

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



كلية العلوم  
FACULTE DES SCIENCES

Département De Sciences de la Matière

## ***Mémoire de MASTER***

**Domaine :** Sciences de la matière  
**Filière :** Chimie  
**Option :** Chimie organique appliquée

**Par :**

**BOUSAADA ABDERRAHMEN**

### **THEME**

---

**Optimisation de l'extraction des antioxydants  
des dattes de la variété Deglet-Nour de Ghardaïa**

---

*Soutenu publiquement le 06/06/2017 devant le jury composé de:*

<i>Mr. YOUSFI Mohamed</i>	<i>Professeur</i>	<i>Président</i>
<i>Mr. HARRAT Mohamed</i>	<i>MAA</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mlle. BOUSSOUSSA Hadjer</i>	<i>M.C.B</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>Mme. HAMIA Chahrazed</i>	<i>M.C.B</i>	<i>Rapporteur</i>

*Année Universitaire 2016/2017*

## *DÉDICACES*

*À Mes Très Chers Parents, pour leur  
amour et leur sacrifice.*

*Je prie DIEU pour qu'il vous prête  
longue vie et bonne santé.*

*À mes frères et mes très chères sœurs.*

*À tous les membres de ma grande famille  
et à mes amis.*

*À tous mes camarades de la promotion,  
pour les moments passés ensemble.*

# ***REMERCIEMENTS***

*Avant tout, je remercie DIEU le tout puissant, pour m'avoir donné la force, la patience et la santé pour mener à bien ce travail.*

*La plus grande partie de ce travail a été réalisé au sein du laboratoire des sciences fondamentales à l'université de Amar Thelidji Laghouat. Ainsi je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à monsieur le professeur, **YOUSFI Mohamed** directeur de ce laboratoire pour m'avoir accueillie durant la réalisation de cette action et de la mener dans de très bonnes conditions.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements à mon encadreur madame **HAMIA Chahrazed** maitre de conférence au département des sciences de la matière à l'université Amar Thelidji-Laghouat, pour m'avoir proposée ce sujet et guidée durant la réalisation de ce mémoire. Ce travail témoigne de sa confiance. Je la remercie aussi pour ses qualités humaines, pour l'attention qu'elle m'a accordée à la direction, à l'orientation et à la réalisation de mon travail, ainsi sa contribution à la rédaction du présent manuscrit ; qu'elle trouve ici le témoignage de mon grand respect et de mon estime.*

*Je tiens également à remercier Monsieur le professeur **Amar DJERIDANE** et docteur **Mohamed Ben Alia** pour leurs rigueurs, leurs suggestions nombreuses et leurs conseils éclairés m'ont été d'un précieux concours pour valoriser les résultats obtenus. Qu'ils trouvent ici l'expression de mes remerciements les plus sincères pour tout le temps qu'ils m'ont consacré.*

*Je remercie aussi les membres de jury qui m'ont fait l'honneur d'accepter de juger ce travail. Je veux remercier du fond du cœur mes camarades de promotions et mes meilleurs amis qui m'ont soutenu au cours de ces années.*

*J'exprime toute ma reconnaissance et gratitude à l'administration et à l'ensemble du corps enseignant du département de sciences de la matière pour leurs efforts à nous garantir la continuité et l'aboutissement de ce programme de Master.*

*J'adresse, enfin et surtout, ma plus profonde gratitude à ma mère, mon père, mes frères et mes sœurs, qui ont su me faire confiance et me soutenir en toutes circonstances au cours de mes études.*

# *Sommaire*

<b>I. Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>II. Matériels et Méthodes</b>	<b>3</b>
<b>II.1. Matériel végétal et réactifs chimiques</b>	<b>3</b>
II.1.1. Matériel vegetal	3
II.1.2. Réactifs chimiques	4
<b>II.2. Méthodes</b>	<b>4</b>
II.2.1. Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants	4
II.2.2. Evaluation de l'activité antioxydant des extraits (test DPPH)	5
<b>III. Résultats et discussion</b>	<b>6</b>
<b>III.1. Optimisation de l'extraction des composés antioxydants</b>	<b>6</b>
III.1.1. Rapport acétone/eau	7
III.1.2. Rapport solide/liquide	8
III.1.3. Temps d'extraction	9
III.1.4. Température de l'extraction	10
<b>IV. Conclusion</b>	<b>12</b>
<b>V. Références Bibliographiques</b>	<b>13</b>

## *Liste des figures*

- Figure 1 :* .a- Deglet-Nour (commune de Ghardaia): **3**  
DNG  
b- Deglet-Nour (commune de Hassi l'Fhal  
) : DNH
- Figure 2 :* Réduction du radical libre DPPH<sup>•</sup> en **5**  
présence d'antioxydant
- Figure 3 :* Courbe d'étalonnage de la vitamine **6**  
C.

