

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département d'Agronomie



Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Domaine: Science de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences Alimentaire

Spécialité: Sécurité Agroalimentaire et Assurance Qualité

Thème

*Caractérisation physicochimique et évaluation de
l'activité antioxydante et antimicrobienne de l'extrait
aqueux des noyaux de dattes de la variété
« Degla-Baïda »*

Réalisé par: M^{elle} BARA Fatma

Présenté devant le jury

| | | |
|--|--------------------------------|-------|
| Promoteur : Mr DJENANE Djamal | Professeur | UMMTO |
| Co-promotrice : Melle AIT OUAHIOUNE Lidia | Doctorante | UMMTO |
| Président : Mr OUELHADJ Akli. | Maitre de conférences classe A | UMMTO |
| Examinatrice : Mme HELLAL Zohra. | Maitre assistante classe A | UMMTO |

Année Universitaire 2019-2020

Remerciements

En premier lieu, nos profonds remerciements vont au bon Dieu de m'avoir donné la volonté et le courage de réaliser ce travail.

Comme je tiens à remercier :

- *Mon promoteur professeur DJENANE Djamal d'avoir accepté de diriger ce mémoire et assurer mon encadrement, pour votre soutien, votre patience, veuillez trouvez ici l'expression de ma profonde et ma sincère gratitude.*
- *Melle AIT OUAHIOUNE Lidia, Doctorante à l'UMMTO, ma co-promotrice pour votre disponibilité, pour toutes vos remarques et tous vos conseils avisés dont vous m'avez fait tout au long de la réalisation de mon mémoire.*
- *Mr BARIZ Karim, maître assistant à l'UMMTO pour son aide et ses conseils qui m'ont permis la réalisation de ce modeste travail.*
- *Les membres du jury qui me feront l'honneur d'examiner ce modeste travail :*

-Mr OUELHADJ Akli. Maître de conférences classe A à l'UMMTO.

-Mme HELLAL Zohra. Maître assistante classe A à l'UMMTO.

- *Je remercie également les ingénieurs du laboratoire commun I et II du département des Sciences biologiques de l'UMMTO pour leur aide précieuse.*
- *Enfin, je tiens à remercier les enseignants qui m'ont éduqué et formé depuis mes premiers pas à l'école primaire jusqu'à ce jour de soutenance.*

Dédicaces

Je Dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents, qui m'ont donné la vie, qui m'ont éduqué et qui m'ont beaucoup soutenu tout au long de mes études.

A mes frères Hand, Zilas, Chahine et ma sœur Cylia.

A mon très cher mari Hocine qui n'arrête pas de me soutenir.

A ma belle famille.

A mon promoteur professeur DJENANE D.

A ma co-promotrice Melle AIT OUAHIOUNE L.

A toutes mes copines Sylia, Sihame, Massiva, Fatma et Dyhia.

A tous mes amis de la faculté et de la cité universitaire.

A tous ceux qui me sont chers et que je n'ai pas Cité(e)s.

Fatma

Résumé

Les noyaux de dattes sont les déchets de plusieurs industries de transformation des dattes, ils sont jetés ou partiellement incorporés dans l'alimentation animale. Plusieurs recherches ont révélés leurs richesses en différentes substances biochimiques et minérales intéressantes.

A travers cette étude nous avons tenté d'une part d'étudier les caractéristiques physico-chimiques des noyaux de dattes de la variété Degla- Baïda. D'autre part l'évaluation de l'activité antioxydante et antimicrobienne de leur extrait aqueux.

L'étude des caractéristiques physico-chimiques des noyaux de dattes (poudre et extrait aqueux) ont donné des résultats plus au moins similaires aux études précédentes.

L'extrait phénolique est obtenu par une macération sous agitation à T° ambiante pendant 24 h, filtration, centrifugation et concentration en poudre fine par un procédé de lyophilisation. Le rendement d'extraction est de 4.6 ± 0.03 %.

Le dosage des composés phénoliques a été réalisé sur trois groupes : phénols totaux, flavonoïdes et flavonols, les concentrations respectives sont : 229.67 ± 0.302 mg EGA/g de matière sèche, 201.12 ± 0.024 mg EQ/g de matière sèche et 173.03 ± 0.12 mg EQ/g de matière sèche.

L'activité antioxydante a été évaluée en utilisant la méthode de réduction du radical libre DPPH. Le pourcentage de piégeage du DPPH et l'IC 50 sont de 62.85 ± 3.55 % et 185.56 ± 3.55 µg/ml, respectivement.

L'activité antibactérienne a été déterminée sur quatre souches bactériennes selon la méthode de diffusion en puits. L'extrait aqueux testé dans notre étude a réagi positivement contre les souches bactériennes testées, ce qui confirme que les noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda sont doués de propriétés antimicrobiennes.

L'étude statistique par le test ANOVA nous a permis de constater des différences très hautement significatives pour l'activité antioxydante entre l'extrait et les standards utilisés (extrait de noyaux de dattes, acide ascorbique et BHA), de même pour l'activité antimicrobienne de l'extrait de noyaux de dattes et le témoin positif (Gentamycine).

Mot clés : Noyaux de dattes, activité antioxydante, DPPH, activité antimicrobienne, BHA, Gentamycine.

Abstract

Date kernels are the waste of several date processing industries; they are discarded or partially incorporated in animal feed. Several researches have revealed their wealth in various biochemical and mineral substances of interest.

