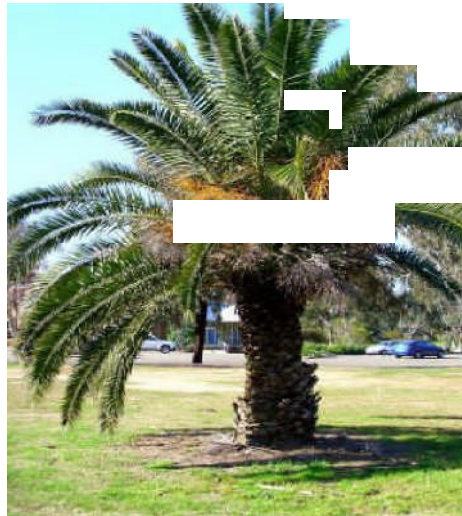
### 1. Palmier dattier

#### 1.1. Généralités

Le nom scientifique du palmier dattier: *Phoenix dactylifera* L., dérive du mot «Phoenix» qui signifie dattier chez les phéniciens et dactylifera qui provient du terme grec «dactylos », qui signifie doigt, illustrant la forme du fruit (Djerbi, 1994).

Le palmier dattier (*Phœnix dactylifera* L.) (Figure 1) est l'une des plantes cultivées, les plus anciennes de l'humanité. Il a été utilisé comme nourriture pendant 6000ans, il pourrait être utilisé pour sa valeur nutritionnelle, sanitaire et économique remarquable, en plus de ses avantages esthétiques et environnementaux. Par ailleurs, il est à souligner que chaque partie du palmier est utile (Boulouiza Nouara et Bouchiha Nesrine, 2018)

Le palmier dattier est une espèce de grande taille, dioïque, monocotylédone, il appartient à la famille des *Arecaceae* (*Palmae*), cette famille compte environ 235 genres et 4000 espèces (Munier, 1973).



**Figure 1:** *Phoenix dactylifera* L. (Messaid, 2007)

#### 1.2. Ecologie

Le palmier dattier est cultivé comme arbre fruitier dans les régions chaudes, arides et semi-arides, et du fait de sa grande variété il peut s'adapter à de nombreux environnements (Gilles, 2000). Il s'adapte à tous les sols et il est sensible au cours de la période de pollinisation et pendant la maturation (Munier, 1973 ; Toutain, 1979).

### 1.3. Répartition géographique

#### a). Dans le monde

La datte est un fruit produit par plus d'une trentaine de pays dans le monde, s'élève à environ 8,52 millions de tonnes. La datte constitue la 15ème production fruitière mondiale, de superficie de 1,09 millions d'hectares (FAO, 2018).

Le palmier dattier est l'une des espèces cultivées les plus anciennes de la région du Moyen-Orient et de l'Afrique du Nord. Il est aujourd'hui également cultivé dans de nombreuses régions arides et semi-arides du monde entier (Jingyuan Xia, 2020).

Il est cultivé intensivement en Asie, qui occupe la première position avec 60 millions d'arbres (Arabie saoudite, Bahreïn, Émirats arabes unis, Iran, l'Irak, le Koweït, Oman, Pakistan, Turkménistan et Yémen), tandis que l'Afrique est en deuxième position avec 32,5 millions de palmiers dattiers (Algérie, Égypte, Libye, Mali, Maroc, Mauritanie, Niger, Somalie, Soudan, Tchad et Tunisie) (FAO, 2013).

L'Espagne est le seul pays européen qui cultive principalement des dattes dans ses fameuses palmeraies d'Elche (Toutain, 1996).

Aux États-Unis d'Amérique, le palmier dattier a été introduit au 18ème siècle. Sa culture a commencé dans les années 1900 avec des importations de variétés irakiennes (Bouguedoura, 1991; Matallah, 2004). Le palmier dattier est également cultivé à petite échelle au Mexique, en Argentine et en Australie (Matallah, 2004).

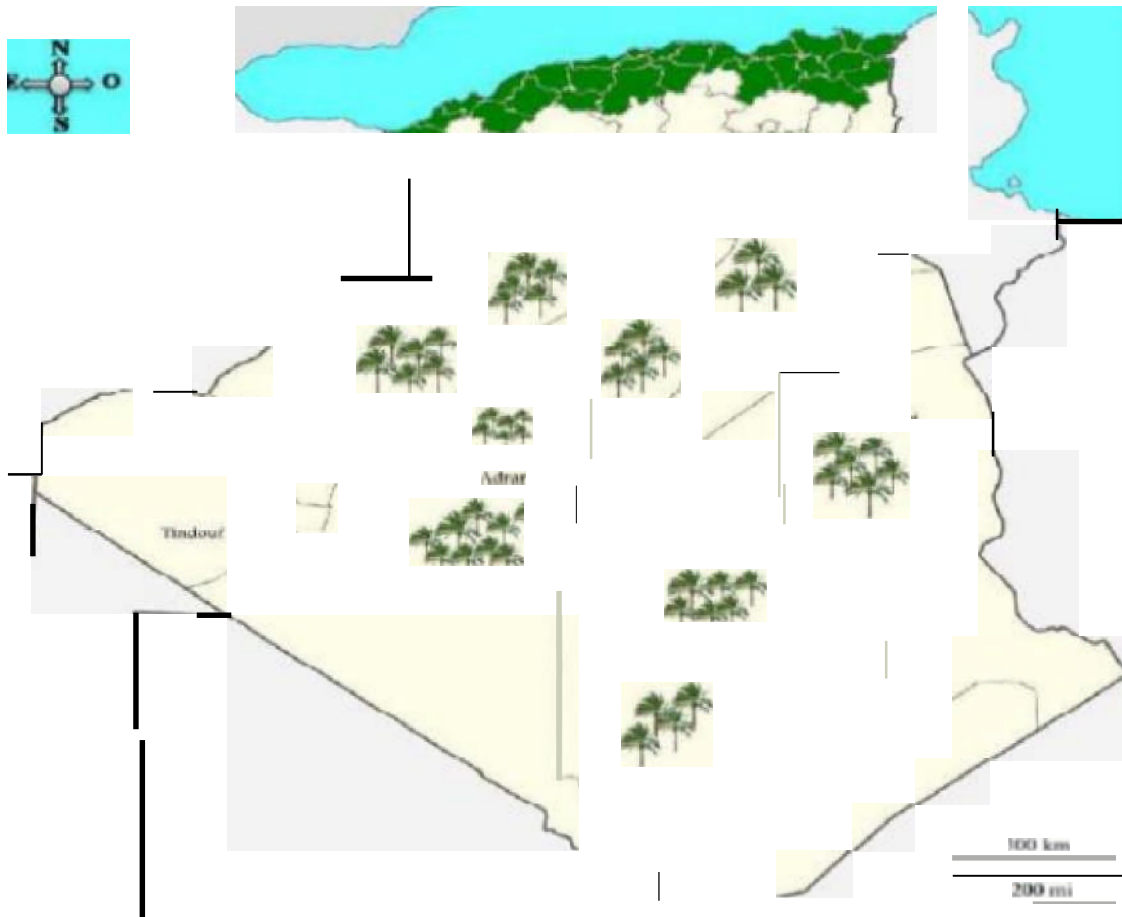
#### b). En Algérie

L'Algérie est classée au troisième rang mondial des pays producteurs de dattes. En 2020, compte d'ailleurs plus de 1000 variétés de ce fruit (Rahmouni, 2020)

Elle occupe la première place dans la production de la variété *Deglet-Nour*, qui est très appréciée par les consommateurs soit sur les marchés nationaux et internationaux atteint les 200 000 tonnes par an (Bensalah, 2019)

La palmeraie est essentiellement concentrée dans le sud-est, son importance décroissant en allant vers l'ouest et le sud (Gourchala, 2015).

En Algérie, les dattes ne sont pas cultivées que dans 17 wilayas (Figure 2). La superficie occupée par les palmiers dattiers est de 103.129 ha, elle varie d'une wilaya à une autre. Les superficies les plus importantes concernant les wilayas de Biskra et El Oued, chacune avec 53.533 ha soit 52%, soit plus de la moitié de la superficie totale occupée par les dattes (Makhloufi, 2010).



**Figure 2 :** Carte de la répartition des zones d'observation et phoenicol en Algérie

(El Barnaoui, 2016).

### 1.4. Taxonomie

Le nom scientifique du palmier dattier *Phoenix dactylifera* L, fait également référence au légendaire oiseau égyptien qui s'est réveillé de ces cendres et au palmier dattier, qui renouvelle la végétation lorsqu'il est partiellement brûlé (Van Zyl, 1983).

De la famille des *Arécacées* (Palmacées (*Palmacées*) appartenant aux Angiospermes Monocotylédones, D'après Dransfield et Uhl, (1986), la classification botanique du palmier dattier est la suivante:

**Embranchement :** Phanérogames.

**Sous-embranchement:** Angiospermes.

**Classe :** Monocotylédones.

**Groupe :** Phoenocoides.

**Ordre :** Palmales.

**Famille :** *Arecaceae*.

**Sous-famille:** *Coryphoideae*.

**Genre :** *Phoenix*.

**Espèce :** *Phoenix dactylifera* L. (Linne, 1734).

### 1.5. Morphologie

Le palmier dattier est composé de trois parties essentielles qui sont: un système racinaire, le stipe et la partie aérienne ou la couronne, un organe végétatif constitué du tronc et de feuilles et un organe reproductif composé d'inflorescences mâles ou femelles

### 1.6. Cultivars des dattes

Il existe de nombreuses variétés de dattes, mais seules quelques-unes sont commercialement importantes et différent par leur goût, leur texture, leur forme, leur couleur, leur poids et leur taille (Djerbi, 1994; Buelguedj, 2001).

Il existe plus de 940 types de dattes en Algérie, les principaux types cultivés sont : *Mech-Degla*, *Ghars*, *Degla-Beida*, *Tafezouine* et *Deglet-Nour* (Hannachi et al. 1998).

## 2. Dattes

### 2.1. Description

Les dattes sont généralement des baies rectangulaires ou rondes et sont composés de noyaux durs et visqueux entourés de pulpe. Elles sont composées de deux parties, une partie comestible et une autre non comestible.

La partie non comestible : est constituée de graine ou de noyau dur entouré de chair  
La partie comestible : dite chair ou pulpe, est constituée d'une coque extérieure, qui a un mince film de cellulose. les graines sont entourées d'une zone interne de teinte plus claire et de structure fibreuse, le péricarpe interne réduit en parenchyme, il se distingue par des mésocarpes attrayants et fibreux (Espiard, 2002).

Les dattes varient considérablement en taille, allant de 2 cm à 8 cm de longueur et de 2 à 8 g de poids, selon le type. Leur couleur va du blanc cassé au noir et noir dégradé par un rouge plutôt foncé et un brun ambré (Djerbi, 1994).

La figure 3 montre clairement la structure d'une datte avec ses différentes parties telles que le péricarpe, le mésocarpe, l'endocarpe et la graine.

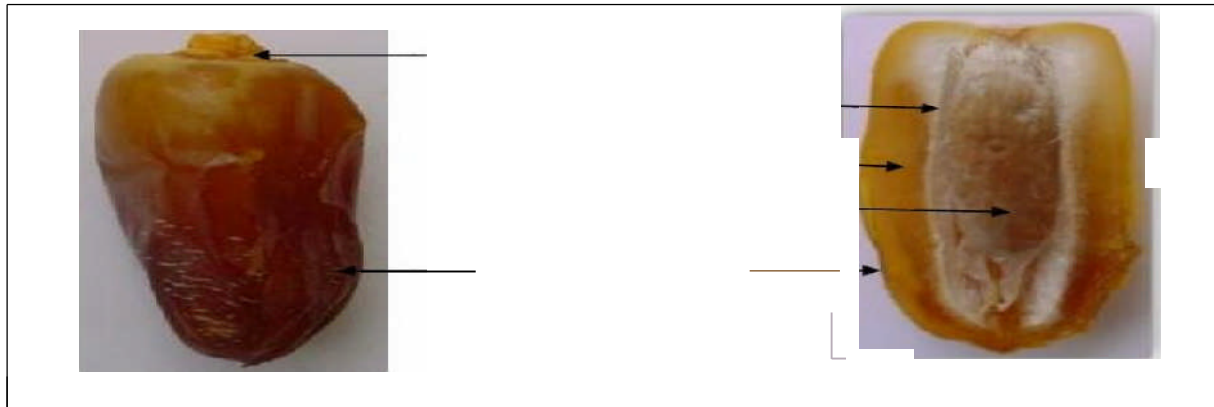


Figure 3 Datte entière (à gauche) et coupe longitudinale (à droite). Variété Aharetan

## 2.2. Classification

D'après Espiard (2002), la consistance de la datte est variable, et sur cette base les dattes sont divisées en trois catégories (Tableau. I).

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

Consistance	Caractéristiques	Variétés et pays
Dattes molles	Taux d'humidité supérieur ou égal à 30%, elles sont à base de sucres invertis (fructose, glucose) tel que <i>Ghars</i> , <i>Hamraia</i> , <i>Litima</i> .....etc.	<i>Ghars</i> (Algérie), <i>Ahmer</i> (Mauritanie), <i>Kashram</i> et <i>Miskhrani</i> (Egypte et Arabie Saoudite)
Dattes demi-molles	20 à 30% d'humidité, elles occupent une position intermédiaire à l'exception de la <i>Deglet-Nour</i> , dattes à base de saccharose par excellence.	<i>Deglet-Nour</i> (Algérie), <i>Mahjoul</i> (Mauritanie), <i>Sifri</i> et <i>Zahidi</i> (Arabie Saoudite).

Dattes sèches	dures, avec moins de 20% d'humidité, riche en saccharose. Elles ont une texture farineuse telle que <i>Mech-Degla</i> , <i>Degla Beida</i> ..... etc	<i>Degla Beida</i> et <i>Mech-Degla</i> (Tunisie et Algérie) et <i>Amsrie</i> (Mauritanie)
---------------	--	--

### 2.3. Valeur nutritive

La datte représente un excellent aliment à haute valeur nutritionnelle et énergétique (Toutain, 1979 ; Gilles, 2000), en raison de sa forte teneur en sucre qui fournit une valeur énergétique élevée. Elle contient également des protéines qualitativement équilibrées et des sucres réducteurs que le corps peut facilement digérer. Ce fruit est également riche en minéraux plastiques comme le Ca, le Mg, le P, le S et en minéraux catalytiques tels que le Fer et le Mn. Le profil vitaminique de la datte se caractérise par une teneur importante en vitamine du groupe B. Ce complexe intervient dans le métabolisme des glucides, des protéines et des lipides (Tortora et al. 1987).

### 2.4. Usage traditionnel et effets thérapeutiques

Les dattes sont des fruits nutritifs avec des niveaux élevés en fibres et des concentrations importantes en minéraux, vitamines et antioxydants qui permettent le bon fonctionnement de l'organisme. Ces fruits constituent une excellente source de composés phénoliques et flavonoïdes. Ces composés photochimiques bloquent les radicaux libres et protègent le corps contre le cancer et les maladies dégénératives (Duke, 1992 ; Khare, 2007).

Selon ces derniers auteurs, les dattes ont traditionnellement été utilisées par plusieurs populations pour diverses raisons notamment

Le traitement de l'hypertension artérielle;

Utilisées en combinaison avec d'autres remèdes naturels contre les hémorroïdes

Réduire le risque de colite et de cancer de côlon et apporter un soulagement

La décoction de dattes convient aux maladies inflammatoires, soulage la sécheresse et renforcent le système immunitaire. Les dattes ont des vertus thérapeutiques contre les maladies cardiovasculaires, l'ostéoporose et les problèmes intestinaux.