## *Liste des Tableaux*

<i>Tableau 1 :</i>	<i>réactifs utilisés dans le travail</i>	<i>4</i>
<i>Tableau 2 :</i>	<i>les valeurs du PI% pour le rapport acétone/eau et ses différentes dilutions (rapport masse /solvant) - DNHL et DNG</i>	<i>7</i>
<i>Tableau 3 :</i>	<i>les valeurs des PI% des deux cultivars de DNHL et DNG en fonction du temps</i>	<i>10</i>
<i>Tableau 4</i> <i>:</i>	<i>les valeurs des PI% pour les combinaisons temps-température et rapport des deux cultivars : DNHL et DNG</i>	<i>11</i>

## *Liste des abréviations*

DPPH	:	Diphényl-2,2 picryl-1 hydrazine
MS		Matière Sèche
PI%	:	Pourcentage d'inhibition
UV	:	Ultraviolet
DNG	:	Deglet-nour de Ghardaïa
DNHF	:	Deglet-nour de Hassi L'Fhal
VCAC	:	Ascorbic acide Equivalent Antioxydant Capacité

## ملخص

سير هذا العمل من اجل تحسين ظروف استخلاص المركبات المضادة للأكسدة من تمر دقلة نور. تم دراسة تأثير نسبة: مذيب / ماء، وتأثير نسبة: عينة / مذيب و الزمن ودرجة حرارة الاستخلاص و ذلك باستخدام اختبار DPPH. تم الحصول على أعلى قوى مثبطة في الشروط التالية: نسبة: مذيب (الأستون) ٧٠٪، ٦٠٪ للصلف دقلة نور بمنطقة حاسي لفحل و ٨٠٪ بغرداية، نسبة سائل / صلب 1g/10ml. وقد تم اختبار فترات مختلفة و٤٨ ساعة تبقى الأمثل. ٣٠ °C هي درجة الحرارة المناسبة لاستخراج أفضل المركبات المضادة للأكسدة.

الكلمات المفاتيح: تمر دقلة نور، المركبات المضادة للأكسدة، تحسين ظروف الاستخلاص.

## Résumé

Ce travail est conduit à optimiser les conditions d'extraction des composés antioxydants à partir de dattes variété *Deglet-Nour*. L'effet du rapport solvant/eau, échantillon/solvant de la durée d'extraction et de la température d'extraction ont été étudiés en utilisant le test chimique DPPH. Les pouvoirs d'inhibition les plus élevées ont été obtenues dans les conditions suivantes : rapport solvant/eau 70%, 60% pour le cultivar de DNHL et 80% pour celui de Ghardaïa avec un rapport solide/liquide de 1/10. Différentes durées ont été testées celle de 48h demeure l'optimale. 30°C est la température adéquate pour une meilleure extraction des composés antioxydants.

**Mots clés :** dattes Deglet Nour, composés antioxydants, optimiser, Conditions d'extraction.

## Abstract

This work is conducted to optimize the extraction conditions of antioxidant compounds from Deglet-Nour variety dates. The effect of the solvent / water ratio, sample / solvent of the extraction time and the extraction temperature were studied using the DPPH chemical test. The highest inhibition powers were obtained under the following conditions: solvent / water ratio 70%, 60% for the DNHL cultivar and 80% for that of Ghardaïa with a solid / liquid ratio of 1/10. Different durations have been tested that of 48h remains the optimal. 30 ° C is the appropriate temperature for better extraction of antioxidant compounds.

**Key words:** date Deglet Nour, antioxidant compounds, optimizing, extraction conditions.

## **I- Introduction générale**

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) est considéré comme l'arbre des régions désertique 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*).

Arbre antique et mythique, le palmier dattier (*Phoenix dactyliferaL.*), avec son fruit la datte recèlent des ressources dont l'importance n'est plus à démontrer. Symbole de l'agriculture oasienne, il est créateur de centre de vie et la source de valeurs inestimables: valeurs économiques, religieuses, morales et écologiques (*Munier,1973; Toutain et al., 1996*).

Dans les palmeraies du Sud-Est algérien un nombre important de cultivars du palmier dattier a été reconnu et identifié par les phoeniculteurs locaux. Leurs fruits se distinguent les uns des autres par différents critères ou descripteurs tels que le goût, la forme, la couleur, le mode de conservation, l'utilisation en industrie agroalimentaire (*Tirichine, 2010*).

Les dattes, fruits du dattier (*Phoenix dactylifera L.*) sont pour les populations sahariennes, ce que le fruit de l'olivier est aux populations méditerranéennes, ce pendant ils sont très exploités en Afrique méditerranéenne, en particulier dans le Sud algérien, constituent un aliment fondamental pour les musulmans durant toutes les saisons, et, particulièrement, pendant le mois sacré de Ramadhan, et ce par sa richesse en différents éléments nutritifs tels que les composés phénoliques considérés comme antioxydants indispensables à notre santé. En moyenne plus de 7.5 millions de tonnes de dattes sont récoltées chaque année (*FAO, 2012*). L'Algérie occupe une place importante parmi les pays producteurs et exportateurs de dattes, elle représente 9% de la production mondiale.

Cet aliment complet, la première substance sucrée connue par l'humanité, est l'un des mets les plus raffinés et recherchés par l'homme depuis les temps les plus reculés, autant pour son goût incomparable que pour ses vertus nutritionnelles et thérapeutiques indéniables. En plus de leur utilisation dans l'alimentation, les dattes sont utilisées traditionnellement dans le domaine médicinal pour leurs teneur en composés bioactifs (*Benchelah et Maka, 2008*). Les dattes sont un tonique musculaire et nerveux, indiquées en cas d'asthénies, de déminéralisation, de tuberculose et d'anémie (*Delille, 2007*).

