

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT
جامعة عمار تليجي بالأغواط



FACULTE DES SCIENCES
كلية العلوم
DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUES
قسم العلوم الزراعية

Mémoire de MASTER

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie (SNV)

Filière : Sciences Alimentaires

Option : Agroalimentaire et contrôle de Qualité (ACQ)

Par :

BEN TAHAR Fatima et SERRAYAH Fattoum

THEME

**La méthodologie de surface de réponse (RSM)
comme outil pour optimiser l'extraction et la
quantification des sucres de fruit de palmier dattier**

Soutenu publiquement le devant le jury composé de :

Dr, MENASRA Amina	M.A.A	Présidente
Dr, AOUISSI Hadjer	M.A.A	Examinatrice
Dr, HAMINI Faiza	M.A.A	Rapporteur
Dr, HACHANI Soumaya	Docteur	Co-rapporteur

Année universitaire 2021/2022

Dédicace

Je dédie ce modeste travail a :

Moi-même, mes parents, mes frères,

Mes sœurs, mes amis



Fattom

Dédicace

*A ma Mere et a mon Père Que Dieu Lui Fasse
misericorde.*

*J'exprime mes sincères remerciements et toute ma
reconnaissance pour*

*Leurs efforts, sans lesquels je n'aurai jamais pu achever
mes études.*

*A mes sœurs sirine et laugine, à mes frères Amer et Abd
elouaheb .*

A Tout (toutes) mes amis (es)



fatima

Remerciements

Dans le cadre de la réalisation de ce modeste travail ; Je remercie avant tout Allah tout puissant, de m'avoir accordé la santé, guidée vers le bon chemin et de m'avoir permis d'accomplir ce mémoire.

Je tiens à exprimer mes gratitude à Md Hachani soumaya notre directrice de thèse, pour son encadrement, qui a bien dirigé ce travail. Ses qualités scientifiques et humaines, sa disponibilité, et ses directives avisées m'ont permis de mener à terme cette recherche. Elle a été ma précieuse guide avec une patience jamais prise en défaut tout au long de la réalisation de ce travail, elle m'a consacré le temps nécessaire à l'aboutissement de mes travaux. Toute au long de ce travail elle n'a été pas seulement une enseignante pour moi mais une deuxième mère avec le sens propre de mot. Merci infiniment Madame.

Je tiens à remercier le Dr qui nous a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire, je remercie également le Dr qui ont bien voulu examiner et juger ce mémoire.

J'adresse mes sincères remerciements à tous les professeur de labo de recherche M.Youssefi Mohamed, M.Harrat Mohamed, Mechraoui ibtissem. qui m'ont beaucoup encouragés au cours de la réalisation de ce modeste travail et je remercie aussi tous les phoeniciculteurs qui m'ont accueilli et m'ont offris leurs temps précieux et sans eux ce travail n'aurait pas été possible.

Enfin ; je voudrais exprimer toute ma gratitude envers mon entourage et à toutes les personnes qui ont pris part directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES TABLEAUX

Titre	page
Tableau 1. Date de la superficie récoltée, production et rendement en Algérie (2020), (FAO, 2022)	08
Tableau 2. Représentation schématique des différents termes du RSM	13
Tableau 3. La matrice expérimentale du plan de Box-Behnken pour 3 facteurs	15
Tableau 4. Données de caractérisation morphologique de la datte <i>Tamazouchete</i>	18
Tableau 5. Les caractéristiques Physico-chimiques de fruit de Tamazouchete	20
Tableau 6. Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation	23
Tableau 7. la matrice expérimentale de Box-Behnken pour trois facteurs (X1, X2 et X3)	24
Tableau 8. Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation des sucre totaux de fruit de dattes (Tamazouchete) du phoenix <i>dacylefera</i> L.	29
Tableau 9. la matrice expérimentale de Box-Behnken pour trois facteurs (X1, X2 et X3) et leurs réponse (la moyen des sucre totaux ST).	30
Tableau 10. L'analyse de la variance des modèles polynomiaux de second ordre.	31
Tableau 11. Coefficients de régression et leurs significations statistiques.	32

LISTE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

Titre	page
Figure 1. Quantités de production de dattes par pays (1961-2020)	05
Figure 2. Production/ rendement quantités des dattes dans le monde (1961-2020)	06
Figure 3. Production de Dattes par région, (B) en 2020 ; (A) la production moyenne entre 1961 et 2020 ("FAO", 2022)	06
Figure 4. Production des dattes : top 10 producteurs	07
Figure 5. Production/ rendement quantités des dattes dans l' Algérie (FAO,2020)	07
Figure 6. Exportation des dattes en Algérie	08
Figure 7. Prix producteur des dattes en Algérie (FAO, 2022)	09
Figure 8. Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs.	16
Figure 9. Fruit de datte de <i>Tamazouchete</i>	17
Figure 10. Courbe d'étalonnage du fructose	21
Figure 11. Effet du temps d'extraction sur les sucres totaux.	26
Figure 12. Effet de température d'extraction sur la teneur des sucres totaux.	27
Figure 13. Effet du rapport solide/liquide sur la teneur des sucres totaux.	28
Figure 14. Effet de la température et le temps d'extraction sur les ST	34
Figure 15. Effet de la température d'extraction et le rapport solide-liquide sur les ST	35
Figure 16. Effet du rapport liquide/solide et le temps d'extraction sur les ST	36
Figure 17. Combinaison optimale pour une meilleure extraction des ST	37
Figure 18. Cube de la désirabilité obtenue à l'aide du profileur de prédiction Design-Expert	38

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES ABREVIATIONS

Abs	Absorbance
FAO	Food and Agriculture Organisation
MAPS	Le Pourcentage d'erreur absolu moyen
MS	Matière sèche
RSM	Méthodologie de surface de réponse
SD	Le standard déviation
ST	Sucres totaux
UV	Ultraviolet

TABLE DES MATIERES

Table des matières

Liste des tableaux	I
Liste des figures	II
Liste des abréviations	III
Introduction générale	2
Partie 1. Le palmier dattier.	3
Chapitre I. le palmier dattier	3
I.1. Historique et origine	4
I.2. Taxonomie du palmier dattier.....	4
I.3. Biologie du palmier.....	5
I.4. Répartition géographique du palmier dattier.....	5
I.5. Importance économique du palmier dattier	5
I.6. Utilisation du palmier dattier.....	10
Chapitre II : Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation	
II.1. Définition de l'optimisation	13
II.2. Optimisation classique.....	13
II.3. Méthodologie de surface de réponse	13
II.3.1. Définition de RSM.....	13
II.3.2. Définition de certains termes.....	14
II.3.3. Etapes pour l'application RSM.....	16
II.3.4. Plane de Box-Behnken et Behnken (1960).....	17
Chapitre III : Matériels et Méthodes	
III.1. Réactif chimique	19
III.2. Matériels végétaux	19

TABLE DES MATIERES

III.3. Extraction et quantification des sucres totaux	22
III.4. Analyse préliminaire.....	23
III.4.1 Le temps d'extraction	23
III.4.2. La température d'extraction	24
III.4.3. Le rapport solide- liquide	24
III.5. Domaines expérimentaux des facteurs	24
III.6. Matrice d'expérience.....	25
III.7. Analyse statistique	26
Chapitre IV : Résultats et discussions	
IV. Résultats et Discussions	28
IV .1. Résultats de l'étude préliminaire sur les conditions d'extraction des sucres	28.
IV.1.1. Temps d'extraction	28
IV.1.2. La température d'extraction.....	29
IV.1.3. Rapport solide_ liquide	30
IV.2. Optimisation des conditions d'extraction.....	31
IV.3. Optimisation du ST.....	33
IV.4. Analyse de la surface de réponse	34
IV.5. Analyse des diagrammes des surfaces de répons des sucres totaux	35
IV.6. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision.....	39
Conclusion	43
Référence	
Annexe	

Introduction générale

INTRODUCTION

Introduction

Dans le Sahara, le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est le pilier des écosystèmes oasiens où il permet de limiter les dégâts d'ensablement, joue un rôle protecteur contre le rayonnement solaire intense pour les cultures sous-jacentes (arbres fruitiers, cultures maraîchères et céréales) . Par sa présence dans ces zones désertiques, les diverses formes de vies animales et végétales, indispensables pour le maintien et la survie des populations, sont possibles. En plus de son fruit savoureux très connu « la dattes » qui représente une source économique importante, le dattier offre de nombreux produits à propriétés alimentaires et thérapeutiques employés en médecine traditionnelle comme le pollen, les fleurs, les feuilles et les graines (N. Bouguedoura , 2021). .

Outre l'importance du palmier dattier dans divers domaines, les dattes sont une source majeure de sucre. L'Algérie consomme du sucre en très grande quantité, comme d'autres pays, mais cela lui coûte beaucoup d'argent à cause de son incapacité à fabriquer du sucre ou à produire de la betterave à sucre et de la canne à sucre, il dépend principalement de son importation de diverses manières. Ses formes, soit prêtes à la consommation, soit liquides à raffiner, conditionnées puis mises sur le marché. C'est ce qui a motivé l'exploitation de cette composante des fruits des dattes et son extraction (.Farhi , et al 2021.)

Il existe dans le monde des méthodes nombreuses et variées pour extraire le sucre des fruits des dattes, certaines études montre qu'il y a palmiers donnent un bon rendement, le sucre était extrait des dattes elles-mêmes ou du sirop de palmier dattier.

Dans ce contexte, l'objectif du présent travail est concentré sur l'étude d'optimisation des sucres totaux de fruit de date par la méthode de réponse de surface (RSM) comme outil pour améliorer l'extraction du sucre des dattes. Les travaux ont été réalisé au sein du

INTRODUCTION

laboratoire de recherche de l'Université d'Amar Telidji Laghouat menés selon le plan de recherche suivant :

Une première partie relative à l'étude bibliographique comprenant deux chapitres dont le premier ; des généralités autour des palmiers dattiers et la datte, le deuxième présente la méthode de réponse de surface comme outil d'optimisation.

Une deuxième partie expérimentale présentant, comme Chapitre IV, le matériel végétal utilisé ainsi les méthodes nécessaires pour l'extraction de sucre de dattes. Le Chapitre V concernant les résultats obtenus, leurs analyses et leurs discussions.

Enfin une conclusion générale résume les différents résultats obtenus et les perspectives de ce travail.

Chapitre I

Le palmier dattier

I.1. Historique :

C'est Linné, en 1734, qui a donné le nom de *Phoenix dactylifera* et a fait la description morphologique complète de cette espèce. La signification de *Phoenix dactylifera* ; dans la l'étymologie, du mot "Phœnix" dérive de nom de Dattier chez les Grecs, qui considéraient comme l'arbre des phéniciens et "dactylifera" vient de latin "dactylus" dérivant du grec dactylis, signifiant doigt, en raison de la forme du fruit (MUNIER, 1973)

Les études menées par (Aoudah-Ibrahim 2011), ont montré que "dactylis" ou "Datte" dérivé du mot "Daguel" ou "Dachel" origine hébraïque, signifiants doigts. Il est cultivé depuis l'antiquité, mais jusqu'à présent, aucun vestige de Phoenix n'a été trouvé dans les zones actuelles du Palmier Dattier (Touati,2019).

I.2. Taxonomie du palmier dattier

Le nom scientifique du palmier dattier est *Phoenix dactylifera* L. Le terme Phoenix proviendrait de Phoenix, nom du dattier chez les Grecs de l'Antiquité qui le considéraient comme l'arbre des Phéniciens. Le terme dactylifera fait référence au doigt (dactylus en latin), en raison de la forme des fruits. (Munier, 1973).

Phoenix dactylifera est une monocotylédone arborescente de la famille des Areaceae (Palmae). Le genre Phoenix comporte 14 espèces réparties dans les régions tropicales et subtropicales de l'Ancien Monde (Bensaada, 2015).

Sa position systématique était donnée comme suit :

- **Embranchement** : Angiospermes

- **Classe** : Monocotylédones

- **Famille** : Areacaceae (Palmaceae)

- **Tribu** : Phoenicea

- **Genre** : *Phoenix*

- **Espèce** : *Phoenix dactylifera* (Absi,2013.)

I.3. Biologie du palmier dattier

Le palmier dattier comporte généralement quatre phases selon (Belguedj,2002)

- **Phase jeune** : croissance et développement (5-7 ans)
- **Phase juvénile** : période d'entrée en production (30 ans)
- **Phase adulte** : début décroissance de production (60 ans)
- **Phase sénescence** : chute de la production (80 ans et plus)

I.4. Répartition géographique du palmier dattier

De nos jours, le palmier dattier se trouve surtout dans les régions chaudes et arides de la péninsule arabique, de l'Afrique du Nord et du Moyen-Orient (Fig 1).

Une répartition régionale des pays producteurs de dattes est donnée ci-dessous ("FAO," 2022):

- **Asie** : Arabie saoudite, Iran, Émirats arabes unis, Irak, Pakistan, Oman, Chine, Yémen, Koweït, Turquie, Qatar, Bahreïn, Jordanie, Territoire palestinien occupé et Syrie.

- **Afrique** : Égypte, Algérie, Tunisie, Libye, Maroc, Mauritanie, Tchad, Niger, Somalie, Bénin, Kenya, Cameroun, Namibie, Swaziland et Djibouti.
- **Amériques** : États-Unis, Mexique, Pérou et Colombie.
- **Europe** : Albanie et Espagne.

