

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم العالي والبحث 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:**

**SEMAOUI Smail**

**HADJ BRAHIM Hammou**

### **THEME**

---

**Effet du solvant, de température et du temps  
d'extraction sur la capacité antioxydante de deux  
variétés des dattes Ghars et DegletNour de deux  
régions : Hassi L'Fhel et Ghardaïa.**

---

*Soutenu publiquement devant le jury composé de :*

Mr DJERIDANE Amar	Professeur	Président
Mme HADBAOUI Zineb	MCB	Examinatrice
Mme BATANA F.Zohra	MAA	Examinatrice
Mr BENALIA Mohamed	MCB	Promoteur

Année Universitaire 2017- 2018

# *Dédicaces*



*Je dédie ce travail en premier lieu*

- ❖ *A mes très chers parents pour leurs conseils et leurs sacrifices.*
- ❖ *A mes très chers frères et sœurs à qui je lessouhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite ;*
- ❖ *A toute ma grande famille*
- ❖ *A mes meilleurs amis chacun à son nom*
- ❖ *A Tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer.*
- ❖ *A toute la promotion 2017-2018.*

*Hammou HB*



# *Dédicace*

*J'ai l'honneur de dédier ce travail à :*

*Ceux qui m'ont encouragé dans ma vie et qui m'ont donné  
tant d'amour, la lumière de mes yeux,*

*Ma très chère mère et mon cher père.*

*Mes chères sœurs, mes chers frères*

*A ma grand-mère, qui me donne beaucoup d'amour et  
d'invocation*

*A mes meilleurs amis chacun à son nom.*

*A tout ma grande famille, et tous ceux qui me sont chers  
et tous ceux qui nous ont connus de près ou de loin.*



*Smail SM*

# *Remerciements*

Tout d'abord nous adressons nos remerciements les plus sincères au « Bon Dieu » le plus puissant de nous avoir guidé vers le chemin du savoir et de nous avoir donné le courage, la patience et la santé qui nous ont été utiles tout au long de notre parcours.

Notre mémoire a été réalisé au sein du laboratoire des sciences fondamentales à l'université Amar Telidji de Laghouat sous l'attention du **Pr. YOUSFI Mohamed**, que nous tenons à le remercier pour la disponibilité, les conseils et notamment le respect durant les années d'université.

Nous tenons à remercier également notre directeur de mémoire, le **Dr. BENALIA Mohamed**, qui a accepté de nous encadrer et qui nous a toujours guidés dans la réalisation de ce travail. Egalement, Toute notre gratitude à **Dr. HAMIA Chahrazed** pour l'aide, la disponibilité et les conseils qu'elle a su nous prodiguer au cours de ce mémoire.

Nos remerciements vont également aux membres de jury pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous voudrions également remercier tous les membres du laboratoire des sciences fondamentales, qui nous ont soutenus dans la réalisation de ce travail.

A tous les enseignants du Département de Sciences de La matière, sans oublier tout le personnel de la bibliothèque de la Faculté des Sciences Technologie et Science de la Matière Université Amar Telidji de Laghouat.

En fin, nous remercions toutes les autres personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

## LISTE DES ABRÉVIATIONS

BHA	:	Butylhydroxyanisole
BHQT	:	Butylhydroquinone tertiaire
BHT	:	Butylhydroxytoluène
CLHP	:	Chromatographie liquide à haute pression
DG	:	DegletNour de Ghardaïa
DH	:	DegletNour de Hassi L'Fhel
DPPH	:	Diphényl-2,2 picryl-1 hydrazine
EAA	:	Equivalent en acide ascorbique
EAG	:	Equivalents en acide gallique
EQ	:	Equivalent en quercétine
ERO	:	Espèces réactives oxygénées
FAO	:	Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
GG	:	Ghars de Ghardaïa
GH	:	Ghars de Hassi L'Fhel
M.S	:	Matière sèche
PA	:	Pouvoir antiradicalaire
RMN	:	Résonance magnétique nucléaire
UV	:	Ultraviolet
VCEAC	:	Vitamin C Equivalent Antioxydant Capacity

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1</b>	: Courbes cinétiques de la variation de l'absorbance en fonction du temps dans le test du DPPH	<b>06</b>
<b>Figure 2</b>	: Réduction du radical libre DPPH·	<b>07</b>
<b>Figure 3</b>	: Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique (vitamine C).	<b>07</b>
<b>Figure 4</b>	: Variation de VCEAC (nmol/g) des extraits en fonction du temps d'extraction	<b>13</b>
<b>Figure 5</b>	: Variation de VCEAC (nmol/g) des extraits en fonction de la température d'extraction	<b>15</b>
<b>Figure 6</b>	: Variation de VCEAC (nmol/g) des extraits en fonction du rapport (m/v) d'extraction	<b>16</b>
<b>Figure 7</b>	: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique	<b>18</b>
<b>Figure 8</b>	: Courbe d'étalonnage de quercétine	<b>18</b>
<b>Figure 9</b>	: Comparaison des valeurs des teneurs en phénols totaux (mg EAG/g de M.S).	<b>18</b>
<b>Figure 10</b>	: Comparaison des valeurs des teneurs en flavonoïdes (mg EQ/g de M.S).	<b>19</b>
<b>Figure 11</b>	: Corrélation entre Polyphénols et Flavonoïdes	<b>21</b>

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau 1</b>	: Les quatre cultivars de dattes étudiés	<b>04</b>
<b>Tableau 2</b>	: Les valeurs de VCEAC (nmol/g) des extraits à différent temps d'extraction	<b>11</b>
<b>Tableau 3</b>	: Les valeurs de VCEAC (nmol/g) des extraits à différentes températures d'extraction	<b>14</b>
<b>Tableau 4</b>	: Les valeurs de VCEAC (nmol/g) des extraits à différent rapports (m/v) d'extraction	<b>17</b>
<b>Tableau 5</b>	: Corrélations entre Phénols totaux, Flavonoïde et DPPH	<b>21</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. Matériel végétal</b>	<b>04</b>
<b>II.1.2. Produits chimiques</b>	<b>04</b>
<b>II.2. Méthodes</b>	<b>05</b>
<b>II.2.1. Extraction assistée par ultrasons</b>	<b>05</b>
<b>II.2.2. Evaluation de la capacité antioxydante</b>	<b>06</b>
<b>II.2.2. Quantification des composés phénoliques</b>	<b>08</b>
II.2.3.a. Dosage des phénols totaux	<b>08</b>
II.2.3.b. Dosage des flavonoïdes	<b>09</b>
<b>III. Résultats et discussion</b>	<b>10</b>
<b>III.1. Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants</b>	<b>10</b>
<b>III.1.1. Test du DPPH</b>	<b>10</b>
<b>III.1.1.a. Temps d'extraction</b>	<b>10</b>
<b>III.1.2.b. Température d'extraction</b>	<b>13</b>
<b>III.1.3.c. Rapport (m/v) d'extraction</b>	<b>15</b>
<b>III.2. Quantification des composés phénoliques</b>	<b>17</b>
<b>IV. Conclusion générale</b>	<b>23</b>
<b>V. Références bibliographiques</b>	<b>25</b>
<b>Annexe</b>	<b>27</b>

## I. Introduction générale

La culture des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L) est considérée parmi les cultures les plus importantes dans les zones arides et semi-arides, et considéré aussi comme l'arbre des régions désertiques du globe connues pour leur climat chaud et sec, le palmier dattier est l'arbre fruitier le plus apprécié par les populations des oasis (Tirichine, 2010).

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 ou demi molle (Munier, 1973).

Le fruit du palmier dattier constitue le principal régime alimentaire de la population saharienne, et continue à jouer cet important rôle bien que l'alimentation se soit diversifiée (Mansouri et al., 2005). Les dattes sont riches en certains nutriments ; elles fournissent une teneur élevée en glucides. La majorité de ces glucides sont des sucres simples (glucose et fructose) ce qui, par conséquent, rend leur absorption par le corps humain plus facile (Al-Farsi et al., 2007).

L'Algérie, avec une production de 1 087 770 tonnes de dattes (FAO, 2017), dispose d'un potentiel phoenicicole important avec son millier de cultivars inventoriés, celui-ci offre par la dominance variétale des dattes communes (80% des cultivars sont rares ou très rares) à côté des cultivars connus et appréciés (20%), un large champs d'investigations pour la recherche fondamentale et la recherche appliquée, aura pour objectif la valorisation de ce patrimoine (Ben Abbes, 2011).

La datte présente plusieurs propriétés pharmacologiques et cosmétiques, plus qu'elle est un aliment énergétique et symbolique, elle est utilisée traditionnellement chez l'homme dans le cas d'ulcère, contre l'anémie, la déminéralisation, la fièvre la faiblesse, pour traiter des maladies infectieuses, elle est régulatrices de la fonction intestinale, les dattes pilées dans l'eau soignent les hémorroïdes, les constipations et l'ictère, mais aussi les dattes vertes traitent les troubles intestinaux comme la diarrhée. Calmantes sous forme de sirop très concentré, le robb, cette boisson 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'homme a conçu que l'utilisation des composées de synthèse peut provoquer beaucoup des effets indésirables sur l'organisme humain. Alors, les gens actuellement n'ont pas été satisfaits des traitements qu'ils reçoivent, et par conséquent les chercheurs sont orientés vers la recherche des molécules naturelles biologiquement actives dont nous pouvons, selon divers techniques, les extraire et les utiliser pour soigner divers maladies. Ces remèdes naturels sont bien souvent très efficaces avec moins d'effets secondaires que les médicaments de synthèse, mais peuvent néanmoins être mortels ou toxiques pour l'organisme lorsqu'ils sont mal utilisés. A cet effet, le domaine de substances naturelles a connu une grande nutation vu les bénéfices qui peuvent amener au domaine de santé.

La capacité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation. Les espèces réactives oxygénées et nitrogénées (espèces oxydantes) sont définies comme étant des molécules ayant un électron non apparié sur leur dernière orbitale, provoquant ainsi une distribution électronique instable qui leur confère une très grande réactivité. Les antioxydants les plus connus sont le  $\beta$ -carotène (provitamine A), l'acide ascorbique (vitamine C), le tocophérol (vitamine E) ainsi que les composés phénoliques tels que les acides phénols simples, les flavonoïdes et les tannins. En effet, la plupart des antioxydants de synthèse ou d'origine naturelle possèdent des groupes hydroxyphénoliques dans leurs structures et les propriétés antioxydantes sont attribuées en partie à la capacité de ces composés naturels à piéger les radicaux libres tels que les radicaux hydroxyles ( $\text{OH}^{\bullet}$ ) et superoxydes ( $\text{O}_2^{\bullet}$ ), oxyde de nitrique ( $\text{NO}^{\bullet}$ ), peroxyde de nitrogène (Rice-Evans C.A. *et al*, 1995 ; Bartosz G, 2003).

L'évaluation du pouvoir antioxydante se fait par évaluation de potentiel à piéger des radicaux libres, en mesurant directement l'inhibition du radical lors de l'ajout du composé antioxydante tel que le (DPPH) (Rice-Evans *et al.*, 1996).

Les agents antioxydants de source naturelle ont suscité un intérêt particulier car ils peuvent protéger le corps humain contre les maladies causées par les radicaux libres avec sans effets secondaires; ceci est contraire aux agents antioxydants synthétiques tels que le butylhydroxytoluène (BHT), le butylhydroxyanisole (BHA) et le butylhydroquinone tertiaire (BHQT) largement commercialisés dans l'industrie alimentaires, leur application provoquent un risque de toxicité pour la santé humain (Moayedi *et al*, 2011) Pour cette raison la recherche de molécules bioactives d'origine naturelle a constitué d'ailleurs un des axes prioritaires ces dernières années, et ça peut s'effectuer selon : une approche basée sur l'utilisation et le savoir des médecines traditionnelles, ou en se basant sur des taxons connus pour renfermer des métabolites secondaires. Ces métabolites, dont font partie

notamment les polyphénols et les caroténoïdes, possèdent des propriétés antioxydantes (Rice-Evens et al., 1996 ; Cai et al., 2004). Les études révèlent que les fruits et les légumes en sont particulièrement riches. Pour cela, la consommation d'aliments frais et variés, permet de prévenir de façon très efficace l'apparition de certaines de ces maladies (Rice-Evens et al., 1996 ; Cai et al., 2004 ; Hooper et Cassidy, 2006). Les composés phénoliques peuvent être isolés facilement à partir d'un tissu végétal par extraction avec des solvants organiques (Vermerris et Nicholson, 2006). Mais la procédure d'extraction est influencée par plusieurs paramètres tels que : la nature chimique de ces composés, la méthode d'extraction utilisée (extraction par : macération ; décoction ; Soxhlet, extraction avec de l'eau chaude, extraction assistée par micro-ondes, extraction assistée par ultrason), la dimension des particules d'échantillon, temps, température et le volume d'extraction (Nazck et Shahidi, 2004).