Pour être valorisés, les composés bioactifs doivent d'abord être séparés de leur matrice végétale d'origine. L'obtention de ces molécules nécessite de nombreuses étapes souvent longues et coûteuses, telle que l'extraction.

Dans ce contexte, l'objectif de ce travail a été d'optimiser les conditions d'extraction des composés bioactifs (antioxydants) de deux cultivars de la variété deglet-Nour récoltés de la wilaya de Ghardaia où l'Algérie est l'un des plus importants pays producteurs de cette datte et ceci en réduisant les quantités de solvant, d'énergie, du temps et d'échantillon consommées.

Afin d'évaluer les meilleures conditions pour l'extraction des antioxydants des dattes des deux cultivars de la variété deglet-Nour, quatre paramètres ont été étudiés :

- ✓ rapport solvant : acétone /eau.
- ✓ le rapport liquide (solvant) /solide (matière sèche).
- ✓ le temps d'extraction.
- ✓ La température d'extraction.

L'évaluation a porté sur l'activité antioxydante de tous les extraits en utilisant la méthode de piégeage du radical libre DPPH pour chaque paramètre étudié.

## II- Matériels et Méthodes

### II-1- Matériel végétal et réactifs chimiques

#### II-1-1- Matériel végétal

Les deux échantillons de dattes de Deglet-Nour sont récoltés au stade de maturité en novembre 2016 dans la wilaya de Ghardaïa (la commune de Ghardaïa à 600 km au sud d'Alger et de la commune de Hassi l'Fhel à 113 km au sud de Ghardaïa). Les échantillons sont transportés au laboratoire où ils sont dénoyautés, découpés, séchés dans l'étuve à 40°C pendant 15 jours, Ils sont ensuite bien broyés et conservés à l'abri de la lumière, de l'humidité et de la chaleur dans des contenants en verre.

#### Classification

**mbranchement :** *Phanerogames.*

**Sous embranchement :** *Angiospermes.*

**Classe :** *Monocotyledones.*

**Groupe :** *Phoenocoides.*

**Famille :** *Arecaceae.*

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

**Genre :** *Phoenix.*

**Espece :** *Phoenix dactylifera L.*

#### Étymologie

Son nom arabe signifie « datte de lumière » ou « datte lumineuse », en référence au caractère translucide de la chair de la datte à maturité. La *Deglet-Nour* est parfois considérée comme la « reine des dattes » ou un « soleil en miniature »

#### Description de Deglet-Nour :

Variété commerciale par excellence. C'est une datte demi-molle, considérée comme étant la meilleure variété de datte du fait de son aspect, son onctuosité et sa saveur. A maturité la datte est d'une couleur brune ambrée avec un épicarpe lisse légèrement plissé et brillant, le mésocarpe présente une texture fine légèrement fibreuse (*Bouddar et al.1997 ; Kendri, 1999* ).



**a**



**b**

**Figure1 :** **a-** Deglet-Nour (commune de Ghardaia : DNG)  
**b-** Deglet-Nour (commune de Hassi l'Fhal : DNH)

## II-1-2- Réactifs chimiques

Tous les produits utilisés dans ce travail sont d'un grade analytique élevé (**Tableau 1**)

**Tableau 1** : réactifs utilisés dans le travail

Produit chimique	Firme
Acétone, méthanol, Diphénylpicrylhydrazyl (DPPH)	Sigma-Aldrich
Acide ascorbique (vitamine C)	Prolabo

## II-2- Méthodes

### II-2-1- Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants

L'extraction est une étape très importante avant l'analyse quantitative et qualitative proprement dite. Elle est influencée par la méthode choisie en fonction des composés phytochimiques à étudier. D'autres facteurs, comme le pH, la température, les intervalles de temps, le nombre et les étapes d'extractions individuelles, jouent également un rôle important dans cette procédure. Dans notre étude, pour l'extraction des antioxydants, l'extraction solide-liquide est la procédure suivie (macération). Les solvants d'extractions les plus communément utilisés sont les alcools (méthanol, éthanol), l'acétone, et l'acétate d'éthyle. Cependant, pour les composés très polaires tels que les acides phénoliques (benzoïque, cinnamique) considérés comme des antioxydants puissants ne pouvant être extraits complètement avec les solvants organiques purs les mélanges solvant organique -eau sont recommandés (*Naczka et Shahidi, 2004*).