Through this study, we have attempted to study the physicochemical characteristics of date kernels of the Degla-Baïda variety. On the other hand, the evaluation of the antioxidant and antimicrobial activity of their aqueous extract.

The study of the physicochemical characteristics of date kernels (powder and aqueous extract) gave results more or less similar to previous studies.

The phenolic extract is obtained by maceration with stirring at room temperature for 24 h, filtration, centrifugation and concentration of fine powder by a lyophilization process. The extraction yield is $4.6 \pm 0.03\%$.

The determination of the phenolic compounds was carried out on three groups: total phenols, flavonoids and flavonols, the respective concentrations are: 229.67 ± 0.302 mg EGA / g of dry matter, 201.12 ± 0.024 mg EQ / g of dry matter and 173.03 ± 0.12 mg EQ / g of dry matter.

Antioxidant activity was evaluated using the DPPH free radical reduction method. The DPPH sequestration percentage and IC 50 are $62.85 \pm 3.55\%$ and 185.56 ± 3.55 $\mu\text{g} / \text{ml}$, respectively.

The antibacterial activity was determined on four bacterial strains according to the well diffusion method. The aqueous extract tested in our study reacted positively against the bacterial strains tested, confirming that date kernels of the Degla- Baïda variety are endowed with antimicrobial properties.

The statistical study by the ANOVA test allowed us to observe very highly significant differences for the antioxidant activity between the extract and the standards used (extract of date kernels, ascorbic acid and BHA), the same for the activity antimicrobial extract of the dates kernel extract and the positive control (Gentamycin).

Keywords: Date kernels, antioxidant activity, DPPH, antimicrobial activity, BHA, Gentamycin.

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Glossaire

Introduction..... .01

Synthèse bibliographique

Chapitre I : Noyaux de dattes

| | |
|--|----|
| Généralités..... | 03 |
| I.1 Historique..... | 03 |
| I.2.Caractéristiques physico-chimiques des noyaux de dattes..... | 04 |
| I.2.1.Caractéristiques physiques des noyaux de dattes..... | 04 |
| I.2.2.Composition chimique des noyaux de dattes..... | 05 |
| I.2.2.1.Teneur en eau..... | 05 |
| I.2.2.2.Teneur en cendre..... | 06 |
| I.2.2.3.Teneur en matière grasse..... | 06 |
| I.2.2.4.Teneur en fibres..... | 07 |
| I.2.2.5.Composition en élément minéraux..... | 08 |
| I.2.2.6.Composition en matière protéique..... | 08 |
| I.2.2.7.Teneur en sucres..... | 09 |
| I.2.2.8. Teneur en polyphénols..... | 09 |
| I.3.Utilisation des noyaux de dattes (Valorisation)..... | 10 |
| I.3.1.Alimentation du bétail..... | 10 |
| I.3.2.Fabrication du café décaféiné..... | 11 |
| I.3.3.Production du charbonactif..... | 12 |
| I.3.4.Production de la levure (biomasse)..... | 13 |
| I.3.5.Incorporation dans la farine de blé tendre..... | 13 |
| I.3.6.Préparation de crèmes..... | 14 |
| I.3.7.Usages antiseptiques..... | 14 |

