

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

كلية العلوم  
FACULTE DES SCIENCES

قسم علوم المادة  
Département des Sciences de la Matière



## **Mémoire de MASTER**

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

**Présenté par :**

**DOUDOU BAKIR**

### **THEME**

---

**Influence de quelques paramètres d'extraction  
sur l'activité antioxydant des dattes variétés :  
Ghars et Deglet-Nour de deux régions : Hassi  
L'Fhel et Ghardaïa.**

---

*Soutenu publiquement devant le jury composé de:*

*Mr. YOUSFI Mohamed*

*Professeur*

*Président*

*Mr. DJERIDANE Amar*

*Professeur*

*Examinateur*

*Mme. HADBAOUI Zineb*

*M.C.B*

*Examinatrice*

*Mme. HAMIA chahrazed*

*M.C.B*

*Promotrice*

**Année Universitaire 2017/2018**

## DEDICACE

*Je dédie ce mémoire à :*

*Mes parents :*

*Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie.*

*Mon père, qui peut être fier et trouve ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie.*

*A mes chers frères Zouheir, Abdel Hadi et Abdel hafid et mes chères sœurs Salima ,lalla et Romissa pour leurs encouragements permanents, et leurs soutiens moral.*

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.  
A mes chers amis Yacine, Omar, Salim, Tahaa et Mohamed pour leur appui et leurs encouragements.*

*Et à ma promotrice Hamia Chahrazed qui doit voir dans ce travail la fierté d'un savoir bien acquis.*

*Bakir Doudou*

## *Remerciements*

*Je remercie tout d'abord **Dieu** tout puissant de m'avoir donné la force et la  
Connaissance pour accomplir cette action.*

*Ce travail a été entrepris au sein du laboratoire des sciences fondamentales à l'université  
Amar Telidji de Laghouat grâce au **Pr. YOUSFI Mohamed** directeur de ce laboratoire, je le  
remercie pour avoir mis à ma disposition tout le matériel nécessaire et disponible pour mener  
à bien ce travail.*

*Dans le cadre de ce mémoire, je tiens à remercier, profondément, ma promotrice «Mme  
Hamia Chahrazed» pour la qualité d'encadrement, la rigueur scientifique  
Et le soutien dont j'ai bénéficié tout au long de la période d'élaboration de ce  
Mémoire.*

*Toute ma gratitude a «M. Benalia Mohamed» qui m'a guidé durant mon travail, pour sa  
rigueur, sa gentillesse et pour m'avoir fait profiter de son  
Expérience.*

*Je remercie toutes les personnes qui ont contribué à rendre ce travail possible et M.  
Djeridane Amar, Mme. Hadbaoui Zineb d'avoir accepté de l'examiner ainsi que M. Yousfi  
Mohamed de l'avoir honoré en présidant le juré.*

*Mes sincères remerciements s'adressent aussi à l'ensemble des enseignants du  
Département des sciences de la matière pour la qualité de  
Formation et d'encadrement dont j'ai bénéficiés.*

*A tous ceux et à toutes celles dont les acronymes n'apparaissent pas sur cette page, ils sont  
nombreux, qu'ils demeurent convaincus, que je ne les ai point oubliés et qu'ils soient assurés  
de ma profonde gratitude. Merci.*

## *Liste des notations*

<b>BHT</b>	: Butylhydroxyanisole
<b>BHA</b>	: Butylhydroxytoluène
<b>DG</b>	: Deglet Nour de Ghardaïa
<b>DH</b>	: Deglet Nour de Hassi L'Fhal
<b>DPPH</b>	: Diphényl-2,2 picryl-1 hydrazine
<b>EAA</b>	: Equivalent en acide ascorbique
<b>EAG</b>	: Equivalent en acide gallique
<b>EQ</b>	: équivalents en quercétine
<b>FAO</b>	: Organisation l'alimentation et l'agriculture
<b>GG</b>	: Ghars de Ghardaïa
<b>GG</b>	: Deglet-Nour de Hassi L'efhal
<b>MS</b>	: Matière sèche
<b>PAR</b>	: Pouvoir antiradicalaire
<b>VCEAC</b>	: Capacité Antioxydante Equivalent en Vitamine C

## *Liste des figures*

<b>Figure 1 :</b>	Dattes stade tmar	<b>04</b>
<b>Figure 2 :</b>	Courbes d'étalonnage de l'acide ascorbique	<b>08</b>
<b>Figure 3 :</b>	Variation de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits en fonction du temps d'extraction	<b>10</b>
<b>Figure 4 :</b>	Variation de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits en fonction de la température d'extraction	<b>13</b>
<b>Figure 5 :</b>	Variation de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits en fonction du rapport (m/v) d'extraction	<b>13</b>
<b>Figure 6 :</b>	Courbe d'étalonnage de l'acide gallique	<b>14</b>
<b>Figure 7 :</b>	La teneur en phénols totaux des extraits (DG, GG, DH, GH) avec paramètres optimisés	<b>15</b>
<b>Figure 8 :</b>	Courbe d'étalonnage de quercetine	<b>16</b>
<b>Figure 9 :</b>	Corrélation entre Polyphénols et Flavonoïdes	<b>18</b>

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau 1 :</b>	Les quatre cultivars de dattes	<b>04</b>
<b>Tableau 2 :</b>	Les valeurs de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits à différent temps d'extraction	<b>07</b>
<b>Tableau 3 :</b>	Les valeurs de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits à différentes températures d'extraction	<b>11</b>
<b>Tableau 4 :</b>	Les valeurs de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits à différent rapports (m/v)	<b>12</b>
<b>Tableau 5 :</b>	Les extraits avec les paramètres optimisés choisis pour la quantification des composés phénoliques	<b>13</b>
<b>Tableau 6 :</b>	Teneurs des polyphénols totaux des extraits des quatre cultivars (mg GAE/g)	<b>15</b>
<b>Tableau 7 :</b>	Teneurs en flavonoïdes des extraits des quatre cultivars (mg EQ/g)	<b>16</b>
<b>Tableau 8 :</b>	Corrélation entre Polyphénols, Flavonoïde et DPPH	<b>18</b>

# *Table des matières*

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

<b>I. Introduction générale</b>	<b>01</b>
<b>II. Matériel et méthodes</b>	<b>04</b>
<b>II.1. Matériel</b>	<b>04</b>
<b>II.1.1. Standards et réactifs chimiques</b>	<b>04</b>
<b>II.1.2. Matière végétale</b>	<b>04</b>
<b>II.2. Méthodes</b>	<b>05</b>
<b>II.2.1. Préparation des extraits et optimisation des paramètres d'extraction des antioxydants.</b>	<b>05</b>
<b>II.2.2. Analyses quantitatives</b>	<b>06</b>
<b>II.2.2.1. Effet scavenger du radical DPPH</b>	<b>06</b>
<b>II.2.2.2. La quantification des composés phénoliques</b>	<b>06</b>
<b>II.2.2.2.a. La teneur en phénols totaux</b>	<b>06</b>
<b>II.2.2.2.b. La teneur en flavonoïdes</b>	<b>07</b>
<b>III. Résultats et discussion</b>	<b>07</b>
<b>III.1. Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants</b>	<b>07</b>
<b>III.1.1. Optimisation du paramètre d'extraction : temps</b>	<b>08</b>
<b>III.1.2. Optimisation du paramètre d'extraction : température</b>	<b>10</b>
<b>III.1.3. Optimisation du paramètre d'extraction : masse/volume</b>	<b>12</b>
<b>III.2. Quantification des composées phénoliques</b>	<b>13</b>
<b>III.2.1. La teneur en phénols totaux</b>	<b>14</b>

<b>III.2.2. Teneurs en flavonoïdes</b>	<b>16</b>
<b>IV. Conclusion générale</b>	<b>20</b>
<b>V. Références bibliographiques</b>	<b>21</b>
<b>Annexe</b>	<b>25</b>









## I. Introduction Générale

Le palmier dattier a été dénommé *Phoenix dactylifera* par Linné en 1753. Phoenix dérivé de Phoinix, nom du dattier chez les grecs de l'antiquité qui le considéraient comme arbre des phéniciens ; dactylifera vient du latin dactylus, dérivant du grec dactylos, signifiant doigt (en raison de la forme du fruit), associé au mot latin fero, porté, en référence aux fruits. De la Mésopotamie à l'Égypte, du Levant à la Grèce, le palmier constitue un des motifs végétaux les plus souvent représentés dans l'Antiquité. Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) occupe une place importante dans l'idéologie des civilisations anciennes. Plante antique et mythique, il est porteur de symbole pour plusieurs civilisations et religions : associé à l'eau, à la femme, il en vient à désigner l'espace de culte. Il est resté chargé jusqu'à nos jours d'une symbolique religieuse puissante (Islam, christianisme, judaïsme,...). Aucun autre végétale n'a connu une symbolique aussi puissance d'évocation exceptionnellement riche, (Michel-Dansac et al., 2013). Le palmier dattier fut l'une des premières espèces fruitières pérennes à être cultivées aux Proche et Moyen-Orient, avec le figuier, l'olivier et la vigne, (Newton et al., 2013). Plus de 7.5 millions de tonnes de dattes sont récoltées en moyenne 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.

Dans le Sahara Algérien, 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 maraichères 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. Il a de plus un rôle socioéconomique majeur pour les populations de ces régions pour lesquelles il fournit d'une part un fruit, la datte dont les qualités alimentaires sont indéniables et qui constitue une source de revenus très appréciables pour plus de 100000 familles du Sud Algérien avec 9 % des exportations agricoles, d'autre part une multitude de sous-produits (culinaire, artisanal et menuiserie...). (Adaïka et Ramdani , 2015).

La datte a été depuis des temps immémoriaux un élément très important dans, tant pour les humains (les dattes molles) que pour les animaux (les dattes sèches), cependant divers travaux ont été menés pour déterminer la composition chimique de la datte en : sucres, protéines, lipides, fibres et minéraux et composés phénoliques. (Packer, 2001 ; Hurst, 2008).

Les dattes sont composées d'un mésocarpe charnu protégé par un fin péricarpe. L'endocarpe se présente sous la forme d'une membrane très fine entourant la graine (noyau). La couleur de la datte est variable selon les espèces: jaune plus ou moins clair, jaune ambré- brun plus ou moins prononcé, rouge ou noir. Sa consistance est également variable, elle peut être molle, demi molle, ou sèche. La pulpe de la datte mûre (stade Tmar **Figure 1**) est composée de sucres (70 à 75 % de MS), d'eau, d'éléments minéraux et de produits divers: protides, lipides, pectines, tanins, vitamines, produits aromatiques...etc. Elles représentent une source importante en antioxydants. (Munier, 1973).



**Figure 1.** Dattes stade Tmar

Riches en fibres, les dattes facilitent le transit intestinal et exercent un rôle préventif des cancers colorectaux, des appendicites, de la diverticulose, des varices et des hémorroïdes. Ils ont également un effet hypocholestérolémiant (Albert, 1998 ; Jaccot et Campillo, 2003). Énergétique et riche en minéraux, le fruit permet de lutter contre l'anémie et les déminéralisations, il est donc recommandé aux femmes qui allaitent. Les dattes pilées dans de l'eau soignent les hémorroïdes, les constipations et aussi l'ictère (jaunisse). Quant aux diarrhées, elles sont traitées par les dattes vertes tonifiantes. Calmantes sous forme de sirop très concentré, le robb, cette préparation apaise et endort les enfants. Elle est aussi utilisée pour les maladies nerveuses et dans les affections broncho-pulmonaires. En décoction ou en infusion, les dattes traitent les rhumes. En gargarisme, elles soignent les maux de gorge (Benchelah et Maka, 2008).