Divers travaux ont été menés pour déterminer la composition chimique de la datte afin de bien les utiliser et valoriser dans divers domaines. Toutefois, les études sur ses composants antioxydants restent peu nombreuses et ne concernent que quelques variétés (Mansouri et al., 2005; Biglari et al., 2008 ; Benmeddour et al., 2013).

Vu que l'importance que présente le *Phoenix dactylifera* L dans les régions du Sud-est d'Algérie, et afin de chercher des antioxydants, notre travail a pour objectif de chercher dans les extraits de dattes de deux variétés Deglet Nour et Ghars de la région de Hassi L'Fhel et Ghardaïa, les fractions susceptibles de réduire l'action des ERO et de protéger l'organisme contre les endommagements oxydatifs qu'elles peuvent induire en utilisant l'évaluation de la capacité antioxydante de ces extraits par le test DPPH.

A cet effet, notre étude est consacrée en premier temps à extraire les composés antioxydants de deux variétés de dattes : Deglet Nour (DG) ; (DH) et Ghars (GG) ; (GH) de la région de Hassi L'Fhel et de Ghardaïa. En seconde lieu, nous nous sommes intéressés à l'évaluation du pouvoir antioxydante de ces extraits par :

- Le test chimique DPPH pour l'optimisation des paramètres (temps, température et volume) sur les extraits des deux variétés de dattes.
- Doser la teneur en composés phénoliques totaux des extraits obtenus dans les conditions optimales
- 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 méthodes

### II.1. Matériels

#### II.1.1. Matériel végétal

Les dattes étudiées provenant de deux régions à savoir Hassi L’Fhal et Ghardaïa, récoltée entre le mois de novembre et décembre 2017 (Tableau 1). Les deux variétés de dattes Deglet Nour et Ghars (mésocarpe) ont été séchées à l'air et à l'abri du soleil. Puis passés sur un tamis fin après le processus de broyage.

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

La classification botanique	Variétés de dattes	Datte de région Hassi L’Fhel	Datte de région Ghardaïa.
<b>Famille :</b> palmacée. <b>Nom français :</b> Palmier Dattier. <b>Nom latin :</b> <i>Phoenix dactylifera</i> L.	<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>Nom vernaculaire :</b> Nakhla, Tmar. <b>Espèce :</b> Deglet Nour ( <i>دقلة نور</i> ), Ghars ( <i>الغرس</i> ) <b>Description :</b> Selon Buelguedj (2001)	<b>Ghars:</b> C’est une variété molle à sucres réducteurs. Elle est très répandue dans le Sud Est (Siboukeur et al, 2001).		

#### II.1.2. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé : le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH.), l'acide ascorbique, l'acide gallique et la quercétine ont été amenés de Honeywell (Etats-Unis) méthanol et tous les réactifs : Folin-Ciocaltau, carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) et trichlorure d'aluminium et tous les réactifs sont de marque (Fisher Scientifique ou BDH prolabo).

## II.2. Méthodes

### II.2.1.Extraction assistée par ultrasons

L'extraction assistée par ultrasons est une technologie émergente utilisée pour l'extraction des composés naturels. Ces composés sont souvent extraits par la méthode conventionnelle qui dure de nombreuses heures. L'utilisation des ultrasons permet d'effectuer des extractions en quelques minutes avec une reproductibilité élevée, ce qui simplifie l'opération et donne une plus grande pureté au produit final (Chemat et al., 2011). Les ultrasons interagissent avec le matériel végétal et modifient ses propriétés physiques et chimiques. Un effet de cavitation est créé, ce qui facilite la libération des composés extractibles et améliore le transfert de matière en perturbant les parois cellulaires des fruits (Chemat et al., 2011). Le choix approprié du solvant et de la température permet une meilleure extractibilité des composés phénoliques. De plus, l'optimisation des paramètres d'extraction assistée par ultrasons tels que la fréquence, la puissance des ultrasons, le temps d'extraction ainsi que la distribution d'ondes ultrasonores permet aussi d'augmenter le rendement d'extraction (Wang & Weller, 2006).

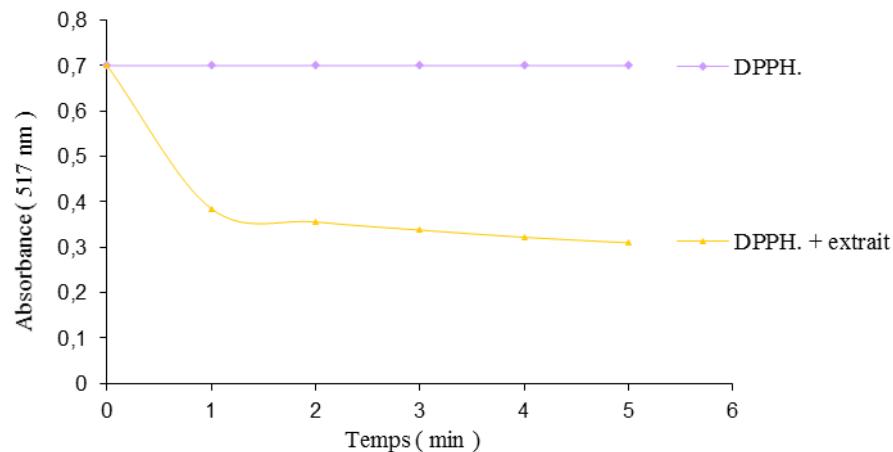
Afin d'optimiser les conditions d'extraction des antioxydants des dattes de deux variétés ( Deglet Nour et Ghars ) de différente région (Ghardaia et Hassi L'Fhel ) et après avoir préparé les échantillons, trois paramètres ont été étudiés :

- ✓ **Temps** : Nous prenons 1 g de la poudre de chaque cultivar qui est extrait dans 20 ml de (méthanol) à la température (20 °C) à différents temps 10 jusqu'à 90 min, avec un intervalle de 10 minutes (**l'opération a été répétée deux fois**).
- ✓ **Température** : En fixant le rapport (m/v = 1/20 en g/ml) et la fraction optimisée (temps), nous changeons la température (30, 40, 50 et 60° C) (**l'opération a été répétée deux fois**).
- ✓ **Volume** : Après l'optimisation du temp et la température, on doit procéder à l'extraction en utilisant les conditions optimisées à différents rapports m/v (1/10, 1/30, 1/40 g/ml) afin d'obtenir le volume optimal d'extraction. Après filtration, les extraits bruts ainsi obtenus sont conservés à 4 °C pour des analyses ultérieures (**L'opération a été répétée deux fois**).

## II.2.2. Evaluation de la capacité antioxydante

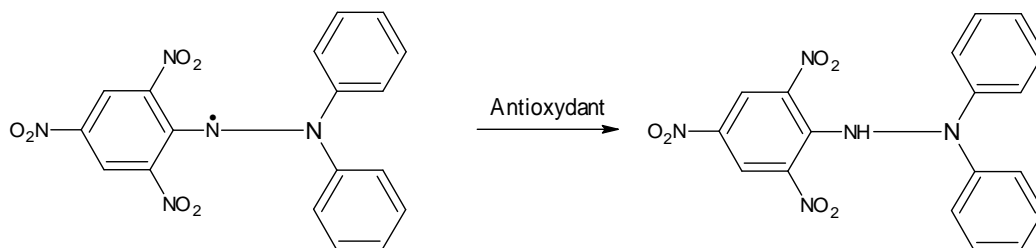
La mise en évidence du pouvoir antioxydant de nos extraits, a été réalisée par un test chimique *in vitro*. Dans ce test chimique, on s'intéresse à mesurer l'activité de balayage de radical libre par les fractions antioxydants en employant le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH). (**L'opération a été répétée deux fois**).

Le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyle (DPPH<sup>•</sup>) est un radical stable et présente une absorption spécifique à 517 nm qui confèrent une couleur violette. Un antioxydant aura la capacité de donner un électron singlet au radical synthétique DPPH<sup>•</sup> de coloration violette pour le stabiliser en DPPH de coloration jaune-verte (Chevalley I., 2000). La réduction du radical libre DPPH<sup>•</sup> par un antioxydant peut être suivi par spectrophotométrie UV-Visible, en mesurant la diminution de l'absorbance provoquée par la présence des extraits (Figure 1).



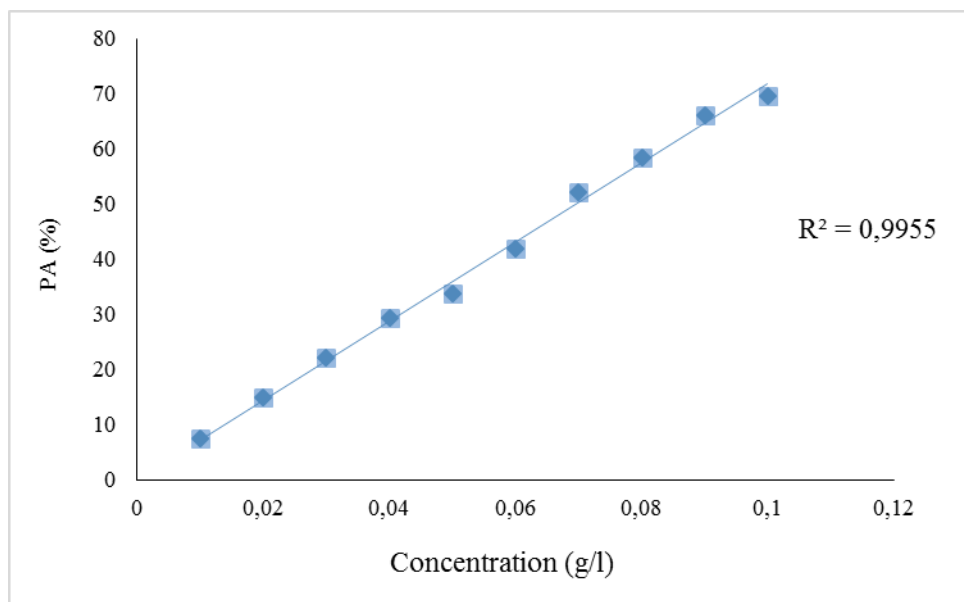
**Figure 1 :** Courbes cinétiques de la variation de l'absorbance en fonction du temps dans le test du DPPH

Le DPPH<sup>•</sup> est initialement violet, se décolore lorsque l'électron célibataire s'apparie (Figure 2). Cette décoloration est représentative de la capacité des extraits à piéger ces radicaux libres indépendamment de toutes activités enzymatiques. Ce test permet alors, d'obtenir des informations sur le pouvoir antiradicalaire direct de différentes substances de nos extraits. Il est donc prévu à fournir un lien avec les réactions ayant lieu dans un système d'oxydation, tel que l'antioxydation d'un lipide ou de toute autre substance insaturée.



**Figure 2 :** Réduction du radical libre DPPH•

Pour la préparation de la gamme d'étalons, une série de dilution allant de (0,01 à 0,1 g/l) et de volume 10 ml d'une solution de l'acide ascorbique 0,1 g/l (préparé dans le méthanol). Par la suite, dans un tube à essai, on met un volume de 1 ml de solution DPPH• (150  $\mu$ M) est mélangé avec 1 ml de chaque solution préparée. Après 30 min d'incubation, à température ambiante et à l'obscurité, l'absorbance est lu contre le blanc à 517 nm par spectrophotomètre UV/Vis (**1601** de type **SHIMADZU**).



**Figure 3 :** Courbe d'étallongement de l'acide ascorbique (vitamine C).

Pour réaliser ce test, un volume V ( $\mu\text{l}$ ) de chaque extrait est additionné à 1ml d'une solution de DPPH d'une concentration de (150  $\mu\text{M}$ ) préparé dans le méthanol. 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. Nous avons également, testé la vitamine C comme antioxydants de référence.