I.3.8. Autres utilisations.....14

Chapitre II : Composés phénoliques

II.1 Généralités et définition15

II.2. Structure et classification.....15

II.2.1. Flavonoïdes.....18

II.2.2. Les non-flavonoïdes.....19

II.2.2.1. Les acides phénoliques.....19

II.2.2.2. Les stilbènes21

II.2.2.3. Les lignanes22

II.2.2.4. Les tanins22

II.3. Principales voies de biosynthèse des composés phénoliques.....24

II.4. Extraction des polyphénols.....24

II.5.. Les composés phénoliques dans les noyaux de dattes.....24

II.6. Le mécanisme d'action des polyphénols.....25

II.7 Intérêts et propriétés biologiques des polyphénols.....26

II.7.1 Chez les végétaux26

II.7.2.. Chez l'être humain26

Chapitre III : Activités biologiques des noyaux de dattes

III.1. Activités biologiques des noyaux de dattes28

III.1.1. Activité antioxydante.....28

III.1.2. Activité antibactérienne.....29

III.1.3.. L'activité antivirale.....30

III.1.4. L'activité anti-inflammatoire30

III.1.5. Action cosmétologique31

III.1.6. Activité phagocytaire et anticoagulante.....31

Partie expérimentale

I. Matériel.....32

I.1. Matériel végétal.....32

I.2. Matériels de laboratoire.....33

| | |
|--|----|
| I.3. Souches microbienne utilisées..... | 34 |
| II- Méthodes..... | 35 |
| II-1 Préparation de l'échantillon d'analyse | 35 |
| II.2. Caractérisation physique des noyaux de dattes..... | 35 |
| II.3. Analyses physico-chimiques..... | 35 |
| II.3.1. Analyses physico-chimiques de la poudre de noyaux de dattes..... | 35 |
| II.3.1.1. Détermination de la teneur en eau | 36 |
| II.3.1.2. Détermination de la teneur en cendres | 37 |
| II.3.1.3. Détermination de la teneur en matière grasse (MG) | 37 |
| II.4.2. Analyses physico-chimiques de l'extrait aqueux | 38 |
| II.4.2.1. Extraction des polyphénols..... | 38 |
| II.4.2.2. Détermination du pH (potentiel Hydrogène)..... | 39 |
| II.4.2.3. Mesure du degré Brix (ou l'extrait sec soluble)..... | 40 |
| II.4.2.4. Détermination de l'acidité titrable..... | 41 |
| II.4.2.5. Dosage des sucres (AFNOR, 1986)..... | 41 |
| II.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques | 43 |
| II.5.1. Dosage des phénols totaux | 43 |
| II.5.2. Dosage des flavonoïdes | 43 |
| II.5.3. Dosage des flavonols..... | 44 |
| II.6. Mise en évidence de la présence d'autres métabolites secondaires dans l'extrait..... | 44 |
| II.6.1. Détermination des saponines | 44 |
| II.6.2. Détermination des alcaloïdes | 45 |
| II.6.3. Détermination des terpenoïdes | 45 |
| III. Evaluation de l'activité antioxydante..... | 45 |
| III.1. Détermination du pouvoir antiradicalaire par la méthode au DPPH..... | 45 |
| IV. Activité antibactérienne..... | 46 |
| IV.1. Repiquage des espèces bactériennes | 46 |
| IV.2. Préparation de l'inoculum bactérienne | 46 |
| IV.2.1. Préparation des pré-cultures..... | 46 |
| IV.2.2. Préparation de la suspension bactérienne..... | 47 |
| IV.3. Préparation de solution mère (SM) de l'extrait aqueux des noyaux de dattes..... | 47 |
| IV.4. Réalisation du test | 47 |

| | |
|--|-----------|
| IV.5. Lecture des résultats..... | 48 |
| V. Analyse statistique..... | 48 |
| Résultats et discussion | |
| I. Caractérisation physique des noyaux de dattes..... | 49 |
| II. Caractérisation physico-chimique de la poudre de noyaux de dattes..... | 50 |
| II.1. Teneur en eau (humidité)..... | 51 |
| II.2. Teneur en cendre..... | 51 |
| II.3. Teneur en matière grasse..... | 52 |
| III. Extraction solide-liquide des composés de la poudre des noyaux de dattes..... | 53 |
| III.1. Détermination du taux de rendement..... | 54 |
| IV. Analyses physico-chimiques de l'extrait aqueux des noyaux de dattes..... | 55 |
| IV.1. Analyses physico-chimiques de l'extrait aqueux | 55 |
| IV.1.1. Potentiel hydrogène (pH) | 55 |
| IV.1.2. Degré de Brix (Teneur en solides solubles)..... | 56 |
| IV.1.3. Teneur en acidité titrable..... | 56 |
| IV.1.4. Dosage des sucres..... | 57 |
| IV.1.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques | 59 |
| IV.1.6. Mise en évidence de la présence d'autres métabolites secondaires..... | 63 |
| V. Evaluation de l'activité antioxydante..... | 66 |
| V.6. Activité antibactérienne | 70 |
| Discussion générale..... | 75 |
| Conclusion..... | 78 |
| Références bibliographiques | |
| Annexes | |

Liste des tableaux

| N° | Titre | Page |
|--------------|--|------|
| I | Teneurs en eau de différentes variétés de dattes selon différents auteurs. | 6 |
| II | Teneur en cendre de quelques variétés de noyaux de dattes. | 6 |
| III | Le profil en acides gras de l'huile de ND des différentes variétés | 7 |
| IV | Taux de fibres des quelques variétés selon différents auteurs. | 7 |
| V | Composition en éléments minéraux des noyaux de dattes de différentes variétés. | 8 |
| VI | Composition en matières protéiques (% MS) du noyau de dattes. | 9 |
| VII | Teneur des noyaux de dattes en polyphénols. | 10 |
| VIII | Les principales classes des polyphénols | 17 |
| IX | Principales classes des flavonoïdes avec quelques exemples. | 19 |
| X | Résultats des différents tests d'activité antioxydante selon. | 29 |
| XI | Verreries, produits chimiques et appareillage utilisées | 33 |
| XII | Les souches microbiennes utilisées. | 35 |
| XIII | Caractéristiques morphologiques des noyaux de dattes étudiés. | 49 |
| XIV | Caractéristiques morphologiques des noyaux de trois variétés de dattes | 50 |
| XV | Composition biochimique de la poudre des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda. | 50 |
| XVI | La teneur en eau de quatre variétés de noyaux de dates. | 51 |
| XVII | Pourcentage de la matière grasse dans les noyaux de quatre variétés de dattes et leur mélange. | 53 |
| XVIII | Taux de rendement, couleur et aspect de l'extrait brut des noyaux de dattes. | 54 |
| XIX | Caractéristiques physicochimiques de l'extrait aqueux des noyaux de dattes. | 55 |