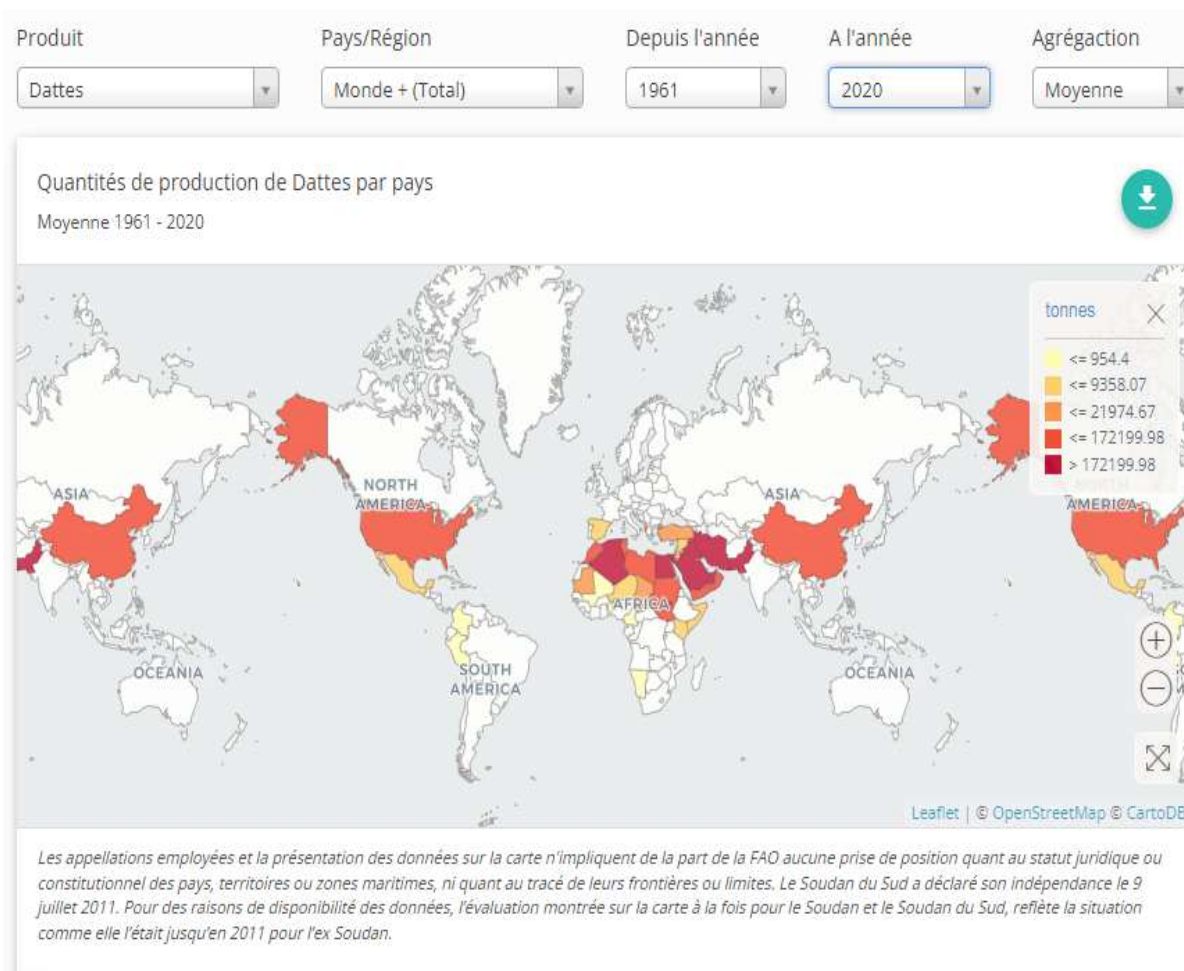


Fig 01 : Quantités de production de dattes par pays (1961-2020)

I.5. Importance économique du palmier dattier

De 1961 à 2020 la production de dattes est passée de 1852592 à 9454213 tonnes. Par ailleurs, l'année 2010 est marquée par la plus grande superficie récoltée mondiale (1281919 ha) et avec

une production mondiale (7527766 tonnes) (Fig 2). En fait, il existe plus de 3000 cultivars dans le monde utilisés pour la production de dattes mais seuls 60 cultivars ont retenu l'attention des marchés nationaux et internationaux (Moussouni & al 2017).

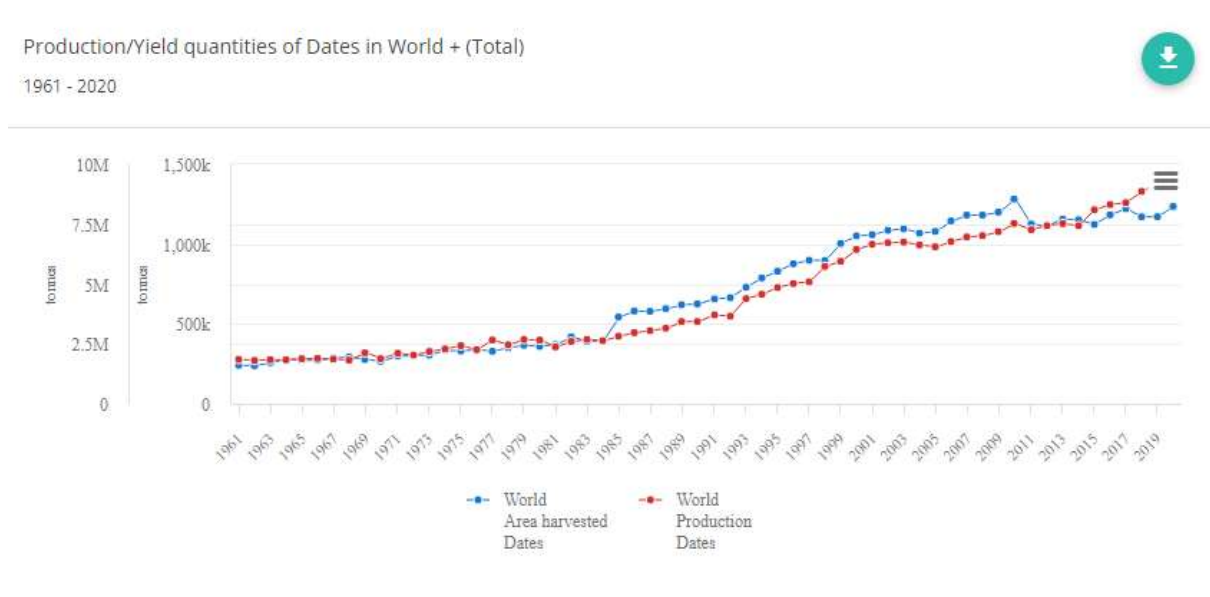


Fig 02 : Production/ rendement quantités des dattes dans le monde (1961-2020) (fao 2020)

De 1961 à 2020, l'Afrique a une moyenne égale à 38.4% de production de dattes par région, et elle monte à 42,7% en 2020 (Fig.3) («FAO», 2022).

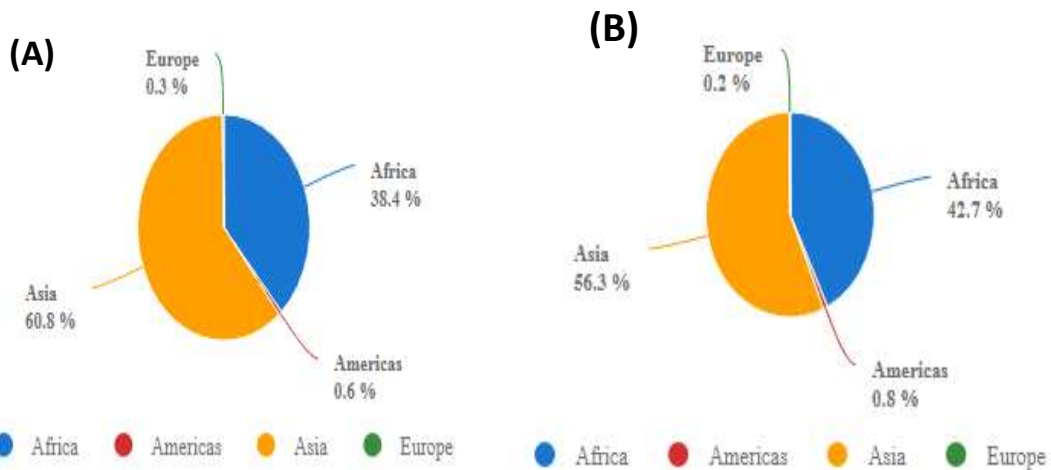


Fig.3. Production de Dattes par région, (B) en 2020 ; (A) la production moyenne entre 1961 et 2020 ("FAO", 2022)

Le plus grand pays d'Afrique est l'Algérie et comme le montre la Fig.4, l'Algérie est classée comme le deuxième producteur de dattes en Afrique et la quatrième au monde après l'Iran, Saoudia et l'Égypte avec une production moyenne de 1101909 tonnes (Fig 4) ("FAO", 2022).

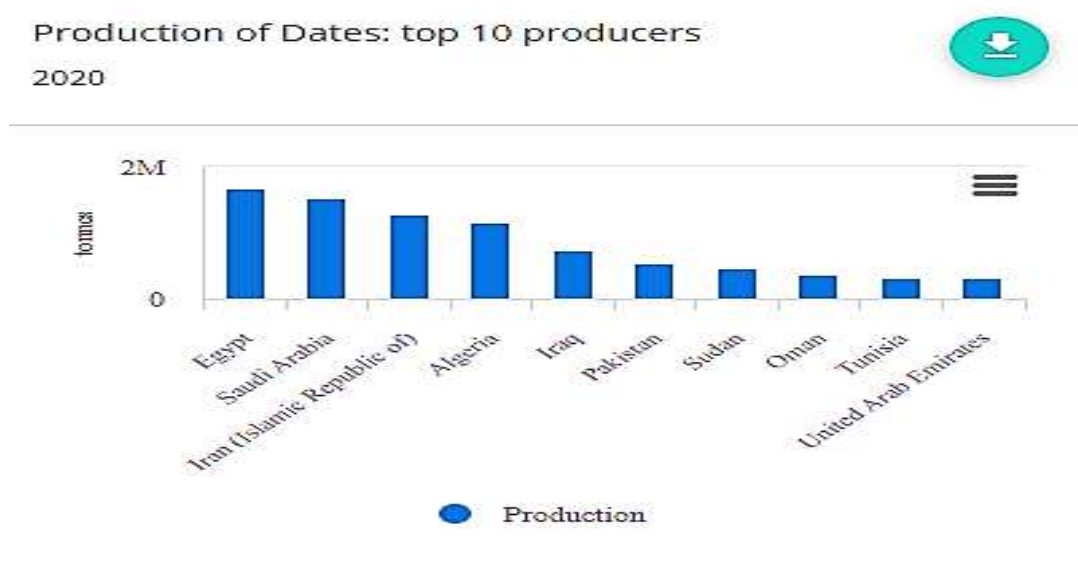


Fig.4. Production des dattes : top 10 producteurs

En Algérie la surface de récolte a été augmentée depuis 1961 jusqu'à maintenant, En parallèle, la production des dattes a été augmentée aussi (Fig 5). Le palmier dattier est cultivé au niveau de 17 wilayas seulement. Cependant, quatre principales wilayas représentent 83,6 % du patrimoine phoenicicole national : Biskra 23 %, Adrar 22 %, El-Oued 21 % et Ouargla 15 % (Noui,2007)

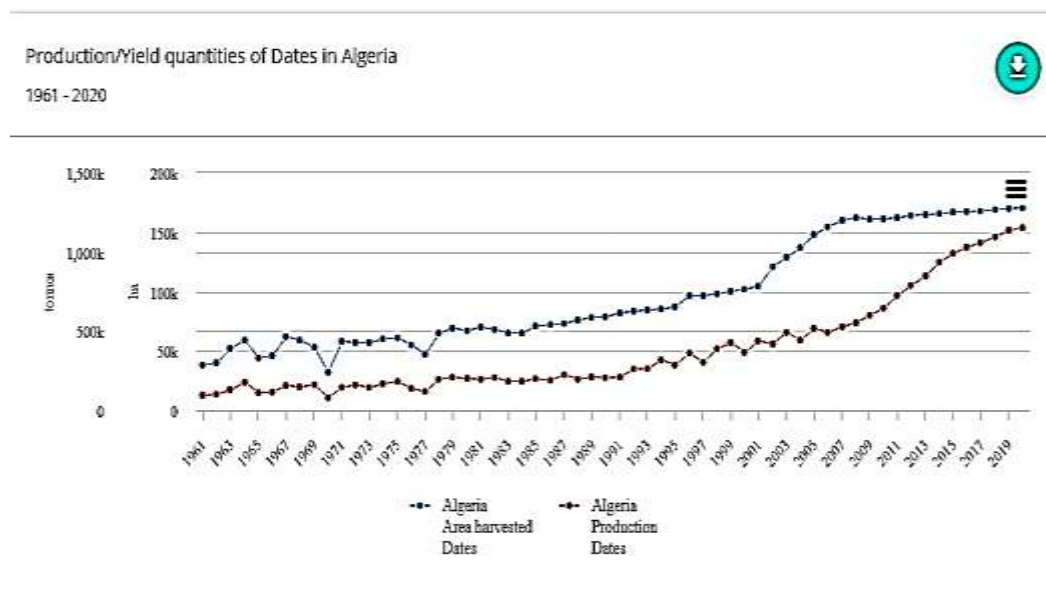


Fig.5: Production/ rendement quantités des dattes dans l' Algérie (FAO,2020)

Ce fruit est l'un des produits agricoles importants dans le Sahara algérien avec un rendement égal à 67561 hg/ha dans lequel seulement 126277 tonnes sont exportées, en 2020, généralement à partir du cultivar Daglet noir (FAO, 2022) puisque les autres cultivars sont restés inconnus ou avec peu de données de recherche qui pourraient promouvoir leur valeur nutritionnelle et économique (Tableau 1, Fig.6).