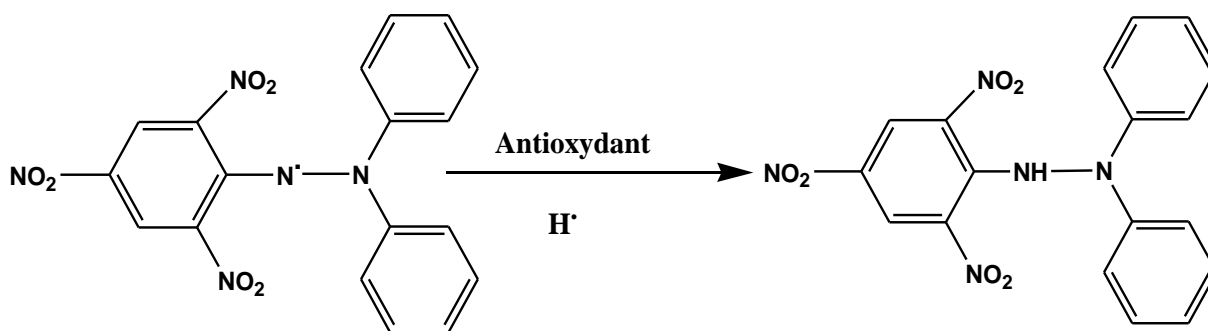
Pour évaluer les meilleures conditions pour l'extraction des composés antioxydants des deux échantillons de dattes de la variété Deglet-Nour, quatre paramètres ont été étudiés : le rapport solvant/eau, le rapport liquide /solide, le temps d'extraction et la température.

afin de valider notre protocole d'extraction ; pour cela 1g de la matière végétale sèche mis en contact avec le système de solvant acétone/eau , ce dernier à différentes dilutions, il s'agit de : 100%, 90%, 80%, 70% et 60%; en outre, différents volumes pour chaque dilution (rapport masse/solvant) (10ml, 20ml, 30ml, 40ml et 50ml) ont été testés et cela après 48 heures de macération à température ambiante. Différents temps d'extraction (8 heures, 16 heures, 24 heures, 32 heures, 40 heures, 56 heures et 64 heures) et différentes températures

(30°C, 40°C et 50°C), ont été testées sur l'optimum des deux paramètres: rapport acétone/eau et les différents volumes de dilutions. L'évaluation de chaque extrait a porté sur l'activité antioxydante qui a été réalisée par un test chimique in vitro. Dans ce test chimique, on s'intéresse à mesurer l'activité de balayage du radical libre par les fractions antioxydantes en employant le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH).

## II-2-2- Evaluation de l'activité antioxydante des extraits Test DPPH

Le 2,2-diphényl-1-picryl-hydrazyl (DPPH<sup>•</sup>) est un radical organique stable de couleur violet intense. Les antioxydants donneurs de proton, tels que les polyphénols, sont capables de réduire ce radical. La mesure de l'efficacité d'un antioxydant (capacité à fixer des radicaux libres, donc arrêter la propagation de la réaction en chaîne) se fait en mesurant la diminution de la coloration violette, due à une recombinaison des radicaux DPPH (Tirzitis et al, 2010 ; Prior et al, 2005). La réduction du radical libre DPPH<sup>•</sup> par un antioxydant peut être suivie par spectrophotométrie UV-Visible, en mesurant la diminution de l'absorbance provoquée par la présence des extraits (Brand-Williams W.; et al, 1995), (Figure 2).



**Figure 2 : Réduction de radical libre DPPH<sup>•</sup> en présence d'antioxydant**

Pour réaliser ce test, 100µl de chaque fraction est additionné à 1ml d'une solution de DPPH méthanolique (150 µM). Le mélange réactionnel a été secoué immédiatement, puis il est maintenu à l'obscurité pendant 30 minutes à une température ambiante pour que la réaction s'accomplisse. L'absorbance du milieu réactionnel a été mesurée à 517 nm contre un blanc dans un spectrophotomètre UV-Visible de type Shimadzu 1601.

L'évaluation de l'activité antioxydante de nos extraits est faite par rapport à l'acide ascorbique utilisé comme antioxydant dans l'industrie agroalimentaire. Il est nécessaire de mettre en évidence l'efficacité de cet antioxydant à ce test, et cela en traçant une courbe d'étalonnage. Une gamme de 7 concentrations allant de 0.02 à 0.1 mg/ml a été préparée à

partir d'une solution mère de 0.1 g/l. La lecture se fait après 30 minutes d'incubation à l'obscurité.

A partir de la pente de la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique obtenu à 517 nm, nous avons déterminé les coefficients de l'activité antioxydant des extraits étudiés exprimée en valeur d'ACAC (Ascorbic acid Equivalent Antioxidant Capacity). Nous avons aussi exprimé les résultats en pourcentage d'inhibition PI% calculé suite à la diminution de l'intensité de la coloration du mélange selon l'équation:

$$PI\% = \frac{(Abs\ Control - Abs\ Extrait)}{Abs\ Control} \times 100$$

PA : Pourcentage antiradicalaire.

Abs Control : l'absorbance de la solution de DPPH à 517 nm.

Abs Extrait : l'absorbance du DPPH en présence de l'extrait testé à 517 nm.

### III- Résultats et discussion

#### III-1- Optimisation de l'extraction des composés antioxydants

Chaque cultivar de datte de la variété Deglet Nour choisi pour l'extraction a subi rigoureusement le même traitement d'extraction. Les extraits obtenus de couleur jaune au jaune clair.