Liste des tableaux

| | | |
|---------------|---|----|
| XX | Les valeurs moyennes du pH de quatre variétés de noyaux dattes | 55 |
| XXI | Teneur en acidité titrable de trois échantillons d'extrait aqueux de noyaux de dattes broyés, noyaux torréfiés et le broyat torréfié de la variété Degla-Baïda. | 57 |
| XXII | Teneur en sucre de l'extrait aqueux de noyaux de dattes (g/l). | 57 |
| XXIII | Les teneurs en différentes catégories de sucres de deux variétés de dattes (Allig et DegletNour). | 58 |
| XXIV | Les teneurs en composés phénoliques de l'extrait aqueux des noyaux de dattes. | 59 |
| XXV | Résultats de la mise en évidence de trois métabolites secondaire (Saponines, Alcaloïdes et Terpenoïdes) dans l'extrait aqueux des noyaux de dattes. | 64 |
| XXVI | Pourcentage moyen de trois répétitions de piégeage du radical DPPH. | 67 |
| XXVII | Les IC 50 d'inhibition radicalaire de deux variétés tunisiennes (mg/ml). | 70 |
| XXVIII | L'effet de la Gentamycine sur les différentes souches bactériennes (diamètre de la zone d'inhibition en cm). | 71 |
| XXIX | Activité antibactérienne de l'extrait aqueux des noyaux de dattes (diameter des zones d'inhibition en cm) (n=3). | 71 |
| XXX | Activité antibactérienne des extraits polysaccharidiques des noyaux des dattes en fonction des diamètres d'inhibitions (mm). | 74 |

Liste des figures

| N° | Titre | Page |
|-----------|--|-------------|
| 01 | Morphologie et anatomie du fruit du palmier dattier et de son noyau. | 05 |
| 02 | Incorporation de la poudre des noyaux de dattes dans l'alimentation de bétail. | 11 |
| 03 | L'utilisation des noyaux de dattes pour la fabrication du café décaféiné. | 12 |
| 04 | Charbon actif synthétisé à partir des noyaux de dates. | 13 |
| 05 | Résultats de l'essai de panification par l'incorporation de la poudre de noyaux de dattes à 10% et le pain témoin. | 14 |
| 06 | Structure chimiques d'un polyphénol. | 15 |
| 07 | Classification des polyphénols. | 16 |
| 08 | Structure de base des flavonoïdes. | 18 |
| 09 | Structures des dérivés de l'acide benzoïque. | 20 |
| 10 | Structure de l'acide hydroxycinnamique. | 20 |
| 11 | Structures des principaux acides phénoliques. | 21 |
| 12 | Les structures chimiques du resvératol (A), du ptérostilbène (B) et du 3'hydroxyptérostilbène (C). | 21 |
| 13 | Structure des lignanes. | 22 |
| 14 | Structure des tanins hydrolysables (1-O-galloyl-4,6-hexahydroxydiphenoyl β D-glucose (OG β DG)). | 23 |
| 15 | Structure de tanins condensés. | 23 |
| 16 | Transfère d'électron d'un antioxydant à un agent oxydant. | 26 |
| 17 | Rôles des polyphénols dans la santé humaine. | 27 |
| 18 | Les Fruits et les noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda. | 32 |
| 19 | La poudre de noyaux de dattes après concassage et broyage. | 33 |
| 20 | Schéma du protocole d'extraction des polyphénols. | 36 |

Liste des figures

| | | |
|-----------|---|----|
| 21 | Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire (DPPH°) et un antioxydant (AH). | 45 |
| 22 | Cendres des noyaux de dattes de la variété étudiée. | 52 |
| 23 | Extrait lyophilisé des noyaux de dattes. | 54 |
| 24 | Détermination de la teneur en acidité par virage de couleur vers une couleur rose persistante. | 56 |
| 25 | Représentation graphique des sucres dans l'extrait aqueux de noyaux de dattes. | 58 |
| 26 | Changement de couleur de l'extrait aqueux des ND vers le bleu après l'addition du Folin-Ciocalteu. | 60 |
| 27 | Courbe d'étalonnage de l'acide gallique (dosage des phénols totaux). | 60 |
| 28 | Courbe d'étalonnage de la quercétine (dosage des flavonoïdes). | 62 |
| 29 | Courbe d'étalonnage de la quercétine (dosage des flavonols). | 63 |
| 30 | Formation d'une mousse indiquant la présence de saponines. | 64 |
| 31 | Formation d'un précipité brun-terne indiquant la formation des alcaloïdes. | 65 |
| 32 | Formation d'une couleur brun-rouge indiquant la présence des terpénoïdes. | 66 |
| 33 | Pourcentage de réduction du radical DPPH par l'acide ascorbique, le BHA et l'extrait aqueux de ND. | 67 |
| 34 | Valeurs d'IC 50 de l'extrait de ND et des standards (BHA et l'acide ascorbique). | 68 |
| 35 | Activité antibactérienne de la Gentamycine (témoin positif) et de l'extrait aqueux de ND sur quatre souches bactériennes. | 72 |
| 36 | Représentation graphique des diamètres des zones d'inhibition en (cm) exprimées par l'extrait de ND. | 73 |

Liste des abréviations

AG: Acide Gras.

LABAB: Laboratoire de Biochimie Analytique et Biotechnologie

ANOVA : Analyse de la variance.

ATCC: American Type Culture Collection

ATP : AdénosylTriPhosphates

BHA: Butyl Hydroxyl Anisol.

BHI : BD Brain Heart Infusion

BHT: Butyl Hydroxyl Toluène.

CN: Gentamycine.

ET : Ecart Type.

COX : Cyclo-Oxygénases

DMSO : Diméthylsulfoxyde

DO : Densité Optique.

DPPH : 2,2-Diphényl-1-picrylhydrazine

EAG : Equivalant Acide Gallique.

EQ : Equivalent de Quercétine

ER : Equivalant de Rutine.

IC 50 : Concentration Inhibitrice 50.