## Chapitre I: Généralités sur le palmier dattier et les dattes

Selvam (2008), a signalé l'importance des dattes dans le traitement symptomatique de l'inflammation, des douleurs thoraciques et de la constipation, grâce à ces minéraux abondants, sont également utilisées comme complément alimentaire idéal pour les personnes souffrant d'anémie (Khare, 2007; Selvam, 2008).

---

## **Chapitre II**

### **Technologie de transformation de dattes sèches (mélasse de dattes)**

---

---

## 1. Généralités sur la mélasse

La mélasse de dattes est un produit alimentaire fabriqué à partir de plusieurs variétés de palmier dattier connue localement sous le nom (Rob Tmer) ou «Dibs» dans le monde arabe. C'est un produit épais-brun foncé (Figure 4). Sa viscosité et sa faible humidité empêche la croissance de micro-organismes et augmente sa durée de conservation pendant 24 mois (Mimouni et Siboukeur, 2011).

Ce sirop de dattes concentré se caractérise par un goût purement sucré. Il est considéré comme un sucre inverti naturellement car il contient approximativement les mêmes proportions de glucose et de fructose et faible quantité de saccharose. Il est utilisé généralement pour son pouvoir sucrant (Glasner et *al.* 2003).



**Figure 4 :** Mélasse de dattes

## 2. Composition biochimique

Les dattes contiennent principalement un mélange de sucres aux propriétés différentes. Mais d'un point de vue alimentaire, elles ont la même valeur énergétique (Mimouni, 2009). La composition biochimique de mélasse de dattes se résume dans le Tableau II.

**Tableau II:** Composition biochimique de la mélasse de dattes (Al-Hooti et *al.*

Composants	Teneur(%)
Teneur en eau	16
Teneur en cendres	6,8
Solides totaux	84
Sucres totaux	79,45
Sucres invertis	74,83
Protéines totales	0,83
Lipides totaux	1,98
Pectines	1,46
Vitamine C (mg/100g)	0,185
Minéraux (mg/1 00g)	
Sodium	13
Potassium	202,8
Magnésium	7,8
Fer	143
Calcium	388

### 3. Propriétés

#### 3.1. Propriétés organoleptiques

##### a. Goût

Le sirop de datte a un goût relativement sucré en raison de son édulcorant qui a une teneur élevée en fructose. Son goût relatif à la datte à laquelle il est issu (Entezari et *al.* 2004).

La plupart des édulcorants ont un arrière- goût superposé à la douceur en raison d'impuretés parfois non identifiables qui rendent la classification dans les trois saveurs principales (salé, acide, ou amer) (Multon et Lepatre, 1984).

##### b. Couleur

D'après Abdelfattah, (1990), le sirop de dattes dans des bouteilles transparentes peut devenir noir et rouge. Selon Munier, (1973), le sirop de dattes est un produit stable avec une couleur légèrement brune.

### **3.2. Propriétés physiques**

#### **a. Viscosité**

La viscosité est une propriété physique importante de la mélasse de dattes, elle augmente au fur et à mesure que la teneur en eau diminue. Elle est responsable d'un haut degré de douceur en proportion au TSS du sirop. Cette propriété est importante permet de maintenir la qualité du produit pendant deux ans et empêche la croissance de microorganismes (Abdelfattah, 1990). Une mélasse d'une matière sèche de 72 à 75% et présente une viscosité de 500 centipoises (Guerin et *al.* 1982).

#### **b. Activité de l'eau**

D'après Mimoun, (2009), la mélasse de dattes a une très faible activité de l'eau, ce qui inhibe la croissance microbienne. Par conséquent, il est facile de conserver le miel à température ambiante pendant une longue durée.

### **4. Activité photochimique**

La mélasse de dattes est une source importante d'antioxydants tels que les flavonoïdes, les acides phénoliques, l'acide ascorbique et les caroténoïdes responsables de l'activité antioxydante (Abbès et *al.* 2013). Ces substances bioactives empêchent la dégradation de l'hydrogène, combattent les radicaux libres et la décomposition des peroxydes (Fontaine et *al.*, 2002 ; Atmani et *al.* 2009). Par conséquent, les antioxydants sont considérés bénéfiques pour la santé humaine car ils réduisent le risque de maladies dégénératives et de certains types de cancer (Soobrattee et *al.* 2005).

### **5. Utilisation**

En raison de son pouvoir sucrant considérable, la mélasse de dattes peut être utilisée dans la fabrication de crèmes glacées, de boissons, de confiseries de pâtisseries, de mélange de pâte et de confiture, ou consommée directement (Barreveld, 1993 ; Abbes et *al.* 2011).

Ce produit sucré est fortement recommandée pour le traitement des maladies du foie et des femmes enceintes avant et après l'accouchement (Al-Mamary et *al.* 2011). Il est aussi utilisé comme édulcorant et liant pour les comprimés (Alanazi, 2010) , et comme un agent aromatisant pour les produits laitiers comme le lait fermenté (Abbes et *al.* 2015).

### **6. Procédés de fabrication**

#### **6. 1. Procédé par pressurage (méthode traditionnelle)**

Le principe de ce procédé repose sur la méthode de conditionnement, qui se fait généralement dans des sacs en toile, comme un moyen de conservation des dattes molles (Ibrahim et Khalil, 1997).

Les dattes sont rincées avec de l'eau afin de les nettoyer, ceci favorise l'absorption de l'eau.

Pour ce procédé on obtient un miel traditionnel qui est un produit naturel à haute concentration avec l'arôme, le goût et la couleur de la datte utilisée (Atef et Mohamed, 1998).

Cependant, ce procédé se caractérise par un faible rendement qui varie de 10 à 15% de son poids (Mimouni, 2015). Certains facteurs tels le poids de la datte, la température et l'humidité élevée influencent le productivité de ce miel.

### **6. 2. Procédé par trempage dans de l'eau, à basse température**

Les dattes sont trempées dans l'eau tiède pendant plusieurs heures, après filtration et élimination des fibres et noyaux, l'extrait obtenu à nouveau chauffé à feu doux pour évaporer l'eau et augmenter sa concentration. Ce procédé a un inconvénient qui est la concentration de la mélasse obtenue qui n'est pas toujours la même, et souvent faible, il y'a donc un risque de fermentation (El-Ogaidi, 2000).

### **6.3. Procédé par trempage dans l'eau à haute température**

Cette méthode est la plus courante en Irak, elle consiste à immerger les dattes dans l'eau chaude (à haute température jusqu'à 90°C). L'extraction de la mélasse se fait par chauffage et utilisation directe ou indirecte de la vapeur d'eau, cela permis une meilleure extraction. Le jus obtenu après filtration contient des impuretés libérées de la solution sucrée par saturation (Mimouni, 2009).

Le miel obtenu se caractérise par une couleur foncée avec un goût et une odeur de sucre brûlé due à l'application d'une température élevée (Hassan, 2000).

### **6. 4. Extraction avec enzymes (cellulase et pectinase)**

Cette extraction est basée sur l'immersion de la pâte des dattes dans l'eau et son maintien à l'ébullition suivie d'une filtration, la solution est traitée par voie enzymatique (cellulase et pectinase) pour la clarification (Chikhrouhou et *al.*, 2006 ; Al-Sharnoubi et *al.* 2014).

### **6. 5. Extraction par diffusion**

Cette méthode est basée sur le trempage de dattes pendant 24heures dans l'eau à 80°C. principe est basé sur le passage, et selon la loi de diffusion par transport passif, le jus est extrait après passage par décantation, puis il est épaissi pour obtenir un produit concentré avec un degré de Brix compris entre 72 et 75, une température de 60°C. Cette température étant choisie pour éviter la déstabilisation des sucres (Mimouni et Siboukeur, 2011).

## **7. Bienfaits et valeur nutritionnelle**

La composition chimique et la valeur nutritionnelle de la mélasse de dattes ont été bien étudiées (Al Hooti et *al.*, 2002; Abbès et *al.* 2011). Ce sirop concentré est riche en énergie, en glucides et en minéraux solubles et insolubles, en fibres alimentaires, en acides aminés et en acides organiques. Cependant, il contient également un mélange très complexe d'autres polysaccharides, polyphénols et caroténoïdes. En plus de ses composés nutritionnels, la mélasse de dattes est riche en antioxydants qui sont considérés comme bénéfiques pour la santé humaine, car ils réduisent le stress oxydatif et inhibent l'oxydation macromoléculaire, réduisant ainsi le risque de maladies dégénératives et de certains cancers (Soobratte et *al.* 2005).

La mélasse de dattes est riche en vitamines du groupe B : vitamine B3 (1,7 mg), vitamine B5 (0,8 mg), vitamine B6 (0,15 mg) et vitamine B2 (0,10 mg) (El Arem et *al.* 2011).

D'après Alanazi (2010), la teneur en vitamine C présente dans la mélasse de dattes est

de 0,1 85mg/a1 00g. Les quantités importantes de minéraux dans les dattes en font un super aliment qui renforce les os. Le calcium et le fer en particulier jouent un rôle important dans le traitement de l'anémie et l'enrichissement de notre alimentation en calcium (Siboukeur, 1997).

## **Matériel et méthodes**

## 1. Matériel végétal

Les dattes de la variété *Mech-Degla* ont été utilisées pour la fabrication de la mélasse (ROB). Ces dattes sèches (Figure 5) ont été achetées au niveau du marché de la ville de Tizi-Ouzou en mois d'avril 2022. Elles sont de provenance de la région Sud-est (Wilaya de Biskra), et ont été cueillies durant la période s'étalant du mois d'octobre ou- Novembre 2021.

Cette variété de dattes se présente sous forme d'un tube cylindrique, avec une extrémité légèrement plus étroite et de couleur beige clair avec une teinte brune. L'épicerpe est ride, peu brillant et cassant. La peau mésodermique n'a presque pas de chair, de consistance sèche et texture fibreuse (Buelguedj, 1996).



**Figure 5:** Aspect des dattes de la variété *Mech-Degla*

Le choix de cette variété est justifié par les critères suivants :

- Sa qualité gustative, son abondance au niveau national et sa facilité de conservation (dattes sèches avec une faible teneur en eau qui est inférieure à 20%).
- Dattes sèches ayant une valeur technologique importante.
- Faible valeur marchande.
- **Appareillage et réactifs**
- L'ensemble d'appareillages, petit matériel et réactifs chimiques utilisés dans cette étude est détaillé dans l'annexe n°2.

## 2. Méthodes d'analyses

La partie expérimentale comprend quatre étapes :

1. Optimisation des conditions de fabrication de sirop de dattes (rob) selon la méthode traditionnelle en appliquant le plan d'expériences composite centré.
2. Caractérisation physico-chimique des sirops élaborés.
3. Caractérisation microbiologique du sirop de dattes optimisé
4. Activité antimicrobienne.

### 2.1. Optimisation des conditions de fabrication de sirop de dattes

L'optimisation des conditions de fabrication de sirop de dattes (Rob), nécessite l'utilisation d'un matériel stérile (bêchers, entonnoirs, spatules) et de gants afin d'éviter toute contamination.

Nous avons préparé 18 sirops en appliquant le plan d'expériences composite centré (Tableau III).

**Tableau III:** Conditions de la conception expérimentale, pour la fabrication de sirop de dattes basée sur le plan d'expériences composite centré à cinq niveaux.

Expériences	Facteurs						Réponses °Brix(%) HMF Flavonoïdes Caroténoides H%
	Variables codées			Variables normales			
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$T[°C]$	t couisso	t[ <i>min</i> ]	
1	-1	-1	-1	72,0	144,0	42,0	...
2	1	-1	-1	93,0	144,0	42,0	...
3	-1	1	-1	72,0	216,0	42,0	...
4	1	1	-1	93,0	216,0	42,0	...
5	-1	-1	1	72,0	144,0	78,0	...
6	1	-1	1	93,0	144,0	78,0	...
7	-1	1	1	72,0	216,0	78,0	...
8	+ 1	+ 1	+ 1	93,0	216,0	78,0	...
9	-1.682	0	0	65	180,0	60,0	...
10	+1.682	0	0	100	180,0	60,0	...
11	0	-1.682	0	82,5	120	60,0	...
12	0	+1.682	0	82,5	240	60,0	...
13	0	0	-1.682	82,5	180,0	30	...
14	0	0	+1.682	82,5	180,0	90	...
15	0	0	0	82,5	180,0	60,0	...
16	0	0	0	82,5	180,0	60,0	...
17	0	0	0	82,5	180,0	60,0	...
18	0	0	0	82,5	180,0	60,0	...

La méthodologie de surface de réponse a été utilisée pour optimiser les conditions optimales de préparation de sirop de dattes *Mech-Degla*. Trois variables ont été étudiées à savoir : la Température de traitement thermique (T (°C)), le temps de traitement thermique (t(min)) et le temps de concentration du sirop (t(min)).

Le tableau IV, présente les niveaux des variables étudiées pour la conception du plan composite centré.

**Tableau IV:** Niveaux des variables utilisées pour la conception du plan composite centré.

Variables	Etiquette	niveaux codés				
		-1.682	-1	0	1	1.682
$x_1$	Température de traitement thermique[°C]	65	72	82.5	93	100
$x_2$	Temps de traitement thermique[ <i>min</i> ]	120	144	180	216	240
$x_3$	Temps de concentration [ <i>min</i> ]	30	42	60	78	90

▪ **Méthode de fabrication de sirop de dattes (Rob)**

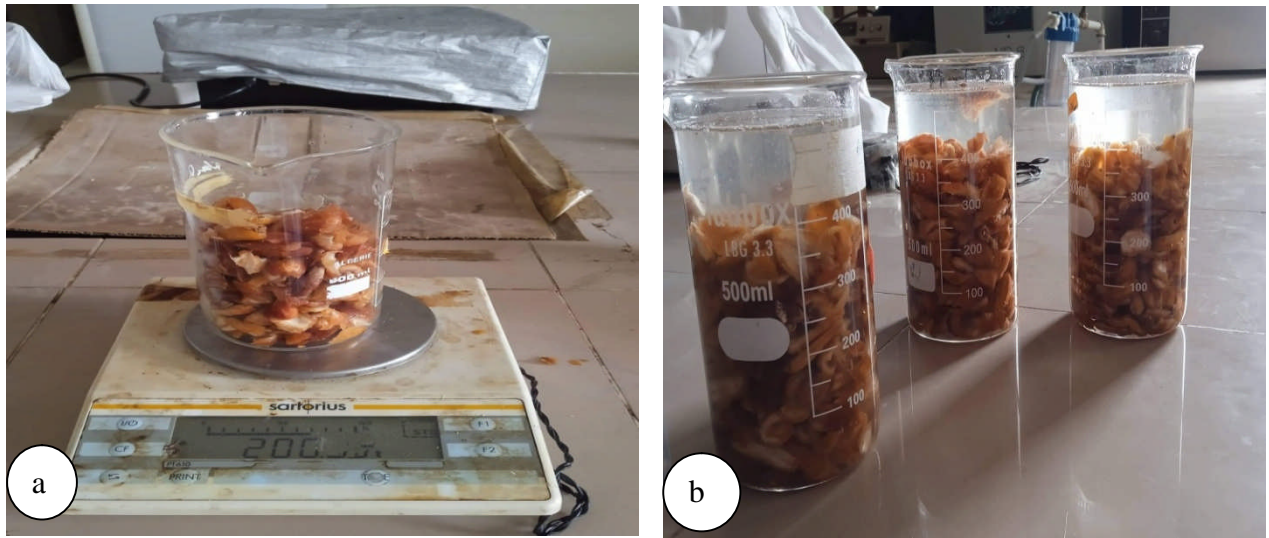
Nous avons adopté la méthode traditionnelle telle préconisée par Mimouni et Siboukeur (2011), pour la fabrication de sirop de dattes *Mech-Degla*. Les étapes respectées pour cette fabrication sont résumées comme suit :

1. Les dattes ont subi un lavage (Figure 6), puis un égouttage afin d'éliminer les particules de terre, les grains de sable, la poussière et les débris des végétaux.
- 2.