Les pourcentages d'inhibition (PI%) des extraits sont calculé d'après la formule prédisant (**Figure 3**)

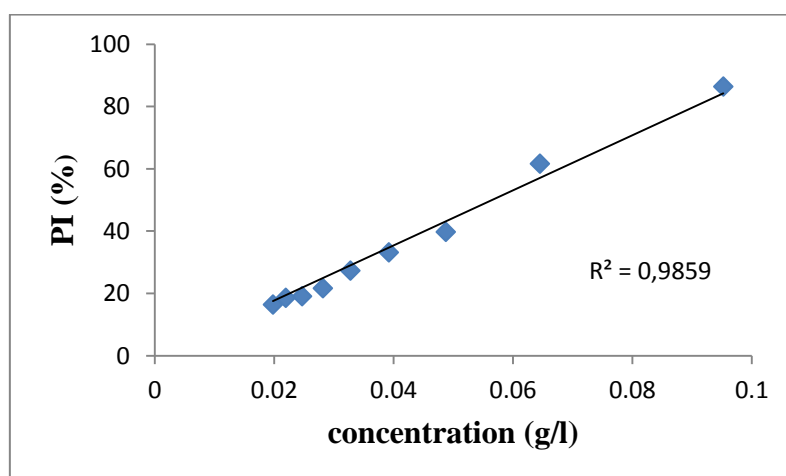


Figure 3: Courbe d'étalonnage de la vitamine C

### III-1-1- Rapport acétone/eau

Les résultats obtenus ont montré que le pouvoir d'inhibition des composés antioxydants varient en fonction du rapport solvant/eau et en fonction des différentes dilutions (rapport masse /solvant) utilisés pour l'extraction (**Tableau 2**).

**Tableau 2 : les valeurs du PI et du VCAC pour le rapport acétone/eau et ses différentes dilutions (rapport masse /solvant) – DNHL et DNG**

PI % DNHL	VCAC g/g	PI % DNG	VCAC g/g	Rapport masse /solvant	Rapport solvants acétone/eau
11.84	0.013	6.10	0.007	1g/10ml	100%
8.62	0.009	3.44	0.004	1g/20ml	
7.81	0.008	1.47	0.002	1g/30ml	
8.35	0.009	1.92	0.002	1g/40ml	
4.80	0.005	0.35	0.0004	1g/50ml	
89.11	0.1	75.35	0.085	1g/10ml	90%
70.99	0.08	47.45	0.054	1g/20ml	
66.25	0.075	36.50	0.041	1g/30ml	
54.23	0.061	24.78	0.028	1g/40ml	
43.26	0.049	93.22	0.105	1g/50ml	
84.07	0.095	90.02	0.102	1g/10ml	80%
86.51	0.098	83.32	0.094	1g/20ml	
90.47	0.102	39.43	0.044	1g/30ml	
72.90	0.082	31.90	0.036	1g/40ml	
57.02	0.064	44.43	0.050	1g/50ml	
91.50	0.103	87.92	0.099	1g/10ml	70%
91.30	0.103	80.05	0.090	1g/20ml	
78.86	0.089	65.12	0.074	1g/30ml	
62.22	0.07	37.67	0.042	1g/40ml	
45.01	0.05	29.77	0.033	1g/50ml	
90.96	0.102	86.12	0.097	1g/10ml	60%
90.07	0.101	84.15	0.095	1g/20ml	
89.97	0.101	68.30	0.077	1g/30ml	
73.01	0.082	50.16	0.057	1g/40ml	
46.64	0.053	39.04	0.044	1g/50ml	

Les valeurs les plus élevées sont obtenues quand le rapport acétone/eau est de 70% pour l'échantillon de DNHL et de 80% pour celui de DNG, elles sont respectivement 91.50% et 90.02%. Les PI% les plus faibles ont été obtenues lorsque le milieu d'extraction est entièrement fait de l'acétone (100%) avec les valeurs en activités antioxydantes de 0.35% et 4.80% pour DNHL et DNG respectivement. Ces résultats font la confirmation des travaux de *Naczka et al.* où il a été observé que le solvant pur présentait des capacités d'extraction plus faible pour les polyphénols, particulièrement les tanins considérés comme antioxydants puissants (*Naczka et al., 1992*). Concernant les proportions 90% et 60%, les pourcentages d'inhibition prennent des valeurs intermédiaires. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par plusieurs auteurs (*Chrinos et al., 2007 ; Kim et al., 2007 ; Spigno et al., 2007*) sur les dattes lyophilisées.

Nos résultats affirment que la combinaison de l'acétone avec l'eau fait améliorer l'extraction des composés antioxydants telle que les phénols glycosylés, théorie démontrée par les travaux de (*Chrinos et al., 2007 ; Kim et al., 2007 ; Spigno et al., 2007 ; Tabart et al., 2007*).

En comparant les pourcentages d'inhibition des radicaux libres les plus élevés des deux échantillons, il est remarquable qu'ils représentent des valeurs très proches (**Tableau 2**).