MG: Matière Grasse.

MS: Matière sèche.

MH : Mueller-Hinton.

ND : Noyaux de Dattes.

ONAB : Office National des Aliments du Bétail.

SD : Standard Deviation (Ecart Type).

UFL : Unité Fourragère Lait.

Liste des abréviations

Molécules bioactives : Molécule ayant une action biologique, c'est-à-dire que son introduction dans le vivant va entraîner une réaction de celui-ci qui peut être bénéfique ou néfaste.

Biomolécules : Molécule présente naturellement dans un organisme vivant et qui participe à son métabolisme et à son entretien, par exemple les glucides, les lipides, les protéines, l'eau et les acides nucléiques, etc. Les molécules de grande taille peuvent être appelées macromolécules.

Oxydation : Combinaison d'un corps avec l'oxygène donnant un oxyde, c'est une réaction dans laquelle un atome ou un ion perd des électrons.

Un antioxydant : Agent qui empêche ou ralentit l'oxydation en neutralisant des radicaux libres.

Activité antibactérienne : Activité d'une molécule ou composé présent au sein d'une végétale qui a de très faible concentration inhibe le développement d'une bactérie ou la tue. La sensibilité d'une bactérie à un antibactérien varie selon la nature de l'antibactérien.

Radical libre: Espèce caractérisée par une instabilité et /ou un pouvoir oxydant fort, il se différencie par la présence d'un électron non apparié sur la couche électronique la plus externe.

L'auto-oxydation : Désigne une oxydation qui s'effectue avec la présence d'oxygène atmosphérique à température basse.

Stress oxydatif : Résultat d'un déséquilibre de la balance entre les espèces oxydantes et les systèmes de défense (antioxydants) avec comme conséquence l'apparition de dégâts souvent irréversibles pour la cellule.

Agents antiviraux : Molécule perturbant le cycle de réplication d'un ou de plusieurs virus, permettant ainsi de ralentir mais rarement d'arrêter une infection virale.

Inflammation : Réponse de l'organisme à une agression dont l'origine est physique ou exogène par des éléments solides ou liée à des éléments endogènes tels que des composés issus de la réaction immunitaire.

Macération : Opération qui consiste à laisser la poudre du matériel végétal en contact prolongé avec un solvant pour extraire les principes actifs. C'est une extraction qui se fait à température ambiante.

Lyophilisation : Technique de déshydratation à basse température et à basse pression qui consiste à éliminer la majeure partie du solvant contenu dans un produit par une sublimation qui est le passage d'un état solide à l'état vapeur (gazeux) sans passer par l'état liquide.

Introduction

Les nombreuses activités biologiques des molécules bioactives issues des végétaux expliquent l'intérêt particulier qu'elles suscitent dans de nombreux domaines qu'ils soient sanitaires, agroalimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques (**OUJEDI et al., 2019**).

Le regain d'intérêt en thérapeutique pour ces biomolécules est en rapport avec le fait que celles-ci présentent des effets secondaires limités voire inexistantes. Contrairement aux molécules d'origine synthétique, qui sont connues pour leurs effets secondaires indésirables pouvant être graves, avec des occurrences de plus en plus fréquentes. Par ailleurs, les médications basées sur ces molécules se heurtent de plus en plus à des échecs thérapeutiques (**MOUDACHE, 2016**).

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est la plus importante culture des zones arides et semi-arides. Il est directement ou indirectement source de vie par la production des dattes et par les divers usages de ses sous-produits au profit des oasisiens et de leurs cheptels (**SEDRA et al., 2003**).

En Algérie les cultivars de dattes sont nombreux et sont estimés à plus de 900. Ces ressources génétiques sont très mal exploitées à l'exception de Deglet-Nour et à degré moindre : Ghars, Degla-Baïda et Mech-Degla qui présentent une importance économique majeure (**BOUSSENA et KHALI 2016**).

La datte fait l'objet d'un commerce intérieur important, surtout la variété Deglet-Nour. Les autres variétés même si elles ne sont pas largement commercialisées sur les marchés, peuvent être transformées en divers produits alimentaires tel que: les farines de dattes, le sirop de dattes et le jus de dattes, etc. (**CHAIRA, 2016**).

Les sous-produits du palmier dattier (feuilles, tronc, noyaux, pédicelles, etc.) ont diverses utilisations dans les régions sahariennes en particulier les noyaux de dattes qui sont jetés ou partiellement incorporés dans l'alimentation animale. Leur valorisation dans l'alimentation humaine reste très faiblement explorée en dehors de quelques applications traditionnelles. Ils renferment des composants extractibles à valeur ajoutée élevée. Ils sont aussi riches en protéines, fibres alimentaires, composés phénoliques, etc. (**KHALI et al., 2015**).

Plusieurs travaux de recherches sont consacrés à la valorisation des noyaux de dattes sous différentes formes telles qu'en médecine traditionnelle, fabrication du charbon actif et le café décaféiné, etc. ils ont révélés leur richesse en différentes substances biochimiques et

minérales de valeur (fibres diététiques, cendre, protéines, polyphénols et matière grasse, etc.) (EL NEMR et *al.*, 2007).