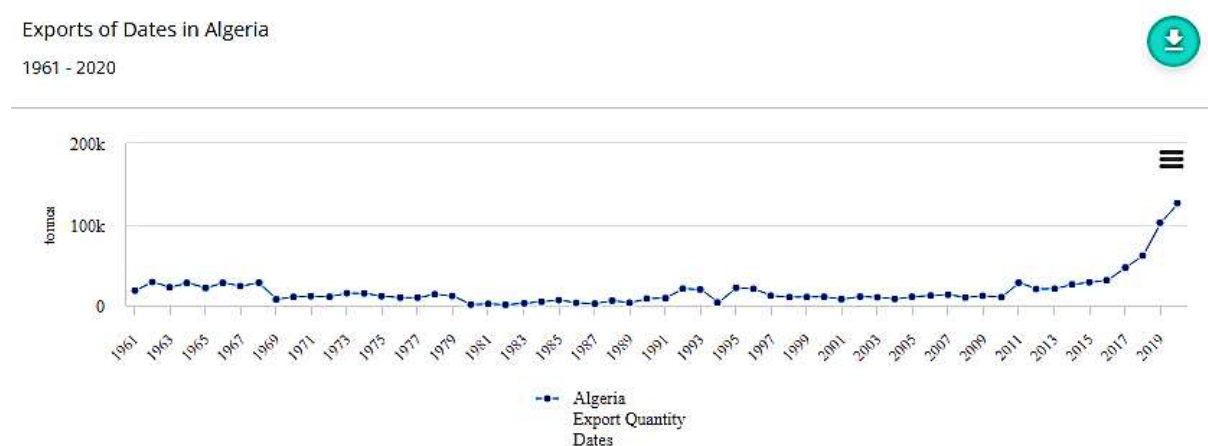


Fig.6. Exportation des dattes en Algérie

Tableau 1 : Date de la superficie récoltée, production et rendement en Algérie (2020), (FAO, 2022)

				- All		
				2020 [2020]		
				Unit	Value	Flag Description
- All	- Algeria [4]	- Area harvested [5312]	Dates [577]	ha	170500	Official data
		- Production [5510]	Dates [577]	tonnes	1151909	Official data
		- Yield [5419]	Dates [577]	hg/ha	67561	Calculated data [Fc]

Enfin, la production de dattes fournit des emplois à une population active estimée à 50 millions de personnes, dont 35 % sont localisés dans les pays du sud de la Méditerranée (Radwan, 2017).

En Algérie les prix producteurs des dattes augmentent jusqu'à l'année 2014, mais après une diminution se produite et cette chute continue (Fig 7). Maintenant le prix de production est estime environ 3200 USD/ tonne (FAO, 2022)

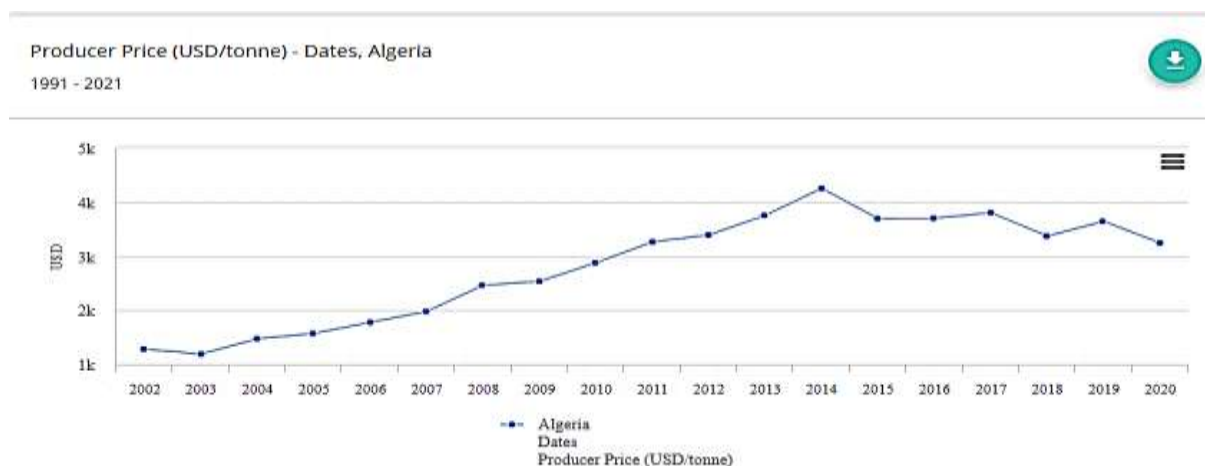


Fig.7. Prix producteur des dattes en Algérie (FAO, 2022)

I.6 Utilisation du palmier dattier

En Algérie, la culture du palmier dattier est essentiellement localisée dans les wilayas sahariennes. On estime le nombre à 10 millions de palmiers dattiers dont 76 % productifs (C.D.R.S).

Outre sa production de dattes pour l'alimentation humaine, le palmier dattier, offre une large gamme de sous-produits exploités par la population saharienne, on peut citer quelque unes :

1. Le vinaigre, l'alcool et les levures, par fermentation microbiologiques des dattes communes.
2. La farine de dattes utilisées dans la panification.
3. Jus de dattes, par extraction, utilisé comme sucrerie.
4. Tronc d'arbre est utilisé dans l'ébénisterie traditionnelle, bois de chauffage et charpentes de bâtiments.
5. Les palmes sèches sont utilisées comme clôtures, brises vent, dans la confection de couffins, de chapeau, ils peuvent même servir en industrie de papier.
6. Les régimes de dattes, comme balais traditionnels, et comme combustibles.
7. Le lacmi, (lagmi) boisson très recherchée par la population locale, représentant la sève qui s'écoule du stipe.
8. Le noyau est utilisable dans l'alimentation humaine : après torréfaction, il peut en effet constituer un succédané du café et donne une décoction d'une saveur et d'un arôme agréable (café décaféine). Il est surtout utilisé comme provende pour les animaux (Aldhaheri et al., 2004).

Chapitre II :

Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation

II.1 Définition de l'optimisation :

L'optimisation fait référence à l'amélioration des performances d'un système, d'un processus ou d'un produit afin d'obtenir en tirer le maximum d'avantages. Dans le passé, l'optimisation était fréquemment utilisée en chimie analytique plus que d'autres domaines. Plus tard, le processus d'optimisation s'est étendu à d'autres domaines scientifiques comme la biologie et la chimie organique. Ce processus vise à découvrir les conditions dans lesquelles appliquer une procédure qui produit la meilleure réponse possible (Bezerra et al, 2008).

II.2. Optimisation classique :

Traditionnellement, l'optimisation a été réalisée en variant un seul facteur à la fois, les autres restés constants. Cette méthode était laborieuse, coûteuse et lente, y compris qu'elle ne mettait pas en considération les interactions de divers facteurs (Prasad et al ,2011) donc ne représentait pas les effets complets des paramètres sur la réponse (Nassiri et al ,2011). La méthode des surfaces de réponse (RSM) peut surmonter ces difficultés (Prasad et al ,2011). En outre, RSM nécessite un nombre réduit d'expériences et moins de temps et de travail. La méthodologie de surface de réponse a été utilisée avec succès pour modéliser et optimiser l'extraction de composés phénoliques de différentes sources (Majd et al,2011).

II.3 Méthodologie de surface de réponse :

II.3.1 Définition de RSM :

Une modélisation mathématique basée sur un protocole expérimental statistique permet de s'affranchir de conception à la fois appelée méthodologie de surface de réponse (RSM) (Benzerra et al ,2008). RSM est un outil utilisé par nombreux chercheurs pour maximiser ou minimiser diverses variables indépendantes afin de prédire la condition optimale et d'atteindre les meilleures performances du système.

Un plan expérimental doit être choisi avant d'appliquer la méthodologie RSM. Ces dessins sont générés à l'aide de différentes matrices expérimentales. Habituellement, toutes les données qui peuvent être décrites à l'aide des fonctions peuvent être expliquées à l'aide de plans expérimentaux pour des modèles de premier ordre (par exemple, plans factoriels). D'autre part, les données qui ne peuvent pas être décrites par des fonctions linéaires doivent être expliquées en utilisant conceptions expérimentales pour les surfaces de réponse quadratiques (khuri ,2010).

Il existe différentes conceptions expérimentales pour les surfaces de réponse quadratiques, les plus connues sont plans factoriels à trois niveaux, de Box-Behnken, composite central et Doehlert (Bezerra et al,2008).

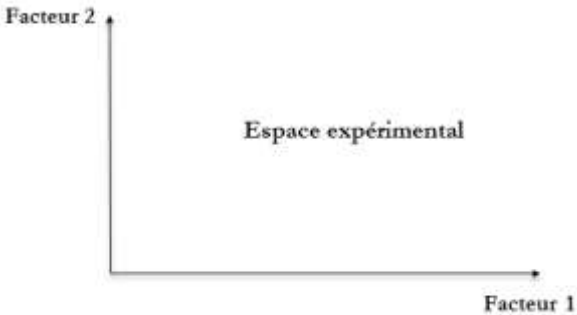
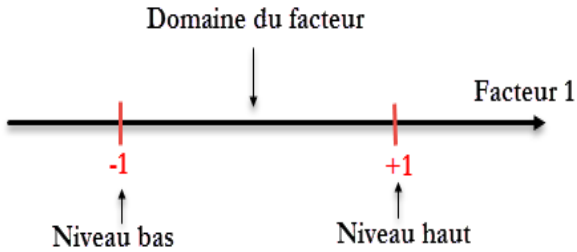
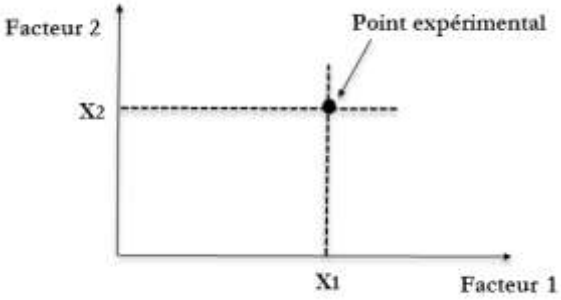
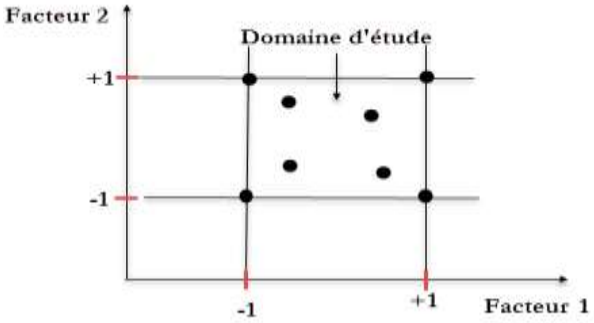
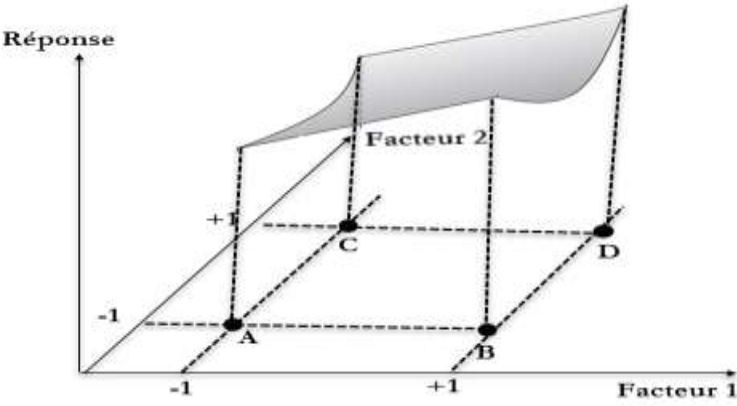
II.3.2 Définition de certains termes :

- ✓ **Facteurs** sont des grandeurs supposées influencer sur les variations des réponses (vivier,2002)
- ✓ **Réponse** est généralement notée y (Goupy,2006). C'est une manifestation mesurable que l'on observe lorsqu'on fait varier les facteurs étudiés (kimouche,2008)
- ✓ **Espace expérimental** est définie par un repère cartésien à deux ou plusieurs dimensions, cet espace comprend tous les points du plan (facteur 1 x facteur 2). S'il y a un troisième facteur, il est représenté aussi par un axe orienté et gradué, et positionné perpendiculairement aux deux premiers (Goupy,2006)
- ✓ **Domaine du facteur** appelé aussi le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut (Goupy,2006).
- ✓ **Point expérimental** est obtenu par l'intersection de deux niveaux (X_1, X_2) dans un espace expérimental (Goupy,2006).

Chapitre II Méthodologie de surface de réponse comme outil d'optimisation

- ✓ **Le domaine d'étude** est défini comme étant l'espace où tous les points expérimentaux se regroupent, ce domaine d'étude est délimité par les niveaux bas et haut de chaque facteur (kimouche,2008).

Tableau 2 : Représentation schématique des différents termes du RSM

 <p>Facteur 2</p> <p>Espace expérimental</p> <p>Facteur 1</p>	 <p>Domaine du facteur</p> <p>Facteur 1</p> <p>-1</p> <p>Niveau bas</p> <p>+1</p> <p>Niveau haut</p>
<p>Axes présentant les facteurs et l'espace expérimental</p>	<p>Domaine du facteur</p>
 <p>Facteur 2</p> <p>Point expérimental</p> <p>X2</p> <p>X1</p> <p>Facteur 1</p>	 <p>Facteur 2</p> <p>Domaine d'étude</p> <p>+1</p> <p>-1</p> <p>-1</p> <p>+1</p> <p>Facteur 1</p>
<p>Niveaux des facteurs / le point expérimental</p>	<p>Domaine d'étude</p>
 <p>Réponse</p> <p>Facteur 2</p> <p>+1</p> <p>-1</p> <p>A</p> <p>B</p> <p>C</p> <p>D</p> <p>-1</p> <p>+1</p> <p>Facteur 1</p>	
<p>La surface de réponse</p>	

II.3.3 Étapes pour l'application RSM :

La méthodologie de surface de réponse a été développée par Box et ses collaborateurs dans les années 50 (Jentzer,2015). L'objectif de RSM basé sur l'adéquation des modèles empiriques avec les données expérimentales obtenues en relation à la conception expérimentale. Par conséquent, des fonctions polynomiales linéaires ou quadratiques sont utilisées pour décrire le système étudié et, par conséquent, d'explorer les conditions expérimentales jusqu'à son optimisation. Cette peut se faire à travers six étapes importantes dans l'application du RSM (Bezerra et la ,2008), (khuri,2010), (Jentzen 2015).