### **III-1-2- Rapport solide/liquide**

L'impact de rapport solide/liquide sur l'extraction des antioxydants des dattes de la variété Deglet-Nour est mesuré avec les rapports 1/10, 1/20, 1/30, 1/40 et 1/50; m/v (**Tableau 2**). En augmentant le rapport solide/liquide, celui-ci a un effet négatif sur l'extraction. En effet, le rapport solide/liquide de 1/10 est celui qui permet d'extraire le meilleur taux quel que soit le paramètre rapport acétone/eau. Effectivement, le rapport solide/liquide de 1/10 est préférable pour assurer l'homogénéité et le passage du solvant à travers la totalité des particules ce qui permet d'obtenir les meilleurs pouvoirs d'inhibition avec 90.02% pour DNG et 91.50% pour DNHF (**Tableau 2**). Des études menées par *Telli et al.*, montrent que l'augmentation du rapport solide/liquide a un effet positif sur l'extraction à savoir : le rapport 1/3, 1/4, 1/5, 1/6 et 1/7 dont le rapport de 1/6 qui permet d'extraire la meilleure quantité (ou qualité) en antioxydants quel que soit le solvant étudié (méthanol, acétone et éthanol) (*Telli et al., 2010*). Au-delà de ce rapport, les PI% diminuent, ce qui n'est pas compatible avec nos résultats.

Par contre des résultats similaires aux nôtres sur l'effet du rapport solide/liquide pour l'extraction des polyphénols ont été rapportés pour les noyaux de dattes (*Al-Farsi et Lee 2007*), pour l'écorce de la pomme (*Jerez et al., 2006*) et pour les feuilles d'*Inga Edulis* (*Silva et al., 2007*). Un autre rapport similaire était l'optimal rapport pour l'extraction des antioxydants

de deux variétés de *Cistus* cultivé à Tunis en utilisant l'éthanol 70% pendant 24h à Température ambiante (*Mahmoudi et al., 2016*). Ajoutant que **Ben saci et al** ont réussi d'extraire des antioxydants de pulpe de quelque variétés de datte a un grand potentiel oxydatif vis-à-vis du DPPH par un similaire rapport solide /liquide de 1/10 avec l'acétone 70% et le méthanol 80% durant 24h à température ambiante (*Ben saci et al., 2015*). Concernant les rapports 1/20, 1/30, 1/40 et 1/50 qui sont marqués par des faibles valeurs de l'activité antioxydante pour les deux cultivars, ces résultats peuvent être dû à l'intervention d'un autre paramètre n'étant pas pris en considération dans cette étude.

En combinant entre les deux paramètres : rapport (acétone/eau) et rapport (solide/liquide), il en résulte que ceux : (70%, 1/10), (70%, 1/20), (60%, 1/10) des extraits de DNHL et celui de (80%, 1/10) de DNG s'avèrent les rapports optimaux donnant des extraits riches en antioxydants pour les deux cultivars.

Ces rapports sont maintenus dans les étapes suivantes de cette étude.

### **III-1-3- Temps d'extraction**

La durée d'extraction correspond au temps nécessaire au solvant pour pénétrer dans la matière végétale et extraire la totalité des substances naturelles. Ce paramètre dépend donc du type de solvant et de la matière végétale ainsi que de sa structure. Dans ce contexte et afin d'optimiser le temps d'extraction des composés antioxydants des deux cultivars de DN par macération en utilisant les rapports cités au-dessus, des expériences ont été réalisées pour différentes durée (de 8h à 64h avec un intervalle de 8h pour chaque test).

Les potentiels antioxydant des extraits acétoniques de pulpe des deux cultivars de Deglet-Nour présentés dans le **Tableau 3** indiquent que ceux-ci augmentent quand le temps d'extraction évolue de 8 h à 48 h avec des pourcentage allant de 89.30% à 90.61%, de 51.81% à 87.75% et de 85.37% à 90.66% en utilisant respectivement un rapport 70% 1/10, 70% 1/20 et 60% 1/10 pour le site de Hassi l'Fhal en parallèle un pourcentage allant 80.77% à 91.71% pour celui de Ghardaïa. De 48h à 64h les deux cultivars indiquent des pourcentages d'inhibition en diminution avec des valeurs très proches.

A la lumière de ces résultats, la prolongation du temps d'extraction des antioxydants par le solvant examiné, fait donc accroître leur PI%. Plusieurs chercheurs ont attiré l'attention à la possibilité de l'oxydation des composés antioxydants à savoir les polyphénols si le temps d'extraction est long, ce qui est en accord avec les résultats escomptés (teneurs basses)

(Nazcet Shahidi, 2004 ; Nazck et Shahidi, 2006 Chirinos et al., 2007 ; Druzynska et al., 2007 ; Silva et al., 2007).

**Tableau 3** : les valeurs des PI des deux cultivars de DNHL et DNG en fonction du temps

Temps h	Cultivar DNHL			Cultivar DNG
	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 70% : 1/ 10 ml	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 70% : 1/ 20 ml	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 60% : 1/ 10 ml	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 80% : 1/ 10 m
8	90.37	56.31	85.37	80.77
16	90.01	60.32	89.77	84.44
24	90.63	60.06	88.59	85.31
32	89.30	51.81	89.62	78.90
40	90.21	84.46	88.77	90.34
48	90.61	87.75	90.66	91.71
56	90.56	87.70	89.60	85.03
64	89.59	87.53	89.63	80.58

Par conséquent, de nombreux paramètres ont une influence sur la cinétique d'extraction tel que le coefficient de la diffusion du solide dans le liquide du soluté (entre le solvant et le solide), la surface totale mise en contact avec le solvant, le volume de solvant et les dimensions et la géométrie des particules solides (Telli et al., 2010; Spigno et al., 2007), la durée de 48 heures a été choisie comme le temps optimal d'extraction adéquat pour récupérer les fractions antioxydants de pulpe de Deglet-Nour pour quatre différents rapports étudiés.