**Figure 6 :** Lavage des dattes de la variété *Mech-Degla*

2. Les dattes ont subi un coupage en petits morceaux (Figure 7) afin d'augmenter la surface de contact entre fruit et l'eau. Le rapport eau /dattes coupées respecté (Figure 7.b) est de : 200g dattes/400 g d'eau afin d'extraire le maximum de jus de dattes.



**Figure 7 :** a) : Morceaux de dattes *Mech-Degla* et b) : mélange dattes –eau

3. Le mélange a subi un traitement thermique dans le bain-marie(Figure 8) et une homogénéisation de temps en temps.



**Figure 8 :** Traitement thermique du mélange eau- morceaux de dattes au niveau du bain-marie.

4. Le jus de dattes (extrait aqueux) a été récupéré suite à une filtration en utilisant une gaze stérile (Figure 9).



**Figure 9** : Récupération d'extrait aqueux de dattes par filtration

5. La concentration du jus de dattes obtenu a été réalisée par chauffage direct sur une plaque chauffante réglée à 100 °C (Figure 11). Cette opération a pour but d'éliminer l'eau libre du sirop afin d'éviter son altération et d'augmenter sa durée de conservation.



**Figure 10** : Concentration du jus de dattes sur une plaque chauffante.

Et enfin après la concentration des sirops élaborés durant des temps de concentration bien déterminés, nous avons obtenu des sirops colorés en marron-rouge, visqueux et sirupeux (Figure 11 ).



**Figure 11:** Aspect du sirop de dattes *Mech-Deglat* obtenu (Rob).

## 2.2. Analyses physico-chimiques

L'ensemble des analyses physico-chimiques ont été réalisées au niveau du laboratoire commun physico-chimique de la faculté de Sciences Biologiques, de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

### 2.2.1. Détermination du pH (Potentiel d'Hydrogène)

Le pH des sirops de dattes élaborés a été déterminé par la méthode potentiométrique en utilisant un pH mètre (NF V 05-108, 1997).

#### Mode opératoire

- Peser 4g de l'échantillon dans 100ml d'eau distillée chaude ;
- Broyer le mélange et laisser refroidir ;
- Etalonner le pH mètre en utilisant une solution tampon ;
- Prélever un volume V de l'échantillon suffisamment important pour permettre l'immersion de l'électrode ;
- Noter ensuite la valeur du pH.

### 2.2.2. Taux d'humidité

La teneur en eau est définie comme étant la perte de poids subie lors de la dessiccation. Le séchage a été réalisé dans une étuve à  $105 \pm 03^\circ\text{C}$  jusqu'à avoir un poids constant.

#### Mode opératoire

- Peser les capsules propres et puis les tarer ;

- Peser dans chaque capsule 5g de l'échantillon, et les placer dans l'étuve ;
- Retirer les capsules de l'étuve, les placer dans un dessiccateur, après refroidissement, on les pèse.

### Expression des résultats

L'humidité est déterminée selon la formule suivante :

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

Soit :

H(%) : humidité

M<sub>1</sub> : masse de la capsule + la matière fraîche avant séchage en (g) ;

M<sub>2</sub> : masse de la capsule + la matière après séchage (g) ;

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

La teneur en matière sèche est calculée selon la relation suivante :

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

### 2.2.3. Détermination de l'acidité titrable (AOAC, 2005)

Le principe de cette méthode consiste en un titrage de l'extrait de mélasse de datte avec une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (0,1N) en présence de phénophtaléine comme indicateur de couleur (NF V 05-101, 1974).

#### Mode opératoire

- Peser 10g de l'échantillon ;
- Placer l'échantillon dans une fiole conique, puis ajouter 70ml d'eau distillée récrément bouillie et refroidie, puis mélanger jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène ;
- Chauffer le contenu au bain marie pendant 30min ;
- Refroidir, transvaser quantitativement le contenu de la fiole conique dans une fiole jaugée de 100ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec l'eau distillée, bien mélanger puis filtrer.
- Additionner 10ml du filtrat à 10ml d'eau distillée ;
- Ajouter trois gouttes de phénophtaléine et tout en agitant, titrer avec de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

#### Expression des résultats

L'acidité est déterminée selon la relation suivante:

$$A(\%) = \frac{175 \times V_1}{V_0 \times M}$$

Soit :

M : masse de la mélasse de dattes en gramme ;

$V_0$  : volume en ml de la prise d'essai ;

$V_1$  : volume en ml de la solution NaOH à 0,1N.

#### 2.2.4. Teneur en cendres

La technique consiste à calciner l'échantillon à 550 °C dans un four à moufle jusqu'à l'obtention des cendres de couleur blanche et de poids constant, la température est augmentée progressivement de manière à éviter une calcination violente du produit (NF V 05-113,1972).

##### Mode opératoire

- Peser 5g de l'échantillon dans des creusets en porcelaine;
- Placer les creusets dans un four à moufle fermé; à une température de  $550^{\circ}\pm 15^{\circ}\text{C}$  jusqu'à l'obtention d'une couleur blanchâtre de poids constant ;
- Retirer les creusets du four et les mettre à refroidir dans le dessiccateur, puis les peser.

##### Expression des résultats

La teneur en cendres est calculée en utilisant la formule suivante :

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

Soit :

**MO** : matière organique en (g) ;

**$M_1$**  : masse de creuset + la prise d'essai en (g) ;

**$M_2$**  : masse de creuset après incinération en (g) ;

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

Soit :

$$Tc\% = 100 - MO\%$$

**Tc** : Taux de cendres.

#### 2.2.5. Total des Solides Solubles (Brix)

Le Brix est déterminé par lecture directe à l'aide d'un réfractomètre (Figure 12). Il est défini comme étant le taux de sucre exprimé en g pour 100g de sirop de dattes. Un degré Brix compris entre 70 à 75% permet la conservation de la mélasse de dattes au-delà de deux ans (Mimouni et Siboukeur, 2011).



**Figure 12** : Réfractomètre CAUTION (S/N 280067)

### 2.2.6. Détermination d'HMF

- **Principe**

Le taux d'HMF de la mélasse de dattes fabriquée a été évalué. La méthode est basée sur la mesure des absorbances des mélasses élaborées et celle d'un sirop de référence (sirop commercialisé) à deux longueurs d'ondes (284 nm puis 336 nm) à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible (Amri et *al.* 2007).

- **Mode opératoire**

Une masse de 5 grammes de mélasse de datte est dissoute dans 25 ml d'eau distillée. Un volume de 0,5 ml de carrez I (hexacyanoferrate de potassium à 15%) et un volume de 0,5 ml de la solution de carrez II (acétate de zinc à 30%) y sont additionnés. Le mélange est ajusté à 50 ml avec l'eau distillée. Des gouttes d'éthanol sont ajoutées pour éliminer la mousse. Après filtration, un volume de 5 ml de chaque solution initiale est introduit dans deux tubes à essais : dans le premier tube, 5 ml d'eau distillée y sont ajoutés (solution échantillon) ; dans le second tube, 5 ml de la solution métabisulfite de sodium (0,2%) y sont additionnés (solution de référence). l'ensemble est homogénéisé puis laissé au repos pendant une heure de temps.

➤ Expression des résultats

L'absorbance est lue à 284 nm puis à 336 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UVVIS (UV-9200) et la teneur en HMF est donnée par l'équation suivante :

$$\text{HMF (mg/kg)} = (A_{284} - A_{336}) \times 149,7 \times 5 \times D/M$$

**D** : facteur de dilution. Lorsque l'absorbance est supérieur à 0.6, les aliquotes d'analyse et de référence sont diluées avec l'eau distillée et avec la solution métabisulfite de sodium, respectivement

**M** : masse de l'échantillon de mélasse de dattes

**A284 et A336** : absorbances respectives à 284 nm et à 336 nm

**149,7** : constante

### 2.2.7. Dosage des sucres

Pour le dosage des sucres, deux catégories de sucres ont été mis en évidence à savoir: les sucres totaux et les sucres réducteurs.

#### Mode opératoire

Avant de lancer les dosages, deux solutions Fehling A et B et les deux filtrats 1 et 2 de compositions suivantes ont été préparés:

##### Filtrat 1

- Peser 10g de l'échantillon dans un bécher de 100ml ;
- Ajouter 2,5ml d'acétate de plomb,
- Remplir jusqu'au 2/3 du volume de bécher avec l'eau distillée ;
- Agiter à plusieurs reprises et laisser reposer pendant 15min ;
- Ajuster avec d'eau distillée à 100ml ;
- Homogénéiser et filtrer sur un papier filtre et récupérer le filtrat.

##### Filtrat 2

- Prélever 50ml du filtrat 1 et ajouter 5ml d'HCl concentré ;
- Chauffer le mélange au bain marine à 70°C pendant 5 min ;
- Neutraliser avec NaOH (10N) en présence de phénolphtaléine à 1%.

#### 2.2.7.1. Dosage des sucres totaux

##### Mode opératoire

- Prélever 5ml de la solution Fehling A et 5ml de la solution Fehling B;

- Ajuster jusqu'à 100ml avec l'eau de robinet;
- Chauffer le contenu jusqu'à ébullition durant 2mn ;
- Titrer par le filtrat 2 obtenu jusqu'à la disparition de la couleur bleue ;
- Ajouter 2 gouttes de bleu de méthylène jusqu'à ce que la coloration bleue soit remplacée par une coloration marron cuivrée ;
- Noter le volume de filtrat(2)  $V_2$ .

#### Expression des résultats

La quantité des sucres totaux dans la prise d'essai est donnée par la formule suivante :

$$S_T = \frac{500}{V \times (V_2 - 0,05)} \times 10$$

Soit :

$S_T$  : quantité des sucres totaux (g/100ml) ;

V : volume de la prise d'essai (ml);

$V_2$  : volume du filtrat(2) utilisé au titrage (ml).

#### 2.2.7.2. Dosage des sucres réducteurs

##### Mode opératoire

- Introduire 5ml de la solution Fehling A et 5ml de la solution Fehling B dans un bécher de 500ml ;
- Ajuster jusqu'à 100ml avec l'eau de robinet ;
- Chauffer le contenu jusqu'à l'ébullition durant 2min ;
- Titrer par le filtrat 1 jusqu'à ce que la teinte bleue disparaisse ;
- Ajouter 2 gouttes de bleu de méthylène et continuer le titrage jusqu'à ce que la coloration bleue devienne rouge brique;
- Arrêter le titrage et noter le volume du filtrat 1 dépensé  $V_1$ .

#### Expression des résultats

La quantité de sucres réducteurs estimée dans la prise d'essai est calculée selon la formule suivante :

$$S_R = \frac{240}{V \times (V_1 - 0,05)}$$

Soit :

$S_R$  : quantité des sucres réducteurs (g/100ml) ;

V : volume de la prise d'essai (ml) ;

$V_1$  : volume du filtrat(1) utilisé au titrage (ml).

### 2.2.8. Dosage des substances bioactives

#### ➤ Extraction et dosage des caroténoïdes

Les caroténoïdes sont extraits par la méthode de Sass- kiss et *al.* (2005) en utilisant un mélange de deux solvants.

#### Mode opératoire

- 20 ml du mélange (hexane / Acétone / éthanol) (2V : 1V : 1V) sont ajoutés à 0,5 g de la mélasse de dattes.
- Agitation du mélange pendant 30 min.
- Récupération de la phase supérieure.
- 10 ml d'hexane sont ajoutés pour la 2<sup>ème</sup> extraction,
- Le mélange des deux phases a été utilisé pour le dosage des caroténoïdes totaux par spectrophotomètre à 450nm.

#### Courbe d'étalonnage des caroténoïdes

##### Préparation de la solution mère

- Passer 2 mg de carotène dans 10 ml d'éthanol
- Incuber 30min à l'ombre
- Mesure de la densité optique à 450nm ;

##### Préparation des dilutions

Les valeurs de la gamme d'étalonnage des caroténoïdes sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau V** : Valeurs de la gamme d'étalonnage des caroténoïdes

Dilutions	$10^{-1}$	$10^{-2}$	$10^{-3}$	$10^{-4}$	$10^{-5}$	$10^{-6}$	$10^{-7}$	$10^{-8}$	$10^{-9}$
Densité optique (DO à 450nm )	1,44	0,937	0,145	0,118	0,075	0,106	0,129	0,079	0,108
Concentrations (mg/L)	200	2	0,2	0,02	$2 \times 10^{-3}$	$2 \times 10^{-3}$	$2 \times 10^{-3}$	$2 \times 10^{-3}$	$2 \times 10^{-3}$

Les concentrations des caroténoïdes ont été estimées en se référant à la courbe d'étalonnage en utilisant la solution mère de  $\beta$ -carotène et les résultats sont exprimés en mg/100g de matière sèche.

➤ **Dosage des flavonoïdes**

La méthode trichlorure d'aluminium  $\text{AlCl}_3$  (Kosalec et al. 2004) a été utilisée pour quantifier les flavonoïdes de la mélasse de dattes.

**Mode opératoire**

Le diagramme ci-dessous présente les différentes étapes respectées pour doser les flavonoïdes mélasse de datte.

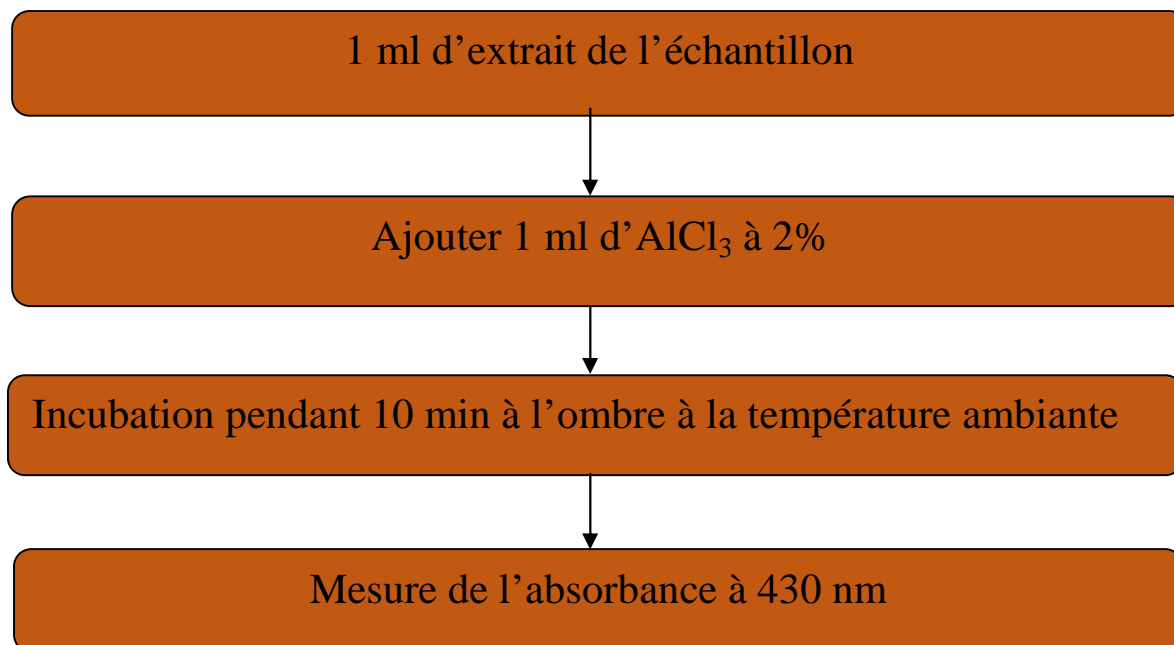


Figure 13 : étapes de dosage des flavonoïdes (Kosalec et al, 2004).