L'antioxydant est une substance capable de neutraliser ou de réduire les dommages causés par l'oxygène ou les radicaux libres dans l'organisme. Dans les végétaux, les principaux antioxydants sont les vitamines C et E, les caroténoïdes et le sélénium. Ces antioxydants sont définis aussi comme des agents redox qui réagissent avec les oxydants afin de stopper ou ralentir le processus d'oxydation, et ainsi ajustent l'équilibre redox cellulaire. En plus de leur utilisation en thérapeutique, ils sont utilisés dans différentes industries telles que les industries agro-alimentaires. Ainsi, l'antioxydant constitue un additif alimentaire pouvant protéger les denrées

alimentaires des altérations provoquées par l'oxydation par l'oxygène moléculaire, telles que le rancissement des matières grasses. Plusieurs types d'antioxydants provenant de sources végétales tels que les antioxydants moléculaires, les antioxydants exogènes, les antioxydants phénoliques naturels. (Herzi , 2013)

Les antioxydants de synthèses sont introduits dans toutes les formulations contenant des corps gras insaturés et parfois aussi dans des phases aqueuses ou se trouvent des extraits végétaux riches en oxydases (Perrin, 1992). Dans l'industrie alimentaire, les antioxydants synthétiques, tel que le butylhydroxyanisole (BHA) (E320), butylhydroxytoluène (BHT) (E321) et des esters de l'acide gallique tel que gallate propylée (PG) (E310), sont largement utilisés parce qu'ils sont efficaces et moins chers que les antioxydants naturels (Wang et al, 2003). Cependant, il a été montré que ces antioxydants de synthèse pouvaient être toxiques (Yu et al, 2000). En effet, le BHA convertirait certains produits ingérés en substances toxiques ou carcinogènes en augmentant la sécrétion des enzymes microsomales du foie et des organes extra-hépatiques (Barlow, 1990). Ainsi Le BHT présenterait des effets carcinogènes chez le rat (Ito et al, 1985). Par conséquent, et vue le désir des consommateurs de retourner à l'utilisation des produits naturels, la recherche des sources naturelles d'antioxydants a provoqué l'intérêt des grands laboratoires spécialisés (Frankel, 1993).

Les antioxydants naturels connaissent un intérêt croissant pour des applications dans les industries agroalimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques. En effet leur utilisation est encouragée car les produits équivalents issus de synthèses chimiques, ont à tort ou à raison, mauvaise presse parmi les consommateurs. Il existe donc un besoin de production d'extraits riches en antioxydants à partir de différentes sources.

L'objectif de ce travail est d'étudier deux cultivars de dattes locales : Deglet-Nour et Ghars de deux région déférentes à savoir Ghardaïa et Hassi L'fhel. On s'est focalisé dans un premier temps sur l'étude des effets de quelques paramètres opératoires sur l'extraction d'antioxydants à partir des quatre échantillons de dattes. Les paramètres étudiés sont : le temps, la température et le ratio solide-solvant (g/ml). Les effets des paramètres étudiés sont évalués en termes de capacité antioxydante vis-à-vis du test chimique DPPH. Dans un second temps nous avons évalué la teneur en polyphénols et en flavonoïdes des extraits obtenus à partir des conditions optimales à fin de mettre la lumière sur ces métabolites et les antioxydants extraits des quatre cultivars de dattes, on terminera ce travail par une conclusion générale donnant un récapitulatif sur les principaux résultats obtenus ainsi que les perspectives qui feront l'objectifs d'ultérieurs travaux.

## II. Matériel et Méthode

### II.1. Matériels





#### II.1.1. Standards et réactifs chimiques

Les produits chimiques utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé de marque Sigma – Aldrich, BDH Prolabo : le DPPH (diphényl picryl-hydrate) , réactif Folin-Ciocalteu , l'acide gallique, l'acide ascorbique, carbonate de sodium, trichlorure d'aluminium, la quercétine, , sulfate de sodium anhydre et méthanol.

#### II.1.2. Matière végétale

La pulpe des dattes étudiées (Deglet-Nour et Ghars) provenant de deux régions à savoir Hassi L'fhal et Ghardaïa, récoltée entre le mois d'octobre et de novembre 2016 (**Tableau 1**). Les deux cultivars de dattes de Deglet Nour et Ghars ont été séchés à l'abri du soleil. Après le séchage et le broyage des dattes, nous avons procédé au tamisage. Les échantillons ont été conservés à l'abri de la lumière, de l'humidité et de la chaleur dans des contenants en verre.

**Tableau 1** : Les quatre cultivars de dattes

Description de la datte	Datte de région Hassi L'fhal	Datte de région Ghardaïa.
<b>Deglet-Nour:</b> C'est une datte demi-molle. Elle est largement multipliée dans le Sud-Est Algérien et en Tunisie (Peyron, 2000).		
<b>Ghars:</b> C'est une variété molle à sucres réducteurs. Elle est très répandue dans le Sud Est (Siboukeur et al, 1997).		

## II.2. Méthodes

### II.2.1. Préparation des extraits et optimisation des paramètres d'extraction des antioxydants.

Dans notre travail, nous avons choisi l'extraction par sonication qui est une méthode simple, efficace et peu coûteuse. Elle permet de travailler avec différents types de solvants et leurs mélanges. A rendement équivalent, l'extraction assistée par ultrason consomme moins d'énergie que les méthodes classiques (Poux et al. 2010, Diouf et al. 2009). C'est un procédé d'extraction permettant d'extraire des molécules de faibles poids moléculaires et thermosensibles car elle est très efficace à température relativement basses (Hromadkova et al, 2002). Le choix approprié du solvant permet une meilleure extractibilité de molécules bioactives. De plus, l'optimisation des paramètres d'extraction assistée par ultrasons tels que le temps et la température d'extraction permet aussi d'augmenter le rendement d'extraction (Wang et Weller, 2006).

Afin d'évaluer les meilleures conditions pour l'extraction des antioxydants à partir des dattes, trois paramètres ont été étudiés : le temps, la température et le volume du solvant de l'extraction. L'évaluation a porté sur la mesure du pouvoir antiradicalaire (PAR) des extraits vis à vis du test chimique DPPH.

- ✓ **Le temps :** 1 g de poudre de chaque cultivar est mis en contact avec 20 ml du mélange de solvants MeOH/eau avec un rapport 8/2 : V/V à la température de 20°C a différents temps : 10 min jusqu'à 90 min avec un intervalle de 10 minutes (l'opération a été répétée deux fois).
- ✓ **La température :** En fixant le volume (20 ml) du solvant MeOH/eau et la fraction optimisée (temps), l'extraction est faite à partir de 1g selon les températures suivantes : 30°C, 40°C, 50°C et 60°C (l'opération a été répétée deux fois).

**Le volume :** Après l'optimisation des paramètres : temps et température, nous avons procédé à l'extraction, en utilisant les conditions optimisées au paravant mais à différents rapports masse(g)/volume(ml) (1/10, 1/30 et 1/40) en fixant le même rapport de solvant méthanol/eau 8/2 :V/V afin d'obtenir le volume optimal d'extraction (L'opération a été répétée deux fois).

Après filtration, les extraits bruts ainsi obtenus sont conservés à 4°C pour des analyses ultérieures.

## II.2.2. Analyses quantitatives

### II.2.2.1. Effet scavenger du radical DPPH

Pour étudier l'activité antiradicalaire des différents extraits, nous avons opté pour la méthode qui utilise le DPPH comme un radical libre relativement stable (Mansouri, 2005). Dans ce test les antioxydants réduisent le radical DPPH ayant une couleur violette en un composé jaune, dont l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons (Sanchez-Moreno, 2002). Brièvement, différents volumes des extraits de dattes ou standard (vitamine C) sont ajoutés à 1 ml de DPPH (150 µM), puis le mélange est laissé à l'obscurité pendant 20 minutes et la décoloration par rapport au contrôle négatif est mesurée à 517 nm sur un spectrophotomètre UV-Visible de type UV-1601 (l'opération a été répétée deux fois).

Le pouvoir antiradicalaire (PAR) est estimé selon l'équation ci-dessous : Les résultats sont déterminés tous d'abord en pouvoir antiradicalaire (%) puis sont exprimés par le paramètre VCEAC (Capacité Antioxydante Equivalent en Vitamine C) qui est défini comme étant la concentration de la solution standard de la vitamine C possédant la capacité antioxydante équivalente à une solution de 1 mg/l de l'extrait étudié (L'opération a été répétée deux fois).

$$\text{PAR \%} = (\text{Abs}_{\text{control}} - \text{Abs}_{\text{extrait}} / \text{Abs}_{\text{control}}) * 100$$

Où ;

$\text{Abs}_{\text{control}}$  : absorbance en absence d'antioxydant (contrôle négatif)

$\text{Abs}_{\text{extrait}}$  : absorbance en présence d'antioxydant (extrait ou standard)

### II.2.2.2. La quantification des composés phénoliques

#### II.2.2.2.a. La teneur en phénols totaux

Les teneurs en phénols totaux des extraits hydrométanoliques des cultivars des dattes ont été déterminées par la méthode de Folin-Ciocalteu (Boizot et Charpentier, 2006).

La méthode de Folin-Ciocalteu est utilisée pour le dosage des composés phénoliques totaux. L'ensemble de ces composés est oxydé par le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique ( $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$ ) qui sont réduits en milieu alcalin lors de l'oxydation des phénols en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration bleue produite est proportionnelle au taux de composés phénoliques et possède une absorption maximale à 760 nm (Waterhouse, 2002).

Pour réaliser ce test, on prend des volumes de 100 µl de chaque échantillon ont été introduits à l'aide d'une micropipette dans des tubes à essai, suivis de l'addition de 500µl du réactif de Folin-

Ciocalteu (10 fois dilué). Après incubation pendant 2 minutes, 2 ml de carbonates de sodium à 5% ont été ajoutées, puis les solutions ont été secouées immédiatement et sont maintenues à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 760 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre UV-Visible de type UV-1601. La teneur en phénols totaux de chaque extrait a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage de l'acide gallique et exprimée en milligrammes par gramme de la matière sèche en équivalent en acide gallique (mg EAG/g).

#### **II.2.2.2.b. La teneur en flavonoïdes**

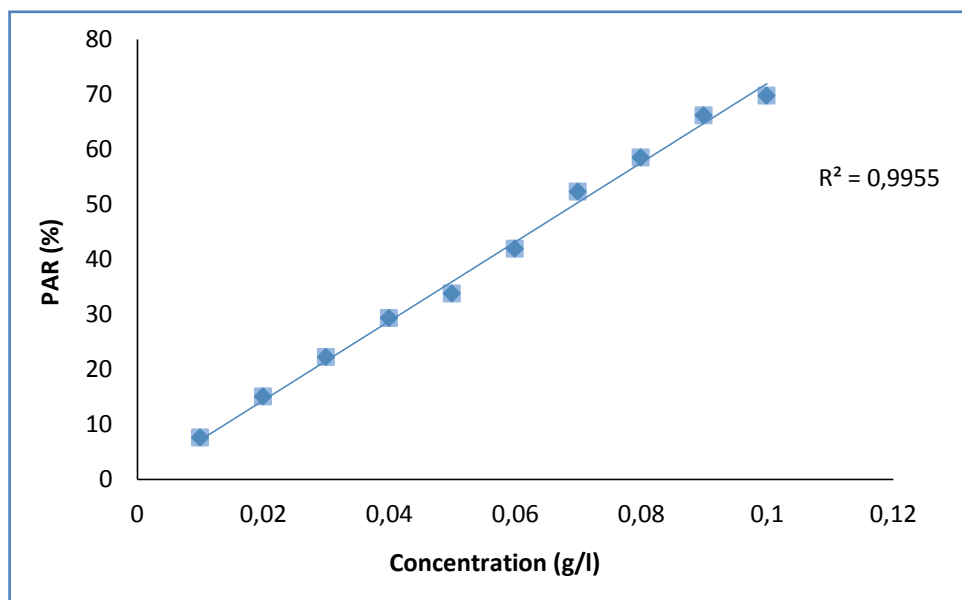
La méthode utilisée pour l'estimation des taux de flavonoïdes dans les 6 variétés de dattes est celle décrite par Bahoun (**Bahoun , 1997**). La coloration jaunâtre donnée dans cette méthode est due à la formation d'un complexe entre le chlorure d'aluminium et les atomes d'oxygène présent sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes. Pour le dosage : On introduit 1 ml de l'extrait dans un tube à essai additionné à 2 ml de trichlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>) à 2%. On agite puis incubation à l'obscurité pendant 20 minutes, l'absorbance est lue à 430 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre UV-Visible de type UV-1601.