- **Étape 1** : grâce à des études de dépistage, des variables indépendantes des effets majeurs tels que la température, le temps ou le pH sont choisis et la délimitation de la région expérimentale, selon l'objectif de l'étude et l'expérience sont fixés.

- **Étape 2** : une matrice expérimentale doit être choisie et les expériences sont menées en fonction de la matrice sélectionnée.

- **Étape 3** : le traitement mathématico-statistique des données expérimentales obtenues à travers le fit d'une fonction polynomiale. Cela pourrait être fait en utilisant différentes méthodes et équations statistiques.

-**Étape 4** : l'évaluation de l'aptitude du modèle. En comparant différents paramètres tels que les valeurs de P et les valeurs F .

- **Étape 5** : la vérification de la nécessité et la possibilité d'effectuer un déplacement dans direction de la région optimale. Cela pourrait se faire en analysant la surface résultante.

-**Étape 6** : l'obtention des valeurs optimales pour chaque variable étudiée. Pour les modèles du second degré, la point critique peut être caractérisée comme maximum, minimum, ou la selle. Point critique est calculée par la résolution de la première dérivée de la fonction

mathématique qui décrit la surface de réponse et elle équivaut à zéro. La fonction quadratique obtenue pour deux variables comme décrit ci-dessous sert à illustrer l'exemple :

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{12}X_1X_2$$

$$\partial Y / \partial X_1 = a_1 + 2a_{11}X_1 + a_{12}X_2 = 0$$

$$\partial Y / \partial X_2 = a_2 + 2a_{22}X_2 + a_{12}X_1 = 0$$

II.3.4 Plan de Box-Behnken Box et Behnken (1960)

Box et Behnken ont présenté un type de plan d'expérience pour des modèles du deuxième ordre et qui permet l'estimation de certaines interactions (Goupy et al, .2006) .Tous les facteurs comme l'indique le **Tableau 3** ont trois niveaux : -1, 0 et +1 (Kimouche et al ,2008).

Tableau 3: La matrice expérimentale du plan de Box-Behnken pour 3 facteurs

n° essai	Facteur1	Facteur2	Facteur3
1	0	- 1	- 1
2	+ 1	0	- 1
3	0	+ 1	- 1
4	- 1	0	- 1
5	- 1	- 1	0
6	+ 1	- 1	0
7	+ 1	+ 1	0
8	- 1	+ 1	0
9	- 1	- 1	+ 1
10	+ 1	0	+ 1
11	0	+ 1	+ 1
12	- 1	0	+ 1
13	0	0	0

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est illustré par la **Fig 8**, a une forme cubique et n'exigent que 12 essais accompagnés d'un point central. Dans la pratique, il y a la réalisation de (3 à 4) points centraux (Goupy et al, .2006).

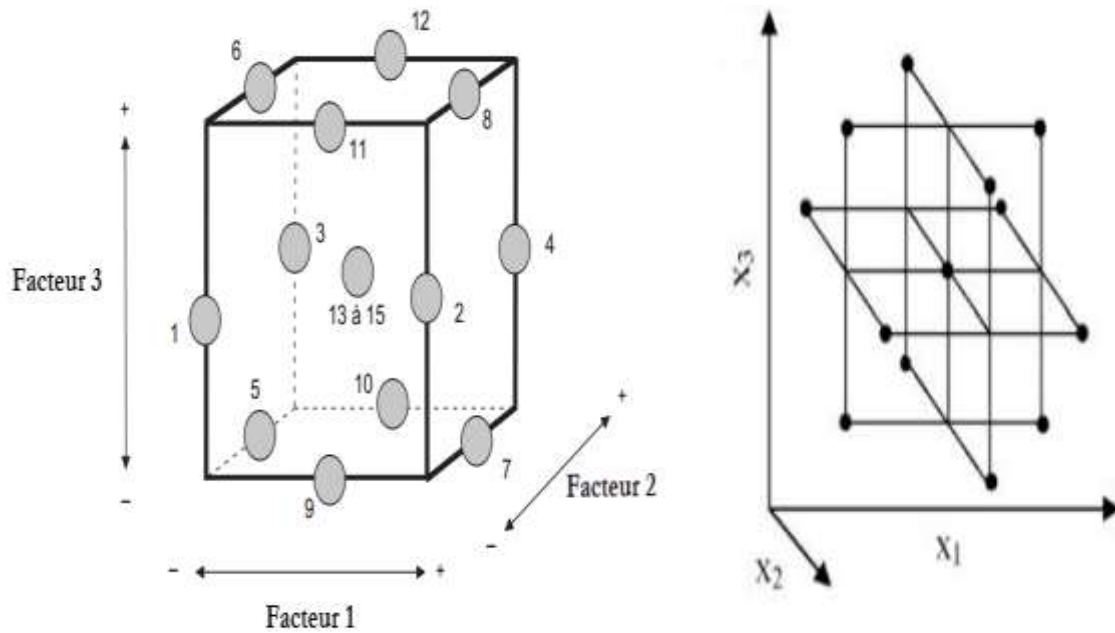


Fig8: Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs.

CHAPITRE III

MATERIELS ET METHODES

III. Matériels et méthodes

III.1 Réactifs chimiques :

Tous les réactifs utilisés dans cette expérience ont été obtenus auprès de Sigma-Aldrich, Riedel de Haën. Balance de haute précision type OHAUS, spectrophotomètre UV/visible type SHIMADZU UV-1601 et un bain-marie type MEMMERT sont utilisés.

III.2. Matériels végétaux :

Un cultivar de dattes de *Phoenix dactylifera L. Tamazouchete*, ont été collectés à "tamr stage" de la région d'Ain Salah en Algérie (Latitude 27° N et Longitude 2° E). Fruits de dattes de palme de taille uniforme, exempts de dommages physiques ont été sélectionnés. Les noyaux des dattes ont été retirés et la partie comestible de la datte a été séchée à 40°C avant broyage.

Les données morphologiques et physico-chimique de fruits de *Tamazouchete* sont illustrées dans les deux tableaux suivant selon la caractérisation de Hachani et al., (2018) **Tableaux (4 et 5)**.



Fig 9 : Fruit de datte de *Tamazouchete*

Tableau 4. Données de caractérisation morphologique de la datte *Tamazouchete*

Forme du fruit	Sub-sphérique
Forme du fruit à la base	Rond
Forme du fruit au sommet	Large Rond
Longueur du fruit (mm)	37
Poids moyen du fruit (20 fruits) (g)	201.57
Couleur du fruit	Amber
Consistance de la datte	Sèche
Aspect de l'épicarpe du fruit (skin)	Plissé ou Gaufré
Altération de la couleur de l'épicarpe (skin color)	Collier
Epaisseur de la chaire (mm)	5.5
Texture de la chaire	Fibreuse
Gout et saveur de la datte	Réglisse
Arome de la datte	Absent
Longueur de la cavité de la datte (mm)	29
Largeur de la cavité de la datte (mm)	10.5
Calice/Périanthe	
Forme du calice	Proéminent
Couleur du calice	Orange
Diamètre du calice (mm)	9.8
Adhérence du fruit au calice	Oui

Tableau 4 continue

Graine	
Forme de la graine	Ovale
Longueur de la graine(mm)	21
Largeur de la graine (mm)	8.5
Epaisseur de la graine	7.4
Rapport de longueur de la graine/fruit	1/2 to 2/3
Poids moyen des graines (20 fruits) (g)	20.88
Rapport poids de la graine/fruit	0.10
Couleur de la graine	Marron ou Cream
Aspect de la surface de la graine	Lisse
Forme du sillon de la graine	Pas prononcé
Situation du pore germinatif/micropyle	Central
Type de protubérances	En crête
Fréquence de protubérances en crêtes ou fins	Rare
Présence de mucron	Présent
Longueur du hile	Court
Adhérence du tégument séminal	Non

Tableau 5 : Les caractéristiques Physico-chimiques de fruit de Tamazouchete

	<i>Tamazouchete</i>
Matière sèche DM%	85.25
PH	5.71
Teneur en eau (H%)	14.75
Sucres totaux (%)	37.23
r (indice de qualité)	2.524
La classification	Semi-Soft

III.3 Extraction et quantification des sucres totaux

Un macérât de dattes avec 0.5g de dattes dans une quantité d'eau distillée et a différentes températures de 25 °C et plus, et après filtration on quantifie la concentration des sucres totaux ST par un dosage spectrophotométrique utilisent la méthode du Dubois (Dubois et al., 1956).

1 ml de la dilution est déposé dans un tube à essai suivi de 2 ml d'acide sulfurique pour l'hydrolyse acide (transformation des sucres complexes en sucres réducteurs simples). On ajoute dans le tube 1 ml d'une solution de phénol à 1%. La réaction est exothermique. Les tubes sont bien agités et font un rapide passage au bain marie à 50° C pendant 5 min puis sont déposés à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante. La lecture se fait à 490 nm contre un blanc.

Une courbe d'étalonnage est construite grâce à une gamme des différentes concentrations d'une solution mère de fructose comme un standard (Fig 10).

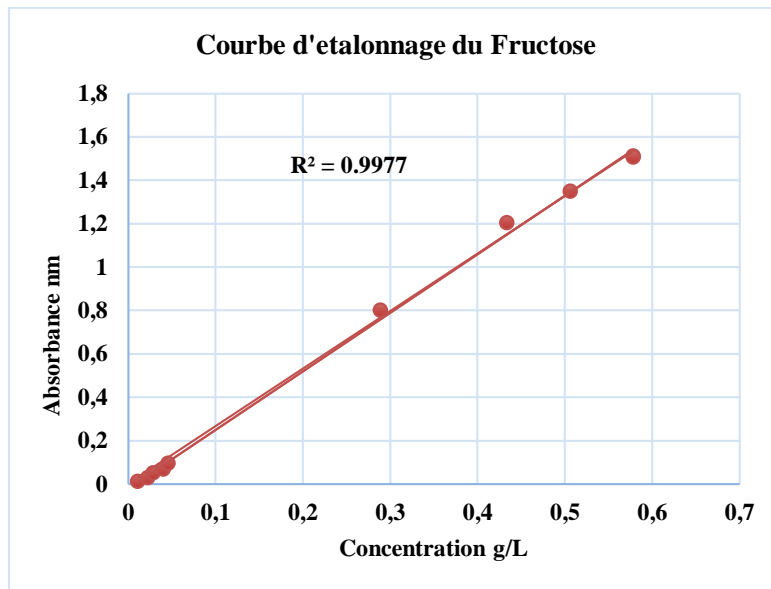


Fig 10 : Courbe d'étalonnage du fructose

La méthode utilisée est celle de Dubois (Dubois et al., 1956). Les glucides en milieu acide sulfurique et à chaud sont déshydratés en dérivés du furfural qui se combine facilement avec le phénol et donnent une coloration rose-saumon (le glucose fournit de l'hydroxyfurfural).

III.4. Analyse préliminaire

L'objectif de l'étude préliminaire des conditions d'extraction a été de sélectionner à partir d'un intervalle de chaque facteur, la valeur qui permet de donner le maximum de rendements des sucres totaux, en variant l'un des trois paramètres étudiés et fixant les deux autres et ainsi de suite. L'étude préliminaire a été répétée trois fois.

III.4. 1 Le temps d'extraction

0.5g de poudre de datte (*Tamazouchete*) dans 25ml eau distillée et placée dans un appareil bain marie à une température fixée de 25°C avec un temps d'extraction qui varie entre (5min à 50min). L'extrait a été filtré avec papier filtre.

III.4. 2 La température d'extraction

A un temps de 40 min et un rapport liquide/solide de (0.5g/25ml), les échantillons ont été extraits à une température qui varie de 25°C à 65° C. Tous les extraits ont été filtrés avec papier filtre.

III.4. 3 Le rapport solide-liquide

L'extraction a été effectuée en plusieurs séries de rapport solide-liquide dans un intervalle (0.5:5 à 0.5:90g/ml) tandis que le temps et la température sont réglé à 40 min 45° C, respectivement. Les extraits ont été filtrés avec papier filtre.

III.5. Domaines expérimentaux des facteurs

Le temps, la température et le rapport solide/solvent sont les facteurs indépendants qui influent sur un facteur dépendent dite la réponse de la teneur des sucres totaux (ST).

Les facteurs indépendants sont des facteurs continus et quantitatifs, c'est-à-dire qu'on peut maîtriser le réglage, et qui peuvent adopter toutes les valeurs numériques réelles dans un intervalle choisi. L'équation suivante montre comment on peut transformer un facteur Independent réel (z_i) a un facteur code (x_i) selon un plan expérimental déterminé :

$$x_i = \left(\frac{z_i - z_i^0}{\Delta z_i} \right) \beta_d$$

Ou z_i est la distance entre la valeur réelle au point central et la valeur réelle au niveau supérieur ou inférieur d'une variable, β_d est la valeur limite codée majeure dans la matrice pour chaque variable, et z^0 est la valeur réelle au point central. Le **Tableau 6** présente les facteurs et leurs domaines de variation.

Tableau 6: Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation

Variables		Niveaux		
		-1	0	1
Temps (min)	X1	-1	0	1
Température (°C)	X2	-1	0	1
Rapport (solide/liquide) (g/ml)	X3	-1	0	1

III.6. Matrice d'expériences

Le modèle expérimental choisi est du **Box-Behnken**. Ce modèle est constitué par 3 facteurs : le temps (X1), la température (X2) et le rapport (solide/liquide) (X3) et à trois niveaux (-1,0 et 1) dont les résultats permettent de construire une surface de réponse pour les sucres totaux. Le plan expérimental est constitué par une matrice de 15 points factoriels dont 3 répétitions au points centraux. Afin de déterminer l'erreur pure, chaque expérience est répétée 3 fois afin d'effectuer un total de 45 essais (**Tableau 7**).