Le présent travail porte en premier lieu sur une recherche bibliographique décrivant les notions essentielles à la compréhension de notre travail à savoir les composés phénoliques en général, les caractéristiques physico-chimiques et les différentes activités biologiques des noyaux de dattes. La deuxième partie est consacrée à une étude expérimentale qui porte sur la caractérisation physico-chimique des noyaux de dattes et de leur poudre ainsi que l'extrait aqueux et l'évaluation l'activité antioxydante et antimicrobienne de ce dernier.

synthèse

bibliographique

Généralités

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) joue un rôle économique, social et écologique très important pour les populations des régions arides et semi-arides. Il est directement ou indirectement source de vie par la production des dattes et par les divers usages de ses sous-produits au profit des oasis et de leurs cheptels (**KHALI et al., 2015**).

Les noyaux de dattes sont considérés comme un sous-produit issu de plusieurs procédés de transformation des dattes (dattes dénoyautés, pâte de dattes, sirop de dattes, jus de dattes, etc.), leur valorisation est envisagée mais reste très faible. Ils sont généralement jetés ou bien destinés à l'alimentation animale (**KEMASSI et al., 2016**).

I.1. Historique

Les origines de la domestication et l'histoire de la diffusion du dattier cultivé demeurent incertaines malgré l'importance économique et socio-culturelle de cette espèce (**IVORRA et al., 2013**).

Le dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est exploité puis cultivé depuis plusieurs millénaires au Moyen-Orient et dans le Nord de l'Afrique (**HOPF et al., 2012**).

L'Espagne est l'unique pays européen producteur de dattes principalement dans la célèbre palmeraie d'Elche. Aux Etats-Unis d'Amérique, le palmier dattier fût introduit au XVIIIème siècle. Sa culture n'a débutée réellement que vers les années 1900 avec l'importation des variétés Irakiennes. Le palmier dattier est également cultivé à plus faible échelle au Mexique, en Argentine et en Australie (**HAROUN et KHESRANI, 2016**).

Par contre, la propagation du palmier dattier au pays du Maghreb s'est effectuée en suivant plusieurs voies : par les navigateurs arabes remplaçant le commerce caravanier à travers le Sahara, et l'introduction des noyaux de dattes par les esclaves par la sélection paysanne dans les anciennes transactions commerciales où les dattes étaient utilisées comme monnaie (**ABSI, 2013**).

En Algérie, dans un passé lointain (début du XX^e siècle), la culture du palmier dattier était une culture de subsistance mais diversifiée et basée sur l'économie de l'eau grâce au système des foggaras. Il n'en demeure pas moins que 4 500 000 palmiers étaient exploités. Puis durant la période coloniale, les superficies augmentent (6 700 000 palmiers), les techniques culturales s'améliorent et les cultures sous-jacentes en particulier d'arbres fruitiers sont introduites. La variété Deglet-Nour devient la datte de table et d'exportation (**Anonyme 1, 2010**).

Les exportations de la variété Deglet-Nour vers le Nord et d'autres variétés vers les pays d'Afrique reprennent mais la recherche reste limitée à quelques équipes éparpillées, et l'usage des sous-produits du palmier dattier et de la datte ne s'est pas développé. Les premières actions pour la mise en place d'un réseau national de recherche sur le palmier dattier ne se sont pas concrétisées (**BENKHALIFA et al., 2010**).

I.2. Caractéristiques physico-chimiques des noyaux de dattes

I.2.1. Caractéristiques physiques des noyaux de dattes

Le noyau est entouré d'un endocarpe parcheminé, il est de forme allongée, plus au moins volumineux, lisse ou pourvu de protubérances latérales en arêtes ou ailettes, avec un sillon ventral, l'embryon est dorsal, sa consistance est dure et cornée (Figure N°01) (**DAMMAK et al., 2007**).

Selon **ARDIKANI et al. (2010)**, le noyau de datte représente 10 % du fruit en générale (il est de 9 % pour la variété Degla-Baïda). D'après **SAYAH et OULD EL HADJ, (2010)** dans une étude comparative des dattes de la cuvette de Ouargla, ils ont constaté que le noyau de datte de la variété Degla-Baïda est de forme ovoïde, d'une couleur beige et représente 18.88 % de la datte complète.

Les caractéristiques physique des noyaux de dattes diffèrent d'une variété à une autre et d'une région à une autre (**TAOUDA et al., 2014**).

La figure N°01 ci-dessous représente la morphologie et l'anatomie du fruit du palmier dattier et de son noyau.