Les concentrations des flavonoïdes contenus dans les extraits de dattes sont calculées en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant la quercétine comme standard, les résultats sont exprimés en milligramme par gramme de la matière sèche en équivalent en quercétine (mg EQ/g).

### **III. Résultats et discussion**

#### **III.1. Optimisation des paramètres d'extraction des antioxydants**

L'optimisation des différents paramètres d'extractions des antioxydants à partir des dattes investiguées, Ghars et Deglet-Nour récoltées des deux régions : Ghardaïa et Hassi L'fhel a été portée sur la mesure de l'activité antiradicalaire vis-à-vis du test chimique DPPH des différents extraits. Dans cette méthode l'espèce chimique capable de générer des radicaux libres est utilisée avec une substance capable de détecter ces espèces. Les échantillons dont on souhaite mesurer leur pouvoir antioxydant sont capables d'inhiber la génération des radicaux. Les résultats obtenus à partir de ce test sont exprimés par rapport à la droite de l'acide ascorbique (**Figure 2**), ils sont exprimés en milligramme par litre en équivalence en acide ascorbique (mg/l EAA).



**Figure 2 :** Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique

### III.1.1.Optimisation du paramètre d'extraction : temps

Le temps 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 du solvant et de la matière végétale ainsi que de sa structure. Dans ce contexte et afin d'étudier l'influence de ce paramètre et d'optimiser le temps d'extraction des composés antioxydants des variétés (Deglet-Nour et Ghars) de deux régions (Ghardaïa et Hassi L'fhel) par ultrason, nous avons utilisé 20 ml du mélange hydroalcolique méthanol/eau 8/2 : V/V comme solvant pour différentes durées (10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 ,80 et 90 min). Les valeurs obtenues des PAR, nous en permis de tracer les graphes illustrant la variation du PAR en fonction des volumes des différents extraits (**Annexe1**).

Le **Tableau 2** représente les résultats de l'activité antiradicalaire obtenus par le test DPPH pour tous les extraits concernant le paramètre temps. L'ensemble de ces résultats montrent clairement que les extraits de Deglet-Nour de la région de Ghardaïa (DG) possèdent un potentiel antioxydant important comparant aux différents extraits de dattes de : Ghars Ghardaïa (GG), Ghars Hassi L'fhel (GH) et Deglet-Nour Hassi L'fhel (DH) avec une valeur maximale de 1,264mg/l EAA correspondant au temps 80 min.

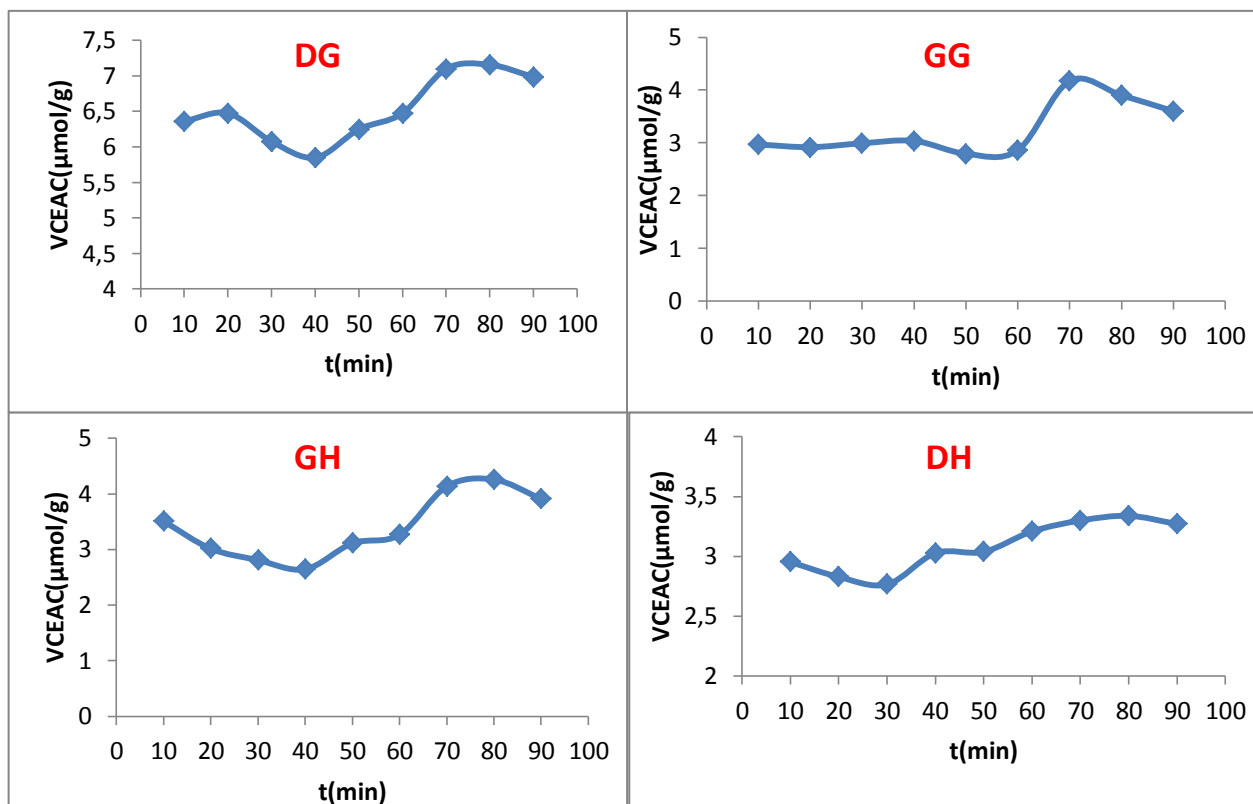
**Tableau 2:** Les valeurs de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits à différent temps d'extraction.

t (min)	GG	DG	GH	DH
10	$2.96 \pm 0.037$	$6.35 \pm 0.063$	$3.50 \pm 0.030$	$2.95 \pm 0.048$
20	$2.91 \pm 0.033$	$6.47 \pm 0.076$	$3.01 \pm 0.096$	$2.82 \pm 0.035$
30	$2.99 \pm 0.023$	$6.07 \pm 0.063$	$2.81 \pm 0.063$	$2.76 \pm 0.068$
40	$3.03 \pm 0.004$	$5.84 \pm 0.055$	$2.64 \pm 0.096$	$3.02 \pm 0.098$
50	$2.79 \pm 0.042$	$6.24 \pm 0.053$	$3.11 \pm 0.047$	$3.03 \pm 0.017$
60	$2.86 \pm 0.019$	$6.47 \pm 0.066$	$3.26 \pm 0.015$	$3.20 \pm 0.020$
70	$4.17 \pm 0.115$	$7.09 \pm 0.054$	$4.13 \pm 0.087$	$3.29 \pm 0.042$
80	$3.90 \pm 0.016$	$7.15 \pm 0.047$	$4.25 \pm 0.045$	$3.33 \pm 0.039$
90	$3.59 \pm 0.040$	$6.98 \pm 0.155$	$3.91 \pm 0.044$	$3.27 \pm 0.072$

Les plus faibles concentrations ont été enregistrées entre 10min et 60min pour tous les extraits des quatre cultivars et les plus importantes entre 70min et 90min, il est à mentionné aussi que la durée d'extraction de 80min est la plus adéquate pour avoir des extraits de DG , GH et DH riches en antioxydant naturels, par contre l'extrait GG a révélé la meilleur valeur ( $4,17 \mu\text{mol/g}$ ) à la durée de 70min.

Pour l'ensemble des extraits, le contenu en antioxydant naturels augmente quand le temps d'extraction a été augmenté de 60 min (**Figure 3**). Nous constatons que la prolongation du temps d'extraction des antioxydants par le mélange de solvants méthanol/eau fait donc accroître leur rendement. Des résultats similaires ont été obtenus par plusieurs auteurs (**Chirinos et al, 2007 ; Druzynska et al, 2007 ; Silva et al, 2007**). Néanmoins, plusieurs chercheurs ont attiré l'attention à la possibilité de l'oxydation de quelques composés antioxydants si le temps d'extraction est long (**Nazck et Shahidi, 2004 ; Nazck et Shahidi, 2006 ; Chirinos et al, 2007**). Il a été trouvé que la cinétique d'extraction de ces antioxydants est divisé en deux phases, une phase rapide qui est expliquée par le fait que les solutés sont présents sur des sites superficiels de la matière première, et une phase lente correspondant à la diffusion moléculaire des solutés à partir des sites internes à travers des pores (**Herodez et al, 2003 ; Spigno et al, 2007**).

Dans cette optimisation, le temps d'extraction a montré un effet significatif sur l'extraction des composés antioxydants, on a 70 min pour GG et 80min pour GH, DG et DH. Donc par conséquent, on peut dire que ces valeurs représentent les meilleurs temps d'extraction.



**Figure 3 :** Variation de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits en fonction du temps d'extraction.

### III.1.2. Optimisation du paramètre d'extraction : température

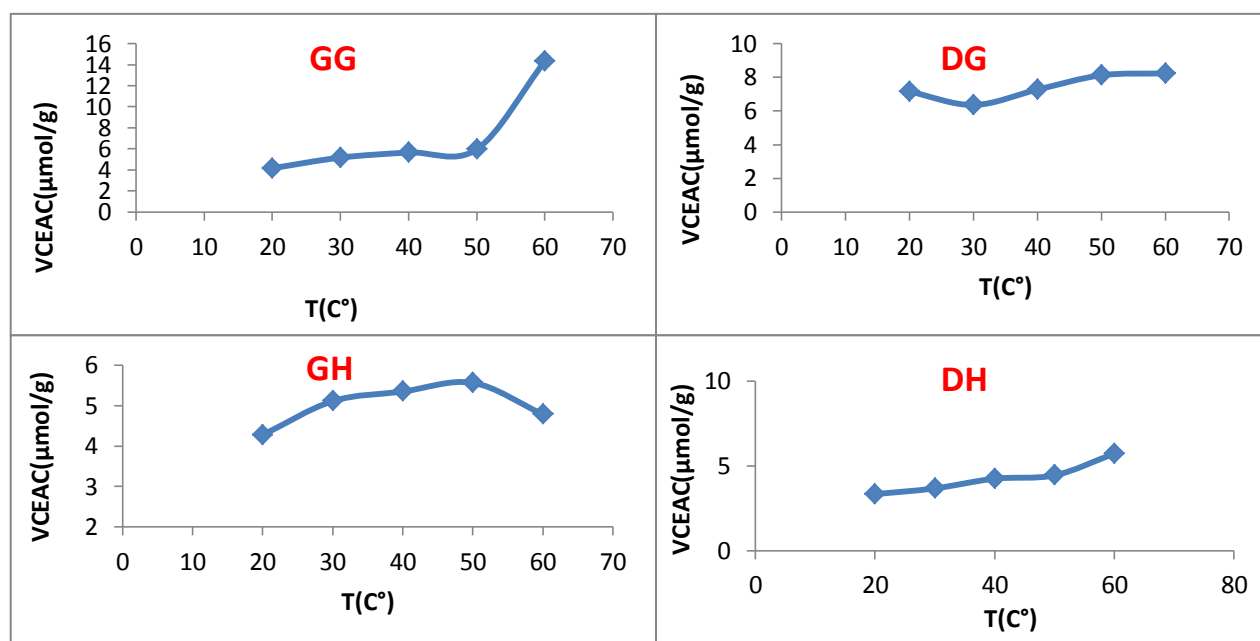
La température d'extraction est un paramètre important à optimiser à fin de minimiser le coût énergétique du procédé. Généralement, la température à un effet positif sur l'extraction de composés bioactifs à partir de sources végétales (Bucic-Kojic et al, 2007 et Spingo et al, 2007).

On a procédé à l'extraction des antioxydants des dattes de variété (Deglet Nour et Ghars) des deux régions (Ghardaïa et Hassi L'Fhel) après l'optimisation du temps aux températures suivantes ( $30^{\circ}\text{C}$ ,  $40^{\circ}\text{C}$ ,  $50^{\circ}\text{C}$  et  $60^{\circ}\text{C}$ ) pour un volume de (20 ml) du mélange méthanol/eau 8 :2 V/V et aux temps optimums pour chaque extraits. Les valeurs obtenues des PAR, nous en permis de tracer les graphes illustrant la variation du PAR en fonction des volumes des différents extraits (**Annexe2**) Les valeurs indiquées sont la moyenne de trois répétitions. Les résultats sont mentionnés dans le **Tableau 3**.