Correspondant au design **Box-Behnken**, une équation polynomiale de second ordre a été générée et appliquée pour corréler la relation entre les variables indépendantes et la réponse (variable dépendante) pour prédire les conditions optimisées. Le modèle quadratique a été construit selon l'équation suivante :

$$Y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2$$

Y : représente la réponse ;

a_0 : représente la valeur moyenne théorique de la réponse (interception) ;

$a_1a_2a_3$: sont les coefficients des termes linéaires ;

$a_{11}a_{22}a_{33}$: sont les coefficients des termes quadratiques ;

$a_{12}a_{13}a_{23}$: sont les coefficients des termes d'interaction.

Tableau 7: la matrice expérimentale de Box-Behnken pour trois facteurs (X1, X2 et X3)

Expérimental	Facteurs		
	X1 (min)	X2 (°C)	X3 (g/ml)
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
13	0	0	0
14	0	0	0
15	0	0	0

III.7. Analyse statistique

Les résultats expérimentaux de l'analyse préliminaire à un seul facteur ont été évalués par le logiciel Excel 2016. Toutes les données ont été répétées trois fois afin de calculer la moyenne et le standard déviation (SD). Expert Design (Design-Expert®Software, Version 10) a été utilisé pour déterminer les coefficients des polynômes pour chaque réponse. ANOVA ; l'analyse de variance a été utilisée pour la vérification de la signification des coefficients du modèle ($p < 0,05$). Le test F et la valeur-p ont été utilisés pour vérifier l'importance du coefficient de régression. L'adéquation du modèle a été déterminée en évaluant le manque d'ajustement.

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV. Résultats et Discussions

IV.1. Résultats de l'étude préliminaire sur les conditions d'extraction des sucres :

Le domaine expérimental étudié est défini à la fois par les limites minimale et maximale des variables expérimentales ; temps, température et rapport solide/liquide. Les niveaux de chaque variable sont des valeurs différentes donnant les codes -1, 0 et +1 de la variable à laquelle les expériences doivent être exécutées.

IV.1.1 Temps d'extraction :

Le temps d'extraction est un variable Independent qui a une influence sur le contact entre la plante et le solvant d'extraction. L'effet de temps d'extraction sur les sucres totaux est représenté sur la **Fig 11**. Le temps d'extraction a été varié de 5 à 60 min. Tandis que les autres conditions d'extraction la température et le rapport solide/liquide ont été fixées à 25 ° C et 0.5:25 g/ml respectivement.

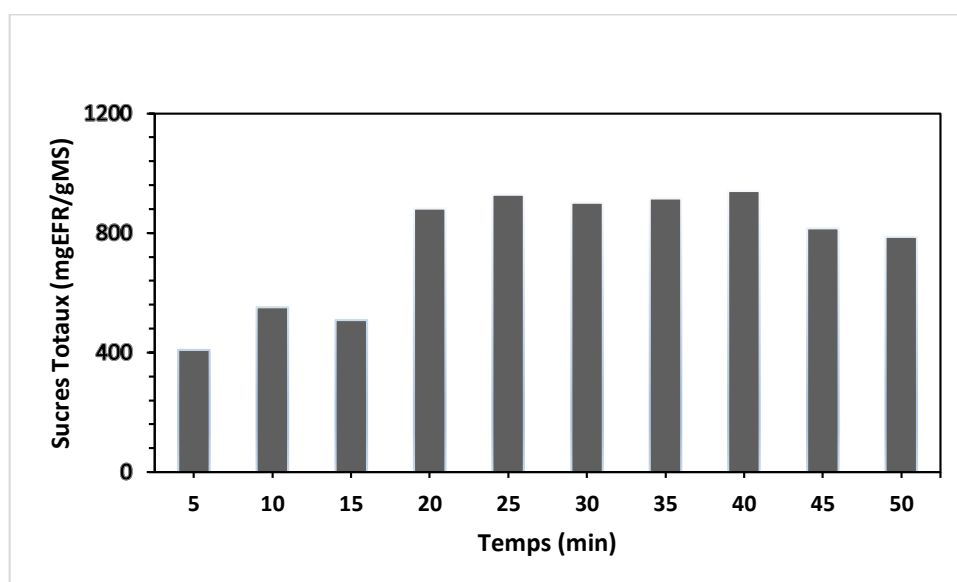


Fig 11 : Effet du temps d'extraction sur les sucres totaux.

La teneur des sucres totaux des fruits de datte de *Phoenix dactylifera* L. Atteint une valeur maximale de 941.25 mg EFR / g MS , 94%, à un temps d'extraction de 40min. La valeur des

sucres totaux augmenté rapidement par l'augmentation du temps du contact solide / liquide jusqu' à 20 min. Mais après 20 min cette valeur du ST commence à stabiliser. D'après la deuxième loi de diffusion de Fick, il y a un équilibre final entre les concentrations de soluté dans la matrice solide et le solvant après une durée particulière (Majd, 2014). Après 40 min la valeur du ST diminue. Par conséquent, le point central de temps d'extraction choisi pour MSR est de 40min.

IV.1.2 La température d'extraction

Fig 12 montre l'effet de la température d'extraction (de 25 à 65°C) sur la teneur des sucres totaux des fruits de datte (*Tamazouchete*). Les autres conditions d'extraction ont été fixées comme suivantes : temps (40 min) et le rapport solide/liquide (0.5 :25 g/ml).

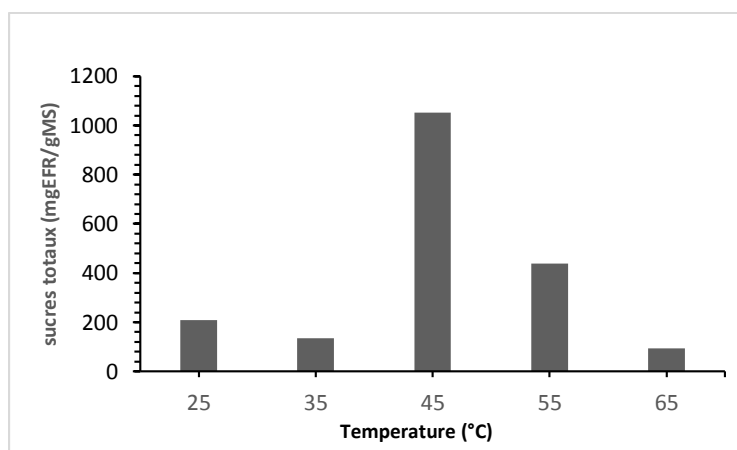


Fig12 : Effet de température d'extraction sur la teneur des sucres totaux.

la teneur totale en ST a atteint son maximum à une température d'extraction de 45°C car l'élévation de la température améliore la solubilité des composés phénoliques, augmente la rapidité du taux de diffusion et réduit la viscosité des solvants (Prasad, 2011). Après cette température (45°C), la teneur des ST diminue. Ce résultat est en accord avec les études réalisées par ENZO GIANNOCCARO, YA-JANE WANG, (2006) sur l'extraction des sucres solubles dans le soja. Il explique la diminution par la dénaturation rapide de protéines solubles

de soja à haute température, qui ensuite emprisonnent les sucres solubles et nuisent à leurs extractions (ENZO GIANNOCCARO, YA-JANE WANG, 2006) .

Généralement, l'augmentation de la température d'extraction est utile pour augmenter le taux d'extraction, mais éventuellement réduire le temps d'extraction (Prasad, 2011). Néanmoins, une certaine limite de température doit être considérée pour éviter la dégradation des certains composés thermosensibles (Majd, 2014).

IV.1. 3 Rapport solide-liquide

L'effet du rapport solide-liquide sur l'extraction des sucres totaux a été évalué à l'aide de onze rapports m :v , (0.5 :10, 0.5 :20, 0.5 :30, 0.5 :40, 0.5 :50, 0.5 :60, 0.5 :70, 0.5 :80, 0.5 :90 g/ml), sur une période d'extraction de 40 min, à 45 ° C (**Fig 13**).

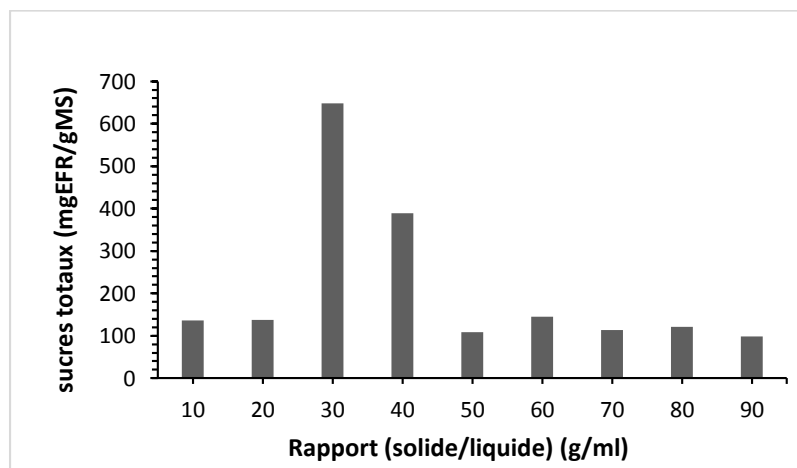


Fig 13 : Effet du rapport solide/liquide sur la teneur des sucres totaux.

D'après la **Fig 13**, la concentration des sucres totaux augmente par l'augmentation du rapport solide/liquide qui permet d'avoir un taux élevé des sucres totaux a un rapport de 0.5 :30 (g/ml). Après cette valeur on remarque une diminution des sucres totaux. Le taux des sucres peut être influé par l'effet de dilution de l'utilisation d'une trop grande quantité de

solvant ou par la réduction de l'extractabilité en utilisant une quantité insuffisante de solvant (ENZO GIANNOCCARO, YA-JANE WANG, 2006).

IV.2 Optimisation des conditions d'extraction

Selon les résultats d'expériences à un seul facteur, le plan de Box-Behnken a été créé sur la base des domaines expérimentaux suivants : temps d'extraction par bain marri de 40 ± 5 min, température de 45 ± 10 °C et rapport liquide/solide de 30 ± 10 mL/ g.

Tableau 8: Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation des sucres totaux de fruit de dattes (*Tamazouchete*) du *Phoenix dactyloperis L.*

Variables		Niveaux		
		-1	0	1
Temps (min)	X1	35	40	45
Température (°C)	X2	35	45	55
Rapport (solide/liquide) (g/ml)	X3	0.5:20	0.5:30	0.5:40

Les valeurs expérimentales moyennes et prédictibles de ST, sont présentées dans le **Tableau 9**. Le pourcentage d'erreur absolu moyen (MAPE) était de 8 % pour ST, indiquant l'étroite concordance entre les valeurs expérimentales et prédites. Les ST variaient de 543.82 (essai 15, point central) à 483.56 mg EFR/g MS (essai 6). La valeur la plus élevée pour les ST correspondait à la conception expérimentale avec 30 mL/g (rapport liquide sur solide) pendant 40 min à 45 °C.

Tableau 9: la matrice expérimentale de Box-Behnken pour trois facteurs (X1, X2 et X3) et leurs réponse (la moyen des sucre totaux ST).

Expérimental	Facteurs			Réponse	
	X1	X2	X3	*ST (mg EFR /g MS)	
	(min)	(°C)	(g/ml)	Valeur Réels	Valeur prédictible
1	-1	-1	0	466.67	414.92
2	1	-1	0	387.80	428.58
3	-1	1	0	311.02	292.80
4	1	1	0	204.85	279.15
5	-1	0	-1	399.53	406.31
6	1	0	-1	483.56	451.01
7	-1	0	1	395.91	451.01
8	1	0	1	390.55	406.31
9	0	-1	-1	303.87	297.65
10	0	1	-1	314.68	274.94
11	0	-1	1	393.51	410.71
12	0	1	1	178.21	161.88
13	0	0	0	534.98	496.23
14	0	0	0	454.97	496.23
15	0	0	0	543.82	496.23

***ST (mg EFR /g MS):** mg équivalent gramme de fructose par (EFR) / g de matière sèche (MS)

IV.3 Optimisation du ST :

L'analyse de régression multiple des valeurs de ST (**Tableau 10**) a révélé que le modèle était hautement significatif ($p = 0.0043$), la valeur $F = 8.36$. Si la valeur p est faible et la valeur F élevée, le modèle indiquera un effet plus significatif sur la variable de réponse. De plus, le modèle ne présentait pas de manque d'ajustement ($p = 0.5172$) ce qui indiquait la pertinence du modèle pour prédire la variation de manière exacte (Quanhong & Caili, 2005).

Tableau 10 : L'analyse de la variance des modèles polynomiaux de second ordre.

Régression	R^2	R^2 (ajusté)	Rapport F du modèle	Prob.>F	Défaut d'ajustement (Rapport F)	Défaut d'ajust. (Prob.>F)
Y_{ST}	0.8625	0.7593	8.36	0.0043	1.21	0.5172

De plus, les valeurs de R^2 et de R^2 ajusté étaient respectivement de 0,8625 et 0,7593, ce qui indique que le modèle est plus précis et correspond aux données (Yolmeh, Habibi Najafi, & Farhoosh, 2014). Le R^2 ajusté n'augmente que si les variables améliorent le modèle plus que prévu par le hasard ou bien diminue lorsque les variables améliorent le modèle moins que prévu par le simple hasard. Le R^2 ajusté est toujours inférieur au R^2 (Frost, 2013).

De plus, la précision adéquate mesure le rapport signal sur bruit et ce rapport était de 9,28. Habituellement, un rapport supérieur à 4 est souhaitable et indique un signal adéquat. Par conséquent, ce modèle peut être utilisé pour naviguer dans la surface de conception.

D'autre part, la signification de chaque coefficient a également été déterminée en utilisant le test t et la valeur- p . Les résultats ont été donnés dans le **Tableau 11**.