**Courbe d'étalonnage**

La quantification des flavonoïdes a été faite en fonction d'une courbe d'étalonnage linéaire selon la méthode d' $\text{AlCl}_3$  en utilisant comme standard la Quercétine.

**Expression des résultats**

La teneur en flavonoïdes est exprimée en milligramme d'équivalent de Quercétine par gramme de poids sec de l'extrait (mg EQ/g d'extrait).

**2.2.9. Détermination de l'activité antioxydante (Test DPPH)**

Les dix-huit échantillons de mélasse de dattes fabriqués sont testés pour leur activité antioxydante. Cette dernière a été déterminée par la mesure de la capacité des antioxydants de cette mélasse à piéger le radical DPPH.

**Principe**

L'activité antioxydante des échantillons de mélasse de dattes étudiés a été évaluée par l'activité antiradicalaire au radical DPPH (2,2- DiPhényl-1-PicrylHydrazyl) (Test DPPH). Cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants présents dans la mélasse à neutraliser le radical DPPH\*, qui est un radical libre (Cavaret *et al.* 2009). L'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans la mélasse (Gadow *et al.* 1997).

**Préparation des extraits aqueux de la mélasse**

0,25 g de chaque échantillon de mélasse est introduit dans 10 ml d'eau distillée

**Préparation du réactif DPPH**

- Mélanger 80 ml de méthanol avec 20 ml d'eau distillée.
- Ajouter 0,004 g du réactif DPPH,
- Agiter et couvrir avec le papier aluminium

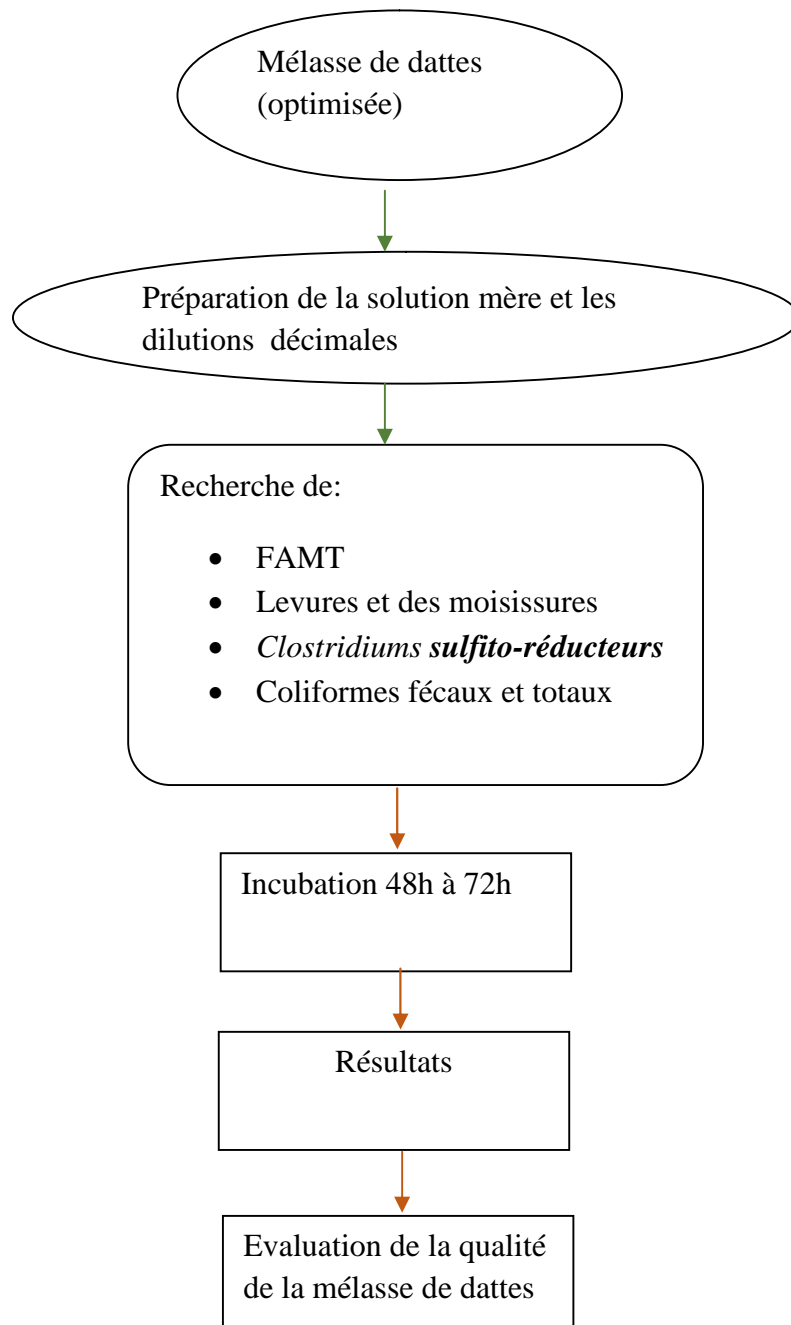
**Mode opératoire**

- Ajouter 0,1 ml de chaque extrait dans 2,9 ml de DPPH préparé.
- Incuber à l'obscurité pendant 30 min.
- Mesurer de la densité optique à 517 nm (Kim *et al.* 2002).
- 

**2.3. Analyse microbiologique**

La présente étude a été réalisée dans le laboratoire pédagogique de microbiologie de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (UMMTO). L'objectif de cette étude est de déterminer la qualité microbiologique de la meilleure mélasse de dattes (optimisée).

Afin d'effectuer les différentes analyses pour évaluer la qualité microbiologique de notre échantillon, nous avons adopté le protocole développé dans la figure 14



**Figure 14:** Protocole expérimental d'analyses microbiologiques de la mélasse de dattes.

## Recherche des germes

### ➤ Recherche de la Flore Aérobie Mésophile Totale (FAMT) (Technique d'ensemencement en masse)

-Faire fondre la gélose PCA au bain Marie à 100 °C

. -A partir des dilutions décimales introduire 1 ml dans les boites de Pétri.

-Couler la gélose fondue en surfusion, et bien homogénéiser en faisant des mouvements en huit.

. -Après gélification de la gélose PCA, les boites sont incubées à 30 °C pendant 72 heures.

- Dénombrement des boites a été réalisé à l'aide d'un compteur de colonies dont le nombre des colonies doit être compris entre 30 et 300.

### ➤ Recherche et dénombrement de levures et moisissures

La recherche et le dénombrement de cette flore ont été effectués sur le milieu Sabouraud comme suit :

-Faire fondre la gélose Sabouraud au bain Marie à 100 °C.

- Couler la gélose fondue et laisser solidifier

. -A partir des dilutions décimales introduire 100 µl à la surface des boites de Pétri, et bien étaler avec un étaloire ; puis les mettre dans l'étuve à 25 °C pendant 72 heures.

- Dénombrement des boites ayant un nombre compris entre 30 et 300 colonies (on dénombre les levures à part et les moisissures à part).

### ➤ Recherche et dénombrement des *Clostridium sulfito-réducteurs*

Pour le dénombrement des *Clostridium-sulfitoréducteurs* (CSR) :

-Liquéfier les tubes de la gélose Viande- Foie, et ajouter quelques gouttes d'Alun de fer et sulfite de fer.

-On fait subir un choc thermique aux dilutions (mettre les dilutions dans un bain Marie à 80 °C pendant 10 minutes puis les refroidir à l'eau de robinet).

-Prélever 5 ml de chaque dilution et ensemercer avec, les tubes Viande-Foie en surfusion, bien homogénéiser et ajouter quelques gouttes d'huile de vaseline puis incuber à 37°C pendant 48 heures

-Les colonies noires ont été dénombrées.

➤ **Dénombrement des coliformes**

- **Dénombrement des coliformes totaux**

La gélose VRBL préalablement fondue et refroidie estensemencée par 1mL des dilutions  $10^{-1}$  et  $10^{-2}$  puis les boîtes sont incubées à 37°C pendant 24 à 48 heures (NF ISO 4832 : 2006). Les boîtes contenant 15-150 colonies rouges et ayant au moins 0.5 mm de diamètre sont retenues pour lecture.

- **Dénombrement des coliformes fécaux**

Le dénombrement des coliformes fécaux a été effectué selon la même technique du dénombrement des coliformes totaux sur milieu solide VRBL mais avec une incubation à 44°C (Joffin et Joffin, 2010).

A fin de dénombrer les bactéries à partir des différents dilutions on utilise la formule suivante :

$$N = \frac{\text{Nombre des colonies retenue}}{Vmln1 + 0,1n2 * d} \times 10$$

**N** : nombre des colonies des boites interprétables UFC /g.

**V** : Volume de solution déposé dans les boites (1ml).

**n1** : nombre de boites considérées à la première dilution retenue.

**n2** : nombre de boites considérées à la seconde dilution retenue.

**d** : facteur de la première dilutions retenue.

### 3.2.4. Activité antimicrobienne

L'évaluation de l'activité antibactérienne de notre extrait aqueux de mélasse de dattes a été effectuée sur 2 souches microbiennes : *Staphylococcus aureus* MU 50 et *Escherichia coli* ATCC 25922.

#### ▪ Principe

L'activité antibactérienne de notre extrait aqueux de mélasse de dattes a été effectuée par la méthode de diffusion sur gélose en mesurant le diamètre de la zone d'inhibition produite autour des disques après la durée d'incubation à la température du germe testé (Benjelali et al. 1986).

#### ▪ Milieux de culture

Le milieu de culture utilisé est la gélose nutritive (GN) pour le repiquage des bactéries et la gélose Mueller Hinton (MH) pour réaliser l'antibiogramme.

#### ▪ Préparation de l'extrait

L'extrait aqueux de la mélasse de dattes a été préparé comme suit :

Dissoudre 0,25 g d'échantillon de mélasse de dattes dans 10 ml d'eau distillée, puis conserver au réfrigérateur pendant 72 heures.

#### ▪ Préparation des disques

Des disques de papier Wattman de 6mm de diamètre ont été préparés et mis dans un tube à essai pour les stériliser dans un autoclave et les garder jusqu'à leur utilisation.

#### ▪ Préparation des prés cultures

Les souches bactériennes à tester (*Staphylococcus aureus* MU 50 et *Escherichia coli* ATCC 25922) ont été cultivées dans des boîtes Pétri contenant de la gélose nutritive et incubées pendant 18 à 20 h à 37°C.

#### ▪ Standardisation des cultures bactériennes

A l'aide d'une pipette Pasteur, nous avons prélevé quelques colonies de chaque souche précultivée, bien isolées et parfaitement identiques et ont été mises dans 10 ml d'eau physiologique stérile. La suspension bactérienne est bien homogénéisée. La densité optique de chaque suspension a été mesurée à une longueur d'onde de 620 nm, l'absorbance doit être comprise entre 0,08 et 0,1 selon Benhammou et al. (2008).

### Mode opératoire

- Les disques préparés ont été imbibés de 10 µl de l'extrait.
- La gélose Mueller-Hinton stérile a été coulée dans des boîtes de Pétri de 90 mm de diamètre jusqu'à une épaisseur de 4 mm puis laissées refroidir.

- Les boîtes de Pétri ont étéensemencées par des souches bactériennes isolées par écouvillonnage à l'aide d'un écouvillon stérile, en tournant chaque fois la boîte environ 60° de telle sorte à assurer une distribution homogène des bactéries.
- A l'aide d'une pince stérile, les disques de papier filtre contenant l'extraitaqueux de mélasse de dattes) à tester ont été déposés à la surface de la gélose.
- Les boîtes ont été incubées dans une étuve de 37°C pendant 18 à 20 h.

▪ **Lecture**

La lecture se fait par la mesure des diamètres des zones d'inhibitions et peut être symbolisée par des signes d'après la sensibilité des souches vis-à-vis de l'extrait (Ponce et *al.* 2003) le tableau VII représente les interprétations des diamètres des zones d'inhibition.

**Tableau VII** : Interprétation des diamètres des zones d'inhibition (Ponce et al .2003)

Souche non sensible (-) ou résistante	diamètre < à 0,8 cm
Souche sensible (+)	diamètre compris entre 0,9 et 1,4 cm
Souche très sensible (++)	diamètre compris entre 1,5 et 1,9 cm
Souche extrêmement sensible (+++)	diamètre > à 2,0 cm

## **Résultats et discussions**

### I. Analyse physicochimique

Les résultats des réponses (Total de Solides Solubles, Taux des HMF, pourcentage de réduction du DPPH, taux de flavonoïdes, pH, Humidité, et acidité) sont mentionnés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau VII** : Résultats des tests physicochimiques (Ph , acidité, Humidité, Brix , furfural ) de la conception expérimentale, pour l'extraction de sirop de dattes basée sur le plan d'expériences composite centré à cinq niveaux (n=3).

Expériences	Facteurs						Réponses				
	Variables codées			Variables normales			Ph	Acidité (%)	Humidité (%)	TSS (BRIS °)	HMF (Mg /kg )
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$T[°C]$	t cuisson	t [min]					
1	-1	-1	-1	72,0	144,0	42,0	5,6 ± 0,02	11,3 ± 0,01	96 ± 0,01	35,3 ± 0,02	4,04
2	1	-1	-1	93,0	144,0	42,0	5,1 ± 0,03	20,1 ± 0,03	74 ± 0,04	35,4 ± 0,02	3,59
3	1	1	-1	72,0	216,0	42,0	5,5 ± 0,03	30,6 ± 0,004	34 ± 0,01	41,1 ± 0,01	9,58
4		1	-1	93,0	216,0	42,0	5,5 ± 0,03	26,2 ± 0,01	28 ± 0,01	43,1 ± 0,03	3,59
5	-1	-1	1	72,0	144,0	78,0	5,4 ± 0,01	52,5 ± 0,03	6 ± 0,02	81 ± 0,02	15,26
6	1	-1	1	93,0	144,0	78,0	5,5 ± 0,04	35 ± 0,11	36 ± 0,02	71 ± 0,01	5,38
7	-1	1	1	72,0	216,0	78,0	5,5 ± 0,02	17,5 ± 0,03	74 ± 0,03	40 ± 0,02	7,93
8	+1	+1	+1	93,0	216,0	78,0	4,8 ± 0,02	78,7 ± 0,01	4 ± 0,01	79 ± 0,03	40,71

## Chapitre IV : Résultats et discussion

9	-1.682	0	0	65	180,0	60,0	5,4 ± 0,03	39,3 0,04	36 ± 0,02	75 ± 0,01	1,64
10	+1.682	0	0	100	180,0	60,0	5,6 ± 0,02 0,04	22,7 ±	94 ± 0,03 0,	41 ± 0,01	13,77
11	0	- 1.682	0	82,5	120	60,0	5,8 ± 0,02	31 ,5 ± 0,01	58 ± 0,04	51 ± 0,01	1,79
12	0	+1.68 2	0	82,5	240	60,0	5,5 ± 0,04	61, 2 ± 0,02	28 ± 0,01	78,3 ± 0,03	12,27
13	0	0	-1.682	82,5	180,0	30	5,6 ± 0,01	46 ± 0 ,03	61 ± 0,02	43 ,7 ± 0,01	14,07
14	0	0	+1.682	82,5	180,0	90	6,1 ± 0,01	30,6 ± 0,01	52 ± 0,02	59 ± 0,01	6,28
15	0	0	0	82,5	180,0	60,0	6,1 ± 0,05	33,2± 0,02	66 ± 0,01	48 ± 0,	6,58
16	0	0	0	82,5	180,0	60,0	5,8 ± 0,03	33,2 ± 0,04	34 ± 0,03	73 ± 0,03	4,79
17	0	0	0	82,5	180,0	60,0	6,1 ± 0,04	26,2 ± 0,01	64 ± 0,01	48 ± 0,01	14, 97
18	0	0	0	82,5	180,0	60,0	5,7 ± 0,03	28,8 ± 0,03	48 ± 0,02	62 ± 0,03	0,29

**Tableau VIII:**Résultats des tests physicochimiques ( caroténoïdes , flavonoïdes et inhibition de DPPH ) de la conception expérimentale, pour l'extraction de sirop de dattes basée sur le plan d'expériences composite centré à cinq niveaux (n=3).