**Tableau 3** : Les valeurs de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits à différentes températures d'extraction

T ( $^{\circ}\text{C}$ )	GG(70min)	DG(80min)	GH(80min)	DH(80min)
20	$4.16 \pm 0.04$	$7.15 \pm 0.03$	$4.27 \pm 0.05$	$3.33 \pm 0.04$
30	$5.17 \pm 0.02$	$6.35 \pm 0.03$	$5.11 \pm 0.08$	$3.67 \pm 0.05$
40	$5.66 \pm 0.01$	$7.26 \pm 0.01$	$5.34 \pm 0.10$	$4.25 \pm 0.08$
50	$5.96 \pm 0.04$	$8.11 \pm 0.04$	$5.56 \pm 0.08$	$4.45 \pm 0.03$
60	$14.3 \pm 0.19$	$8.23 \pm 0.07$	$4.78 \pm 0.06$	$5.72 \pm 0.10$

Les résultats illustrent que la concentration en antioxydants exprimée en VCEAC pour les quatre variétés GG, DG, GH et DH accroît avec l'augmentation de la température. Ces résultats montrent également une nette influence de la température sur l'extraction des antioxydants pour le cultivar GG avec une valeur trois fois supérieure à  $60^{\circ}\text{C}$  ( $14,3 \mu\text{mol/g}$ ) comparant à celle de  $20^{\circ}\text{C}$  ( $4.16 \mu\text{mol/g}$ ) (**Figure 4**). L'effet positif de la température pourrait être expliqué par la plus grande solubilité de ces composés dans le solvant, une diffusivité plus élevée des molécules extraites et l'amélioration du transfert de matière à des températures plus élevées. La meilleure température d'extraction est  $60^{\circ}\text{C}$  pour les cultivars DH, DG et GG, mais le cultivar GH présente une valeur maximale à  $50^{\circ}\text{C}$  suivi d'une diminution à  $60^{\circ}\text{C}$  ce qui pourrait être expliquée par la sensibilité de certains composés antioxydants à la chaleur, une température trop élevée peut conduire à leur décomposition thermique et leur dégradation chimique et enzymatique (Pinelo *et al*, 2005 ; Spigno *et al*, 2007).

**Figure 4** : Variation de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits en fonction de la température d'extraction.

### III.1.3. Optimisation du paramètre d'extraction : masse/volume

L'effet du rapport solide- liquide sur l'extraction des molécules antioxydantes à partir des différents cultivars de dattes a été étudié à la température optimale de 60°C pour les échantillons de GH, DG et GG et 50°C pour celui de DH ainsi qu'aux temps optimums de 80min pour les extraits GH, DG et DH et 70min pour celui de GG. Les ratios solide-liquide utilisées pour l'optimisation du paramètre volume du solvant de l'extraction sont (1/10, 1/30 et 1/40) : (masse g / volume ml) en maintenant le rapport 8/2 du mélange hydroalcoolique méthanol/eau.

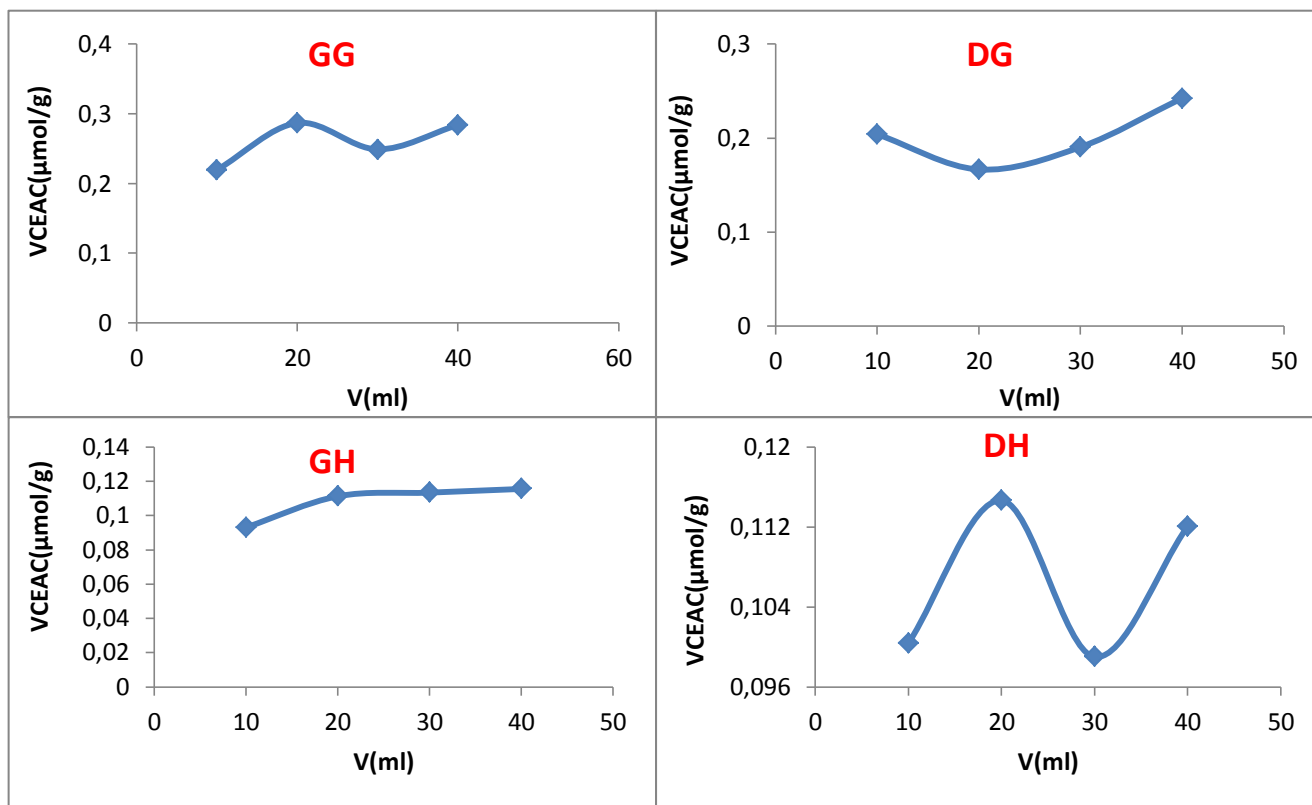
En augmentant le rapport solide/liquide, celui-ci a un effet négatif sur le VCEAC (**Annexe3**) Les valeurs indiquées sont la moyenne de trois répétitions. En effet, les résultats présentés dans la (**Tableau 4**) montrent que la concentration en antioxydants augmente lorsqu'il y'a moins de matière première par rapport à un volume du solvant donné qui traduit que le rapport solide/liquide de 1/40 (m/v) est préférable pour assurer l'homogénéité et le passage du solvant à travers la totalité des particules ce qui permet d'obtenir la meilleure concentration pour les échantillons GG et GH avec 0,242  $\mu\text{mol/g}$  et 0,115  $\mu\text{mol/g}$  respectivement. Par contre le rapport 1/10 semble présenter la meilleure concentration pour DG avec 3,594  $\mu\text{mol/g}$  Au-delà de ce rapport, les pourcentages diminuent considérablement (**Figure 5**). Il est à remarquer aussi que l'échantillon DG exhibe des activités très fortes que les autres et cela pour toutes les ratios 1/10, 1/20, 1/30 et 1/40.

**Tableau 4** : Les valeurs de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits à différent rapports (m/v)

V (ml)	GG	DG	GH	DH
10	0.204 $\pm$ 0,002	3,594 $\pm$ 0.002	0.093 $\pm$ 0.001	0.100 $\pm$ 0.001
20	0.166 $\pm$ 0.003	1,467 $\pm$ 0.001	0.111 $\pm$ 0.002	0.114 $\pm$ 0.001
30	0.190 $\pm$ 0.001	1,181 $\pm$ 0.003	0,113 $\pm$ 0.002	0,099 $\pm$ 0.001
40	0.242 $\pm$ 0.003	1,068 $\pm$ 0.004	0,115 $\pm$ 0.002	0,112 $\pm$ 0.004

Des études antérieures montrent que le méthanol et l'eau ainsi que leur mélange à différent ratios sont les solvants les plus utilisés pour une haute récupération de composés antioxydants (**Djeridane et al, 2015**). Des études menées par Telli (**Telli et al, 2010**), révèlent que l'augmentation du rapport solide/liquide a un effet positif sur l'extraction dont le rapport de 1/6 qui permet d'extraire le meilleur PAR% quel que soit le solvant étudié. Au-delà de ce rapport, les PI% diminuent. Ce qui est compatible avec le principe du transfert de la matière, où la force de transmission durant ce transfert est le gradient de la concentration de soluté entre le solide et le liquide. Cette force devient importante lorsque le rapport solide/liquide utilisé est plus élevé (**Al-Farsi et Lee, 2007**). Des résultats similaires sur l'effet du rapport solide/liquide sur l'extraction des

polyphénols ont été rapportés pour les noyaux de dattes par (AL-Farisi et Lee, 2007), pour l'écorce de la pomme et pour les feuilles d'Inga edulis par (Silva et al, 2007).



**Figure 5 :** Variation de VCEAC ( $\mu\text{mol/g}$ ) des extraits en fonction du rapport (m/v) d'extraction

### III.2. Quantification des composés phénoliques

La plupart des activités antioxydantes des matières végétales sont dues à la présence de composés phénoliques (Mansouri et al, 2005), en s'appuyant sur cette étude, La quantification de ces composés à savoir les phénols totaux et les flavonoïdes a été effectuée juste sur les extraits des quatre cultivars ayant de puissantes activités antiradicalaires avec les trois paramètres optimisés **Tableau 5**.

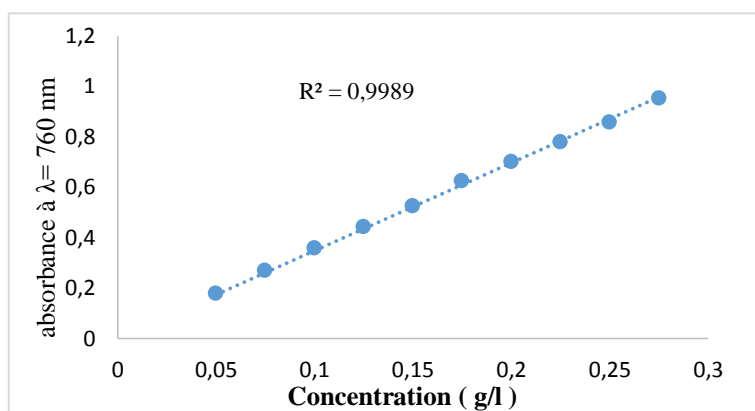
**Tableau 5 :** Les extraits avec les paramètres optimisés choisis pour la quantification des composés phénoliques

Paramètres	GG	GH	DG	DH
Temps (min)	70	80	80	80
Température (°C)	60	60	50	60
Volume (ml)	40	10	40	20

### III.2.1. La teneur en phénols totaux

Le dosage des phénols totaux a été effectué par la méthode de Singleton et Ross avec le réactif de Folin-Ciocalteu. C'est une des méthodes adoptées dans la plupart des travaux concernant les antioxydants naturels. Elle est considérée comme étant la meilleure méthode spectrophotométrique pour la quantification des phénols totaux (Bueno et al, 2012).

La teneur en phénols totaux de chaque extrait de dattes a été alors calculée à partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (Figure 6) et exprimée en milligrammes équivalent en acide gallique (GAE) par grammes de la matière sèche. Ces valeurs représentent la moyenne de trois répétitions. Les résultats obtenus sont présentés dans le (Tableau 6).