Tableau 11 : Coefficients de régression et leurs significations statistiques.

Terme	Coefficients	Erreur standard	Rapport t	Probabilité > t
ST				
a_0	496.23	25.32	8.36	0.0043*
a_1	-13.30	20.03	0.44	0.5361
a_2	-67.89	18.64	13.27	0.0066*
a_3	-17.93	20.03	0.80	0.4116
a_{12}	-6.83	26.36	0.067	0.8022
a_{13}	-22.35	26.36	0.72	0.4212
a_{23}	-56.53	26.36	4.60	0.0643
a_{11}	-24.43	29.48	0.69	0.4450
a_{22}	-142.37	27.35	27.09	0.0008*
a_{33}	-67.57	27.35	6.10	0.0387*
*Significatif avec $p < 0.05$.				

En constate que le coefficient de régression linéaire de la température (X_2) et les coefficients quadratiques du température (X_2^2) et de rapport liquide/solide (X_3^2) étaient significatifs ($p < 0,05$). Ainsi, le modèle prédit de ST peut être décrit par l'Eq. (1) en termes de valeurs codées ; (les termes non significatifs ont été exclus de l'équation) :

$$Y_{ST} = 496.23 - 67.89X_2 - 142.37X_2^2 - 67.57X_3^2 \dots\dots\dots \text{Eq. (1)}$$

IV.4. Analyse de la surface de réponse :

Pour une meilleure visualisation des équations des modèles prédits, les surfaces de réponse ont été tracées à l'aide d'un logiciel Expert Design. Cette représentation graphique est une surface bidimensionnelle dans l'espace (2 + 1)-dimensionnel puisque la visualisation du

tracé n'est possible que si une variable est définie sur une valeur constante (Bezerra & al 2008). Donc, Les diagrammes de surface des modèles quadratiques sont obtenus en maintenant une variable constante au niveau central et en faisant varier les deux autres dans les limites expérimentales qui sont : 35 à 45 min de temps d'extraction, 35 à 55°C de température d'extraction et 0.5 :20 à 0.5 :40 (g/ml) de rapport solide-liquide. Ils permettent d'illustrer les effets linéaires, quadratiques et interactifs sur chaque variable de sortie (réponse) (Zaddem, 2014).

IV.5. Analyse des diagrammes des surfaces de réponse des sucres totaux :

Fig13, 14 et 15 représentent les surfaces de réponse de tracé 3D de ST. Chaque figure montrait les effets de deux variables sur les ST tandis que l'autre était maintenue à un niveau constant (point centrale).

Fig13 (3D et 2D) illustre la relation entre la teneur des ST et les deux variables expérimentales (température d'extraction et le temps) à un rapport solide-liquide fixe de 0.5/30ml (0.01g/ml). 3D figure présente une surface plateau avec d'un maximum de 534.98 mg EFR/g MS lors de la variation du temps et de la température d'extraction. Ce graphique montre que les ST a diminué avec l'augmentation de la température, cela était due à l'effet linéaire et quadratique négatif a_2 et a_{22} . L'influence du temps d'extraction (X_1) est négligeable car les termes a_1 , a_{12} , a_{13} et a_{11} sont pas significatifs.

Plusieurs recherches trouvent que les teneurs en glucose et en maltose des solutions de glucose et de maltose chauffées ont lentement diminué avec l'augmentation de la température et du temps de chauffage (températures plus de 90°C et plus d'une heure d'extraction). Cependant, les teneurs en fructose de la solution de maltose ont soudainement diminué à des températures plus de 100 °C(Woo, Kim, Hwang, Lee, & Jeong, 2015).

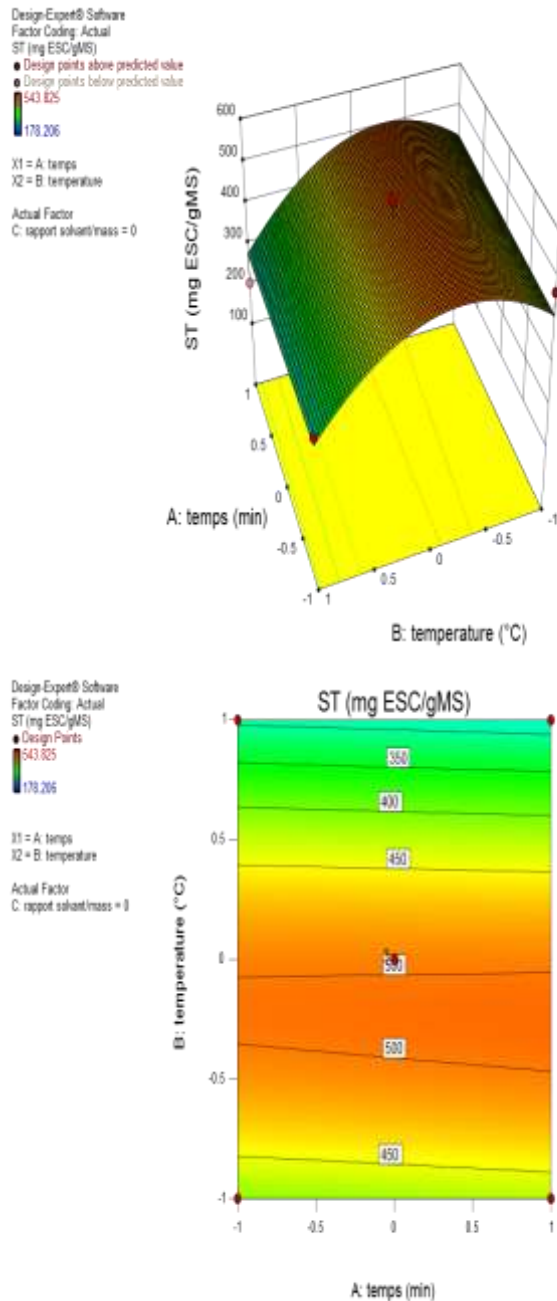


Fig 13 : Effet de la température et le temps d'extraction sur les ST

D'après **Fig. 14**, qui montre la relation entre la teneur des ST et les deux variables expérimentales (température d'extraction et le rapport solide-liquide) à un temps fixe de 40 min. La surface présente un maximum ou le point optimale est incluse dans la région expérimentale. Le rapport solide-liquide a démontré une influence prononcée sur la teneur des ST de manière quadratique (**Tableau 11**) ainsi que les deux termes : linéaire et quadratique de

la température. Une quantité plus élevée a été produite à un rapport solide-liquide entre 0.5 :25 à 0.5 :35 (g/ml) et une température d'extraction compris entre 40-50 °C.

En général, une exposition prolongée à des températures élevées a un effet positif sur les ST car elle améliore la capacité à libérer davantage des sucres totaux de la matrice végétale (Sharma et al., 2015). Mais il existe toujours un intervalle optimal où la composition libérés n'affectent pas par cette augmentation de la température. (Woo Kim & al2015) trouve que lorsque des solutions de sucre hautement concentrées sont chauffées à des températures élevées et à un pH neutre, une dégradation du sucre se produit.

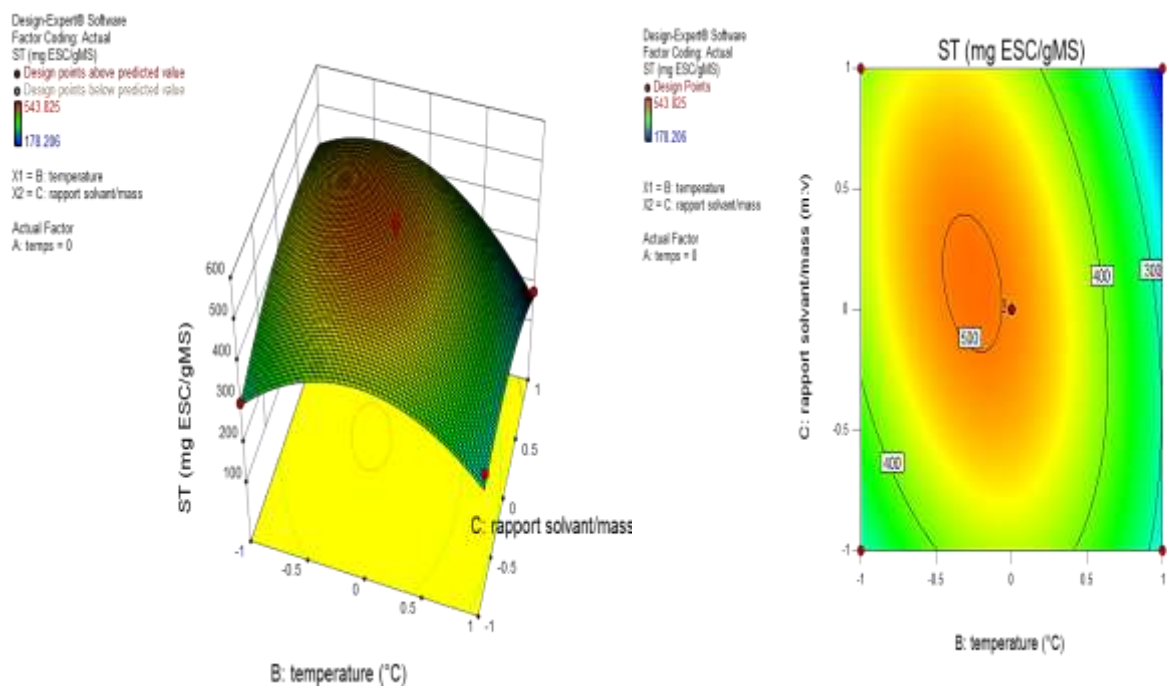


Fig 14 : Effet de la température d'extraction et le rapport solide-liquide sur les ST

Fig 15 représente les surfaces de réponse 2-D et 3-D du sucre total en variant le rapport solide/liquide et le temps a température fixe à 45°C.

Selon le graphique, la réponse du ST donne une surface plateau dont seul le rapport liquide/solide peut affecter la teneur des ST. Cela était principalement dû à l'effet significatif négatif du terme quadratique a_{33} . Le contraire a été observé avec l'effet du temps qui a un effet négligeable sur la réponse.

Secondairement, L'augmentation du rapport solide/liquide au-dessus de 0.5g/ 25ml et a dessous de 0.5g/ 35ml améliore la teneur des sucres totaux.

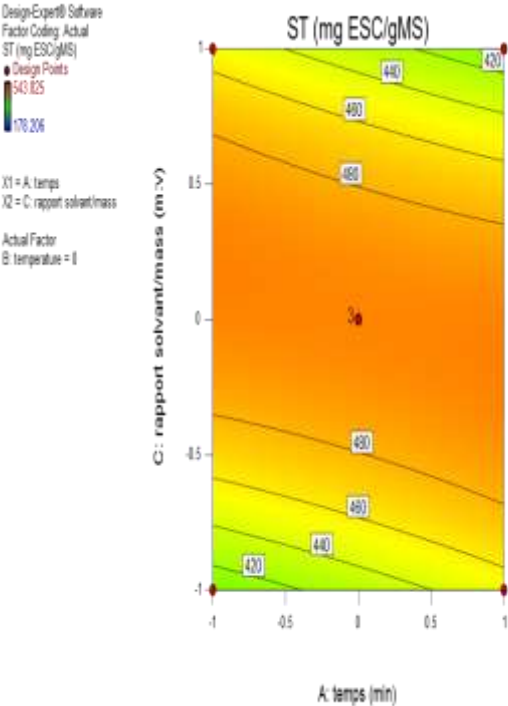
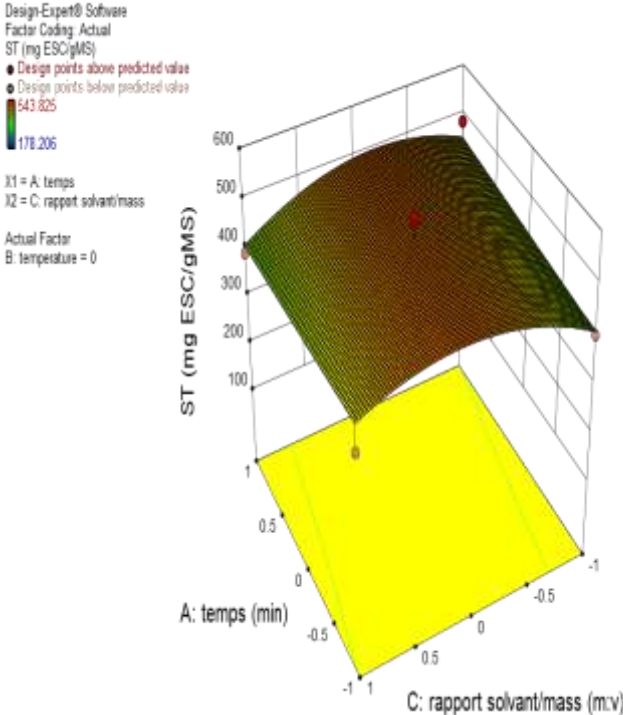


Fig 15 : Effet du rapport liquide/solide et le temps d'extraction sur les ST

De ce qui précède, la température d'extraction a joué un rôle le plus important dans l'extraction des sucres totaux (ST), suivi du rapport solide/liquide. Par contre le temps d'extraction a aucun effet sur les ST. (**Djaoud & al, 2019**) trouvent que les termes : linéaire et quadratique de temps sont pas significatifs et seul le terme de produit X_1X_2 qui est significatifs pour une extraction conventionnel utilisent le bain marie. D'autre part, ils sont constatés que le temps a aucune influence sur les ST pour une extraction utilisent ultrason.

IV.6. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision :

Les conditions optimales ont été prédites à l'aide d'un profileur de prédiction de logiciel d'Expert Design afin de maximiser les ST.