Les mesures des densités optiques en présence de chaque solution d'extrait à différentes dilutions nous ont permis de calculer le pouvoir antiradicalaire (%) en fonction de la concentration de l'antioxydant, développant une gamme de concentrations qui donne des taux de pouvoir antiradicalaire (%). Les résultats sont déterminés tous d'abord en pouvoir antiradicalaire (%) (formule ci-dessous) puis sont exprimés par le paramètre VCEAC (Vitamin C Equivalent Antioxydant Capacity) 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.

$$\text{PA \%} = (\text{A}_{\text{control négatif}} - \text{A}_{\text{extrait}} / \text{A}_{\text{control négatif}}) * 100$$

**PA** : pouvoir antiradicalaire.

**A<sub>control</sub>** : absorbance du control négatif.

**A<sub>extrait</sub>** : absorbance en présence de l'extrait.

## II.2.3. Quantification des composées phénoliques

### II.2.3.a. Dosage des phénols totaux

Le dosage des phénols totaux a été effectué par une méthode adaptée de (Singleton et Ross en 1965) avec le réactif de Folin-Ciocalteu. En milieu basique, le réactif de Folin-Ciocalteu oxyde les groupements oxydables des composés polyphénoliques présents dans l'échantillon. Les produits de réduction de couleur bleue, présentent un maximum d'absorption dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon.

Pour réaliser ce dosage, 100  $\mu\text{l}$  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 **1601** de type **SHIMADZU**. Les teneurs en phénols totaux dans les extraits sont exprimées en (mg) équivalent d'acide gallique par (g) de la matière sèche (mg EAG/ g de M.S), ce dosage a été réalisé quatre fois.

### **II.2.3. b. Dosage des flavonoïdes**

L'estimation de la teneur en flavonoïdes totaux contenus dans les extraits de dattes est réalisée par la méthode de (Bahorun et al. 1996). Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium (Boulekbache, 2005). Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (Ribéreau-Gayon, 1968).

Pour réaliser ce dosage, 1ml de chaque extrait de dattes est mixé avec 1ml de solution méthanolique de trichlorure d'aluminium (2%) après incubation à 20 min à température ambiante l'absorbance du mélange a été mesuré à 430 nm. Dans cette méthode, la quercétine a été utilisée comme étalon (flavonoïde de référence). Les résultats sont exprimés en mg équivalent en quercétine /g de matière sèche, ce dosage a été réalisé quatre fois.

### III. Résultats et discussion

#### III.1. Optimisation des conditions d'extraction des antioxydants

##### III.1.1. Test du DPPH

Chaque cultivar de dattes variétés (Deglet Nour et Ghars) a subi rigoureusement le même traitement d'extraction par ultrasons. Les extraits obtenus sont de couleur jaune au jaune clair. L'optimisation des conditions d'extraction des antioxydants est réalisé selon le test de DPPH, le pouvoir antiradicalaire (%) du DPPH des extraits sont calculés d'après la courbe d'étalonnage de la vitamine C (Figure 3). **(L'opération a été répétée deux fois)**

La nature du solvant est très importante pour pouvoir extraire les molécules d'intérêt si possible, de façon sélective, le solvant, alors, doit avoir une affinité importante pour les molécules ciblées et posséder une grande capacité de dissolution. En effet, une faible viscosité facilitera la pénétration du solvant dans la matrice solide ainsi le transfert de matière au sein de la phase liquide (Penchev *et al.*, 2010). Dans ce travail, on a utilisé un solvant (méthanol) dont la polarité sera une polarité moyenne, par rapport le mélange (méthanol/eau) présente une polarité élevée.

##### III.1.1.a. 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 du solvant et de la matière végétale ainsi que de sa structure. Dans ce contexte, afin d'optimiser le temps d'extraction des composés antioxydants, des variétés (DN, GR) des deux régions (Ghardaïa, Hassi L'Fhel) par ultrason, on a utilisé le méthanol comme solvant pour l'expérience qui a été réalisée pour des différentes durées (10 à 90 min) avec une différence de temps estimée (10 minutes) à 20°C pour les échantillons. La concentration de ces quatre échantillons augmente considérablement quand le temps d'extraction a été augmenté puis diminuer.

###### ➤ Les Cultivars de Ghardaïa

Ghars (GG) : après l'augmentation de la concentration au cours de temps dans l'intervalle 10 à 50 min, les valeurs du VCEAC s'échelonnent entre 44,45 et 55,31 nmol/g, ensuite diminue jusqu'à un VCEAC de 49,04 nmol/g à un temps de 60 min, puis elle se stabilise jusqu'à (90 min) à un VCEAC de 53,50 ; 52,14 nmol/g.

Le VCEAC de deglet Nour (DG) augmente progressivement durant la période de 10 à 70 min avec des VCEAC de (56,18 à 53,50 nmol/g), puis elle diminue et se stabilise à une valeur autour de 53,18 nmol/g à partir de 70 min (Tableau. 2).

➤ Les cultivars de Hassi l'Fhel

Ghars (GH) : la concentration est presque constante durant la période de (20 à 40 min) avec des VCEAC de (54,76 ; 54,06 et 53,51 nmol/g) puis elle diminue jusqu'à 45,92 nmol/g, avant la réaugmentation pour un temps de (60 à 80 min) avec (47,80 à 54,60 nmol/g).

On remarque une légère augmentation pour l'échantillon de deglet Nour (DH) dans l'intervalle 10 à 50 min, avec des VCEAC de (37,71 à 45,92 nmol/g), ensuite, une augmentation significative jusqu'à ce que le temps atteigne 70 minutes à 48,05 nmol/g, puis il diminue pour un temps de 90 min à 44,28 nmol/g. (Tableau.2)

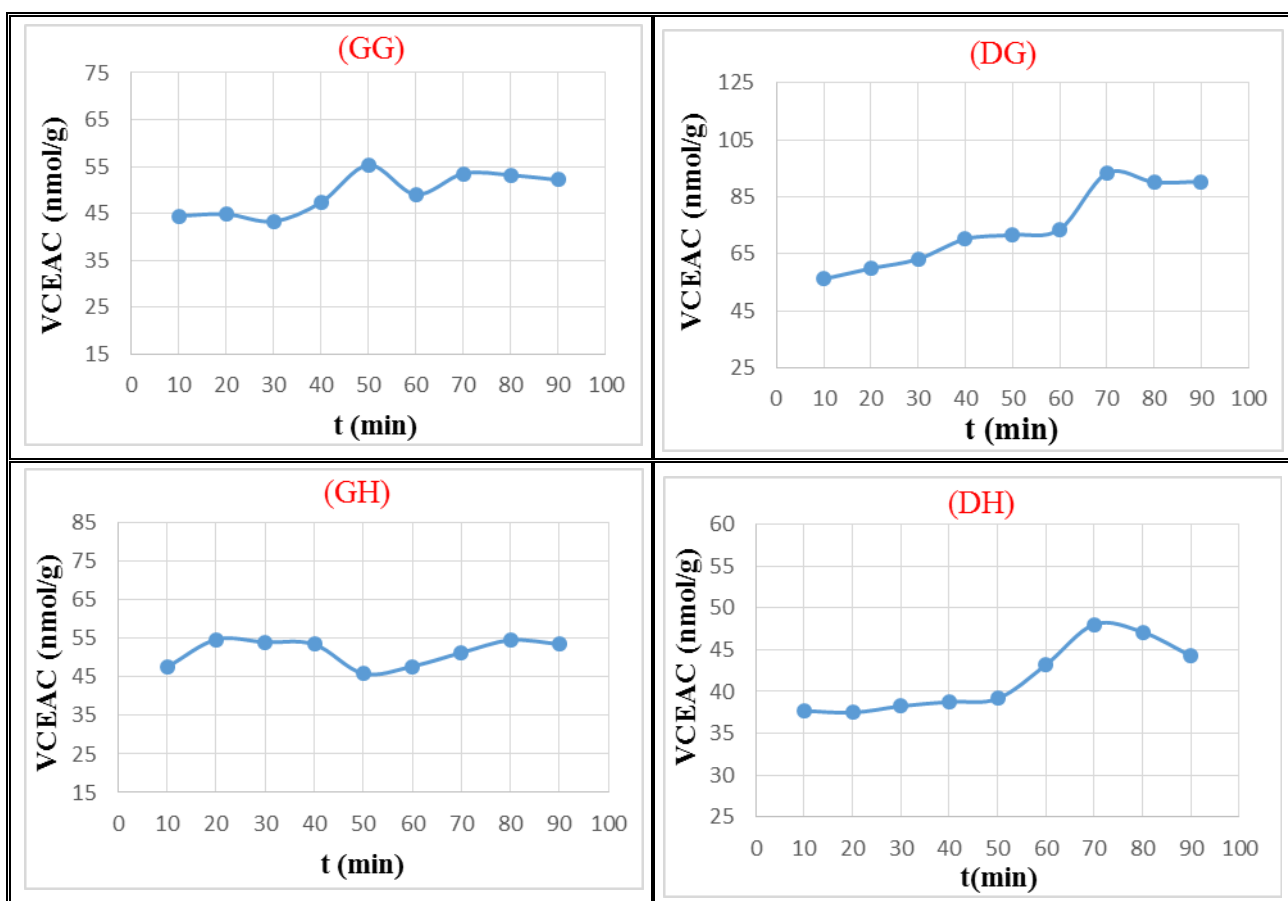
**Tableau 2** : Les valeurs de VCEAC (nmol/g) des extraits à différent temps d'extraction.

t (min)	C (nmol/g) EAA			
	GG	DG	GH	DH
10	44,45 ± 0,52	56,18 ± 1,04	47,59 ± 1,45	37,71 ± 1,36
20	44,85 ± 0,61	59,89 ± 0,38	54,76 ± 1,67	37,49 ± 0,91
30	43,30 ± 0,60	63,16 ± 0,31	54,06 ± 1,18	38,26 ± 0,40
40	47,33 ± 0,77	70,22 ± 0,13	53,51 ± 0,92	38,77 ± 0,82
50	55,31 ± 1,28	71,66 ± 0,27	45,92 ± 0,72	39,16 ± 0,23
60	49,04 ± 1,13	73,61 ± 1,02	47,80 ± 0,52	43,21 ± 0,58
70	53,50 ± 0,80	93,31 ± 1,43	51,34 ± 0,52	48,05 ± 1,29
80	53,18 ± 1,03	90,18 ± 0,32	54,60 ± 1,07	47,13 ± 0,35
90	52,14 ± 2,02	90,34 ± 0,54	53,56 ± 1,23	44,28 ± 1,07

(Les valeurs indiquées sont la moyenne de quatre lectures).

À la lumière de ces résultats, on peut dire que la prolongation du temps d'extraction des antioxydants par le méthanol, accroît d'une manière significative le pouvoir d'extraction, c'est-à-dire la teneur en composés antioxydants des extraits étudiés. Alors. Il a un effet sur le pouvoir antiradicalaire (%). Néanmoins, plusieurs chercheurs ont attiré l'attention à la possibilité de l'oxydation de certains composés antioxydants tels que les composés phénoliques si le temps d'extraction est long, ce qui peut mener à l'inverse des résultats escomptés (teneurs très basses) (Nazck et Shahidi, 2004 ; Nazck et Shahidi, 2006; Telli et al. 2010). D'une façon générale, la cinétique d'extraction des antioxydants est divisée en deux parties (Figure. 4), 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. Par conséquent, de nombreux paramètres ont une influence sur la cinétique d'extraction : le coefficient de diffusion des constituants solubles des surfaces, le coefficient de diffusion des constituants des sites profonds, le coefficient de partage de 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).

Dans cette étude, le temps d'extraction a montré un effet significatif sur l'extraction des composés antioxydants. Comme le méthanol pendant (50 min) pour (GG), (20 min) pour (GH) et (70 min) pour (DG) et (DH). Donc par conséquent, on peut dire que ces valeurs représentent les meilleurs temps d'extraction.



**Figure 4 :** Variation de VCEAC (nmol/g) des extraits en fonction du temps d'extraction

### III .1.2.b. Température d'extraction

Les combinaisons temps-température utilisées par différents auteurs pour l'extraction des antioxydants des dattes de deux variétés (Deglet Nour, Ghars) de deux régions (Ghardaïa, Hassi L'Fhel) sont résumées dans la (Figure 5). Ces deux paramètres sont inversement proportionnels : pour une courte durée d'extraction, des températures élevées sont utilisées, et vice versa.