**Figure 6 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

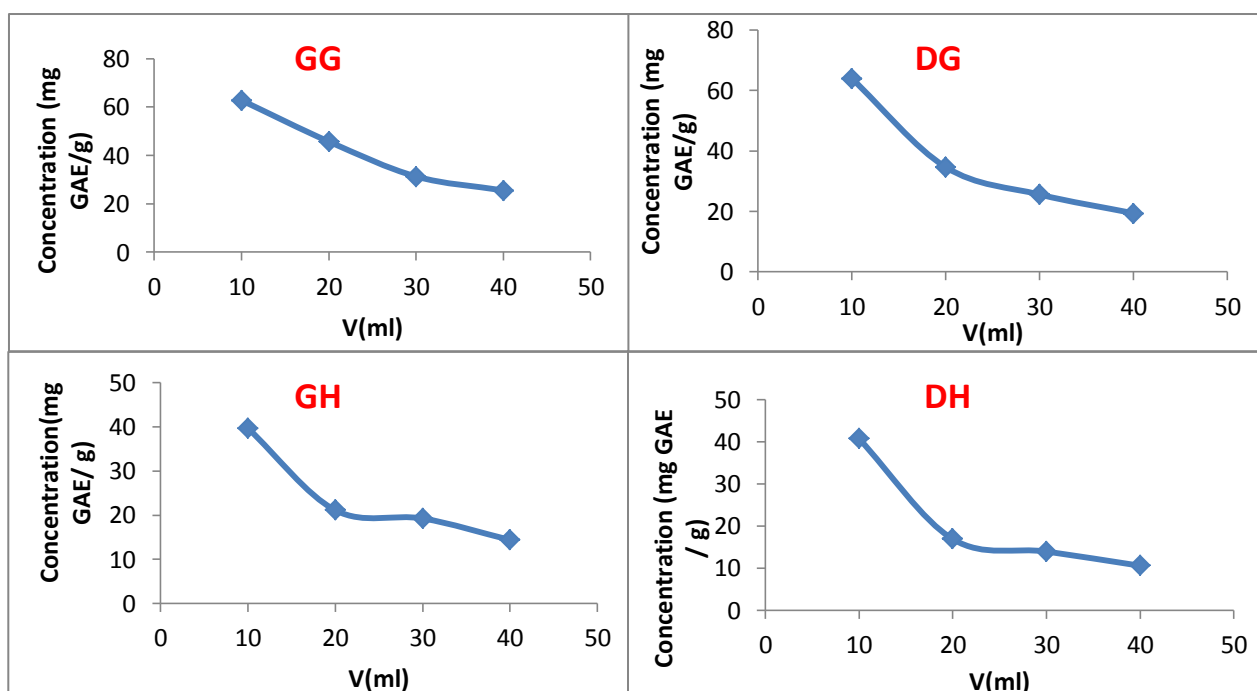
L'examen des résultats du dosage des phénols totaux dans les différents extraits des quatre cultivars divulgue que les meilleures teneurs de ces composés varient entre 63,92 et 39,64 mg GAE/g de la matière sèche. Le taux des composés phénoliques le plus élevé ont été détecté dans les échantillons DG et GG, tandis que, les teneurs les moins remarquées sont dans les échantillons DH et GH. Il faut noter aussi que les meilleurs teneurs en phénols totaux pour chaque cultivar sont enregistrés au volume de 10ml (Tableau 6). Concernant les rapports 1/20, 1/30 et 1/40 qui sont marqué par la diminution des teneurs en phénols totaux voir une chute jusqu'à trois fois moins que le rapport 1/10 (Figure 7), qui fait extraire en quantité des composés non phénoliques comme les glucides, les protéines... susceptibles de polymériser avec les composés phénoliques ce qui conduit à la formation des complexes qui ne sont pas détectés par le test utilisé.

**Tableau 6 :** Teneurs des polyphénols totaux des extraits des quatre cultivars (mg GAE/g).

V (ml) /Variétés	DG	GG	DH	GH
10	63,92 ± 0.002	62,77 ± 0.002	40,66 ± 0.005	39,64 ± 0.004
20	34,62 ± 0.006	45,73 ± 0.007	16,90 ± 0.003	21,11 ± 0.004
30	25,57 ± 0.003	31,30 ± 0.008	13,96 ± 0.003	19,25 ± 0.005
40	19,37 ± 0.003	25,53 ± 0.001	10,59 ± 0.001	14,39 ± 0.003

Ces résultats sont supérieurs à ceux trouvés par Ghiaba (Ghiaba et al, 2012) dont l'étude portait sur les dattes de la région de Ouargla (entre 0,418 à 0,847 mg GAE/ g) et supérieurs aussi à ceux trouvés par Dass amiour (Dass amiour, 2009) qui a obtenu un maximum de 1,438 mg/g sur les dattes de Biskra ainsi que Behija (Behija et al, 2009) qui ont trouvé des valeurs entre 2,094 mg à 4,477 mg EAG/g fruit frais sur les dattes d'Arabie Saoudite.

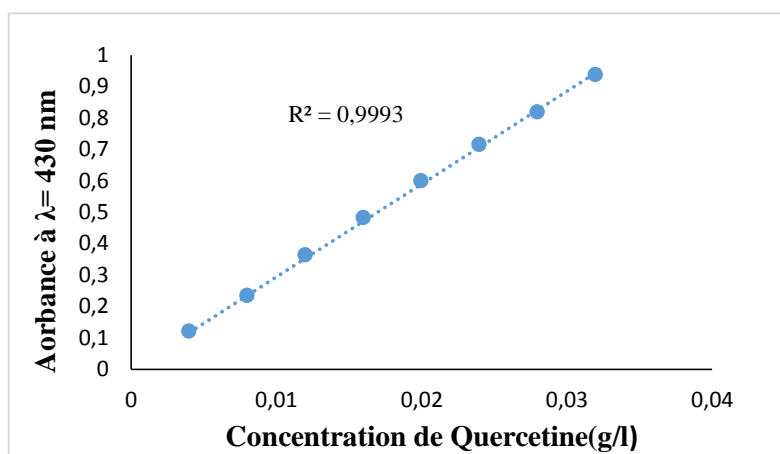
Aussi il faut noter ici que les valeurs obtenues des teneurs en phénols totaux ne reflètent pas les quantités réelles de ces substances dans ce type de dates étudiées, car il y a plusieurs facteurs qui influent sur le rendement d'extraction en l'occurrence, le type et le volume du solvant, la température et le temps du contact avec la matière première ainsi que le mode d'extraction (Dopico-García et al, 2008 ; Silva et al, 2007 ; Spigno et al, 2007).



**Figure 7 :** La teneur en phénols totaux des extraits (DG, GG, DH, GH) avec paramètres optimisés.

### III.2.2. Teneurs en flavonoïdes

La **Figure 8** représente la courbe d'étalonnage de la Quercétine qui a été réalisée afin de calculer les concentrations des extraits en flavonoïdes.



**Figure 8 :** Courbe d'étalonnage de la quercétine

L'estimation de la teneur en flavonoïdes a été réalisée par la méthode du chlorure d'aluminium qui donne une coloration jaunâtre. L'intensité de cette dernière est proportionnelle aux taux de flavonoïdes présents dans le milieu.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le (**Tableau 7**), ils sont exprimés en milligrammes en équivalents de la quercétine (QE) par gramme de la matière sèche

Une fois de plus, le rapport 1/10 a donné les meilleurs résultats. La teneur des dattes en flavonoïdes des deux variétés de Deglet-Nour et Ghars en ce ratio est de 1,177 à 0,550 mg EQ /g de la matière sèche. Tandis que la teneur des dattes en flavonoïdes extrais avec le volume de 40 ml est faible pour tous les cultivars avec des valeurs allant de 0,123 à 0,339 mg EQ/g.

**Tableau 7 :** Teneurs en flavonoïdes des extraits des quatre cultivars (mg EQ/g).

V (ml)/Variétés	DG	GG	DH	GH
10	1,177±0.002	0,961±0.004	0,550±0.002	0,642±0.001
20	0,488±0.001	0,604±0.002	0,326±0.002	0,398±0.001
30	0,395±0.002	0,413±0.005	0,186±0.007	0,234±0.007
40	0,339±0.002	0,316±0.016	0,123±0.005	0,170±0.002

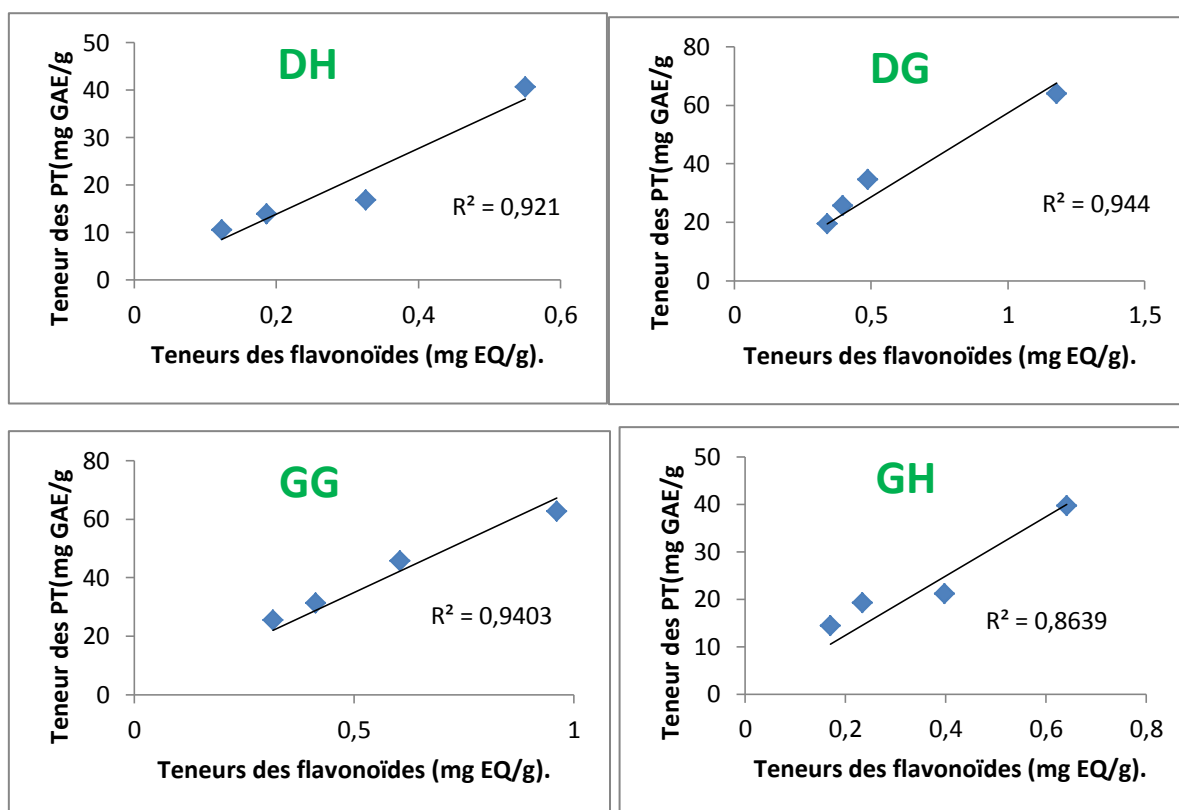
Tous les composés flavonoidiques ne réagissent pas de la même manière à haute température, ils peuvent subir des pertes à plus de 75% (Mehinagic, 2011) ce qui traduit peut être les faibles teneurs des deux variétés Deglet-Nour et Ghars de la région de Hassi L'fhel qui sont extraits à 60°C.

Sur la base de ces résultats, nous pouvons constater que nos extraits ont des teneurs qui varient d'un cultivar à un autre, ceci est peut être expliqué par la nature des composés flavonoidiques tels que : les flavones, flavonols et flavanones glucosides. Benmeddour (Benmeddour et al, 2012) ont révélé la présence de cinq flavonoïdes dans les dattes : isoquercitrine, quercitrine, rutine, quercetine et luteoline). Quant à Hong (Hong et al. 2006), ils ont identifié 19 flavonoïdes glycosidiques des luteolines, quercetines, et apigenines.

Le dosage du contenu en flavonoides dans nos extraits a été effectué par la méthode spectrophotométrique du tri chlorure d'aluminium qui sert plus spécifiquement à la quantification des flavones et des flavonols (Nadeem et al, 2010) ce qui explique l'infériorité des teneurs en flavonoïdes par rapport à celles des phénols totaux, indiquant la richesse de ces extraits par d'autres composé phénolique.