Cela a été fait en utilisant une méthodologie multicritère basée sur la fonction de désirabilité (D), également appelée fonction de Derringer. Les valeurs prédites par la valeur de désirabilité variant de 0 à 1 avec des valeurs parfaites lorsque $D = 1$, et des valeurs acceptables lorsque $D > 0,7$ (Zaddem, 2014). Selon la **Fig.16**, et **Fig.17** qui représente la combinaison optimale pour une meilleure extraction des ST et le cube de la désirabilité obtenue à l'aide du profileur de prédiction Design-Expert. La désirabilité la plus élevée est égale à 0,901, (90.10%), et se situe dans les coordonnées suivantes : temps = -1, température = -0.269 et rapport solvant/solide =0,278.

Les résultats des réponses maximisées suggèrent que l'extraction pendant 35 min à 42.3 °C et avec un rapport liquide/solide égal à 32.8 ml/0.5g était la meilleure solution pour cette combinaison de variables.

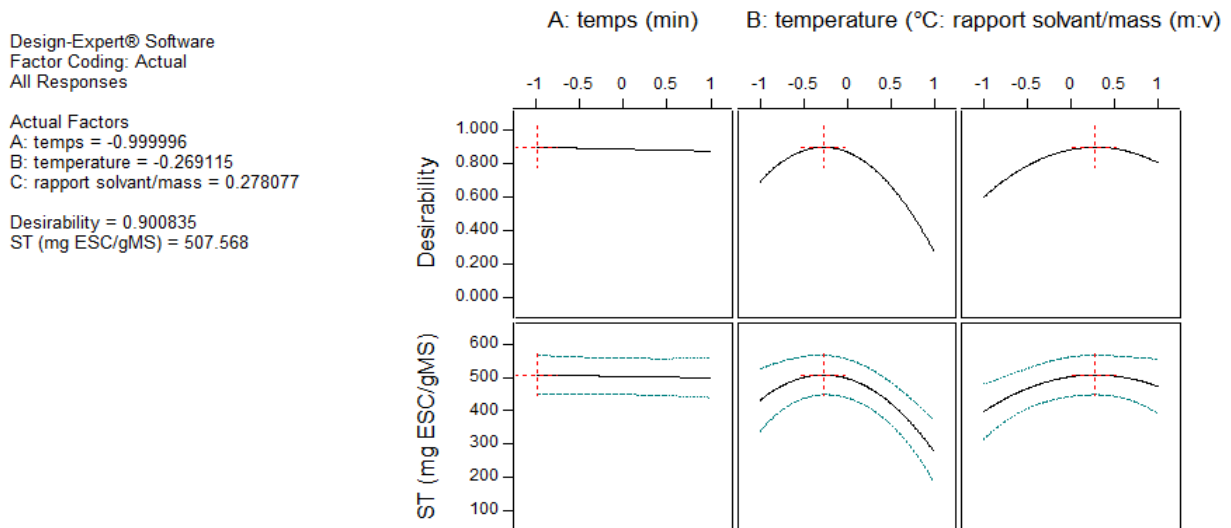


Fig.16 : Combinaison optimale pour une meilleure extraction des ST

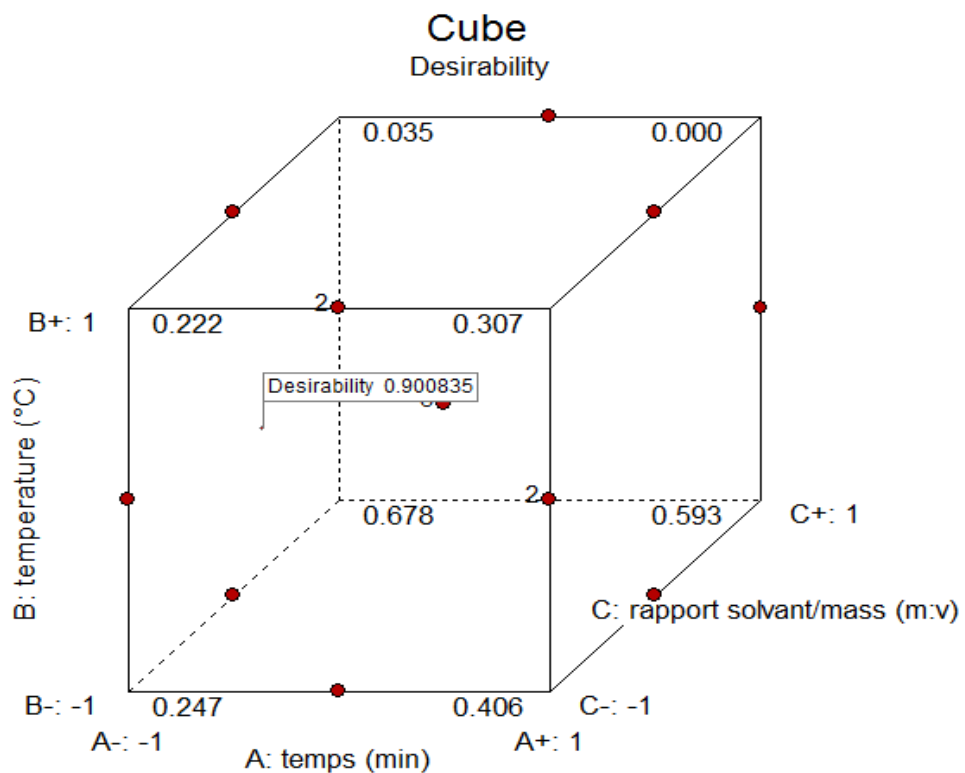


Fig.17 : Cube de la désirabilité obtenue à l'aide du profileur de prédiction Design-Expert

En utilisant ces conditions optimales, de nouvelles extractions ont été soumises et les résultats des ST étaient de 503.4907 ± 12.21 mg EFR / g MS, avec valeur $p < 0,001$.

Ce résultat était en accord avec la valeur prédite, ($ST = 507.568 \pm 52.71$ mg EFR / g MS), où le l'erreur absolue moyenne en pourcentage (MAPE) était égale à 1 %, soulignant que le modèle proposé pouvait être utilisé pour prédire la valeur de la réponse.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Conclusion

L'extraction du sucre a été abordée par de nombreux chercheurs utilisant différentes méthodes et techniques dans le but d'obtenir un meilleur rendement avec l'obtention des produits sucrés de haute qualité, c'est-à-dire sans dégradation. L'optimisation des conditions d'extraction est le moyen de faire sa avec une bénéfices car elle a permis d'économiser le temps, l'énergie et la matière végétale.

Dans cette petite recherche, nous utilisons la méthode d'optimisation Box Behcken afin d'obtenir le rendement le plus élevé en quantité de sucre à partir de fruits de dattes. La méthode et le modèle utilisés (modèle polynomial du second ordre) ont réussi à atteindre l'objectif. Les paramètres suggérés des variables indépendantes, l'extraction pendant 35 min à 42.3 °C et avec un rapport liquide/solide égal à 32.8 ml/0.5g, ont été appliqués expérimentalement et les résultats sont les mêmes avec ceux qui suggérés par le programme d'optimisation avec un écart type de 2.883.

Enfin, cette étude valide scientifiquement l'usage scientifique et industrielle traditionnel de l'optimisation des sucres de fruits de datte et aussi révèle leurs intérêts dans le cadre de l'exploitation de la flore végétale locale.

Bibliographie

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

Références bibliographique

1. **Absi R., 2013** : Analyse de la diversité génétique du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) : cas des Ziban (région de Sidi Okba), thème Magister, université Mohammed khider Biskra9 .p.
2. **Aldhaheri A., Alhadrami G., Aboalnaga N., Wasfi I., Elridi M., 2004**. Chemical composition of date pits and reproductive hormonal status of rate fed date pits. *Food Chemistry* 86 , 93-97.
3. **A, I, khuri and S. Mukhopadhyay, Response surface methodology**, Wiley interdiscip. Rev. Comput. Stat, vol. 2, no. PP. 128-149, 2021.
4. **BELGUEDJ M., 2002-** (b). Les ressources génétiques du palmier dattier : caractéristiques des cultivars de dattier dans les palmeraies du Sud-Est Algérien. *Revue annuelle de L'INRAA N°1/2002*. 28-289 p.
5. **-Bensaada K., (2015)**. Etude du développement et architecture racinaire de plantules de palmier dattier sous stress salin. mémoire de magistère, Université d'Oran Ahmed Ben Bella ,4 p.
6. **Bouguendoura N., Bennaceur M., Babahani S. and Benziouche SE. 2015**. Date palm status and perspective in Algeria. Springer Science+Business Media Dordrecht J.Al-Khayari et al. (eds.), *Date Palm Genetic Resources and Utilization/Volume 1 : Africa and the Americas*.
7. **Bouguendoura, N., Abderrahmane Benkhalifa et Malika Bennaceur** . Le palimier dattier en Algérie .livre . p15_22.
8. **C.D.A.R.S** : 'Le Patrimoine Phoenicicole National, Potentiel et Diversité', Stage de Perfectionnement sur la Phoeniculture, INFSAS Ouargla, Janvier 1996.
9. **Djaoud, kahina ; Arkoub. (2019)**: Djermoune, Lynda; Remini, Hocine; Sait, Sabrina; Tazarourte, Myriam; Hadjal, Samir; Romero, Alberto; Madani, Khodir ; Boulekbache Makhlouf, Lila Syrup form common date variety (*Phoenix dactylifera* L.): Optimization of sugars extraction and their quantification by high performance liquide Chromatography, 1–13. <https://doi.org/10.2174/1573401315666190115160950> .
10. **ENZO GIANNOCCARO , YA-JANE WANG , A.P.C.(2006)** . Effects of solvent, Temperature, Time, Solvent-to-Sample Ratio, Sample Size, and Defatting on the Extraction of Soluble Sugars in Soyben. *JOURNAL OF FOOD SCIENCE*, 71(1), 59-64.
11. **E.S. Radwan**, The Current Status of the Date Palm Tree (*phenenix dactylifera* L.) and its Uses in the Gaza Strip, Palestine, the Islamic University-Gaza, 2017.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

12. **FAO. (2022).** Retrieved June 6, 2022, from <http://www.fao.org/faostat/en/#data>
13. **Frost, J. (2013).** *Multiple regression analysis: Use adjusted R-squared and predicted r-squared to include the correct number of variables.*
14. **Farhi. Sumaya (2021).** Université Kasdi Merbah, Ouargala, , mémoire de master. "Etude théorique des méthodes d'extraction du suc de dattes ' , 1 .
15. **Goupy, J. (2006).** Les plans d'expériences. (34), 74-116. Revue MODULAD, 2006.

16. **Hachani, S., Hamia, C., Boukhalkhal, S., Silva, A. M. S., Djeridane, A., & Yousfi, M. (2018).**
Morphological, physico-chemical characteristics and effects of extraction solvents on UHPLC-DAD-ESI-MSn profiling of phenolic contents and antioxidant activities of five date cultivars (*Phoenix dactylifera* L.) growing in Algeria. *NFS Journal*, 13, 10–22.
<https://doi.org/10.1016/J.NFS.2018.10.001>
17. **J.B. Jentzer, M, Alignan, C. Vaca-Garcia, L, Rigqi, and G, Vilarem, Response surface methodology to optimize Accelerated solvent Extraction of steviol glycosides from *Stevia rebaudiana* Bertoni leaves, food Chem, vol. 166, no 2015, PP. 561-567, 2015.**
18. **L . Quanhong and F . Caili,** Application of response surfaces methodology for extraction optimization of germinant pumpkin seeds protein, food Chem , vol, 92, no. 4, 701-706, 2005.
19. **Majd, M. H. (2014).** Optimization of ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds from bovine pennyroyal (*Phlomischema parviflorum*) leaves using response surface methodology. *Industrial Crops and Products* , 57, 195–202.
20. **M. A. Bezerra, R. E. Santelli, E. P. Oliveira, L. S. Villar, and L. a. Escalera,** "Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry," *Talanta*, vol. 76, no. 5, pp. 965–977, 2008.
21. **M. Dubois, K . A. Gilles,** J.K. Hamilton, P.A. Related substance, vol. Vol-28. MPKV; Maharastra, 1956.
22. **Munier P.,1973 -** Le palmier dattier. Techniques agricoles et productions tropicales. G. P.Maisonneuve & Larose, Paris, 221 p.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- 23. Nassiri, H. A. (2001).** Polymerization of propylene with Ziegler–Natta catalyst: optimization of operating conditions by response surface methodology (RSM). *Polym. Bull. (2011)*, 67(7), 1393–1411.
- 24. NOUI y., 2007.** Caractérisation physico-chimique comparative des deux principaux tissus constitutifs de la pulpe de datte Mech-Degla. Mémoire de magister, université Mohamed BOUGUERA - Boumerdès, 22 p.
- 25. Prasad, K. N. (2011).** Response surface optimisation for the extraction of phenolic compounds and antioxidant capacities of underutilised *Mangifera pajang* Kosterm. peels. *Food Chemistry*, 128 (2011), 1121–1127.
- 26. Touati F, 2019.** État des lieux des ressources phylogénétique (*Phoenix dactylifera* L) dans la commune d'Ouled djellal. universités Mohammed khider de Biskra. 4p
- 27. Zaddem, M. (2014).** Application de la méthode des surfaces de réponse pour l'optimisation du blanchiment du son de blé par du peroxyde d'hydrogène et son incorporation dans une farine de pain. 110p. Québec (Canada): Mémoire de maître ès sciences en génie agroalimentaire .