Dans ce travail, on a procédé à l'extraction des antioxydants des dattes de variété (Deglet Nour, Ghars) de deux régions (Ghardaïa, Hassi L'Fhel) après l'optimisation du temps d'extraction, dans les températures suivantes (30, 40, 50 et 60°C) pour un volume de (20 ml) de méthanol. Les résultats trouvés, montrent qu'il y a une légère différence dans la courbe des concentrations en fonction de la température. A partir des températures suivantes (20 jusqu'à 50 °C) pour tous les échantillons, avec des VCEAC de (55,31 à 56,59 nmol/g) pour (GG), de (93,31 à 108,88 nmol/g) pour (DG), de (54,76 à 45,12 nmol/g) pour (GH) et de (48,05 à 58,55 nmol/g) pour (DH), suivie par une augmentation considérable jusqu'à (165,62 nmol/g) pour (GG), (122,01 nmol/g) pour (DG), (74,36 nmol/g) pour

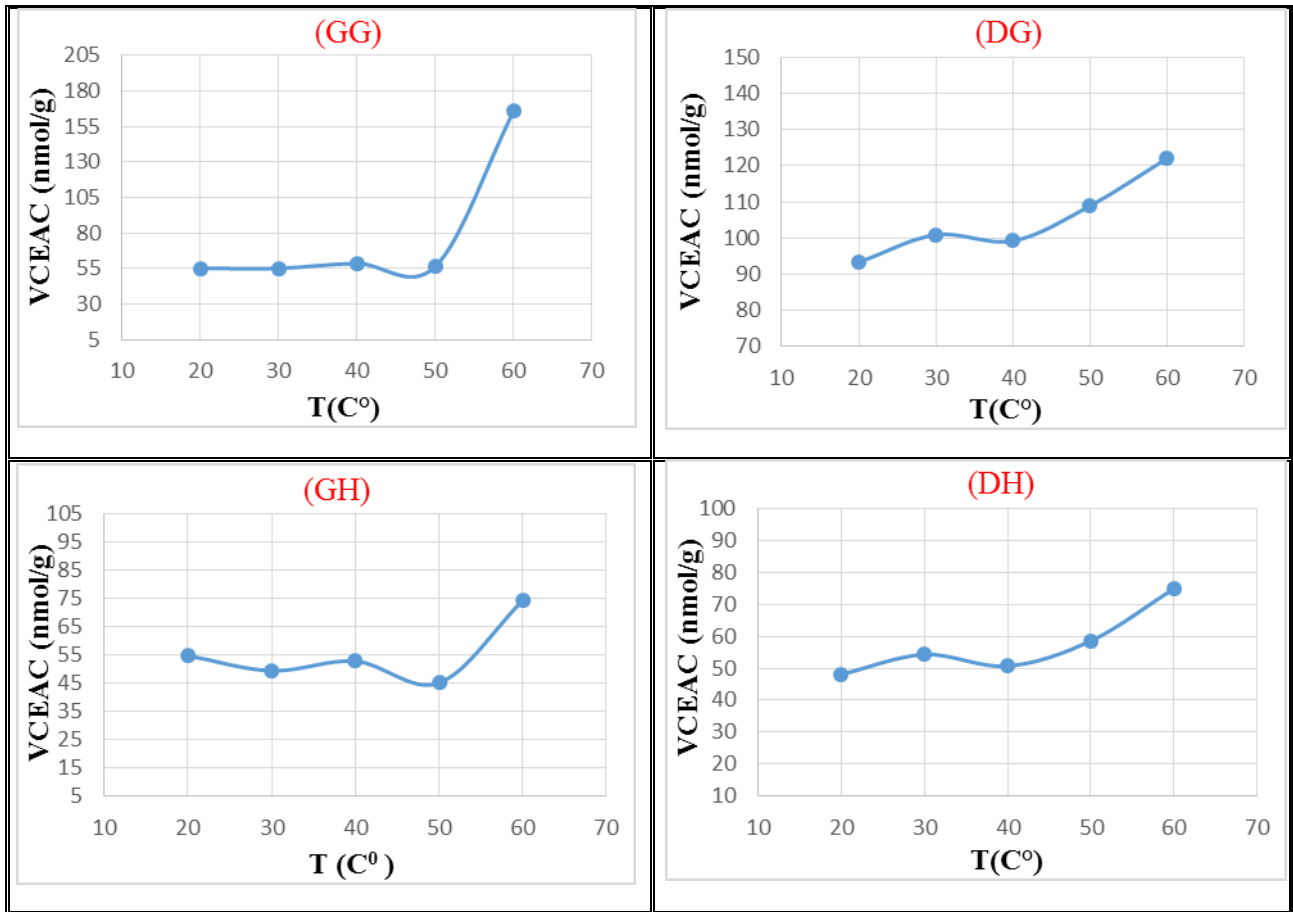
(GH) et de (74,95 nmol/g) pour (DH) à température de 60 °C pour les quatre échantillons. Ce qui permet de considérer 60 °C comme une température optimale (Tableau.3).

**Tableau 3** : Les valeurs de VCEAC (nmol/g) des extraits à différentes températures d'extraction

T (°C)	C (nmol/g) EAA			
	GG	DG	GH	DH
20	55,31 ± 1,28	93,31 ± 1,43	54,76 ± 1,67	48,05 ± 1,28
30	55,29 ± 0,53	100,90 ± 0,50	49,42 ± 0,91	54,27 ± 0,82
40	58,75 ± 0,82	99,20 ± 0,59	52,83 ± 0,49	50,7 ± 0,85
50	56,59 ± 0,69	108,88 ± 0,95	45,12 ± 0,51	58,55 ± 0,98
60	165,62 ± 1,20	122,01 ± 0,54	74,36 ± 0,86	74,95 ± 0,53

(Les valeurs indiquées sont la moyenne de quatre lectures).

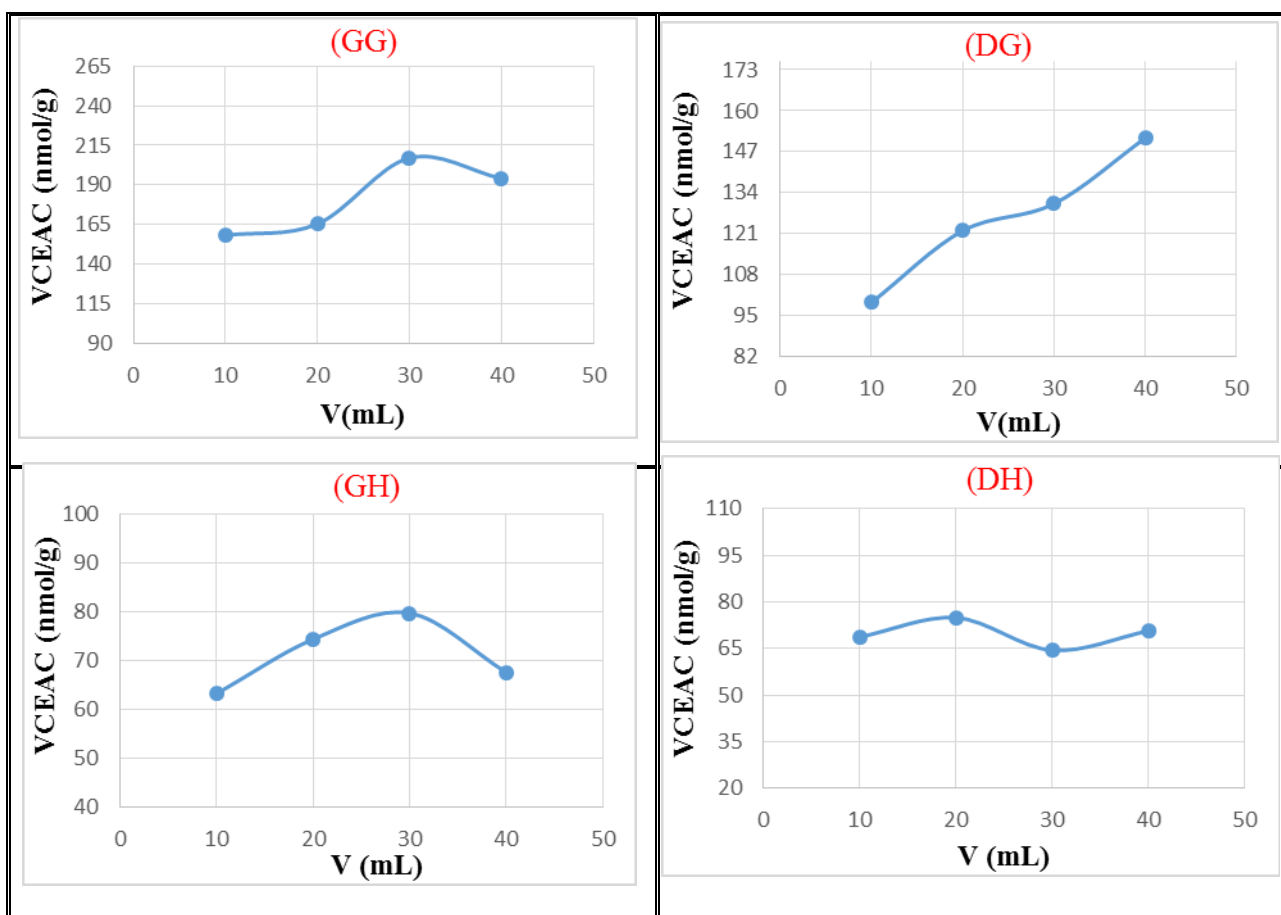
L'efficacité du processus d'extraction des composés phénoliques est largement régulée par différents paramètres expérimentaux notamment par la température d'extraction. En fait, la température est un accélérateur d'extraction, elle augmente la solubilité et la diffusivité des composés antioxydants dans 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 trop élevée peut conduire à leur décomposition thermique et leur dégradation chimique et enzymatique (Pinelo *et al.* 2005 ; Spigno *et al.* 2007).



**Figure 5** : Variation de VCEAC (nmol/g) des extraits en fonction de la température d'extraction.

### III .1.3. Rapport (m/v) d'extraction

L'impact de rapport (m/v) sur l'extraction des antioxydants de dattes est mesuré avec les rapports (1/10, 1/20, 1/30 et 1/40 g/ml). En augmentant le rapport solide/liquide, celui-ci a un effet positif sur l'extraction. En effet, les rapports (m/v) : 1/20, 1/30, 1/30 et 1/40, des échantillons DH, GG, GH et DG respectivement celui qui permettent d'extraire les meilleurs taux. Au-delà de ce rapport, les taux diminuent à l'exception de la variété DG (Figure 6).



**Figure 6 :** Variation de VCEAC (nmol/g) des extraits en fonction du rapport (m/v) d'extraction

En effet, le rapport (m/v) d'extraction est préférable pour assurer l'homogénéité et le passage du solvant à travers la totalité des particules. Ce qui permet d'obtenir les meilleurs VCEAC : 207,08; 151,44; 79,71 et 74,95 nmol/g, pour les échantillons GG, DG, GH et DH respectivement (Tableau.4).

**Tableau 4** : Les valeurs de VCEAC (nmol/g) des extraits à différents rapports (m/v) d'extraction

m/v (g/ml)	C (nmol/g) EAA			
	GG	DG	GH	DH
1/10	158,39 ± 0,10	99,25 ± 0,26	63,26 ± 0,26	68,76 ± 0,30
1/20	165,55 ± 0,53	122,01 ± 0,54	74,36 ± 0,86	74,95 ± 0,53
1/30	207,08 ± 0,74	130,58 ± 0,91	79,71 ± 0,23	64,46 ± 1,07
1/40	194,17 ± 1,63	151,44 ± 0,86	67,63 ± 1,12	70,72 ± 0,66

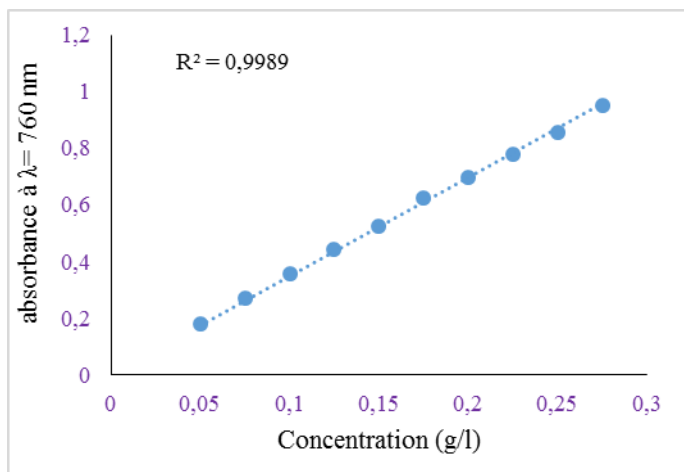
(Les valeurs indiquées sont la moyenne de quatre lectures).

Par contre des études notamment ceux de (Telli et Mahboub N. 2010), l'augmentation de volume a un effet positif sur l'extraction dont le rapport 1/6 g/ml est celui qui permet d'extraire le meilleur PA% quel que soit le solvant étudié. Au-delà de ce rapport, les PA% 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 volume utilisé est plus élevé (Al-Farsi et Lee, 2007).