Il est à rajouté aussi que les extraits qui ont donné des valeurs élevés en flavonoïdes, ont une relation inverse avec le volume d'extraction (**Tableau 7**).

À la lumière de ces résultats, nous avons représenté la variation de la teneur des polyphénols en fonction de la teneur en flavonoïdes (Figure 9).



**Figure 9 :** Corrélation entre Polyphénols et Flavonoïdes

L'ensemble de ces graphes indique qu'il existe une bonne corrélation positive entre la teneur en phénols totaux et le taux des flavonoïdes  $R^2 = [0,940 (GG) ; 0,944 (DG) ; 0,921 (DH) \text{ et } 0,863 (GH)]$ . Ce résultat peut être traduit par le fait que la quantité des flavonoïdes varie proportionnellement avec tout le contenu en polyphénols d'un échantillon à un autre et que les dattes étudiées renferment en général un matériel polyphénolique riche en composés flavonoïdiques.

Des corrélations positives ont été trouvées entre l'activité antiradicalaire et les teneurs en phénols totaux et en flavonoïdes (**Tableau 8**) (**Annexe 4**) (**Annexe 5**).

**Tableau 8 :** Corrélation entre Polyphénols, Flavonoïde et DPPH

	DG	GG	DH	GH
<b>Corrélation entre DPPH et Polyphénols</b>	0.950	0.156	0.988	0.258
<b>Corrélation entre DPPH et Flavonoïdes</b>	0.999	0.102	0.121	0.901

La variété DG présente des corrélations significatives entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire avec  $R^2=0,950$  ainsi entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire avec  $R^2=0,999$ . L'échantillon DH a une très bonne corrélation significative entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,988$ ), de même pour

l'échantillon GH avec  $R^2=0,901$  mais entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire.

De faibles corrélations ont été observées entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,156$ ), ainsi que entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,102$ ) pour l'échantillon GG, il faut mentionner aussi les valeurs ( $R^2=0,121$ ,  $R^2=0,258$ ) pour les deux variétés de Hassi l'efhel entre les le pouvoir antiradicalaire et la teneur en polyphénols puis en flavonoides respectivement.

Ces résultats peuvent être traduit par le fait que la quantité des flavonoïdes varie proportionnellement avec tout le contenu en polyphénols pour les échantillons GG et DG ce qui signifie que les dattes étudiées renferment en général un matériel polyphénolique riche en composés flavonoïdiques. Il faut ajouter que Le dosage par le réactif Folin-Ciocalteu est surestimé par d'autres composés non phénoliques ou bien que la composition des phénols totaux est représentée par des structures qui ne sont pas plus actives.

D'après la synthèse de l'ensemble de résultats obtenus lors de la quantification des phénols totaux, on peut constater que les teneurs de ces composés varient entre (2,015 et 5,389 mg EAG/g de M.S). Les taux des composés phénoliques les plus élevé ont été détecté dans l'échantillon (GG), tandis que, les teneurs les moins remarquées sont dans les échantillons (DG), (GH) et (DH) à ce volume optimal

Nos résultats obtenues (teneur en polyphénols et en flavonoïdes) sont inférieures à ceux obtenues par une étude effectuée dans le même laboratoire de recherche, sur les même échantillons de datte et dans les conditions optimales d'extraction, en utilisant le méthanol comme solvant. La teneur en polyphénols variant entre (2,015 et 5,389 mg EAG/g de M.S). Tandis que les teneurs en flavonoïdes variant entre (0,309 et 0,460 mg EQ/g de M.S). Cette différence peut être influencée par l'augmentation de la polarité de notre système de solvant d'extraction effectué (Semaoui et Hadj Brahim , 2018).

Enfin, le dosage des composés phénoliques par les méthodes spectrophotométriques reste insuffisant et l'analyse quantitative et qualitative de ces substances peuvent être effectuées par la chromatographie liquide à haute performance (HPLC) avec un détecteur UV-Visible. En revanche, l'analyse des constituants phénoliques par la HPLC reste encore insuffisante. Il faut donc, passer à la purification des composés par les techniques chromatographiques puis leur identification par les méthodes spectroscopiques (RMN<sup>1</sup>H et <sup>13</sup>C, spectroscopie de masse). Actuellement, l'utilisation de la chromatographie liquide à haute performance liée à un détecteur

de masse est devenue une technologie très rapide pour la purification et l'identification des composés phénoliques (Romani. A. et al,1993)

#### **IV. Conclusion Générale**

Pour une extraction efficace et optimale des antioxydants naturels de dattes variétés Deglet-Nour et Ghars des régions : Ghardaia et Hassi L'efhel, en utilisant la sonication comme méthode d'extraction, le système de solvant méthanol/eau, en résumant les différentes étapes d'extraction menées sous différentes conditions, certaines conclusions s'imposent :

- 1- Les effets des paramètres étudiés sont évalués en termes de capacité antioxydante vis-à-vis du test chimique DPPH.
  - a) Le meilleur temps pour l'extraction des antioxydants à partir des dattes est 80min pour les cultivars GH, DG et DH et 70min pour celui de GG.
  - b) La température optimum est de 60°C pour GG, DG et DH et 50°C pour GH.
  - c) Le volume optimal pour l'extraction des échantillons est de 10 ml et 40 ml.

Le dosage des composés phénoliques a révélé que tous les échantillons contiennent un matériel riche en phénols totaux et en flavonoïdes, avec des teneurs qui varient entre 63,92 et 10,59 mg EAG /g et 1,177et 0,123 mg EQ /g respectivement.

- 2- De très bonne corrélation trouvées entre l'activité antiradicalaire, la quantité en phénols totaux et la quantité en flavonoïdes traduits que cette activité est due probablement à la quantité des flavonoïdes présente dans tous les extraits. Ces résultats nous mène à conclure que les flavonoïdes constituent une très importante proportion du contenu phénolique dans tous les extraits.

D'autres paramètres qui ne sont pas étudiés dans ce travail et qui ont une influence sur le rendement d'extraction, peuvent servir de perspectives pour optimiser au mieux l'extraction en vue de son utilisation à l'échelle industrielle. D'autres critères peuvent être ajoutés en plus de l'extraction des antioxydants comme le rendement en phénols totaux et leurs différentes familles sur d'autres variétés et d'autres régions. Egalement, il est utile d'utiliser d'autres techniques pour l'extraction des antioxydants naturels et Identifier ces métabolites secondaires par l'utilisation d'autres techniques et d'autres solvants pour leur extraction.

## V. Référence de Bibliographie

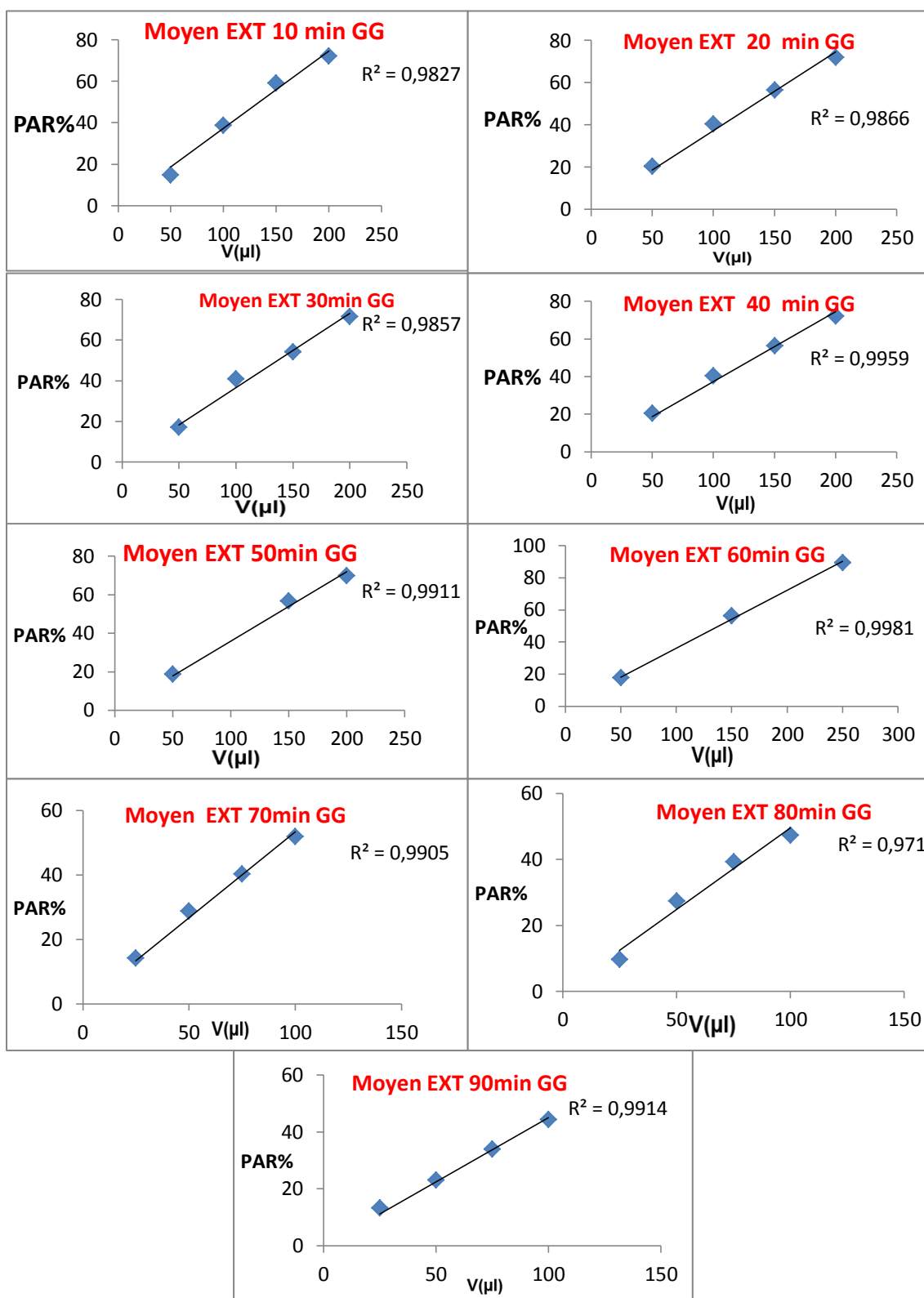
- **Adaika M, Ramdani B.** (2015). Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques par ultrason des feuilles de (*Phoenix dactylifera L.*). Mémoire Master en Génie des Procédés. Université Echahid Hamma Lakhdar El Oued.
- **Al-Farsi M. A, Lee C. Y.** (2008). Optimization of phenolics and dietary fiber extraction from date seeds. *Journal of Food Chemistry*. 108 : 977-985.
- **Bahorun T.** (1997). Substances naturelles actives: la flore mauricienne, une source d'approvisionnement potentielle. *Food Agric, Res.* 6 : 83-95.
- **Barlow S.** (1990). Toxicological aspects of antioxidants used as food additives. *Food Antioxidants*. 253-307.
- **Benchelah M. C., Maka M.** (2008). Les dattes : intérêts en nutrition. *Phytothérapie*. 6 : 117-121.
- **Benmeddour Z, Mehinagic E, Meurlay D, Louaileche H.** (2013). Phenolic composition and antioxidant capacities of ten Algerian date (*Phoenix dactylifera L.*) cultivars : A comparative study. *Journal of Functional Food*. 5 : 346-354.
- **Boizot N. et Charpentier J.-P.** (2006) Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Le Cahier des Techniques de l'INRA*. 79-82.
- **Bucić-Kojić A., Planinić M., Tomas S., Velić D.** (2007). Study of solid-liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. *Journal of Food Engineering*. 81:236-242 .
- **Bueno J. M., Ramos-Escudero F. Sáez-Plaza P., Muñoz A. M., Navas M. J., Asuero A. G.** (2012). Analysis and Antioxidant Capacity of Anthocyanin Pigments. Part I: General Considerations Concerning Polyphenols and Flavonoids. *Journal of Critical Reviews in Analytical Chemistry*. 42 : 102-125.
- **Chirinos R., Roges H., Campos D., Pedreschi R. et Larondelle Y.** (2007). Optimisation of extraction conditions of antioxidant phenolic compounds from mashua (*Tropaeolum tuberosum* Ruiz & Pavón) tubers. *Journal of Separation and Purification Technology*. 55 : 217-225.
- **Daas Amiour S.** (2009). Etude quantitative des composés phénoliques des extraits de trois variétés de dattes (*Phoenix dactylifera L.*) et évaluation in vitro de leur activité. Magister en Biologie, Biochimie appliquée. Université El-Hadj Lakhdar – Batna.