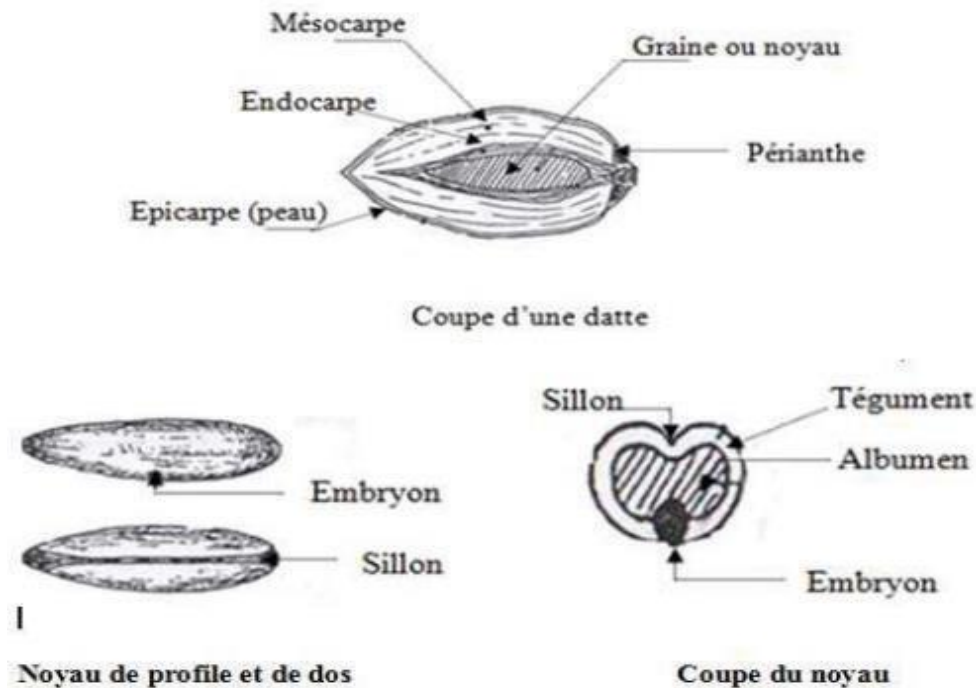


Figure N° 01 : Morphologie et anatomie du fruit du palmier dattier et de son noyau (MUNIER, 1973).

Il y'a pas mal d'auteurs qui ont étudiés les caractéristiques physiques (longueur, largeur et poids) des noyaux des dattes En effet, dans leurs travaux, ils rapportent des résultats plus au moins différents qui varient de 1.725 à 2.598 cm pour la longueur, 0.546 à 1.078 cm pour la largeur et 0.54 à 1.59 g pour le poids. Cette variabilité des résultats est due à la différence dans les régions de récolte et les variétés des noyaux de dattes (RETIMA, 2015 ; DJOUAB, 2016)

I.2.2. Composition chimique des noyaux de dattes

I.2.2.1. Teneur en eau

La teneur en eau des noyaux de dattes permet d'estimer le taux d'humidité. Ce critère a été rapporté dans les travaux de plusieurs auteurs. Le tableau I illustre les résultats constatés pour les différentes variétés de noyaux de dattes.

Tableau I : Teneurs en eau de différentes variétés de dattes selon quelques auteurs.

| Variété | Teneurs en eau (%) | Auteurs |
|-------------|--------------------|-------------------------|
| Mech-Deglet | 6,37 ± 0,04 % | (KAANIN et HARFI, 2012) |
| Mech-Deglet | 7,87 ± 0,03 % | (LECHEB, 2010) |
| Ghars | 12,42 % | (KHALI et al., 2015) |
| Deglet Nour | 8,08 % | |
| Degla-Baïda | 6,37 ± 0,04 % | |

I.2.2.2. Teneur en cendre

La teneur en cendres dans les noyaux des dattes est faible, elle varie entre 0,89 et 1.16 % de la matière sèche (BESBES et al., 2004) .

La teneur en cendres de quelques variétés de dattes est illustrée dans le tableau II ci-après.

Tableau II : Teneur en cendre de quelques variétés de noyaux de dattes.

| Variétés | Cendres (% de MS) | Auteurs |
|--|------------------------------|--------------------------|
| Tunisienne Allige Deglet-Nour | 1.10 ± 0.005 1.17 ± 0.056 | (CHAIRA et al., 2007) |
| Egyptienne | 2.9 | (EL-SHAZLY et al., 2009) |
| Omanienne | 0.98 | (RAHMAN et al., 2007) |

I.2.2.3. Teneur en matière grasse

Selon BOUDECHICHE et al., (2009), les noyaux de dattes sont très riches en matièregrasse.

BOUSSENA et KHALI, (2016) ont rapportés dans leurs études que le taux de la matière grasse des noyaux de datte varie de 6.02 % à 12.7 % pour les différentes variétés,

Le profil en acides gras de la matière grasse des noyaux de dattes révèle la présence de 13 acides gras avec la prédominance de l'acide oléique avec de 40.51 à 45.74% (AL JUHAIMI et al., 2014).

Le tableau III illustre les différents acides gras de l'huile de noyaux de dattes des différentes variétés.

Tableau III : le profil en acides gras de l'huile de ND des différentes variétés
(BOUSSENA et KHALI, 2016).

| Acides gras | Variétés | | | | |
|------------------|-------------|-------------|------------|---------|---------|
| | Deglet-Nour | Degla-Baïda | Mech-Degla | Hamraya | Mélange |
| Acide caproïque | 0,29 | 0,28 | 0,44 | 0,10 | 0,77 |
| Acide caprylique | 0,35 | 0,27 | 0,48 | 0,13 | 1,18 |
| Acide laurique | 17,31 | 12,77 | 23,59 | 7,14 | 29,37 |
| Acide myristique | 8,88 | 6,65 | 12,16 | 3,59 | 13,10 |
| Acide palmitique | 10,61 | 10,52 | 11,42 | 10,31 | 11,12 |
| Acide stéarique | 3,14 | 2,83 | 3,64 | 2,24 | 3,38 |
| Acide oléique | 41,61 | 40,89 | 41,59 | 36,17 | 35,50 |
| Acide linoléique | 15,99 | 23,45 | 6,65 | 36,86 | 5,53 |
| AGS | 40,58 | 33,32 | 51,75 | 23,51 | 58,95 |
| AGI | 57,60 | 64,34 | 48,24 | 73,03 | 41,04 |

AGS : Acides gras saturés. AGI : Acides gras insaturés.