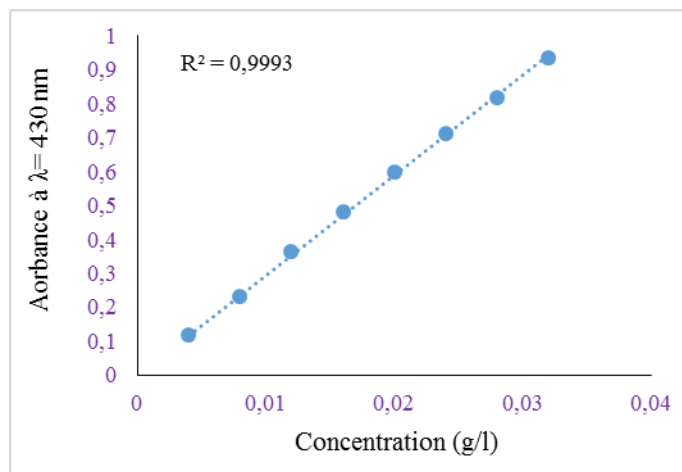
## III.2. Quantification des composés phénoliques

### III.2.1. Dosage des composés phénoliques

Afin de caractériser les extraits préparés à partir des quatre échantillons des dattes, un dosage des polyphénols totaux et des flavonoïdes a été effectué. La raison principale pour le choix de ces substances réside dans le fait que ces substances sont douées à des propriétés antioxydantes intéressantes. Les composés phénoliques ont été déterminés selon la méthode de Singleton-Rossi en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu. Concernant, les flavonoïdes sont dosés selon la méthode de trichlorure d'aluminium en utilisant le quercétine comme étalon (Figures 7 et 8).

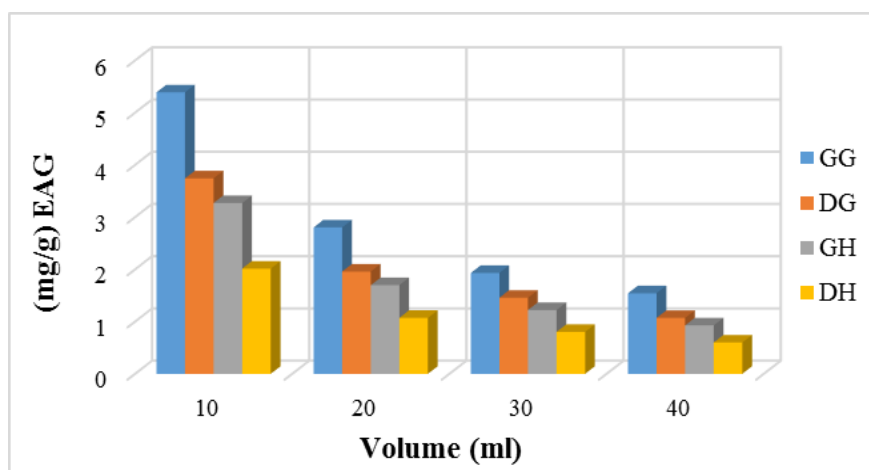


**Figure 7 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.



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

La teneur en composés phénoliques de chaque extrait de datte a été alors calculée à partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique. De même, la quantité des flavonoïdes dans nos extraits a été déterminée à partir de la courbe d'étalonnage de la quercétine (Figure 8). Les résultats obtenus sont présentés dans les (Figures 9 et 11)



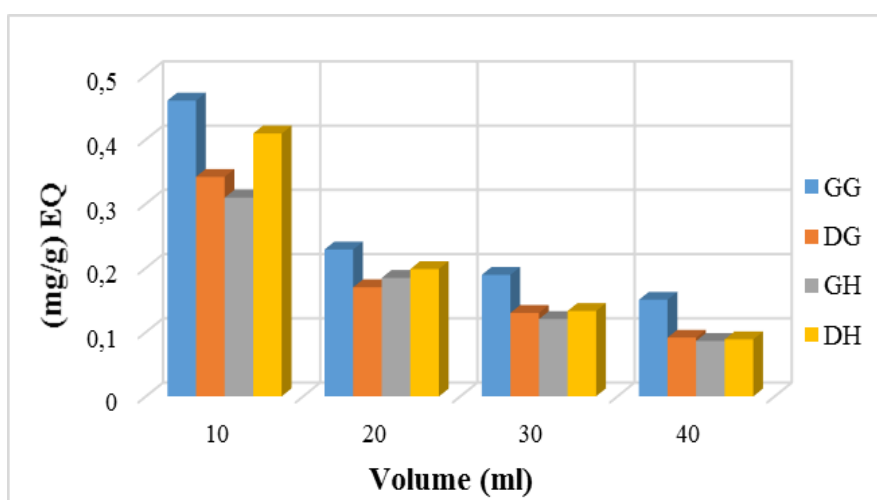
**Figure 9 :** Comparaison des valeurs des teneurs en phénols totaux (mg EAG/g de M.S).

**(Les valeurs indiquées sont la moyenne de quatre lectures).**

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 élevés ont été détectés dans l'échantillon (GG),

tandis que, les teneurs les moins remarquées sont dans les échantillons (DG), (GH) et (DH) à ce volume optimal (Figure 9).

Cependant, une telle extraction par le méthanol ne donne pas que les polyphénols mais probablement d'autres substances non phénoliques telles que les vitamines, les sucres, les protéines et les pigments qui peuvent interférer pendant le dosage des phénols totaux par le réactif Folin-Ciocalteu. De telles interférences peuvent être importantes, car les dattes sont riches en ces antioxydants à grandes valeurs nutritionnels (Attarde et al., 2010). Ce qui veut dire que les valeurs obtenues ne reflètent pas les quantités réelles de ces substances dans ce type de dattes étudiées, car il y a plusieurs facteurs qui influent sur l'extraction en l'occurrence, le type, l'acidité 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, 2007 ; El Akrem Hayouni et al, 2007 ; Silva EM et al, 2007 ; Giorgia Spigno et al, 2007).



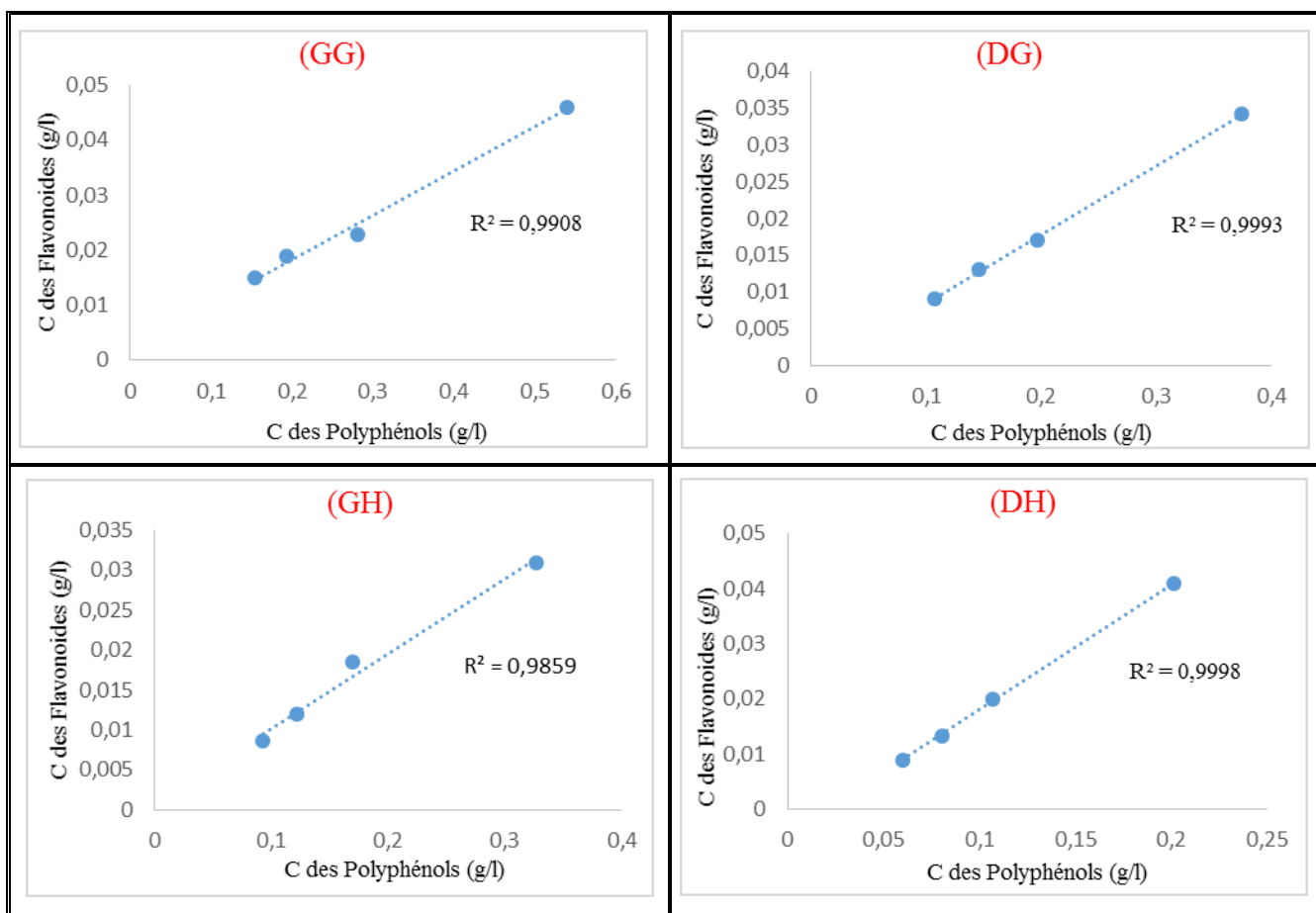
**Figure 10 :** Comparaison des valeurs des teneurs en flavonoïdes (mg EQ/g de M.S)  
(Les valeurs indiquées sont la moyenne de quatre lectures).

Dans notre travail, le dosage du contenu en flavonoïdes a été déterminé spectrophotométriquement par la méthode du chlorure d'aluminium qui est utilisée spécifiquement pour la quantification des flavones et flavonols (Kosalec et al., 2004). Par conséquent, les résultats obtenus ne dévoilent pas les quantités des flavonoïdes totales exactes dans les fruits investiguées. A cet effet et pour obtenir une estimation proche de ces substances dans ces fruits, il faut utiliser la technique de 2.4 dinitrophénylhydrazine en tant qu'une méthode complémentaire pour le dosage des flavanones et dihydrofavonol (Popova et al., 2005).

Les valeurs des quantités de flavonoïdes obtenus sont comprises entre (0,309 et 0,460 mg EQ/g de M.S). Il convient de noter ici que le taux le plus élevé a été détecté dans les échantillons GG et DH, tandis que les teneurs les moins remarquées sont dans les échantillons DG et GH, obtenu dans le rapport 1/10 g/ml (Figure 10). Ces valeurs sont relativement intéressantes par rapport à d'autres résultats obtenus à travers des études réalisées sur le contenu en composé flavonoïdique d'autres fruits qui sont de (0,273 ; 0,2 ; 0,425 ; 0,132 et 0,217 %) du poids frais pour le kiwi, la prune, le pamplemousse, la pomme et l'orange respectivement (Al Farsi et al, 2005), on conclut que les dattes sont une bonne source d'antioxydants naturels. Toutefois, les résultats du dosage des composés phénoliques n'indiquent pas les valeurs exactes des teneurs en polyphénols, puisque malgré sa grande sensibilité, la méthode Folin-Ciocalteu peut présenter des problèmes d'interférence, en effet le réactif Folin- Ciocalteu peut réagir avec les acides aminés (tyrosine, tryptophane), les sucres réducteurs comme le glucose et le fructose (Boizot et Charpentier, 2006).

De la même manière, nous pouvons remarquer que les extraits qui ont donné des valeurs élevés en flavonoïdes, ont une relation inverse avec le volume d'extraction (Figures 10).

À la lumière de ces résultats, nous avons représenté la variation de la teneur des polyphénols en fonction de la teneur en flavonoïdes (Figure 11).



**Figure 11 :** Corrélation entre Polyphénols et Flavonoïdes

D'après ces graphes, il est clair qu'il existe une bonne corrélation positive entre la teneur en phénols totaux et le taux des flavonoïdes  $R^2 = [0,9908 (GG) ; 0,9993 (DG) ; 0,9998 (DH) \text{ et } 0,9859 (GH)]$ . 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.