#### III.1.4. Température de l'extraction

Il a été démontré dans plusieurs travaux qu'en augmentant la température, le rendement d'extraction des composés antioxydants augment mais au-delà d'un certain seuil, le rendement diminue ou ne change plus (Ruenroengklin et al., 2008 ; Kossah et al., 2010). Nous avons donc voulu vérifié la température optimale qui apportait d'assez bons résultats.

On a procéder à l'extraction des antioxydants des dattes de la variété Deglet-Nour à des températures de 30°C et 40°C et ceci après optimisation des autres conditions (Rapport :

acétone/eau : solide/liquide 70% : 1/ 10 ml, rapport : acétone/eau : solide/liquide 70% : 1/ 20 ml, rapport : acétone/eau : solide/liquide 60% : 1/ 10 ml pour l'échantillon de DNHL et le rapport : acétone/eau : solide/liquide 80% : 1/ 10 ml pour celui de DNG) . Les résultats trouvés sont indiqués dans le **Tableau 4**, ils montrent qu'il n'y a pas une grande différence entre les pourcentages d'inhibition des deux températures testées (40°C et 30°C) avec des valeurs qui s'échelonnent entre 81.96% et 90.36% pour tous les rapports étudiés, malgré cela il est à confirmer que la température 30°C favorise une meilleure extraction en composés antioxydants grâce à leur légère dominance en ces pourcentages.

**Tableau 4** : les valeurs des PI pour les combinaisons temps-température et rapport des deux cultivars : DNHL et DNG

Températures (°C)	Extraction pendant 48h			
	Cultivar DNHL			Cultivar DNG
	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 70% : 1/ 10 ml	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 70% : 1/ 20 ml	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 60% : 1/ 10 ml	PI Rapport : acétone/eau : solide/liquide 80% : 1/ 10 m
30°	90.36	87.39	88.65	87.88
40°	88.66	81.96	87.13	89.44

En fait, la température est un accélérateur d'extraction, elle augmente la solubilité et la diffusivité des composés antioxydants dans le solvant et réduit sa viscosité. La chaleur facilite l'extraction, aussi elle augmente la perméabilité des parois cellulaire. Toutefois, en raison de la sensibilité de certains composés antioxydants à la chaleur, une température élevée peut conduire à leur décomposition thermique et leur dégradation chimique et enzymatique (*Spigno et al., 2007*).

## IV- Conclusion

Le palmier dattier est un important arbre fruitier, non seulement à cause de son importance économique, mais aussi par la haute valeur nutritionnelle de ses fruits, qui représentent une excellente source de glucides et antioxydants.

Pour une extraction efficace et optimale des composés antioxydants de dattes de la variété Deglet-Nour de la région de Hassi l'Efhal et celle de Ghardaïa, en résumant les différentes étapes d'extraction menées sous différentes conditions, certaines conclusions s'imposent :

- ✓ Les meilleurs rapports de solvants pour l'extraction des composés antioxydant de dattes sont 70% et 60% pour le cultivar de Hassi l'Efhal et 80% pour celui de Ghardaïa.
- ✓ L'addition de l'eau au système d'extraction fait améliorer le rendement en ces composés puisque les teneurs les plus faibles ont été obtenues lorsque le milieu d'extraction est entièrement fait de l'acétone (100%).
- ✓ Le rapport solide /liquide affecte de façon significative le pouvoir d'inhibition de nos extraits; le meilleur rapport trouvé est 1/10.
- ✓ Pour tester l'impact du temps d'extraction, différentes durées ont été choisies (8h à 64h avec un intervalle de 8h). Le taux maximal d'extraction est obtenu à 48h.
- ✓ La température optimale pour l'extraction des composés antioxydant des dattes Deglet-Nour est 30°C.

D'autres paramètres qui ne sont pas étudiés dans ce travail et qui ont une influence sur le rendement d'extraction des antioxydants, peuvent servir de perspectives pour optimiser au mieux l'extraction en vue de son utilisation industrielle. D'autres critères peuvent être ajoutés tels que la maturité des dattes, le rendement en polyphénols totaux et ces différentes familles, d'autres activités antioxydantes et différentes activités biologiques.