Réponses ( suite )			
Expériences	caroténoïdes (Mg/l)	Flavonoïdes (mg EQ /g l'extrait)	Inhibition de DPPH (%)
1	0,00041± 0,015	0,011 ± 0,02	89,48
2	0,00048 ± 0,035	0,019 ± 0,035	93
3	0,00056 ± 0,025	0,015 ± 0,01	94,21
4	0,0005± 0,014	0,026 ± 0,01	95,03
5	0,00043 ± 0,03	0,012± 0,03	95,03
6	0,00045 ± 0,01	0,023 ± 0,02	94,11
7	0,00038 ± 0,025	0,046 ± 0,01	92,15
8	0,00047 ± 0,01	0,002 ± 0,02	98,74
9	0,0006±0,032	0,019 ± 0,02	91,33
10	0,00054 ± 0,016	0,038± 0,01	84,85
11	0,00062±0,028	0,05 ± 0,01	96,88

12	0,00062±0,015	0,013 ± 0,01	97,81
13	0,0056±0,035	0,007± 0,02	96,88
14	0,00061±0,017	0,004 ± 0 ,015	94
15	0,00074±0,025	0,014 ± 0,02	83,92
16	0,00074±0,033	0,02 ± 0 ,01	89,48
17	0,00069±0,015	0,047 ± 0,03	95,8
18	0,00068±0,015	0,015 ± 0,02	91,3
		...	

**I-1.Interprétation des résultats de TTS, HMF, et le % inhibition de DPPH selon le diagramme de Pareto**

Les diagrammes de Pareto classent par ordre décroissant l'importance des facteurs et de leurs interactions sur les réponses. Le niveau critique  $\alpha$  utilisé est de 5%, ce qui signifie que notre niveau de confiance est de 95% et c'est la valeur standard. Tous les facteurs et les interactions ayant un niveau (*P*-value) inférieur à la limite sont négligeables et ne sont pas représentés ici.

**I-1-1.Equations des modèles mathématiques**

Les valeurs des réponses significative telles elles que le Total des Solides Solubles (TSS), le taux des Furfurals (HMF) et le pourcentage de réduction du radical DPPH sont présentés dans le

$$\text{Temperature} * \text{Treatment time} + 0,0194048 * \text{Treatment temperature} * \text{Concentration time} + 0,000578892 * \text{Treatment time}^2 + 0,00433256 * \text{Treatment time} * \text{Concentration time} + 0,00574748 * \text{Concentration time}^2 \dots\dots\dots(2)$$

$$\text{DPPH (\%)} = 146,695 + 0,688906 * \text{Treatment temperature} - 0,769715 * \text{Treatment time} - 0,591027 * \text{Concentration time} - 0,00626779 * \text{Treatment temperature}^2 +$$

$$0,00159061 * \text{Treatment temperature} * \text{Treatment time} + 0,00087963 * \text{Treatment temperature} * \text{Concentration time} + 0,00199157 * \text{Treatment time}^2 - 0,000966435 * \text{Treatment time} * \text{Concentration time} + 0,00588764 * \text{Concentration time}^2 \dots \dots \dots (3)$$

**Tableau IX:** Coefficients de régression des model de second ordre et leurs signification

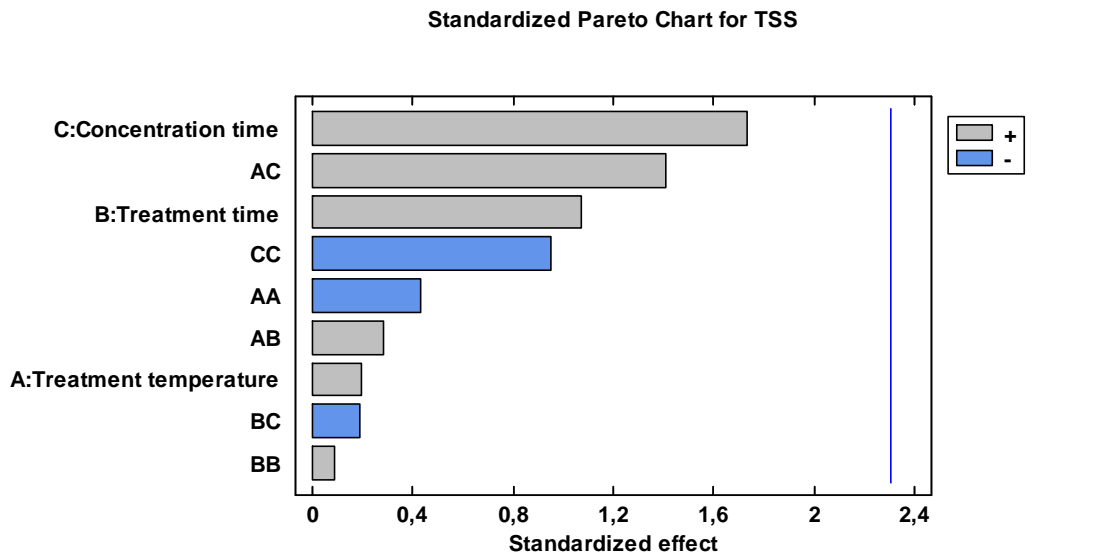
Coefficients de Regression	TSS (°Brix)		HMF(mg/Kg)		Inhibition de DPPH (%)	
	Valeurs	P	Valeurs	P	Valeurs	P
a <sub>0</sub>	100,279		383,572		146,695	
a <sub>1</sub>	-0,31169	0,8486	-4,59674	0,3088	0,688906	0,9545
a <sub>2</sub>	-0,31169	0,3147	-1,37698	0,1698	-0,769715	0,5226
a <sub>3</sub>	-1,21322	0,1212	-2,92653	0,3274	-0,591027	0,8238
a <sub>11</sub>	-0,0178856	0,6770	0,00896958	0,7115	-0,00626779	0,5634
a <sub>22</sub>	0,000292676	0,9358	0,000578892	0,7786	0,00199157	0,0545
a <sub>33</sub>	-0,0133425	0,3710	0,00574748	0,4121	0,00588764	0,1347
a <sub>12</sub>	0,00429894	0,7841	0,0122751	0,1906	0,00159061	0,6876
a <sub>23</sub>	-0,00165895	0,8560	0,00433256	0,4121	-0,000966435	0,6755
a <sub>13</sub>	0,0428571	0,1956	0,0194048	0,2911	0,00087963	0,9110
R <sup>2</sup>	47,9542(%)		53,498 (%)		53,4982 (%)	

Nous remarquons du tableau VIII que, les modèles TSS, HMF et % d’inhibition du DPPH sont ajustés aux variables de réponses et ne sont pas significatifs car la valeur de *p* est supérieure à 0,05.

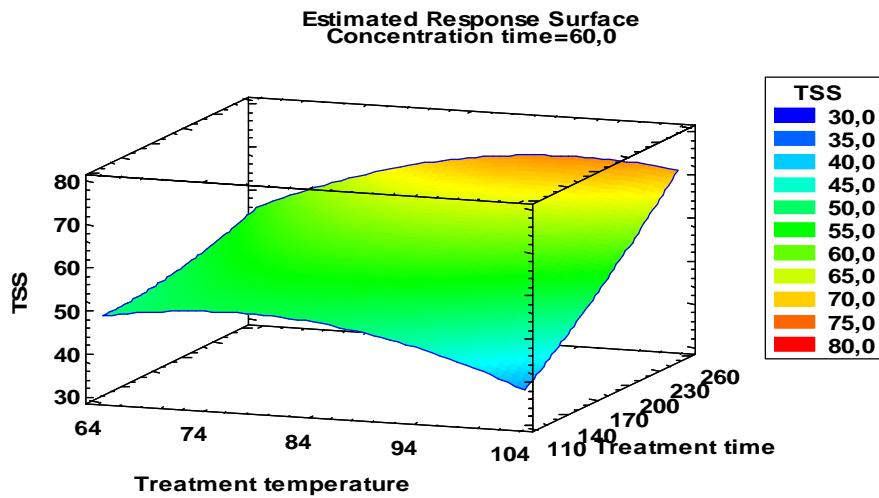
La statistique R au carré (R<sup>2</sup>) montre le pourcentage de variation de la réponse qui a été expliqué par le modèle ajusté. Les valeurs de R<sup>2</sup> varient de 47% à 53%

Les modèles résultants sont adaptés avec des coefficients de R<sup>2</sup> acceptables avec des valeurs similaires (~ 53,49%), indiquant un ajustement satisfaisant de l’équation et des modèles d’ajustement appropriés, à l’exception du pourcentage d’inhibition du DPPH qui avait une valeur faible de R<sup>2</sup> (47,95%)

Nous remarquons aussi, l’absence des effets d’interaction pour TSS, HMF et % d’inhibition du DPPH, ceci prouve l’absence d’effet synergique entre les facteurs étudiés (Figures 15, 16, et 17).



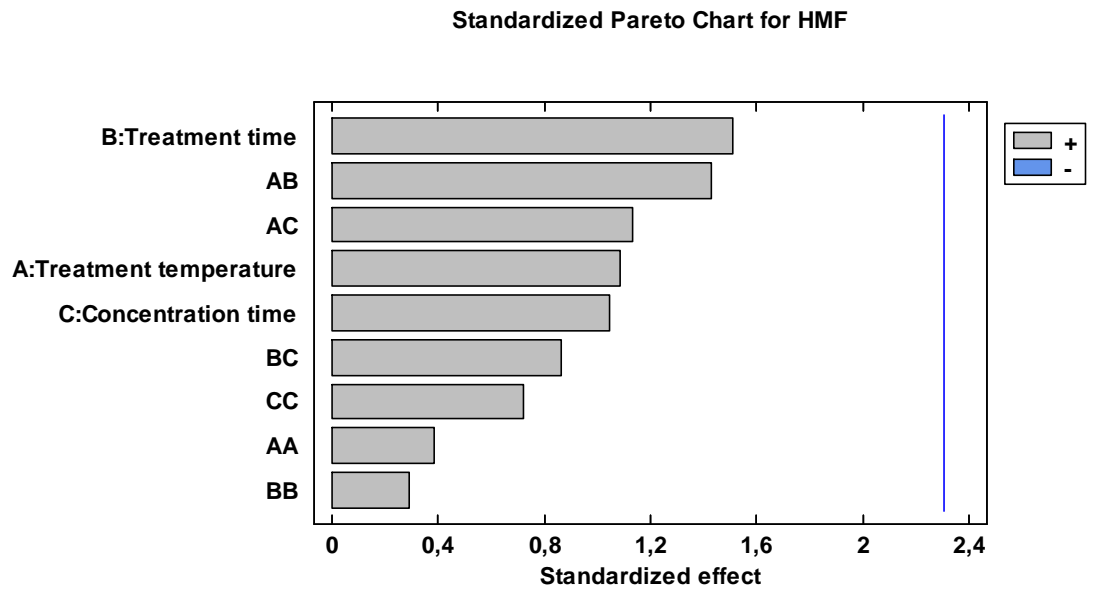
a)



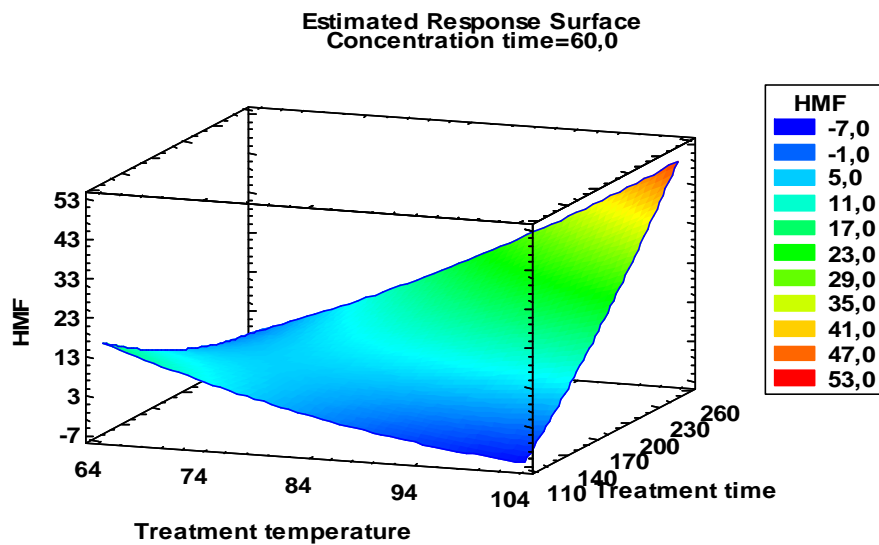
b)

**Figure 15:** Effet des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (Température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min) et temps de cuisson (min) sur le TSS (°Brix), a): Pareto plot, b): Surface de réponses.

L'analyse statistique de la conception expérimentale montre que le TSS n'est pas affecté par les paramètres de fabrication de mélasse de dattes étudiés



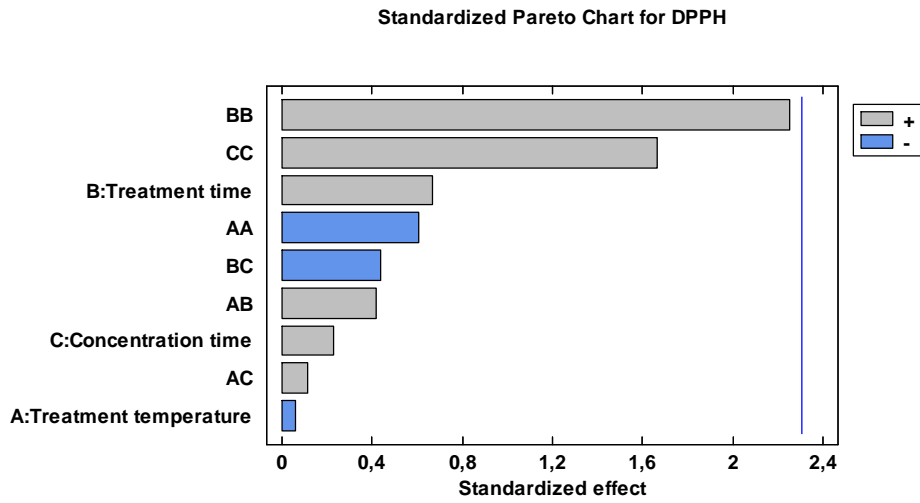
c)



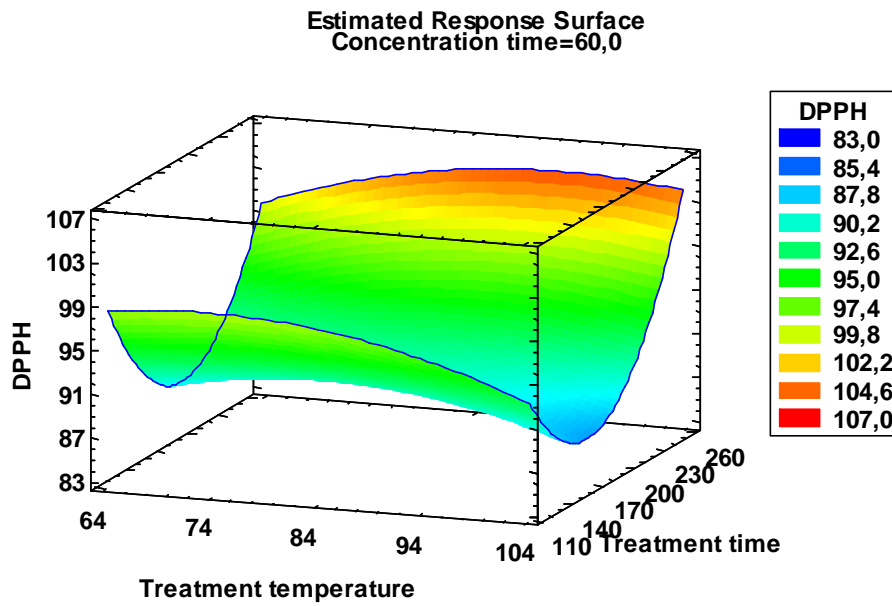
d)

**Figure 16:** Effet des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (Température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min) et temps de cuisson (min) sur le HMF (mg/Kg), c): Pareto plot, d): Surface de réponses.