**Tableau 5 :** Corrélation entre phénols totaux, Flavonoïde et DPPH

Échantillon	GG	DG	DH	GH
(R <sup>2</sup> ) DPPH et phénols totaux	0,6657	0,8984	0,0000	0,3691
(R <sup>2</sup> ) DPPH et Flavonoïdes	0,5768	0,8944	0,0004	0,3071

La variété GG présente des corrélations significatives entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire avec un coefficient de  $R^2=0,6657$ , ainsi entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire avec un coefficient de  $R^2=0,5768$ . L'échantillon DG a des très bonnes corrélations significatives entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,8984$ ), de même entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire avec un coefficient de  $R^2=0,8944$  (Figure I.1 ; Annexe).

Des faibles corrélations entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,3691$ ), ainsi entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,3071$ ) sont enregistrées pour l'échantillon GH, ce qui signifie que le dosage par le 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 (Figures I.1 ; Annexe).

Aucune corrélation est enregistrée pour l'échantillon DH entre les teneurs en phénols totaux et le pouvoir antiradicalaire ( $R^2=0,0000$ ), ainsi entre les teneurs en flavonoïdes et le pouvoir antiradicalaire avec un coefficient de  $R^2=0,0004$  (Figures I.1 ; Annexe).

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 mêmes échantillons de datte et dans les conditions optimales d'extraction, en utilisant le système de solvant MeOH/H<sub>2</sub>O (80/20 ;v/v). La teneur en polyphénols variant entre (39,6414 et 63,9218 mg EAG/g de M.S). Tandis que les teneurs en flavonoïdes variant entre (0,6423 et 1,1777 mg EQ/g de M.S). Cette différence peut être influencée par l'augmentation de la polarité du système de solvant d'extraction effectué (Doudou, 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 (Sidsel Fiskaa Hagen et al, 2007 ; Heimler D et al, 2006). 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

Ce travail s'articule autour de la détermination de la capacité antioxydante, de deux variétés des dattes locales (*Phoenix dactylifera* L) : Deglet Nour et Ghars de la région de Hassi L'Fhel et Ghardaïa.

Le temps optimal d'extraction des antioxydants pour les quatre échantillons a été déterminé comme suit : pour les variétés Deglet Nour (DG et DH) est de 70 min chacune ; pour la variété Ghars (GG) est de 50 min et pour (GH) est de 20 min.

La température optimale pour l'extraction des antioxydants est de 60°C pour les quatre échantillons Deglet Nour (DG, DH) et Ghars (GG, GH). Ce paramètre est en relation limitée avec le temps d'extraction.

Le rapport (m/v) optimal pour l'extraction des antioxydants pour les quatre échantillons a été déterminé comme suit : pour la variété Ghars GG et GH est de 1/30 (g/ml) chacune ; pour la variété Deglet Nour DG est de 1/40 (g/ml) et pour la variété DH est de 1/20 (g/ml). Ce paramètre est en relation bornée avec la température optimale d'extraction.

Le dosage des composés phénoliques totaux a révélé des différences significatives entre les échantillons analysés Deglet Nour (DG, DH) et Ghars (GG, GH), avec les teneurs de polyphénols totaux comprises entre (201,5 et 538,9 mg EAG/g de M.S). Ces résultats montrent que la variété (GG) est plus riches en composés phénoliques par rapport à (GH), de même la variété (DG) est plus riche en composés phénoliques par rapport à (DH). Les teneurs en flavonoïdes enregistrées varient entre (30,93 et 46,04 mg EQ/g de M.S).

A travers les corrélations obtenus pour les quatre échantillons des dattes étudiés : on conclut qu'il y a des bonnes corrélations négatives entre les teneurs en polyphénols et le pouvoir antiradicalaire pour les variétés de la région de Ghardaïa (DG :  $R^2=0,8984$  ; GG :  $R^2=0,6657$ ). Des mauvaises corrélations sont enregistrées pour les variétés de la région de Hassi L'Fhel (DH :  $R^2=0,0000$  ; GH :  $R^2=0,3691$ )

## PERSPECTIVES

L'un des principaux écueils rencontrés lors de la recherche d'activité biologique sur des ressources végétales réside dans la pertinence du choix de la méthode d'extraction de molécules potentiellement bioactives. La méthode d'extraction par sonication est une des méthodes les plus

efficaces, mais actuellement, de nombreuses recherches se tournent vers d'autres méthodes nouvelles dont l'efficacité serait supérieure, parmi lesquelles on peut citer, par exemple, la méthode d'extraction par microonde qui semble moins destructive vis-à-vis des polyphénols (Aïra **REZAIRE ; 2012**).

Ces résultats pourraient ouvrir de nouvelles perspectives de travail, qui consisteraient à :

- Mesurer la capacité antioxydante en utilisant d'autres tests chimiques.
- Etudier la capacité antioxydante en fonction du degré de maturité de la ressource étudiée.
- Inclure d'autre paramètre pour l'optimisation de l'extraction des antioxydants, d'autres variétés et d'autres régions.
- Identifier d'autres métabolites secondaires par l'utilisation d'autres techniques et d'autres solvants pour leur extraction.

## Références bibliographiques

- Abi R.** (2013). Analyse de la diversité variétale du Palmier Dattier (*Phoenix dactylifera* L.) : Cas des Ziban (Région de Sidi Okba). Mémoire de magistère en agronomiques. Université Mohamed Khider Biskra.
- Aïra R.** (2012). Activité anti-oxydante, et caractérisation phénolique du fruit de palmier amazonien *Oenocarpus bataua* (patawa). Thèse pour le doctorat en Phytochimie. Université des Antilles et de la Guyane (France).
- 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.
- Al-Mamary M, Al-Habori M, Al-Zubairi A.** (2014). The *in vitro* antioxidant activity of different types of palm dates (*Phoenix dactylifera*) syrups. *Arabian Journal Of Chemistry*. 7 : 964-971.
- Ben Abbes F.** (2011). Etude de quelques propriétés chimiques et biologiques d'extraits de dattes « *Phoenix dactylifera* L. ». Mémoire de magistère en génie des procédés pharmaceutiques. Université Ferhat Abbas-Setif.
- Benalia M.** (2016). Etude de la fraction lipidique de quelques graines de cucurbitacées. Thèse de doctorat en chimie organique. Université Kasdi Merbah Ouargla.
- 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.
- Berraghda A, Gougui S.** (2016). Analyses qualitatives et quantitatives des extraits bruts de dattes. Mémoire de mastère en Biochimie appliquée. Université Kasdi Merbah Ouargla.
- Bettayeb H, Mefissel F.** (2015). Etude phytochimique des extraits bruts des dattes (Ghars, Deglet-Nour, Degla-Beida). Mémoire de magistère en Biochimie fondamentale et appliquée. Université Kasdi Merbah Ouargla.
- Biglari F, Alkarkhi A, Easa A. M.** (2008). Ultrasound assisted extraction of total phenolics from *Cassia auriculata* leaves and evaluation of its antioxidant activities. Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Iran. *Journal of Food Chemistry*. **107** : 1636-1641.
- Boukhiar A.** (2009). Analyse du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation. Mémoire de magistère en Technologie Alimentaire. Université M'hamed Bougara-Boumerdes.
- Bourgou S, Serairi Beji R, Medini F, Ksouri R.** (2016). Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'*Euphorbia helioscopia*. *Journal Of New Sciences, Agriculture And Biotechnology*. 28 : 1649-1655.

**Cai Y, Luo Q, Sun M, Corke H.** (2004). Antioxidant activity and phenolic compounds of 112 traditional Chinese medicinal plants associated with anticancer. *Journal of Life Sciences*. 74 : 2157-2184.

**Drużyńska B, Stepniewska A, Wolosiak 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 Sci. Pol., Technol. Aliment.* 6 : 27-36.

**Doudou B.** (2018). Influence de quelques paramètres d'extraction sur l'activité antioxydante des dattes, variétés: Ghars et Deglet-nour de la région de Ghardaia et de Hassi l'fhel. Mémoire de master en chimie organique appliquée. Université Amar Telidji Laghouat.

**FAO.** (2017) .Date palm production. [www.fao.org](http://www.fao.org).

**Gunars T, Grzegore B.** (2010). Determination of antiradical and antioxidant activity: basic principles and new insights. *On-Line At : Wwww.Actabp.Pl.* 57 : 139–142.

**Hayette L, Djillali H, Fares H.** (2015). Total phenolic, flavonoid contents and *in vitro* antioxidant activity of algerian date palm varieties: a comparative study. *American Journal Of Food Science And Health*. 1 : 63-68.

**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.

**Rice-Evans C, Miller A, Paganda G.** (1996). Structure antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Biology and Medicine*. 20 : 93-956.

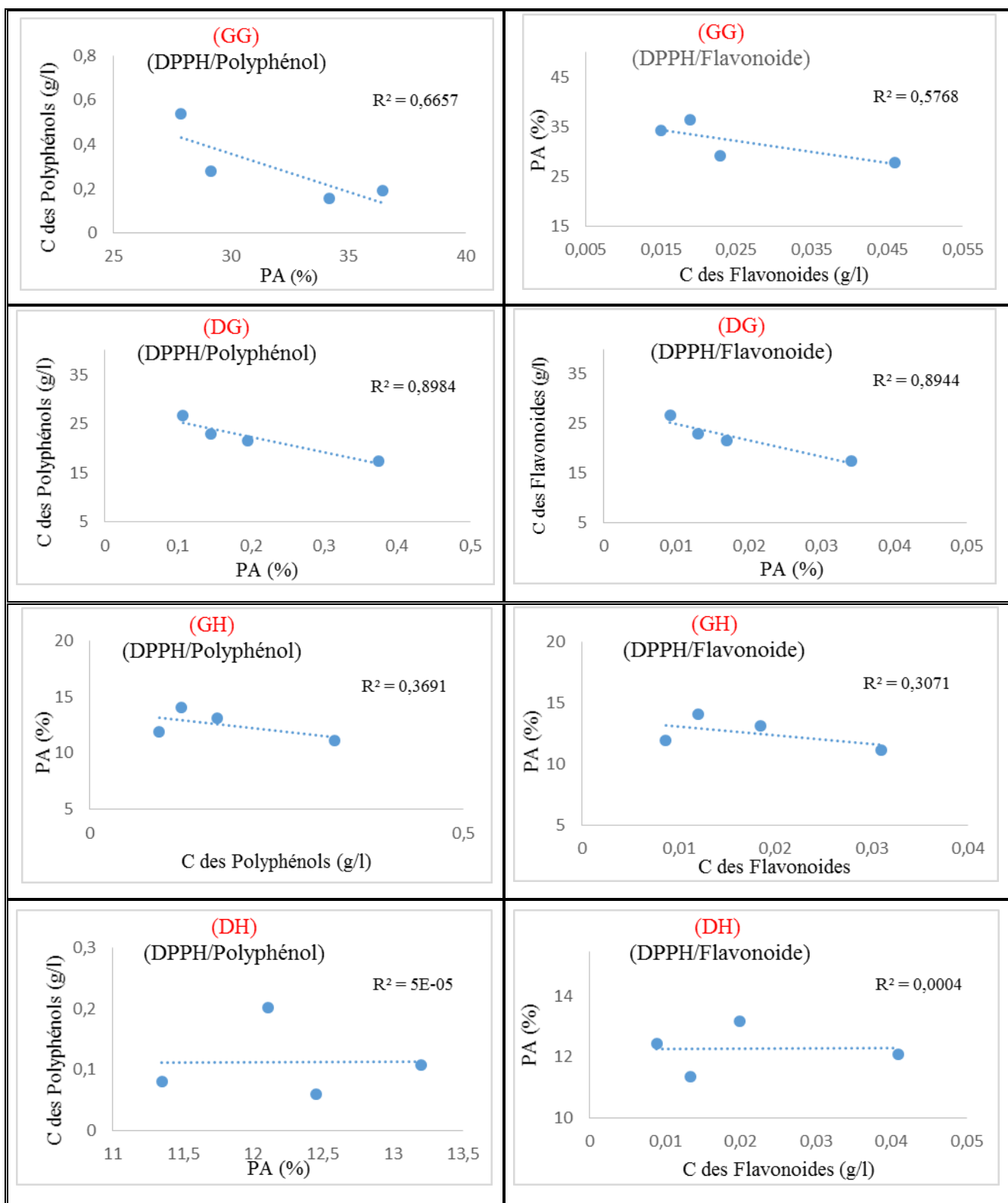
**Saafi B, El Arem A, Issaoui M, Hammami M, Achour L.** (2009). Phenolic content and antioxidant activity of four date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit varieties grown in Tunisia. *International Journal of Food Science and Technology*. 44 : 2314–2319.