## ***V. Référence Bibliographiques***

- **Al-Farsi M A, Alasalvar C, Morris A, Baron, M and Shahidi F .(2005).**  
Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman.  
*Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 53:7592-7599.
- **Brand-Williams W, Cuvelier ME, Berset C. 1995.** Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebenson Wiss Technol.* ;28:25–30.
- **Boudrar C., Bouzid L.et Nait larbi H. (1997).** Etude des fractions minérale et glucidique de la datte Deglet-Nour au cours de la maturation. Mémoire d'Ingénieur, INA. El-Harrach.  
Alger 60 p.
- **Bechelah A.-C. et Maka M., 2008.** Les dattes : intérêt en nutrition. *Phytothérapie,* Vol. 6, pp117-121.
- **Bensaci C. Ghiaba Z. et Saidi M. (2015).** L'extraction des antioxydants de datte. *J chem pharm Res.,* 7(7) ; 27-31.
- **Chirinos R., rogez H., campos D., pedreschi R. et larondelle Y.(2007);**  
Optimisation of extraction conditions of antioxidant phenolic compounds from mashua (*Tropaeolum tuberosum* Ruíz & Pavón) tubers; *Journal of Separation and Purification Technology,* Vol. 55, pp 217-225.
- **Delille L. 2007.** Les plantes médicinales d'Algérie ; Ed. BERTI, Alger, Algérie .
- **FAO, 2012.** « Ressources phytogenétiques : Ne pas les utiliser c'est les perdre ». Commission des ressources génétiques pour l'alimentation et l'agriculture.
- **Jerez M., pinelo M., sineiro J. et josé nùñez M.(2006);** Influence of extraction conditions on phenolic yields from pine bark: assessment of procyanidins polymerization degree by thiolysis; *Journal of Food Chemistry,* Vol. 94, pp 406-414.

- **Kendri S. (1999).** Caractéristiques biochimiques de la biomasse "Saccharomyces cerevisiae" produite à partir des dattes "Variété Ghars". Mémoire d'Ingénierie. Département d'agronomie. Batna. 51 p.
- **Kim J.-M., Chang S.-M., Kim I.-H., Kim Y.-E., Hwang J.-H., Kim K.-S. et Kim W.-S. (2007);** Design of optimal solvent for extraction of bio-active ingredients from mulberry leaves; *Biochemical Engineering Journal*, vol. 37: 271-278.
- **Kossah, R., Nsabimana, C., Zhang, H. & Chen, W. (2010).** Optimization of extraction of polyphenols from Sumac (*Rhus Coriaria L.*) and Chinese Sumac (*Rhus typhina L.*) Fruits. *Research Journal of Phytochemistry*, 1 - 8.
- **Munier P. 1973.** Le palmier dattier. Ed. Maison Neuve et La rose, Paris. pp 25-28-31-32-40-48-141-142-221-367.
- **Mahmoudi H. Aouadhi C. Kaddour R. Gruber M. Zargouni H et Zaouali W. 2015.** Comparaison of antioxidant and antimicrobial activities of two cultivated Citrus species from Tunisia. *Biosci.J., Uberlândia, V.32. N°1, P226-237, 216.*
- **Naczka, M., Shahidi, F. & Sullivan, A., 1992.** recovery of rapeseed tanins by various solvent systems. *Food Chemistry*, 45 (1), 51–54.
- **Naczka, M. & Shahidi, F. 2004.** Extraction and analysis of phenolics in food. Review, *Journal of Chromatography A*, 1054, 95–111.
- **Naczka M. et Shahidi F. (2006);** Phenolics in cereals, fruits and vegetables: occurrence, extraction and analysis; *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, Vol. 41, pp 1523-1542.
- **Prior, R.L.; Wu, X.; Schaich, K, 2005.** Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *J. Agric. Food Chem.*, 53, 4290–4303.
- **Ruenroengklin, N., Zhong, J., Duan, X., Yang, B., Li, J. & Jiang, Y. (2008).** effects of various temperatures and pH values on the extraction yield of phenolics from litchi fruit pericarp tissue and the antioxidant activity of the extracted anthocyanins. *International Journal of Molecular Sciences*. 9, 1333-1341.

- **Sanchez-Moreno, C. 2002.** Review: Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in food and biological systems. *Food Sci Tech Int*, 8(3): 121-137.
- **Silva E. M., rogez h. et larondelle Y.(2007);** Optimisation of extraction of phenolics from *Inga edulis* leaves using response surface methodology; *Journal of Separation and Purification Technology*, Vol. **55**, pp 381-387.
- **Spigno G., Tramelli L. et De Faveri D. M. (2007).** Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics; *Journal of Food Engineering*, Vol. **81**, pp 200-208.
- **Toutain G. 1996.** Rapport de 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.
- **Tabart J., kevers C., sipel A., pincemail J., defraigne J.-O. et dommes J.(2007);** Optimisation of extraction of phenolics and antioxidants from black currant leaves and buds and stability during storage; *Journal of Food Chemistry*, Vol. **105**, pp 1268-1275.
- **Telli A., Mahboub N., Boudjeneh S., Siboukeur O. E. K. Et Moulti-Mati. F. (2010).** Optimisation des Conditions d'extraction des Polyphénols de Dattes Lyophilisées (*Phoenix Dactylifera L*) Variété Ghars. *Annales des Sciences et Technologie*, Vol. 2, N° 2.
- **Tirichine H S, 2010.** Etude ethnobotanique, activité antioxydants et analyse photochimique de quelques cultivars de palmier dattier (*Phœnix dactylifera L.*) du Sud-Est Algérien. Mémoire du diplôme de Magister en biologie. Université d'ORAN-Es Senia. 106p.
- **Tirzitis G et Bartosz G, 2010.** Determination of Antiradical and Antioxidant Activity: Basic Principles and New Insights *Acta Biochim Pol* 57 (2), 139-142.