- **Diouf P. N., Stevanovic T. et Boutin Y.** (2009). The effect of extraction process on polyphenol content, triterpene composition and bioactivity of yellow birch (*Betula alleghaniensis* Britton) extracts. *Industrial Crops and Products*. 30 : 297-303.
- **Djeridane A., Hamdi A., Bensania W., Cheifa K., Lakhdari I., Yousfi M.** (2015). The *in vitro* evaluation of antioxidative activity ,  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase enzyme inhibitory of natural phenolic extracts. *National Library of Medicine National Institutes of Health*. 9: 324-31
- **Dopico-García M. S., Figue A., Guerra L., Afonso J.M., Pereira O., Valentão P., Andrade P.B. et Seabra RM.** (2008). Principal components of phenolics to characterize red Vinho Verde grapes: anthocyanins or non-coloured compounds? *National Library of Medicine National Institutes of Health*. 75:1190-202.
- **Drużyńska B., Stepniowska A. et Wołosiak R.** (2007). The influence of time and type of solvent on efficiency of the extraction of polyphenols from green tea and antioxidant properties obtained extracts. *Acta Scientiarum Polonorum, Technologia Alimentaria*. 6: 27-36
- **FAO.** (2012) .Date palm production. [www.fao.org](http://www.fao.org).
- **Frankel EN.** (1993). In search of better methods to evaluate natural antioxidants and Oxidative stability in food lipids. *Trends in Food Science & Technology*. 7: 220–225.
- **Ghiaba Z., bullet M. et Djeridane A.** (2012). Screening of antioxidant activity and phenolic compounds of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Algeria. *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*. 5: 119–126.
- **Hernandez, T., Canales, M., Avila, J.G., Duran, A., Caballero, J., Romo de Vivar, A., Lira, R .** (2003). Ethnobotany and antibacterial activity of some plants used in tradicional medicine of Zapotitlan de las ´ Salinas, Puebla (Mexico). *Journal of Ethnopharmacology*. 88 : 181– 188.
- **Herzi N.** (2013). Extraction et purification des substances naturelles : comparaison de l'extraction au CO<sub>2</sub>-supercritique et des techniques conventionnelles. Thèse de doctorat l'université de Toulouse.
- **Hong Y-J., Tomás-Barberán F-A., Kader A. et Mitchell AE.** (2006). The Flavonoid Glycosides and Procyanidin Composition of Deglet Noor Dates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 54 :2405-2411.
- **Hromadkova Z., Ebringerová A. et Valachovic P.** (2002). Ultrasound-assisted extraction of water-soluble polysaccharides from the roots of valerian (*Valeriana officinalis* L.) *Ultrasonics Sonochemistry*. 9: 37-44

- **Hurst W. J.** (2008). *Methods of analysis for functional food*. 2nd edition. CRC Press. Taylor and Francis. London : 548.
- **Ito N., Fukushima S., Tsuda H.** (1985). Carcinogenicity and modification of the carcinogenic response by BHA, BHT, and other antioxidants. *Crit Rev Toxicol*. Vol 15 :109-50.
- **Jaccot B. et Campillo B.** (2003). *Nutrition humaine*. Ed. Masson, Paris. 311.
- **Mansouri A, Embarek G, Kokkalou E, Kealas P.** (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Journal of Food Chemistry*. 89 : 411-420.
- **Michel-Dansac F et Caubet A.** (2013). L'iconographie et le symbolisme du Palmier dattier dans l'Antiquité (Proche-Orient, Égypte, Méditerranée orientale) », *Revue d'ethnoécologie*.
- **Munier P.** (1973). *Le palmier dattier*. Ed. Maison Neuve et La rose, Paris : 25-367.
- **Nadeem S., Mujeeb M., Najmi AK. Et Farooqi H.** (2010). WITHDRAWN: Evaluation of antioxidant activity, quantitative estimation of phenols and flavonoids in different parts of Aegle marmelos. *Journal of Saudi Chemical Society*. 4 : 1010- 1016.
- **Nazck M. et Shahidi F.** (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A*, 1054 : 95-111.
- **Nazck M. et Shahidi F.** (2006). Phenolics in cereals, fruits and vegetables: occurrence, extraction and analysis, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. 41 : 1523-1542.
- **Newton C., Whitbread T., Agut-Labordère D. et Wuttmann M.** (2013). L'agriculture oasienne à l'époque perse dans le sud de l'oasis de Kharga (Égypte, V<sup>e</sup>-IV<sup>e</sup> s. AEC). *Economies oasiennes : contributions archéologiques*.
- **Pacher L.** (2001). *flavonoïds and other polyphenols*. Ed Academic press, California :483.
- **Perrin JL.** (1992). *Minor components and natural antioxidants in olives and olive oil*.
- **Peyron G.** (2000). *Cultiver le palmier-dattier : guide illustré de formation*. Montpellier : CIRAD, 110 p.
- **Pinelo M., Fabbro P. D., Manzocco L. et Nuñez M-J.** (2005). Optimization of continuous phenol extraction from *Vitis vinifera* byproducts. *Food Chemistry*. 92:109-117.
- **Poux M., Cagnet P. et Gourdon C.** (2010). *Génie des procédés durables Du concept à la concrétisation industrielle*, Collection : Technique et Ingénierie, Dunod.

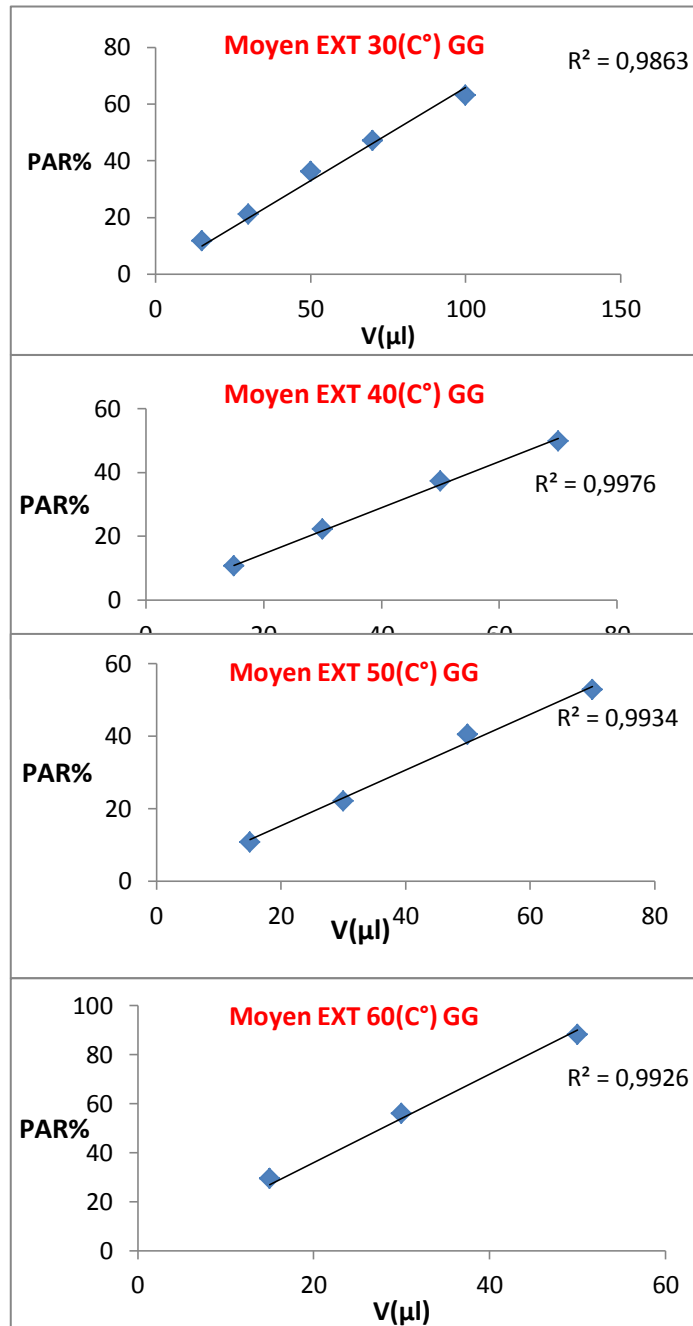
- **Siboukeur O.**, (1997). Qualité nutritionnelle, hygiénique, et organoleptique du jus de dattes. Thèse de Magister en sciences agronomiques, INA, El Harrach, Alger: 106.
- **Silva E. M., Rogez H. et Larondelle Y.** (2007). Optimisation of extraction of phenolics from *Inga edulis* leaves using response surface methodology. *Journal of Separation and Purification Technology*. 55 : 381-387.
- **Spigno G, Tramelli L, Faveri D.** (2007). Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal Of Food Engineering*. 81 : 200-208.
- **Telli A, Mahboub N, Boudjeneh S, Siboukeur O, Moulti-Mati F.** (2010). Optimisation des Conditions d'extraction des Polyphenols de Dattes Lyophilisées (*Phoenix Dactylifera* L) Variété Ghars. *Annales des Sciences et Technologie*. 2 : 107-114
- **Wang L. et Weller C.L.** (2006). Effect of Extraction Methods on the Active Compounds and Antioxidant Properties of Ethanolic Extracts of *Echinacea purpurea* Flower. *American Journal of Plant Sciences*. 6 : 201-212.
- **Wang L., Yen J., Liang H., Wu M.** (2003). Antioxidant Effect of Methanol Extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbo nucifera* Gertn.). *Journal of Food and Drug Analysis*. 11: 60-66.
- **Waterhouse A. L.** (2002). Determination of Total Phenolics. *Current Protocols in Food Analytical Chemistry banner*. 6 : 1-8.
- **Yu R., Mandlekar S., Tony Kong AN.** (2000). Molecular Mechanisms of Butylated Hydroxyanisole Induced Toxicity: Induction of Apoptosis through Direct Release of Cytochrome c. *Molecular Pharmacology*. 2 : 431-437.