**Sharmila G, Nikitha V.S, Ilaiyarasi S, Dhivya k, Rajasekar V, Manoj Kumar N, Muthukumaran k, Muthukumaran C.** (2016). Ultrasound assisted extraction of total phenolics from *Cassia auriculata* leaves and evaluation of its antioxidant activities. *Industrial Crops And Products*. 84 : 13–21.

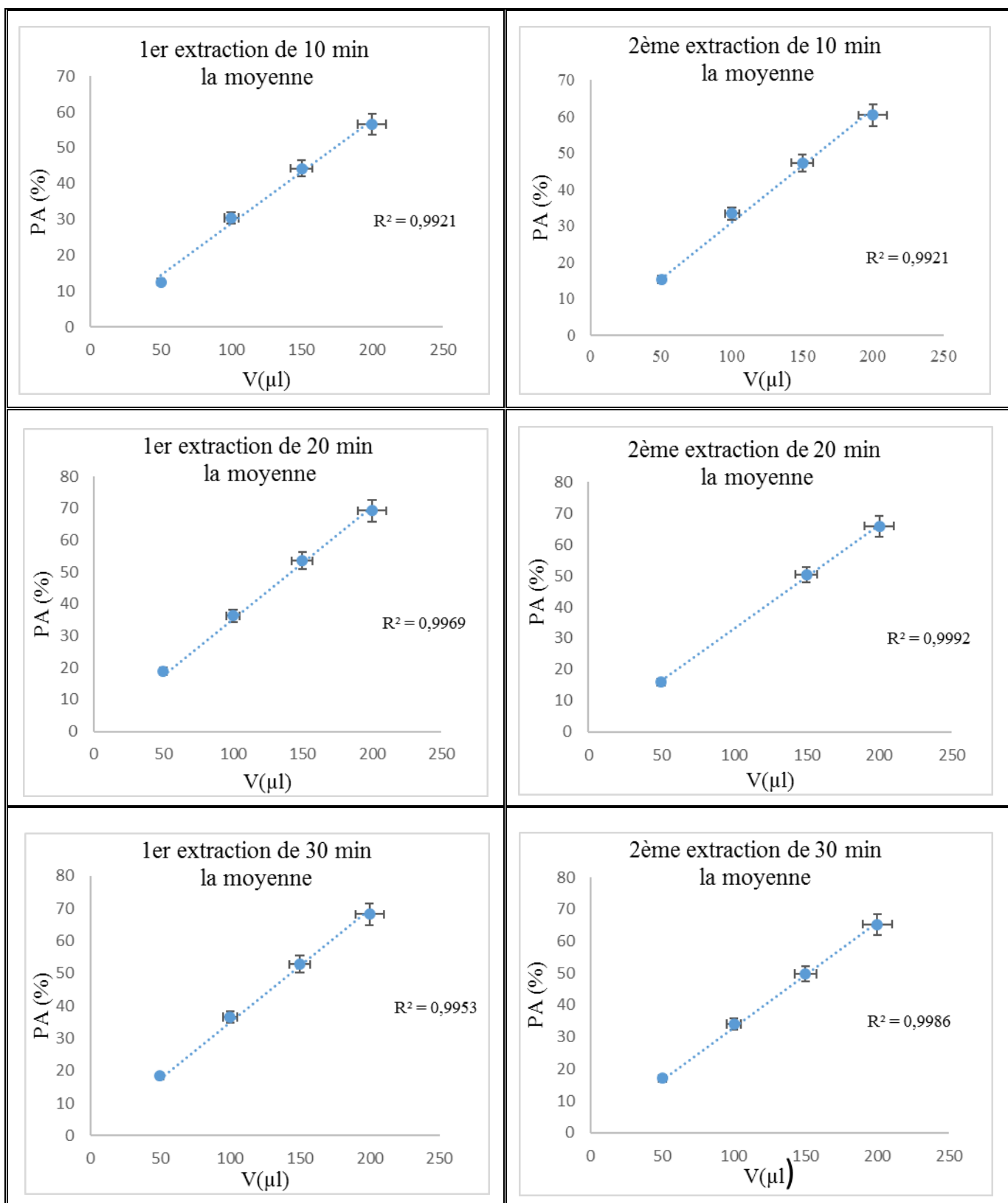
**Spigno G, Tramelli L, Faveri D.** (2007). Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal Of Food Engineering*. 81 : 200-208.

**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

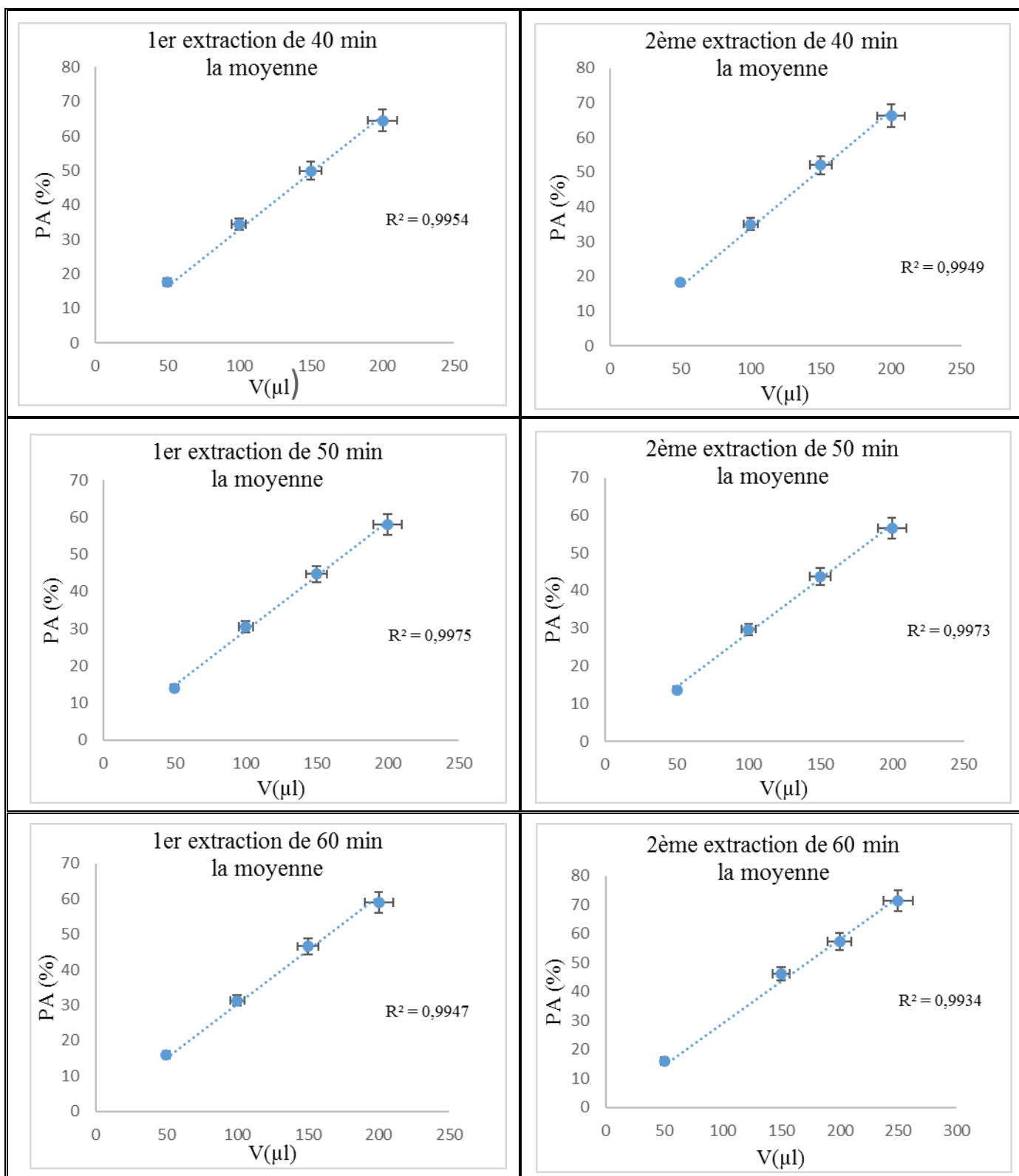
**Wissal K, Fatma A, Christophe B, Hamadi A, Souhail B.** (2013). Effects of extraction solvents on phenolic contents and antioxidant activities of Tunisian date varieties (*Phoenix dactylifera* L.). *Industrial Crops and Products*. 45 : 262– 269



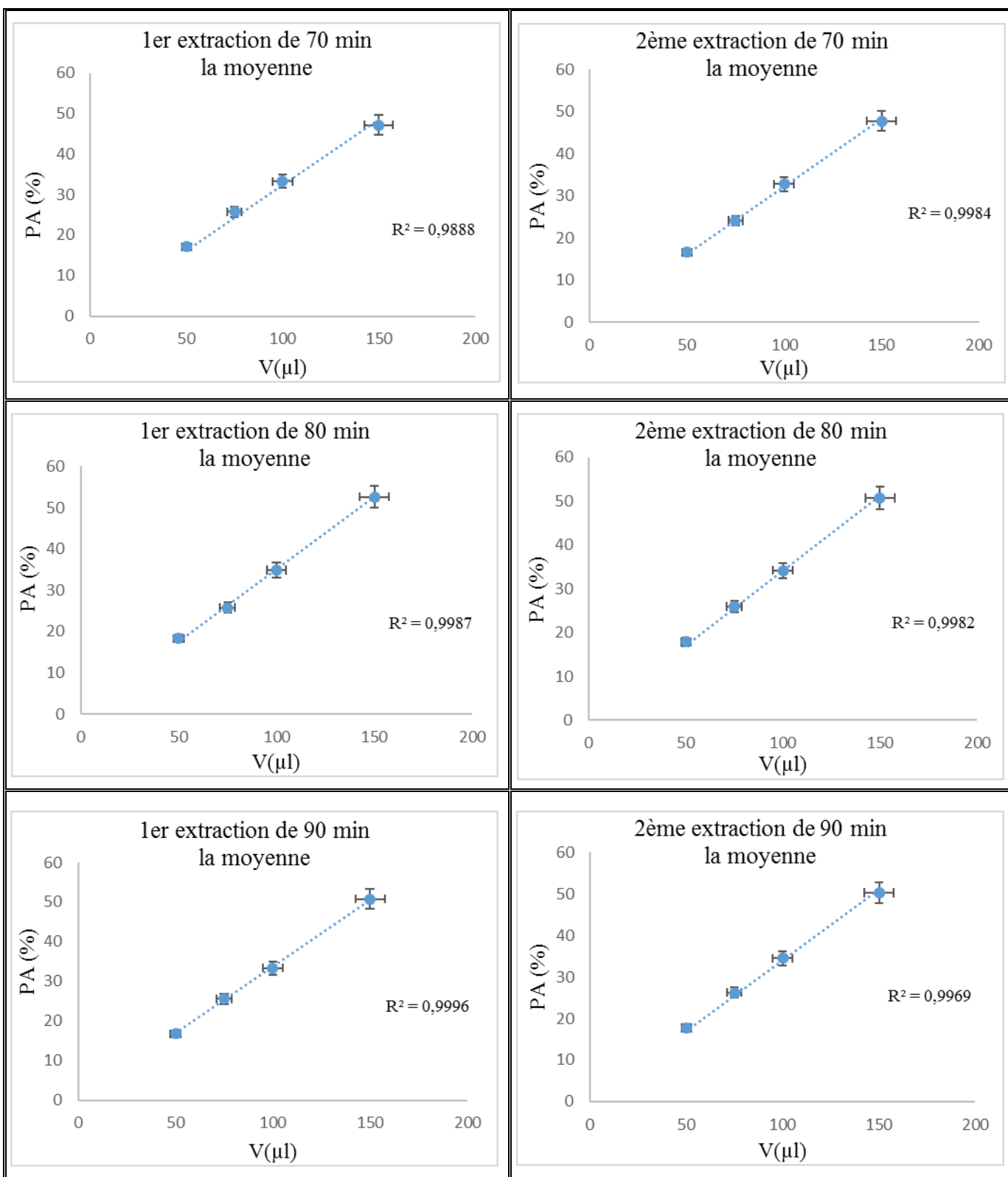
**Figure I.1.**Corrélation entre le pouvoir antiradicalaire, la teneur en Polyphénol et en Flavonoïde pour les quatre échantillons (GG, DG, GH et DH)