La figure 16 montre que le taux de furfural (HMF) n'est pas affecté par la combinaison des trois variables étudiées.



e)



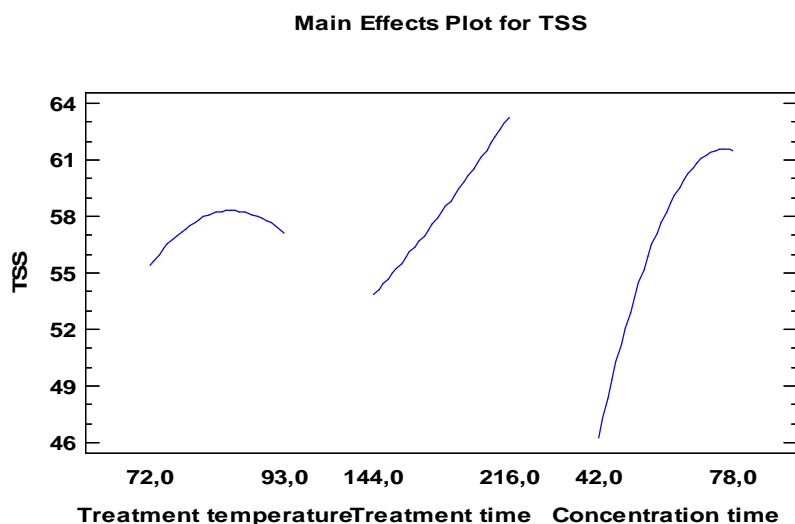
f)

**Figure 17:** Effet des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (Température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min) et temps de cuisson (min) sur le pourcentage d’inhibition du DPPH, e): Pareto plot, f): Surface de réponses.

La figure 17 montre que le pourcentage d’inhibition du DPPH n’est pas affecté par la combinaison des trios variables étudiées.

### I-3. Interprétation des résultats selon les diagrammes des effets principaux

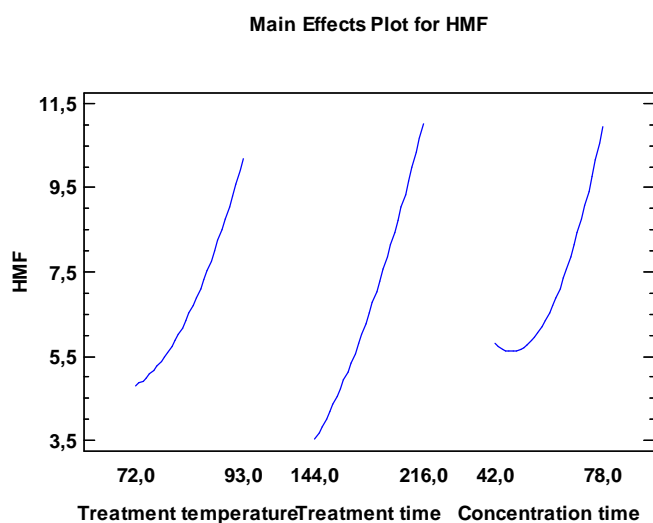
Les diagrammes des effets principaux (Figures 18,19 et 20) nous renseignent sur l'influence simultanée de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le TSS, HMF et le % d'inhibition du DPPH.



**Figure 18** : Effets de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le Total des Solides solubles (TSS)

Nous pouvons conclure d'après le diagramme de la Figure 18, que

- Le temps de traitement thermique a un effet important sur le TSS de la mélasse de dattes, plus le temps de traitement augmente plus le TSS augmente. Ceci s'explique par la libération des matières solubles (sucres) de dattes dans l'eau;
- Le temps de concentration a aussi un impact sur l'augmentation de TSS de la mélasse de dattes. Plus le temps de concentration augmente plus la consistance du sirop augmente qui est liée à l'évaporation de l'eau (due au chauffage intensif).
  - Nous pensons que la température élevée favorise l'accélération de l'évaporation d'eau en induisant à la diminution de l'extraction de TSS. Nos résultats sont comparables à ceux signalés par Nagoudi (2014) qui a analysé le sirop de la variété de *Degla-Beida* qui présente une teneur élevée de TSS par rapport les sirops de Ghars et Tafzouine et a pu montrer la relation entre le TSS et la teneur en eau.

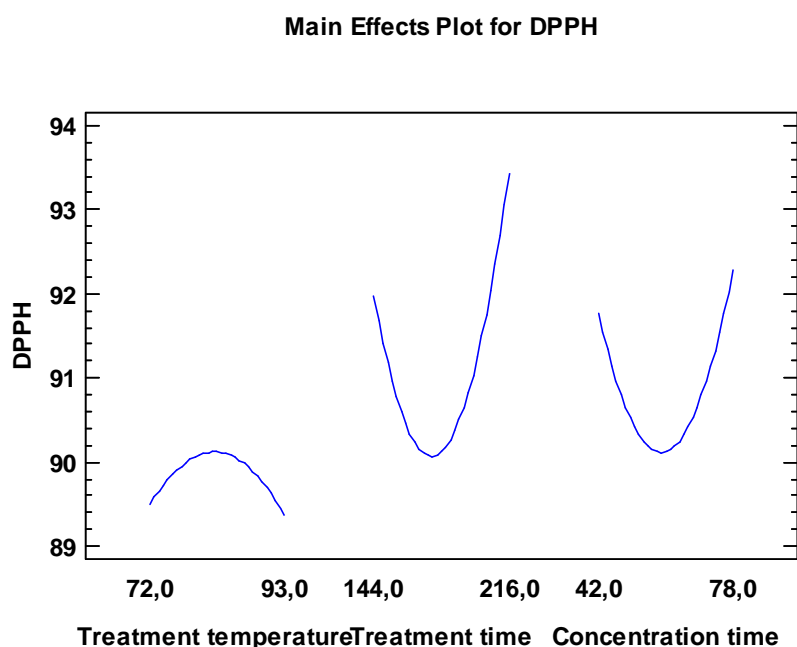


**Figure 19** : Effets de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le taux des HMF de la mélasse de dattes

Nous pouvons conclure d'après le diagramme de la Figure 19 que,

- Le taux des HMF augmente avec l'augmentation de la température de traitement des dattes. Ceci s'explique par la réaction chimique de Maillard autrement appelée glycation, qui intervient lors de la cuisson des dattes. Elle est responsable de la transformation des sucres réducteurs et les acides aminés de dattes en produits bruns, voire noirs (furfurals) et des arômes spécifiques. La réaction de Maillard est associée au phénomène d'oxydation et par conséquent le vieillissement physiologique (maladies cardiovasculaires et neurovégétatives).
- L'augmentation de temps de traitement thermique permet la condensation des composés HMF, par ailleurs Abbès *et al.* (2013) ont noté que la production d'HMF est étroitement associée à la température de traitement, avec de hautes concentrations pour les sirops concentrés à 100°C en chauffage direct, soit 5.64 fois plus élevé que les sirops obtenus à basse température, quelles que soient les variétés utilisées.
- La quantité d'HMF augmente avec l'augmentation du temps de concentration, La concentration est un processus intensif de formation de mélanoidine se produit dans le sirop. Une quantité maximale d'HMF (40,71 mg/Kg) a été formée au bout de 216min de cuisson à la température de traitement de 90°C et une durée de concentration de 78min. la fraction massique d'humidité dans le sirop est de 4%. Cette humidité est très faible due à la concentration de sirop de dattes sous la pression atmosphérique et l'allongement de la durée de concentration en comparaison avec le sirop à base de glucose du lait, son humidité varie de 14 à 16% chauffé dans une chaudière ouverte (Ant, 2012). L'humidité la plus élevée est celle du sirop de la variété Tantbouchet soit 30.46 %, elle est significativement différente des sirops issus de la variété *Ghars*, *Tinissine* et rebuts de

*Deglet-Nour*. Ces derniers ont des teneurs en eau comprises entre 21.46 et 25.25%. Ces résultats sont faibles par rapports à ceux obtenus par Benhamed Djilali,(2012) et proches de ceux obtenus par Mimouni, (2009). En outre, la teneur en eau varie en fonction de la température de cuisson, de la durée de condensation et de la méthode d'extraction.



**Figure 20** : Effets de la température de traitement thermique, le temps de traitement thermique et le temps de cuisson sur le pourcentage de réduction du DPPH par la mélasse de dattes

Nous pouvons conclure d'après le diagramme de la Figure 19 que,

- La température de traitement thermique a un impact sur l'activité antioxydante, à des températures inférieures à 90°C, elle augmente d'environ 90% Au-delà de cette température, elle diminue. Nous expliquons cette augmentation par l'effet de traitement thermique sur la libération des acides phénoliques des dattes, ayant une activité antioxydante et ils sont responsables aussi de la stabilité des caroténoïdes (Benseddik et al. 2020).

Cependant les températures supérieures à 90°C favorisent la destruction des substances bioactives sensibles.

- La température est l'un des facteurs les plus importants affectant l'activité antioxydante. En général, le chauffage provoque une accélération des réactions d'initiation, et donc une diminution de l'activité des antioxydants présents ou ajoutés (Pokorný, 1986). Cependant, la variation de la température peut modifier le mécanisme d'action de certains antioxydants (Yanishlieva, 2001) ou les affecter d'une

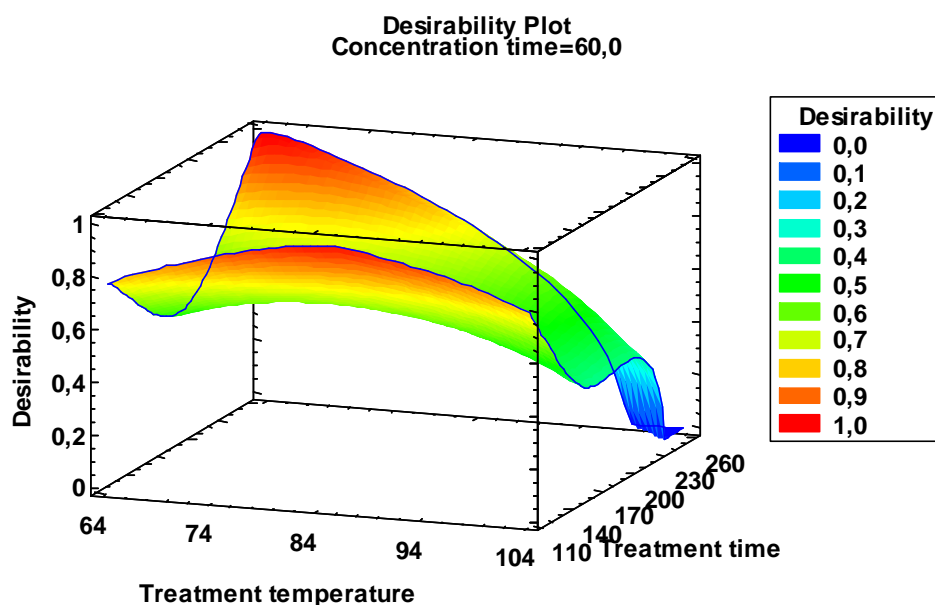
autre manière. En effet, la température peut affecter des réactions particulières auxquelles les antioxydants participent (principalement les réactions avec les radicaux lipidiques par rapport aux réactions secondaires, dans lesquelles les composés testés n'agissent pas comme antioxydants ou agissent comme pro oxydants) (Marinova&Yanishlieva 1992, 2003 ; Armando *et al.* 1998), ou les antioxydants (Zhang *et al.* 2004).

#### I-4.Optimisation des conditions de fabrication de la mélasse de dattes par RSM

Cette étude avait pour objectif de maximiser le taux de substances bioactives (taux de flavonoïdes et caroténoïdes), le % d'inhibition de DPPH, le TSS et de minimiser l'humidité et les composés HMF formés lors de chauffage.

Les valeurs de toutes les réponses aux conditions de fonctionnement ont été converties en une fonction de désirabilité. Les valeurs de désirabilité du minimum et du maximum ont été configurées comme 0 et 1, respectivement (Figure 20). La désirabilité globale est de 94,46% donc les valeurs prédites sont acceptables.

Les valeurs des variables (température de traitement thermique, temps de traitement thermique, et temps de cuisson) optimales sont respectivement: T=100,159 °C, temps de cuisson t= 240,527min et le temps de concentration t=90,2723min. Les réponses prévues sont TSS= 88,1156 (°Brix), HMF= 62,8473 (mg/kg)et % d'inhibition du DPPH = 105%



**Figure 21:** Effets des paramètres de fabrication de la mélasse de dattes (température de traitement thermique (°C), temps de traitement thermique (min), et temps de cuisson (min)) sur la désirabilité

### I-5.Teneur en cendres

La teneur en cendres de la mélasse de dattes optimisée est de 1%, cette teneur reste un peu inférieure à celles signalées par Al-Farsi et *al.* (2006) qui ont travaillé sur des dattes provenant du Sultanat d'Oman et qui ont montré que le sirop (72°Brix) obtenu renferme une teneur en cendres comprise entre 1,23 et 1,76%. Selon ces auteurs, la différence est due à la texture sèche des dattes utilisées.

### I.6.Teneur en sucres totaux

Les sucres sont les constituants les plus importants dans la datte. Ils sont également responsables de la douceur de l'aliment. Ces composés sont les constituants majeurs de la datte. La datte étudiée possède un taux de sucres de 79,41 %, cette teneur est avoisinante à celle trouvée par Boutaida (2001), qui a montré une valeur de 79,75% analysant la même variété de dattes *Mech-Degla*.

## II .Résultats d'analyses microbiologiques de la mélasse de dattes optimisée

Les résultats d'analyse microbiologique s de mélasse de datte élaborée sont récapitulés dans le tableau suivant :

Test microbiologique	Résultats
<b>FTAM</b>	18×10 <sup>6</sup> UFC/ml
<b>Coliformes fécaux</b>	Absence
<b>Coliforme totaux</b>	Absence
<b>Levures et moisissures</b>	- Levures : 2,3 × 10 <sup>5</sup> UFC/ml - Moisissures : 2,9 × 10 <sup>5</sup> UFC/ml
<b>Clostridium Sulfite-réducteurs</b>	Absence

### ➤ FTAM

La microflore aérobie mésophile, est représentée par des microorganismes d'altération, leur dénombrement est un test important. Sur le plan technologique, une flore mésophile nombreuse indique que le processus d'altération microbienne est fortement engagé, bien qu'en fait il n'y ait pas de corrélation précise entre l'importance quantitative de cette flore et le temps qui s'écoule avant que l'altération soit perceptible de point de vue organoleptique, en effet l'altération peut être l'œuvre d'un groupe spécialisé qui ne présente initialement qu'une petite partie de la population. D'un point de vue hygiénique, il n'y a pas de relation étroite entre la valeur de la flore générale et les microorganismes pathogènes du produit (Bourgois et Leveau, 2011).

Le dénombrement de cette flore totale reste la meilleure méthode d'appréciation de la qualité microbiologique générale des aliments (Bourgois et Leveau, 1991).