## Annexe 1



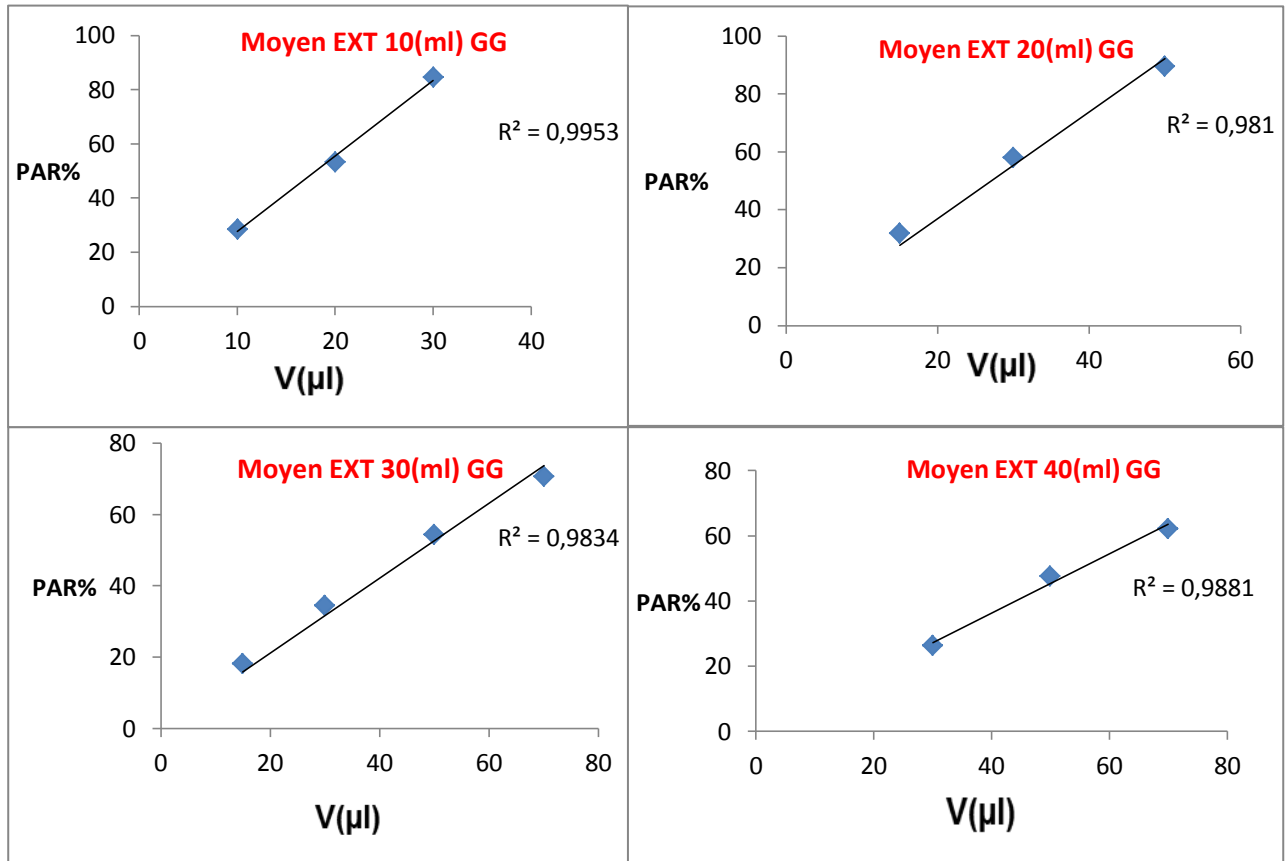
Courbes du pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GG) obtenues à des différents temps d'extraction (10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 90 min) (chaque résultat est moyenné de trois manipulations indépendantes).

## Annexe 2



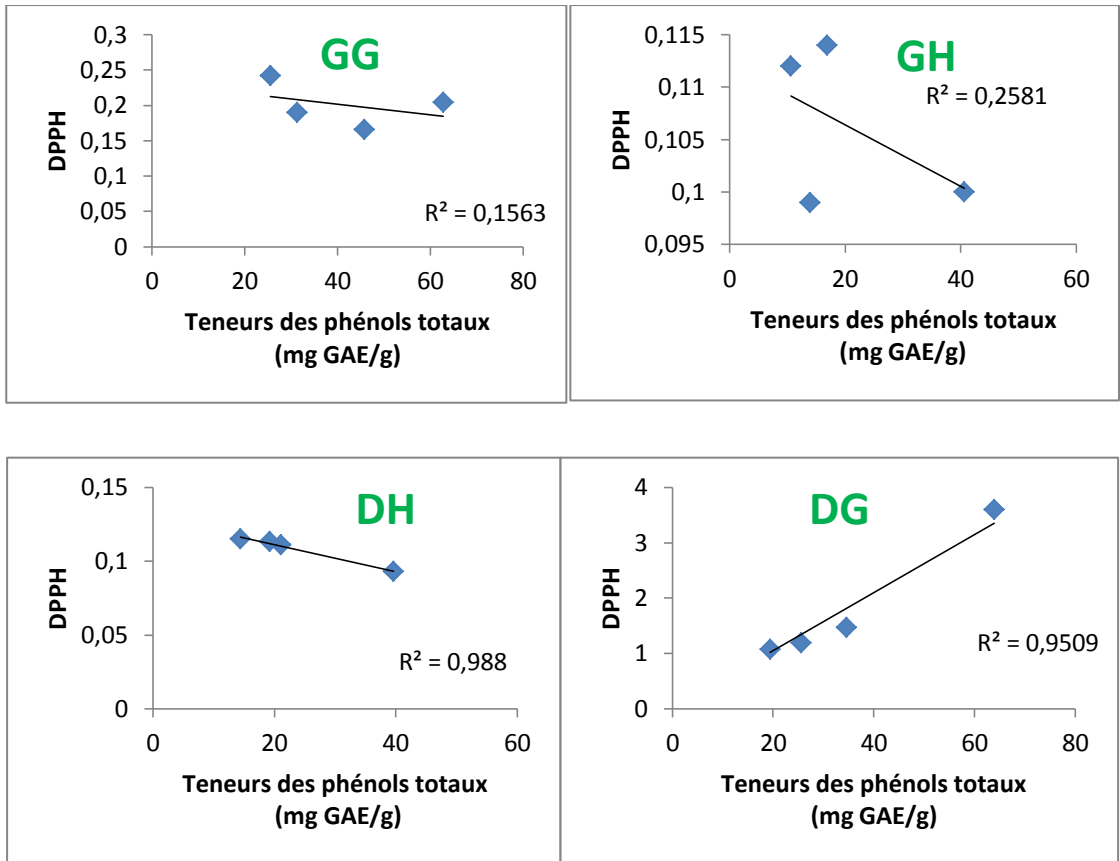
Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GG) obtenant à des différents Température d'extraction (30, 40, 50 et 60 C°) (**chaque Graphe est moyenné de trois manipulations indépendantes**).

### Annexe 3



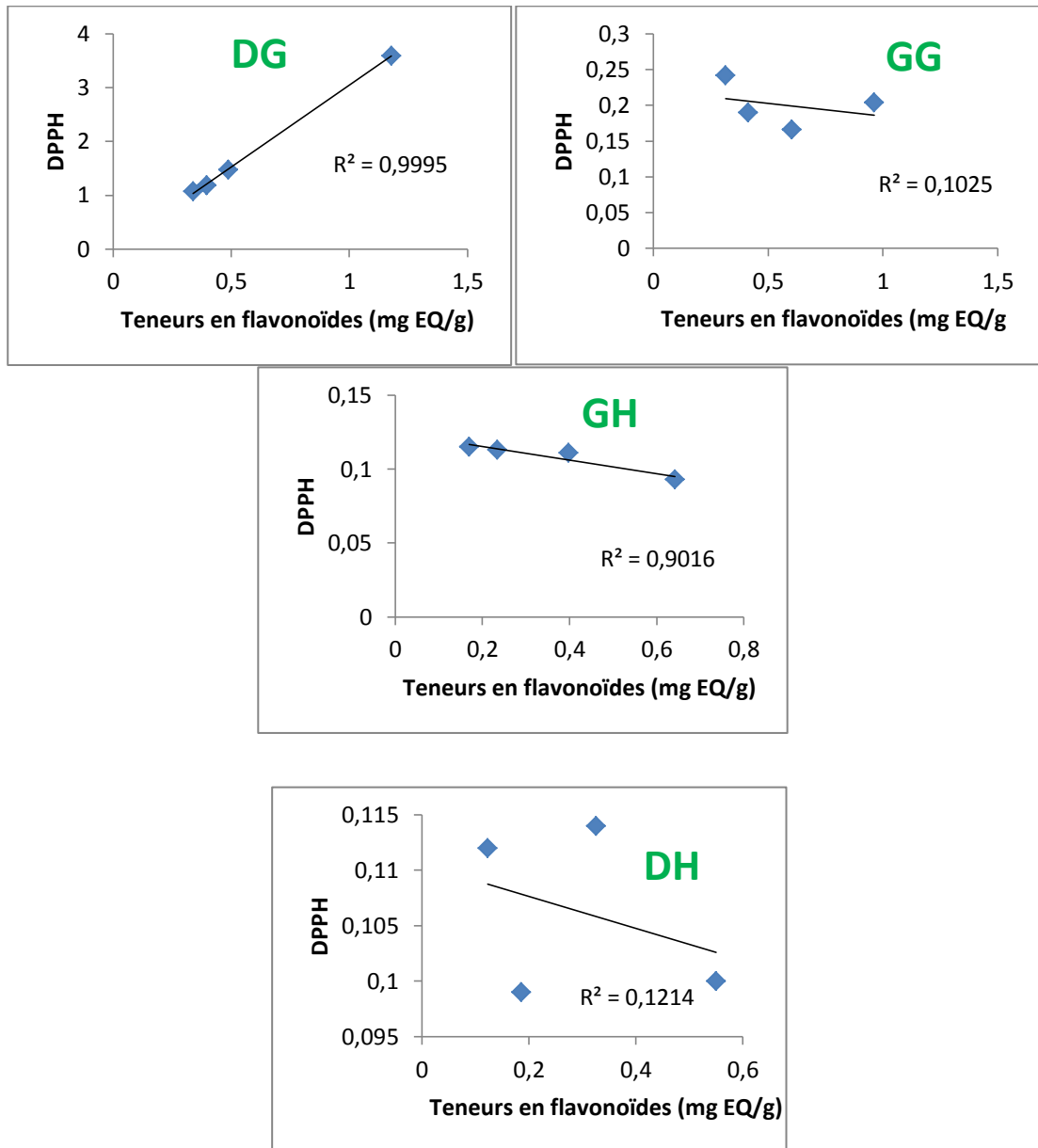
Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GG) obtenant à des différents volumes d'extraction de (10, 30 et 40ml) (chaque Graphe est moyenné de trois manipulations indépendantes).

## Annexe 4



Les Corrélations entre Polyphénols et DPPH

## Annexe 5



Les Corrélations entre Flavonoïde et DPPH

## ملخص

يهدف هذا العمل إلى تحسين ظروف استخلاص مضادات الأكسدة الطبيعية من التمور من نوعتي دقلة-نور و غرس من منطقتين: غرداية وحاسي لفحل. تمت دراسة تأثير زمن الاستخراج ودرجة الحرارة والحجم. يتم تقييم آثار المعلمات المدروسة من حيث القدرة المضادة للأكسدة باستعمال الاختبار الكيميائي DPPH. تم الحصول على أعلى القوى المضادة للجذورفي الظروف التالية: 80 دقيقة ، 60 درجة مئوية و 1 غرام / 10 مل و 1 غرام / 40 مل في نسبة مذيب 2/8 ميثانول / ماء. تم إجراء عملية تحديد المحتوى الفينولي الكلي بواسطة كاشف-Folin Ciocalcu و الفلافونويدات بواسطة طريقة ثلاثي كلوريد الألومنيوم. تظهر نتائج التحسين أن النشاط المضاد للأكسدة لكل المستخلصات راجع الى المحتوى الفينولي الكلي.

**الكلمات المفاتيح :** التمور ، النشاط المضاد للجذور ، شروط الاستخلاص ، المركبات الفينولية.

## Résumé

Ce travail est conduit à optimiser les conditions d'extraction des antioxydants naturels à partir de dattes variétés Deglet-Nour et Ghars de deux régions : Ghardaïa et Hassi L'fhel. L'effet de la durée d'extraction, de la température et du volume a été étudié. Les effets des paramètres étudiés sont évalués en termes de capacité antioxydante vis-à-vis du test chimique DPPH. Les pouvoirs antiradicalaires les plus élevées ont été obtenues dans les conditions suivantes : 80min, 60°C et rapport 1g/10ml et 1g/40ml pour le système de solvant méthanol/eau 8/2. Le dosage des phénols totaux a été effectué par le réactif de Folin-Ciocalcu et celui des flavonoïdes par la méthode de tri chlorure d'aluminium. Les résultats de l'optimisation montrent que l'activité antiradicalaire de tous les cultivars et dues aux contenus en composés phénoliques.

**Mots clés:** dattes, activité antiradicalaire, conditions d'extraction, composés phénoliques

## Abstract

This work is led to optimize the extraction conditions of natural antioxidants from dates Deglet-Nour varieties and Ghars from two regions: Ghardaïa and Hassi L'fhel. The effect of extraction time, temperature and volume has been studied. The effects of the studied parameters are evaluated in terms of antioxidant capacity DPPH chemical test. The highest antiradical powers were obtained under the following conditions: 80 min, 60 ° C and 1 g / 10 ml and 1 g / 40 ml ratio for the 8/2 methanol / water solvent system. The determination of the total phenols was carried out by the Folin-Ciocalcu reagent and that of the flavonoids by the aluminum chloride sorting method. The results of the optimization show that the antiradical activities of all cultivars refer to the contents in phenolic compounds.

**Key words:** dates, antiradical activity, extraction conditions, phenolic compounds