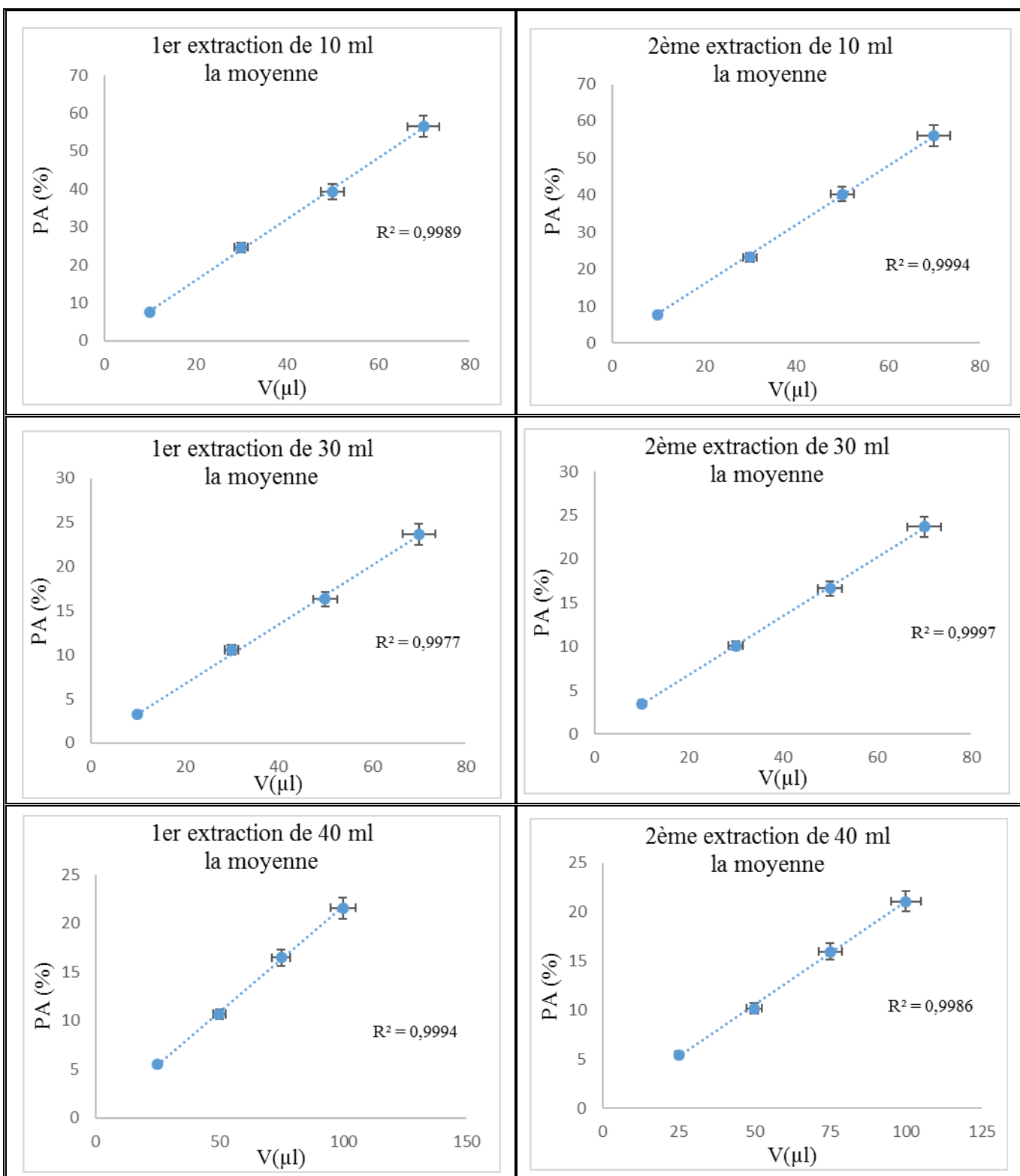
**Figure I.2.** Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GH) obtenant à différents temps d'extraction (10 min, 20 min et 30 min) (chaque Graphe est moyenné sur deux manipulations indépendantes).



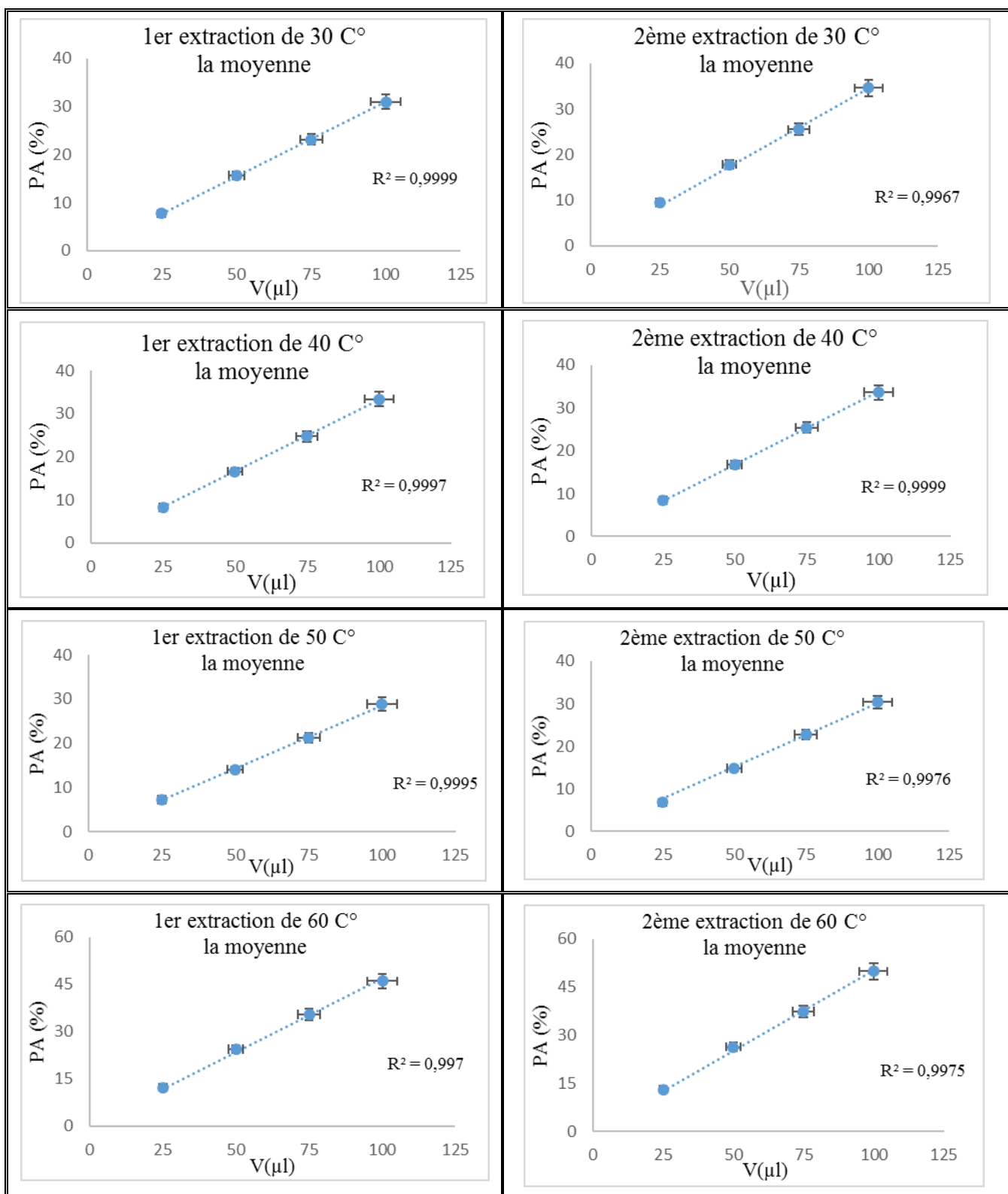
**Figure I.3.** Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GH) obtenant à différents temps d'extraction (40 min, 50 min et 60 min) (chaque Graphe est moyennée sur deux manipulations indépendantes).



**Figure I.4.** Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GH) obtenant à différents temps d'extraction (70 min, 80 min et 90 min) (chaque Graphe est moyennée sur deux manipulations indépendantes).



**Figure I.5.** Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GH) obtenant à différents rapport d'extraction de (1/10, 1/30 et 1/40 g/ml) (chaque Graphe est moyennée sur deux manipulations indépendantes).



**Figure I.6.** Courbes de pouvoir antiradicalaire (%) en fonction des Volumes d'extrait de (GH) obtenant à différents Température d'extraction (30, 40, 50 et 60 C°) (chaque Graphe est moyenné sur deux manipulations indépendantes).

## ملخص

يهدف هذا العمل الى تحسين و ايجاد الظروف الملائمة لاستخلاص المركبات الفعالة بدراسة تأثير بعض العوامل (زمن، درجة الحرارة و حجم الاستخلاص) على سعة المضادات للأكسدة وكذلك تحديد كمية الفينولات الكلية و الفلافونويدات لمستخلصات أربعة عينات من التمر (نوع دقلة نور مقطوفة من وحتين غرداية و حاسي لفحل) وكذلك النوع غرس. تم تقييم سعة المضادات للأكسدة باحتباس الجذر الحر DPPH. حيث تراوح الزمن المثالي بين 20 و 70 دقيقة. بينما حددت درجة الحرارة المثالية بـ 60 درجة مئوية للعينات الاربعة. بينت النتائج ان 1/30 غ/مل لغرس غرداية و غرس حاسي لفحل 1/20 و 1/30 غ/مل لدقلة حاسي لفحل ودقلة غرداية بالترتيب، هي النسب المثالية لاستخلاص مضادات الاكسدة. تم تحديد كمية الفينولات الكلية باستعمال متفاعل Folin-Ciocalteu. حيث قدرت كمية المركبات الفينولية في المستخلصات الميثانولية لعينات التمر الاربعة (من 201.5 الى 538.9 مغمكافى لحمض الغاليك / غ مادة جافة). تم قياس كمية الفلافونويدات بطريقة استخدام كلوريد الالمنيوم  $AlCl_3$  , تراوحت كميتها بين 30.9 و 46.04 مغ مكافئ للكرستين / غ مادة جافة).

**الكلمات المفتاحية:** التمر، دقلة نور، الغرس، الفينولات الكلية، الفلافونويدات، السعة المضادة للأكسدة، تحسين الاستخلاص.

## Résumé

L'objectif de cette étude est consisté à optimiser les conditions d'extraction on étudiant l'influence de certains paramètres (temps, température et volume d'extraction) sur la capacité antioxydante ainsi que la teneur en composés phénoliques totaux et flavonoïdes des extraits de datte de quatre variétés DegletNour (DG) ;(DH) et Ghars (GG) ;(GH) de la région de Hassi L'Fhal et de Ghardaïa. L'évaluation de la capacité antioxydante, effectuée par le test de piégeage du radical libre DPPH. Le temps optimal s'échelonne entre 20 et 70 minutes. Alors que la température optimale a été fixée à 60° C pour les quatre échantillons. Le rapport optimal de GG et GH est de 1/30 g/ml ; 1/20 et 1/40 g/ml pour DH et DG, respectivement pour l'extraction des antioxydants. La teneur en polyphénols totaux a été déterminée en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Les teneurs en composés phénoliques dans les extraits méthanoliques de datte variait de 201.5 à 538.9 mg EAG/g de M.S. Les flavonoïdes ont été évalués par la méthode utilisant les chlorures d'aluminium  $AlCl_3$ , les teneurs en flavonoïdes varient entre 30.9 et 46.04 mg EQ/g de M.S.

**Mots clés :** datte, DegletNour, Ghars, phénols totaux, flavonoïdes, capacité antioxydante, optimisation d'extraction.

## Abstract

The objective of this study is to optimize the extraction conditions, we study the influence of certain parameters (volume, time and temperature of the extraction) on the antioxidant activity as well as the content of total phenolic and flavonoids extracts of date of four samples varieties DegletNour (DG) ;(DH) et Ghars (GG) ;(GH) of the region of Hassi L'Fhal and Ghardaïa. Evaluation of the antioxidant capacity was determined *in vitro* using scavenging effect of the free radical (DPPH). Where the optimal time ranged between 20 and 70 minutes. While the optimal temperature was set at 60 ° C for the four samples. The optimal ratio of GG and GH is 1/30 g / ml; 1/20 and 1/40 g / ml for DH and DG, respectively for the extraction of antioxidants. Total phenolic compounds were determined by Folin-Ciocalteu reagent. The total phenolic compounds in the methanolic extracts of dates ranged from 201.5 to 538.9 mg GAE/g dry matter. The flavonoids were evaluated by the method using  $AlCl_3$  aluminum chlorides, the flavonoids content varied between 30.9 and 46.04 mg QE /g dry matter.

**Keywords:** date, DegletNour, Ghars, total phenolic, flavonoids, Antioxidant capacity, extraction optimization.