Dans notre étude, la valeur obtenue pour le dénombrement des FTAM est de  $18 \times 10^6$  UFC/ml

D'après ce résultat, nous avons constaté clairement que notre valeur est très élevée si on la compare aux normes européennes relatives aux produits concentrés qui sont de 3.10 pour les FTAM (Ndiaye, 2015)

Le développement de cette flore est due probablement aux conditions de conservation au sein du laboratoire (Réfrigérateur remplis de diverses préparations, étuve remplis de boîtes de Pétri contaminées, etc.). De plus, notre produit élaboré est artisanal qui n'a subi aucune pasteurisation.

### ➤ Coliformes fécaux et Coliforme totaux

Les résultats obtenus indiquent une absence totale des coliformes totaux et fécaux de la mélasse analysée. Cette innocuité microbiologique peut être attribuée à la qualité des matières premières (présence des substances bioactives tels que les polyphénols), à l'efficacité du traitement thermique (concentration) appliqué à la mélasse de dattes lors de sa préparation. Ceci peut indiquer également les bonnes conditions d'hygiène dans lesquelles la mélasse a été préparée et analysée.

### ➤ Clostridiiums -Sulfito-réducteurs

L'absence de cette flore indique des bonnes conditions d'hygiène et de manipulation

### ➤ Levures et moisissures

Les levures qui se trouvent sur les dattes sont celles qui sont capables de croître dans des solutions relativement concentrées en sucre telles que *Zygosaccharomyces* et *Hansenula*

(AitOubahou et Yahia, 1999). La formation de poches de gaz sous la peau, d'agrégats blancs de cellules de levures, d'une chair décolorée et d'une odeur d'alcool caractérisent les dattes infectées (Yahia et Kader, 2011). Nos résultats révèlent des valeurs trop élevées qui dépassent les normes internationales (NF ISO 4833-2008) où la valeur limite acceptable est de  $10^3$  UFC/g. Cela est dû probablement aux conditions de conservation au sein du laboratoire (Réfrigérateur remplis de diverses préparations, étuve remplie de boîtes de Pétri contaminées, etc.). De plus, notre produit a été élaboré de manière artisanale qui n'a subi aucune pasteurisation.

### III . Résultats de l'activité antibactérienne

Les résultats de l'activité antimicrobienne d'extrait aqueux de mélasse de dattes vis-à-vis les souches *Escherichia coli* ATCC 25922 et *Staphylococcus aureus* MU 50 sont indiqués dans le tableau ci-dessus.

**Tableau VIII :** Diamètre des zones d'inhibition de l'extrait aqueux de mélasse de datte [25mg/ml] contre les souches testées.

		Diamètre de la zone d'inhibition (mm)	
		<i>Staphylococcus aureus</i> MU 50	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
Souches étudiées	Extrait testé		
	Extrait aqueux	14 ± 1,41	13 ± 1, 145

Les résultats du test de sensibilité microbienne à l'extrait aqueux de concentration [25mg/ml] montrent la présence d'une activité antibactérienne vis-à-vis les deux souches bactériennes *Escherichia coli* ATCC 25922 et *Staphylococcus aureus* MU 50 définie par des

zones d'inhibition de diamètre de 13 mm contre *Escherichia coli* et de 14mm contre *Staphylococcus aureus* MU 50.

Abbes *et al.* (2013), ont montré que les produits dérivés des dattes comme le sirop de dattes et exactement les polyphénols extraits de ce sirop, ont démontré des constituants bioactifs bactériostatiques à la fois aux germes Gram positif et à Gram négatifs (*Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus*, respectivement).

Hajer *et al.* (2016), ont démontré que les polyphénols extraits du sirop de dattes inhibent indépendamment la croissance des bactéries à la concentration minimale inhibitrice de 30 et 20mg/ml pour *E. coli* et *S. aureus*. D'après ces études, nous pouvons constater une cohérence des résultats obtenus ce qui explique la qualité et la richesse de notre extrait en molécules bioactives inhibitrices et les bonnes conditions de préparation de notre produit.

## **Conclusion générale**

La datte est un fruit constitue la matière première pour l'élaboration d'un bon nombre de produit alimentaire, parmi lesquels, le sirop. La valorisation des dattes par des procédés biotechnologiques, et leur transformation en sirop, en l'occurrence, peut contribuer à sauvegarder la biodiversité et donc à préserver le patrimoine phoenicicole saharien

Dans ce travail, nous avons choisis une variété de dattes sèches variété *Mech-Degla* qui est répandue dans la région de Biskra.

L'optimisation des conditions d'élaboration sirop des dattes traditionnel a été réalisée Par conséquent le meilleur sirop a été formée au bout de 216min de cuisson à la température de traitement de 90°C et une durée de concentration de 78min., caractérisé par une teneur en eau de 4 % ce qui minimise des éventuelles contamination et altération de notre produit

Cependant, le degré Brix a été fixé à 78,3° ce qui permet son stockage au-delà de deux ans, sans risque d'altération, avec un pH de 5,5 qui s'avère inadéquat au développement des microorganismes pathogènes.

L'HMF est un bon indicateur de la détérioration de la qualité du sirop pendant la production et le stockage du sirop, nos résultats montrent une quantité d'HMF (12,28 mg/Kg) . On peut affirmer que les sirops obtenus sont plus riches en sucres totaux et réducteurs, en substances minérales et en substances bioactives tel que les polyphénols totaux et dont les teneurs sont plus élevées que celles de leurs matières premières.

Suite aux tests réalisés, nous pouvons retirer les constatations suivantes que la mélasse de dattes peut couvrir les besoins énergétiques de manière importante compte tenu de sa richesse en sucres. Ce produit peut substituer le sucre habituellement ajouté en industrie des boissons ce qui va contribuer à la baisse de la glycémie. Des résultats microbiologiques, il ressort que nos sirops sont plus ou moins conformes aux normes.

De ce fait, l'activité antimicrobienne est majoritairement attribuée aux teneurs en composés phénoliques. Au terme de cette étude, nous présumons que les dérivés des dattes, notamment la mélasse de dattes doivent être exploités pour en extraire les composants actifs à vertus thérapeutiques, dont les composés phénoliques.

A l'issue de ces résultats, nous pouvons conclure que l'intérêt paraît double élaboration d'un un bon produit sain destiné à la consommation humaine. De même, qu'il peut être utilisé comme ingrédient en confiserie, en pâtisserie, dans la fabrication des boissons «light» (hypocalorifiques et hypoglycémiques).

Afin d'élargir cette étude, d'autres aspects peuvent être développés tels que

- Effectuer des recherches plus approfondies sur les effets thérapeutiques de ce produit.
- Extraire et purifier les molécules bioactives de sirop de dattes
- Rechercher les différentes activités antimicrobiennes à large spectre.

## Références bibliographiques

- **ABDELFATTAH, A. C. (1990)** .La datte et le palmier dattier, Ed. Dar El-Talae, Caire.
- **ABBES, F., BOUAZIZ M.A., BLECKER C., MASMOUDI M., ATTIA H., BESBES S.(2011)**.Date syrup:Effect of hydrolytic enzyme (pectinase/cellulase) on physicochemical characteristics, sensory and functional properties. LWT-Food Science and Technology. 44, 1827-1834.
- **ABBES, F., KCHAOU, W., BLECKER C., ONGENA, M., LOGNAY G., HAMADI ATTIA, H., BESBES, S.(2013)**. Effect of processing conditions on phenolic compounds and antioxidant properties of date syrup. Industrial Crops and Products. 44, 634-642
- **ABBES, F., MASMOUDI, M., KCHAOU W., DANTHIE, S., BESBES S.(2015)**. Effect of enzymatic treatment on rheological properature transition and microstructure of date syrup. LWT-Food Science and Technology. 60,339-345.
- **AÇOURENE, S. et TAMA, M. (2001)**. Utilisation des dattes de faible valeur marchande (Rebuts de DN, Tinissine et Tantboucht) comme substrat pour la fabrication de la levure boulangère, Revue des énergies renouvelables, Numéro spécial : 1-3.
- **ALANAZI, F.K. (2010)**. Utilisation of date syrup as a tablet binder, comparative study. Saudi Pharmaceutical Journal. 18, 81-89.
- **ALBERT, L. (1998)**- La santé par les fruits, Ed. VEECHI, pp 44-74.
- **Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M., Shahidi F. (2005)a**. 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-HOOTI, S. N., SiIDHU, J.S., AL-SAQER, J. M, et AL-OTHMN, A. (2002)**. Chemical composition and quality of date syrup as affected bypectinase/cellulase enzyme treatment. Food Chemistry . Pp 79, 215–220.
- **AL-SHARNOUBI, G. A., ALEID, S.M., AL-OTAIBI, M. M. (2014)**. Nutritionalquality of biscuit supplemented with wheat bran and date palm fruits (*Phoenix dactylifera* L.). Food and Nutrition Sciences. 3: 322-328.
- **AMRANI, Y. (2002)**. Comportement d'un stock de la pâte de datte traitée par thermisation en atmosphère modifié et au froid, mémoire d'ingénieur d'état en agronomie, Mostaganem, 16 p.
- **Ant Z. (2012)**. Sirop de Fondant de préparation ; Technologie de bonbons
- **ATEF, M.I. ET MOHAMED, I. H. (1998)**. Dates des palmiers: Culture, soins et production dans la région arabe. Université d'Alexandrie. Egypte.
- **ATMANI, D., CHAHER N., BERBOUCHE, M., AYOUNI, K., LOUNIS, H., BOUDAOUCH, H., DEBACH N., ATMANI D.(2009)**. Antioydant capacity and phenol content of selected Algerian medical plant. Food Chemistry. 112, 303-309.

- **BARREVELED, W. H. (1993).** Date Palm Products. FAO, Agricultural services, Bulletin N° 101, Rome.
- **BELGUEDJ, M. (2001)-** Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du Sud-est Algérien, N° 11, INRAA. El-Harrach, Alger.
- **BEN ABBES, F. (2011).** Etude de quelques propriétés chimiques et biologiques d'extraits de dattes «phoenix dactylifera L.». Mémoire de Magister en génie des procédés pharmaceutiques, université de Ferhat Abbas, Setif.
- **BENCHALAH, A. -C, et MAKHA, M. (2008).** Les dattes, intérêt et nutrition. Phytothérapie (ethnobotanique) Spring, Vol N°6, pp. 117-121.
- **BENHAMED, D.A. (2012)-** Analyse d'aptitude technologiques de poudre des dattes (phoenix dactylifera. L.) améliorées par la spiruline. Etude des propriétés théologique nutritionnelles et antibactériennes, Thèse de doctorat en Technologie Alimentaire, Université M'hamed Bougara-Boumerdes.
- **Benseddik A, Benahmed-Djilali A, Azzi A, Zidoune MN, Bensaha H, Lalmi D, and Allaf K (2020)** Effect of Drying Processes on the Final Quality of Potimarron Pumpkin (*Cucurbita maxima*) Powders. J Dispersion Sci Tech. <https://doi.org/10.1080/01932691.2020.1823233>
- **BENZIOUCHE S.E. ET CHERIET F., (2012)** . Structure et contraintes de la filière dattes en Algérie. *New. Medit.* 49-57.
- **BOULOUISANouara et BOUCHIHANesrine,** "Elaboration d'une boisson lactée au sirop de dattes", MASTER, Université A. MIRA – Béjaïa, (2018), p2, 3p37.
- **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.
- **BOUKHIAR, A. (2009).** Analyse du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation, Mémoire de Magister, en Technologie Alimentaire, Université M'Hamed Bougara Boumerdès. P 08-64,79.
- **Buelguedj, M. (1996).** Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du sudest Algérien. Revue annuelle, No 11, INRAA. EL-HARRACH, Alger. P 289.
- **CHAIRA, N., FERCHICHI, A., MRABET, A., AND SGHAIROUN, M. (2007).** Chemical composition of the flesh and the pit of date palm fruit and radical scavenging activity of their extracts. *Biol. Sci*, 10, 2202–2207.
- **CHIKHROUHOU, S. BAKOUTI, S. HADJ-TAIEB, N. BESBES, S. CHABOUNI, S. BLECKER, C. ATTIA, H. (2006).** Elaboration d'une boisson à partir d'écart de triage de dattes : clarification par traitement enzymatique et microfiltration, *Fruits* Vol 61. CIRAD/EDP Sciences, p389-399.
- **DJEBRI, M. (1994).** Précis de phoéniculture. FAO Statstics. P192. ISBN : 9973-917-18-9...
- **DOWSON, V. H. W., ATEN, A. (1963).** Composition et maturation. Récolte et conditionnement des dattes. FAO, Rome. P 10-43 : 229-243.

- **DRANSFIELD, J., UHL, N.W., ASMUSSEN, C. B., BAKER, W. J., HARLEY, M. M., and LEWIS, C. E. (2008)**- Genera palmarum: The evolution and classification of palms. Royal Botanic Gardens, Kew, UK.
- **EL-AREM., FLAMINI, G., SAAFI, E. B., ISSAOUI, M., ZAYEN N., FERCHICHI A., HAMMAMI M., HELAL A N., ACHOUR L. (2011)**. Chemical and aroma volatile composition of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) Fruit at three maturation stages. Food Chemistry, 127, 1744-1754.
- **EL-NAGGARA. E. A., et ABD EL-TAWAB, Y. A. (2012)**. Compositional characteristics of date syrup extracted by different methods in some fermented dairy products. Annals of Agricultural Sciences.57(1), p29-36.
- **EL-OGAIDI A. K. H. (2000)**. Le palmier dattier science technologique Agronomique et industrielle. Ed. Dar ezahran, Oman.
- **ENTEZARI, M.H., NAZARY, S. H., KHODAPARAST, M. H. (2004)**. The direct effect of ultrasound on the extraction of date syrup and its micro-organisms. Ultrasonics Sonochemistry 11: 379-384.
- **ESPIRAD, E. (2002)**- Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Tec et Doc– Lavoisier, 147 – 155.
- **FAO. (2013)**. Organisation Des Nations Unies Pour L'alimentation et L'agriculture.
- **FAO. (2015)**. Organisation des Nations Unies Pour L'alimentation et L'agriculture. Rome. Italie.
- **FAO**. Le programme Systèmes ingénieurs du patrimoine agricole mondial (SIPAM) de la FAO [En ligne]. Page consultée le 06/04/2019 Disponible sur : <http://www.fao.org/search/fr/>
- **FONTAINE, E., BARNOUS, D., SCHWEBRI, C., LEVERVE, X., (2002)**. Place des antioxydants dans la nutrition du patient septique. Réanimation 11, 411-420.
- **GILLES, P. (2000)**. Cultiver le palmier dattier. Ed. Ciras. P 110.
- **GLASNER, B., BOTES, A., ZAID, A., EMMENS, J. (2003)**. Date harvesting, packinghouse management and marketing aspects. International Journal of Food Sciences and Nutrition. P 54, 247 - 259.
- **GOURCHALA, F. (2015)**. Caractérisation physicochimique, phytochimique et biochimique de cinq variétés de dattes d'Algérie, *Phoenix dactylifera* L. (*Deglet noor, Ghars, H'mira, Tamesrit* et *Tinissine*). Effets de leur ingestion sur certains paramètres biologiques (Glycémie, profil lipidique, index glycémique et pression artérielle). Thèse doctorat Biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar – Annaba.
- **GUERIN, B., GAUTHIER, A., et ORTHIEB, J. (1982)**. Série de synthèse bibliographique. Les sirops (saccharose, glucose, fructose et autres édulcorants : valeur technologique et utilisation. Ed. APRIA, N° 18, Paris.
- **HADJER, T., M. Sarah, M. Keith, and D. K. Ara .(2016)**. The antibacterial activity of date• syrup polyphenols against *S. quercus* and *E. coli*. Front Microbial., 7:198.
- **HAMAD, A., MUSTAPHA, A.L., EL KAHTANI M.S. (1982)**. Possibility of utilizing dates syrups as sweetening and flavoring agent in ice cream making. Proceeding of the first Symposium on the Date Palm. Saudi Arabia 23-25 Mars. Pp 544-549.
- **HANACHI, S., KHITRI, D., BENKHALIFA, A., et BRACDE PERRIER, R.A. (1998)**- Inventaire variétal de la Palmeraie Algérienne.