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

Annexe

Production/Rendement de Dattes en Monde + (Total)

2020

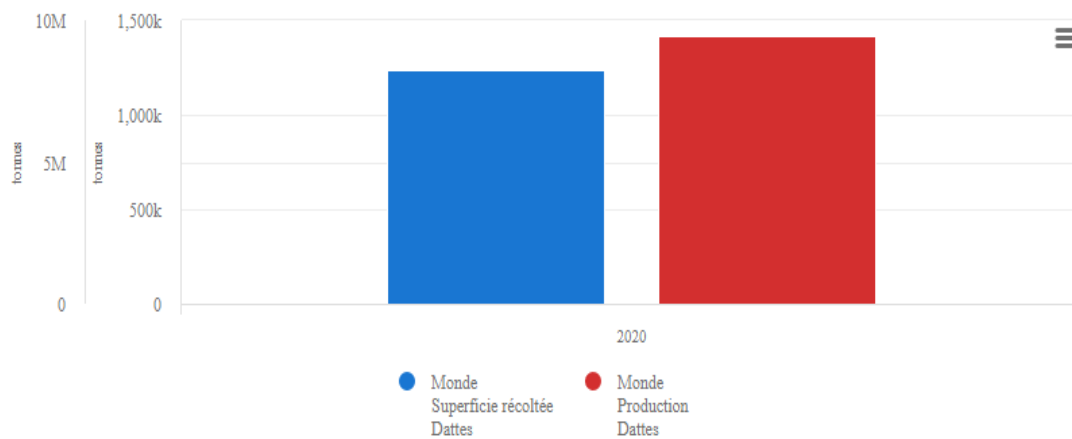


Fig 1: Production /rendement de dattes en monde (FAO,2020)

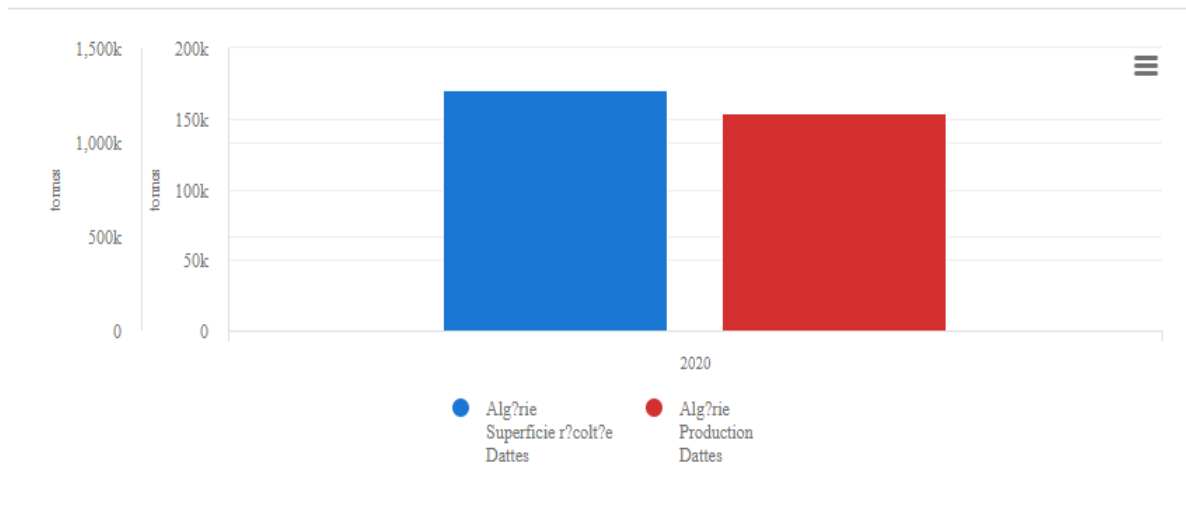


Fig.2: Production/rendement de dattes en Algérie (FAO,2020)

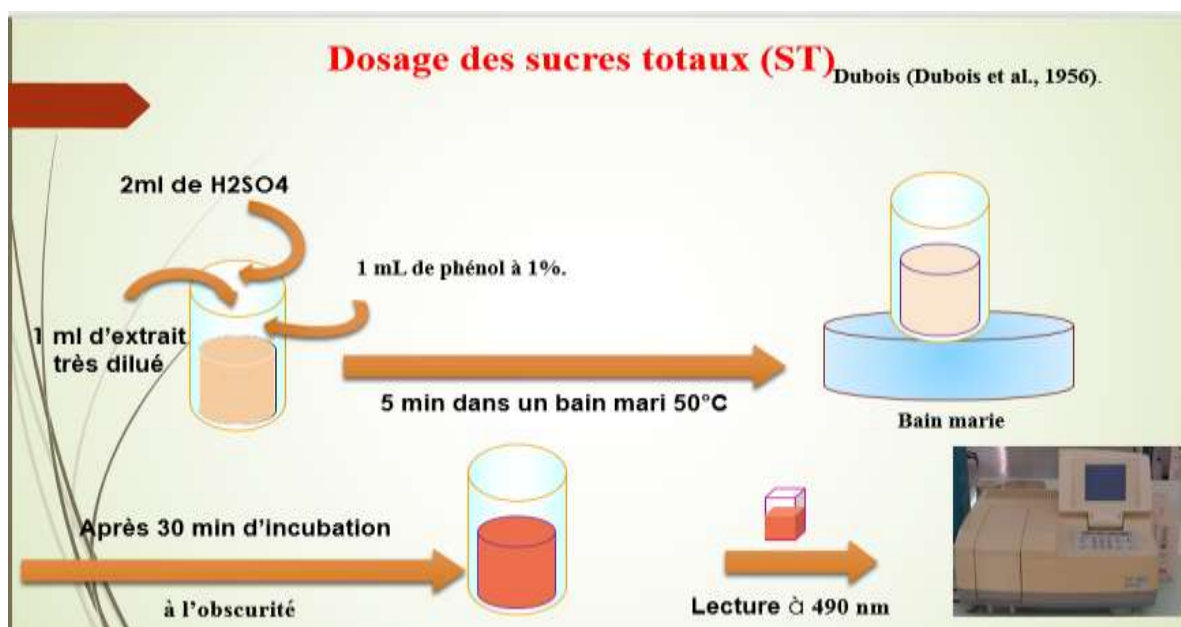


Fig. 3: Dosage des sucres totaux (ST)

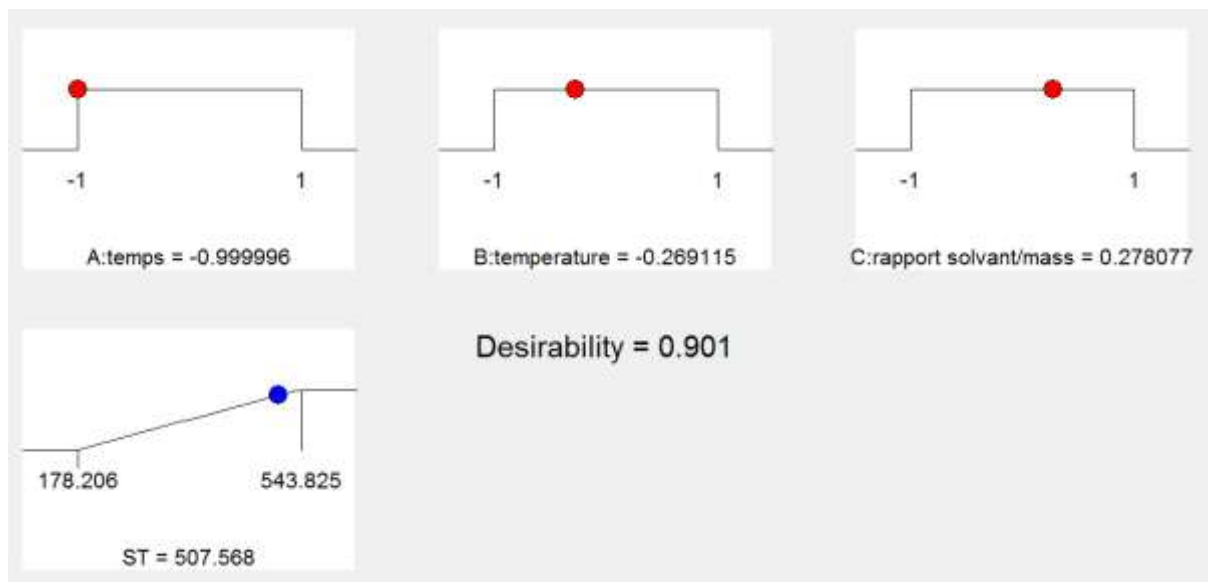


Fig. 4: Valeurs de variables et des sucres totaux (ST) a une désirabilité de 0.901

Tableau 1 : Production, rendement et la surface de récolte de fruit de datte dans l'Algérie de 2015 jusqu'à 2020

		2015 [2015]			2016 [2016]			2017 [2017]				
		Unité	Valeur	Description du Symbole	Unité	Valeur	Description du Symbole	Unité	Valeur	Description du Symbole		
A11	Algérie [4]	Production [5510]	Dattes [577]	tonnes	990377	Donnée officielle	tonnes	1029596	Donnée officielle	tonnes	1058559	Donnée officielle
		Rendement [5419]	Dattes [577]	hg/ha	59342	Donnée calculée [Fc]	hg/ha	61550	Donnée calculée [Fc]	hg/ha	63144	Donnée calculée [Fc]
		Superficie récoltée [5312]	Dattes [577]	ha	166893	Donnée officielle	ha	167279	Donnée officielle	ha	167643	Donnée officielle

A11

2018 [2018]			2019 [2019]			2020 [2020]		
Unité	Valeur	Description du Symbole	Unité	Valeur	Description du Symbole	Unité	Valeur	Description du Symbole
tonnes	1094700	Donnée officielle	tonnes	1136025	Donnée officielle	tonnes	1151909	Donnée officielle
hg/ha	64831	Donnée calculée [Fc]	hg/ha	66909	Donnée calculée [Fc]	hg/ha	67561	Donnée calculée [Fc]
ha	168855	Donnée officielle	ha	169786	Donnée officielle	ha	170500	Donnée officielle

Tableau 2 : Solutions de l'optimisation des sucres totaux

Criteria		Solutions		Graphs																	
Solutions		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	
Constraints																					
Name	Goal	Lower Limit	Upper Limit	Lower Weight	Upper Weight	Importance															
A:temps	is in range	-1	1	1	1	3															
B:temperature	is in range	-1	1	1	1	3															
C:rapport solv:	is in range	-1	1	1	1	3															
ST	maximize	178.206	543.825	1	1	5															
Solutions																					
Number	temps	temperature	rapport solvant/mas	ST	Desirability	Selected															
1	-1.000	-0.269	0.278	507.568	0.901	Selected															
2	-1.000	-0.267	0.285	507.564	0.901																
3	-1.000	-0.270	0.269	507.562	0.901																
4	-1.000	-0.271	0.261	507.547	0.901																
5	-1.000	-0.257	0.268	507.544	0.901																
6	-1.000	-0.267	0.237	507.457	0.901																
7	-1.000	-0.286	0.250	507.450	0.901																
8	-1.000	-0.228	0.272	507.330	0.900																
9	-1.000	-0.211	0.208	506.978	0.899																
10	1.000	-0.251	-0.060	506.257	0.897																
11	1.000	-0.249	-0.075	506.244	0.897																
12	1.000	-0.241	-0.068	506.244	0.897																
13	1.000	-0.259	-0.050	506.243	0.897																
14	1.000	-0.242	-0.052	506.238	0.897																
15	1.000	-0.246	-0.084	506.222	0.897																

الملخص

نموذج Behnken-Box استعمل من اجل دراسة تأثيرات المتغيرات المستقلة: الزمن ودرجة الحرارة والنسبة بين المذيب والمادة، على الاستجابة الاتية: التركيز الاجمال للمستخلصات المائية للتمر. دراسة المنحنى السطحي لكل استجابة بين ان المعاملات الانسب للاستخلاص بالموجات فوق الصوتية هي: 30 دقيقة وتحت درجة حرارة °C 42.3 وحجم 0.5/32.8 مل/غرام تحت هذه الظروف المناسبة، كل من النتائج التجريبية والنظرية لتثمين السكريات وجدت متوافقة

ST التجريبية = 503.4907 ± 12.21 مجم جرام مكافئ للفركتوز / جم مادة جافة، ST المتوقعة = 507.568 ± 52.71 مجم جرام من مكافئ الفركتوز / جرام المادة الجافة) ، وهذا يدل على تلاؤم و نجاح منهجية استجابة السطح (RSM) في تحسين الاستخلاص .

كلمات البحث: فاكهة التمر ; السكر ; الاستخلاص ; استجابة منهجية السطح (RSM) .

Résumé :

Le plan de Box-Behnken a été utilisée pour étudier l'effet de trois variables indépendantes - le temps, température et rapport solvant/solide sur la réponse de sucres totaux de l'extrait aqueux de fruit de datte. L'analyse de la surface de réponse a montré que les paramètres d'extraction optimaux qui maximisent la réponse étaient de temps 35 min, température 42.3 °C et rapport solide liquide 32.8 ml/0.5g. Dans des conditions optimales, les valeurs expérimentales pour la quantification du sucre totaux (ST) sont proches conformes aux valeurs prédites ($ST_{\text{Expérimentale}} = 503.4907 \pm 12.21$ mg équivalent gramme du fructose / g matière sèche, $ST_{\text{prédicible}} = 507.568 \pm 52.71$ mg équivalent gramme du fructose / g matière sèche), indiquant la pertinence du modèle et le succès de la méthodologie de surface de réponse (RSM) dans l'optimisation des conditions d'extraction.

Mots-clés : Datte ; Sucre ; Extraction ; Méthodologie de surface de réponse (RSM)

Abstract:

The Box-Behnken design was used to investigate the effect of three independent variables – time, temperature and solvent-to-solid ratio on the response of total sugars of date fruit aqueous extract. Response surface analysis showed that the optimal extraction parameters that maximized the response were 35 min, 42.3 °C and 32.8 ml/0.5g. Under optimum conditions, the experimental values for the quantification of sugar are in accordance with the predicted values $ST_{\text{Experimental}}=503.4907 \pm 12.21$ mg fructose equivalent / g dry matter, $ST_{\text{predictable}} = 507.568 \pm 52.71$ mg fructose equivalent / g dry matter), indicating the suitability of the model and the success of response surface methodology (RSM) in optimizing the extraction conditions.

Keywords : Date Fruit; Sugar; Extraction; Response surface methodology (RSM).