- **HASSAN, B. (2000).** Production de sirop de dattes et de dattes à haute teneur en fructose à l'échelle industrielle. Université Elmalek Saoud d'Arabie Saoudite.
- **IBRAHIM, M. A., et KHALLIL, H. N. M. (1997).** Le palmier dattier protection et production. Ed Iskandaria : 432 – 627.
- **Joffin, C., Joffin, J.N. (2010).** Microbiologie alimentaire, édition 2010, Tec et Doc, Lavoisier. Paris, France
  
- **KHALIL, K.E., ABD-EL-BARI, M.S., HAFIZ, N.E., ENTSAR, Y.A. (2002).** Production, evaluation and utilization of date syrup concentrate (Debis). Egypt Journal. Food. Scs. Vol 30 No 2, pp 179-203.
- **MAKHLOUFI, A. (2010).** Etude des activités antimicrobienne et antioxydants de deux plantes médicinales poussant à l'état spontané dans la région de Bechar (*Matricaria pubescens* (Desf.) et *Rosmarinus officinalis* L) et leur impact sur la conservation des dattes et du beurre cru. Mémoire de obtenir le grade de doctorat d'état en biologie. Université Aboubaker Belkaid. Bechar. P 166.
- **MANSOURI, A., EMBAREK, G., KOKKALOU, E., KEFALAS, P. (2005).** Phénolique profil and antioxydant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). Journal Food Chemistry. Vol 89, pp 411-420.
- **Marinova E.M., Yanishlieva N.V. (1992)** : Effect of tem perature on the antioxidative action of inhibitors in lipid autoxidation. Journal of the Science of Food and Agri culture, **60** : 313-318
- **MATALLAH, M.A.A. (2004).** Contribution à l'étude de la conservation des dattes variété Deglet- Nour : Isotherme d'adsorption et de désorption. Mémoire d'Ingénieur d'Etat en agronomie non publié, Institut National Agronomique (INA). El- Harrach, Alger.
- **MEHAOUA, (2006).** Etude de niveau d'infestation par la cochenille blanche *Parlatoria Blanchardi* .Targ. 1868 (Homoptera, Diaspididae) sur une variété de palmier dans une palmeraie à Biskra. Thèse Magistère en sciences agronomiques. I.N.A. El Harrach. Alger, 142 p.
- **MESSAID, H., (2007).** Optimisation du processus D'immersion- Réhydratation du système dattes sèches-jus d'Orange. Mémoire du diplôme de Magister. Université M'Hamed BOUGUERA-Boumerdès.96p.
- **MIMOUNI, Y. (2009).** Mise au point technique d'extraction de sirop de dattes ; comparaison avec les sirops à haute teneur en fructose (HFCS) issus de l'amidonnerie. Mémoire de Magister. Université Kasdi Marbah Ouargla.
- **MIMOUNI, Y., SIBOUBKEUR, O. (2011).** Etude des propriétés nutritives et diététiques des sirops de dattes extraits par diffusion, en comparaison avec les sirops à haute teneur en fructose (isoglucoses), issus de l'industrie de l'amidon. Ann. Sci. Tech. Pp 3(1), 1-11.
- **MIMOUNI, Y. (2015).** Développement de produits diététiques hypoglycémiant à base de dattes molles variété «Ghars», la plus répandue dans la cuvette de Ouargla. Thèse de Doctorat en Sciences Biologiques, Université Kasdi Marbah Ouargla
- **MINAGRI, (2012).** Ministre de la l'agriculture et de la pêche, Donnés statistique.

- **Mohamed Kamel Bensalah (2019)**, chercheur permanent au Centre de recherche scientifique et technique sur les Régions Arides, basé à Biskra.
- **MULTON, J.L., et LEPATRE, F. (1984)**. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries Agroalimentaires. Ed APRIA, Paris : 53 – 276.
- **MUNIER, P. (1973)**. Le palmier dattier, techniques agricoles et productions tropicales. Ed maison neuve et la rosse, Paris.
- **Pokorný J. (1986)** : Addition d'antioxydants pour la stabilisation pour contrôler le rancissement oxydatif. Journal tchèque des sciences alimentaires, **4** : 299-307.
- **SAA, Statistiques Agricole Algérienne. 2011**
- **SEDRA, M.H. (2003)**. Le bayoud du palmier dattier en Afrique du nord, FAO, RNE/SNEA- Tunis. Edition FAO sur la protection des plantes. Imprimerie Signes, Tunis, Tunisie.
- **SIBOUKEUR, O. K. (1997)**. Qualité nutritionnelle, hygiénique et organoleptique du jus de dattes. Thèse Magister en Sciences Alimentaires. Université Kasdi Marbah Ouargla.
- **SOORBATTE, M.A., NEERGEEN, V., LUXIMON, R., ARUOMA, O.L., BAHORUM, T. (2005)**. Phenolics as potential antioxidant therapeutic agents: mechanism and action. Mutat. Res. 579, 200-213.
- **TIRICHINE, H.S. (2010)**. Etude ethnobotanique, activité antioxydants et analyse photochimique de quelques cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) du Sud-est Algérien. Mémoire du diplôme de Magister en biologie non publié, université d'Oran Senia.
- **TOUTAIN, G. (1979)**. Eléments d'agronomie saharienne : de la recherche au développement. Ed. JOUVE, Paris.
- **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.
- **VAN ZYL, H. J. (1983)**. Date cultivation in south Afrique. Information Bulletin 504, Compiled by tge fruit and the fruit Technology Research Institute, Departement of Agriculture, Stellenbosh, RSA. P 26.
- **Yanishlieva N.V., Marinova E.M. (1996)** : Efficacité antioxydante de certains antioxydants naturels dans l'huile de tournesol. Zeitschrift für Lebensmittel Untersuchung und - Forschung, **203** : 220-223.
- **Zahra RAHMOUNI ( 2020 )**, Produit emblématique du pays, la datte algérienne souffre du changement climatique... et du manque de volonté politique.

# **Annexes**

## Annexe 01 : Réactifs utilisés

**Tableau I** : Réactifs et solutions utilisés dans les analyses de mélasse de dattes .

Réactifs	Protocole de préparation
Métabisulfite de Sodium (0,2%)	0,2 g de métabisulfite de sodium dissout dans l'eau distillée en rapportant le volume à 100 ml.
Solution Carrez I (15%)	15 g de $K_4Fe(CN)_6$ ,dissout dans l'eau distillée en rapportant le volume à 100 ml.
Solution Carrez II (30%)	30g de $Zn(CH_3COO)_2$ dissout dans l'eau distillée en rapportant le volume à 100 ml.
DPPH	0,002 g de DPPH dissout dans du méthanol en rapportant le volume à 100 ml.
Quercétine	0,03 g de quercétine dissout dans l'eau distillée en rapportant le volume à 100 ml.

## Annexe 02 : Appareillage



Compteur de colonies bactériennes



Incubateur à 30°C



Etuve à 25°C



Balance



Bain marie



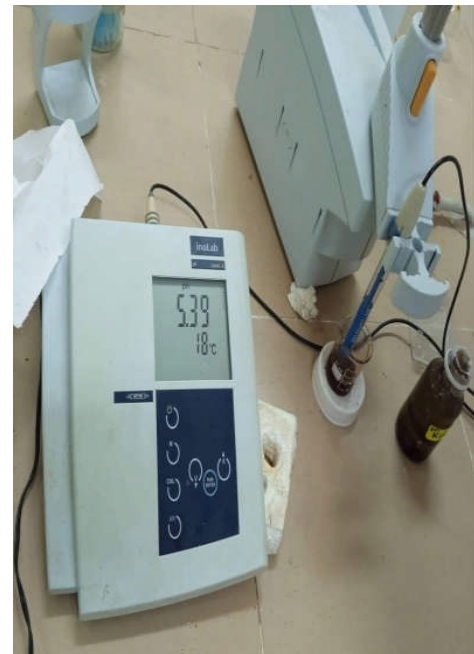
Etuve à 37°C



Bec Bunsen



Agitateur



ph mètre



Fourre à moufle

## **Annexe 03 : Composition des milieux de culture**

### **1. Composition du milieu de culture Gélose Plat Count Agar (PCA)**

Formule en g/l d'eau distillée est :

- Peptone de caséine..... 5,0 g
- Extrait de levure .....2,5g
- Dextrose..... 1,0g
- Agar... 15,0 g
- Eau distillée (Volume final)..... 1000 ml
- pH= 7,0 ± 0.2 à 25 ° C

### **2. Milieu lactosé bilié au cristal violet et au rouge neutre (VRBL)**

Composition pour la préparation d'un litre de milieu

- Peptone... 7g
- Extrait de levure. .... 3g
- Lactose ..... 10 g
- Chlorure de sodium ..... 5g
- Mélange sel biliaire... 15 g
- Cristal violet .....0,002 g
- Rouge neutre.....0.03g
- Agar-agar ..... 15 g
- pH= 7.4

Autoclaver à 121°C pendant 15 min.

### 3. Gélose de Sabouraud

Composition pour la préparation d'un litre de milieu

- Peptone..... 10 g
- Glucose massé..... 20 g
- Agar-agar .....15 g
- Vitamines et facteurs de croissance
- pH = 6.0

Autoclaver à 121°C pendant 15 minutes.

### 4. Milieu viande foie (FV)

Composition pour la préparation d'un litre de milieu.

- Base viande foie ..... 30.0 g
- Glucose.....2.0 g
- Agar..... 6g
- pH= 7,4

Autoclaver à 121°C pendant 15min

### 5 .L'eau physiologique stérile

- Elle est préparée en dissolvant 9 g de NaCl dans 1000 ml d'eau distillée et après autoclavage à 121°C pendant 15 minutes
- Solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 N (NaOH) 4g de la poudre de soude caustique sont mis dans une fiole de 1 litre.
- Le volume est ensuite ajusté avec de l'eau distillée jusqu'à au trait de jauge.

## 6.Préparation du milieu de culture Muller Hinton (MH)

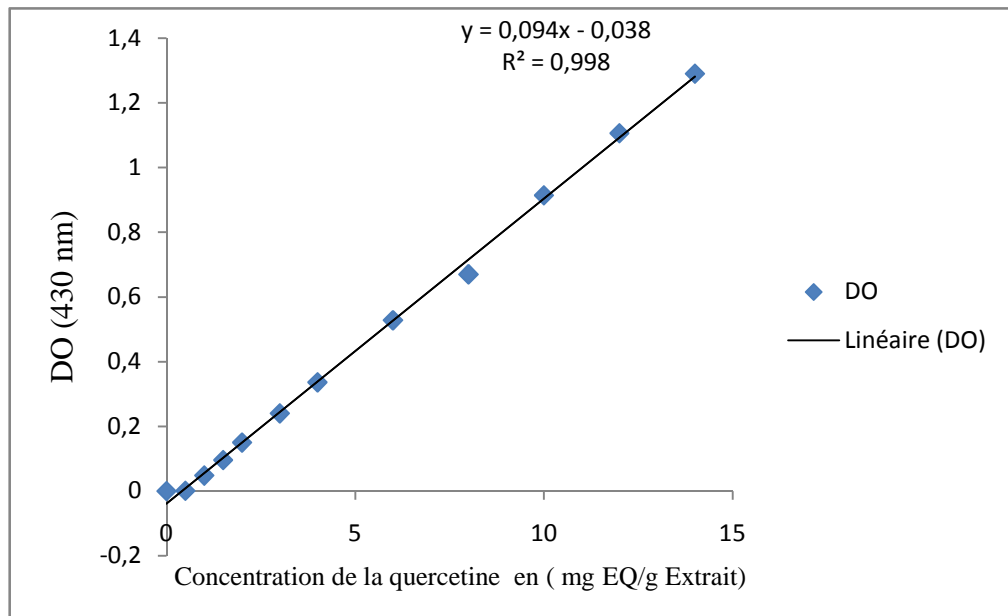
- 38 g de la poudre MH agar
- Ajuster le volume jusqu'à 1L avec l'eau distillée.

## 7.Préparation du milieu de culture « Gélose nutritive » :

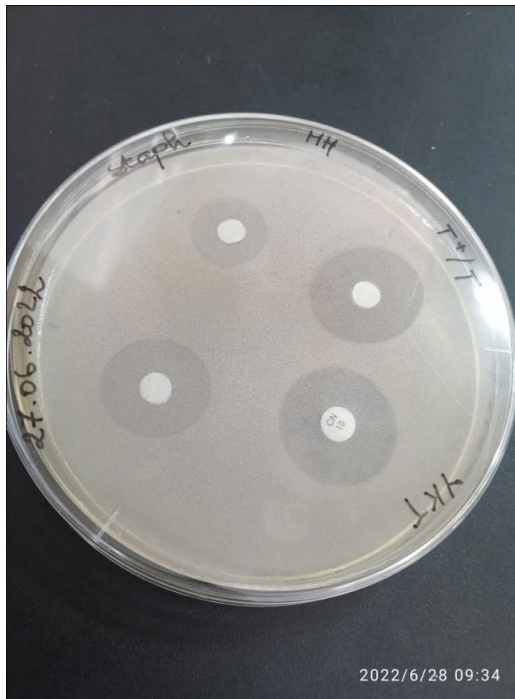
- Extrait de viande..... 1g.
- Extrait de levure .....2g.
- Peptone..... 5g.
- Chlorure de sodium.....5g.
- Agar-agar..... 15g.
- Eau distillée ..... 1000ml.
- pH 7.4

### Annexe 04 : Préparation de la gamme d'étalonnage des flavonoïdes

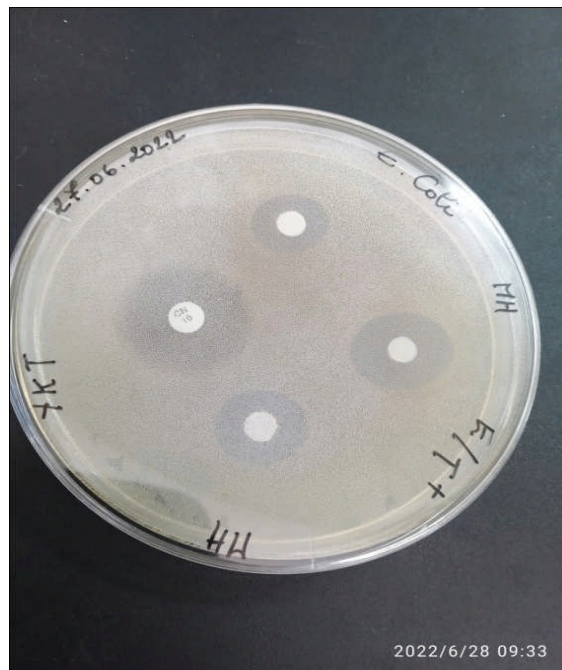
Le dosage des flavonoïdes a été réalisé selon la méthode d' $AlCl_3$  en utilisant comme standard la quercétine, les teneurs en flavonoïdes sont exprimées en mg EQ/g d'extrait.



**Annexe 05 : photographie des zones d'inhibition**



Photographie des zones d'inhibitions de l'extrait aqueux vis-à-vis *Escherichia coli*



Photographie des zones d'inhibitions de l'extrait aqueux vis-à-vis *Staphylococcus aureus*