Mélange : 50% Deglet-Nour, 20% Degla-Baïda, 20% Mech-Degla et 10% Hamraya.

I.2.2.4. Teneur en fibres

Selon les résultats des analyses d'AL FRASI *et al.* (2007), Le contenu des noyaux en fibres est plus important que celui des autres parties du fruit.

Les valeurs rapportées par les différents auteurs sont plus au moins différentes selon les différentes variétés. Les valeurs sont exprimées dans le tableau IV suivant :

Tableau IV : Taux de fibres des quelques variétés selon différents auteurs.

| Variété | Teneurs en fibres (%) MS | Auteurs |
|-------------|--------------------------|---------------------------------|
| Mabsili | 79.84±1.85 % MS | (AL FRASI <i>et al.</i> , 2007) |
| Deglet-Nour | 13,54 % MS | (KHALI <i>et al.</i> , 2015) |
| Degla-Baïda | 16,27 ± 1,39 % MS | |
| Ghars | 14,78 ± 0,60 % MS | |
| Khalas | 72.70±0.01% MS | (PLATAT <i>et al.</i> , 2014) |
| Jabri | 73.47±0.42 % MS | |
| Lulu | 70.05±0.03% MS | |

I.2.2.5. Composition en éléments minéraux

L'analyse des éléments minéraux révélée par **CHAIRA et al. (2007)** montre que le potassium est l'élément le plus abondant dans le noyau de dattes suivi par le phosphore, le magnésium puis le calcium.

Le tableau V résume les compositions en éléments minéraux des noyaux des dattes de différentes variétés

Tableau V : Composition en éléments minéraux des noyaux de dattes de différentes variétés.

| Eléments minéraux | Variétés tunisiennes (CHAIRA et al., 2007) | Variétés tunisiennes (BESBES et al., 2004) | Variétés omanienne (RAHMANE et al., 2007) |
|-------------------|--|--|---|
| -Potassium (K) | 0,23 – 0,28% (MS) | 229 – 293** | 165.00 mg/kg |
| -Calcium (Ca) | 0,026 – 0,034% (MS) | 28,9 – 38,8** | 2540.96mg/kg |
| Sodium (Na) | 9,57 – 10,37* | 10,4 – 10,25** | 191.76 mg/kg |
| -Fer(Fe) | 1,76 – 1,88* | 2,3 – 2,21** | 21.33 mg/kg |
| -Cuivre(Cu) | 1,04 – 1,12* | - | 5.33 mg/kg |
| -Magnesium (Mg) | 0,048 % (MS) | 51,7 – 58,4** | 789.48 mg/kg |
| -Manganese (Mn) | 0,27 – 0,35* | - | 6.19 mg/kg |
| -Zinc (Zn) | 1,17 – 1,36* | - | 1.53 mg/kg |
| -Phosphore (P) | 0,058 – 0,07% (MS) | 68,3 – 83,6** | 1300mg/kg |
| -Plomb(Pb) | - | - | <0.05mg/kg |
| -Cadmium (Cd) | - | - | <0.05mg/kg |
| -Chromium (Cr) | - | - | <0.05mg/kg |

*mg 100.g-1 de MS ; ** mg / 100g.

I.2.2.6. Composition en matière protéique

Plusieurs auteurs ont déterminé la composition en protéine du noyau de dattes de différentes variétés. Les données moyennes (tableau VI) des analyses montrent que les noyaux de dattes sont riches en protéines qui représentent une bio-substance de valeur **ALDHAHERI et al., (2004)**. Le tableau ci-dessous représente la composition en matière protéique :

Tableau VI : Composition en matières protéique (% MS) du noyau de dattes.

| Variété | Taux de protéines | Auteurs |
|-------------|-------------------|---------------------------------|
| Deglet-Nour | 8,59 ± 0,68 % MS | (KHALI <i>et al.</i> , 2015) |
| Degla-Baïda | 6,61 ± 0,17 % MS | |
| Ghars | 6,51 ± 0,11 % MS | |
| Hamraya | 6,72 ± 0,29 % MS | |
| Omeniennes | 5,40 % MS | (AL-FARSI <i>et al.</i> , 2007) |

I.2.2.7. Teneur en sucres

Les noyaux des dattes comportent des sucres réducteurs et non réducteurs. De nombreuses études ont mis en valeur le contenu glucidique des coproduits de dattes (RAHMAN *et al.*, 2007).

La teneur en sucres totaux ainsi que la proportion en sucres réducteurs et le saccharose du noyau de dattes varie selon les variétés (BENNAMIA et MESSAOUDI, 2006) dans les limites de 4.4 à 4.6 % pour les sucres totaux et 2.2 % pour les sucres réducteurs (CHAIRA *et al.*, 2007).

La teneur en mannose, glucose, allose, galactose, arabinose, xylose, rhamnose et en fructose du noyau de dattes sont de 20.9 g, 2.01 g, 1.96 g, 0.35 g, 0.99 g, 0.48 g, 0.03g, et 0.01 respectivement (ALDHAHERI *et al.*, 2004).

I.2.2.8. Teneur en polyphénols

L'étude de la composition du noyau de dattes en polyphénols a attiré l'intérêt de beaucoup d'auteurs (HABIB et IBRAHIM, 2011).

Le tableau VII résume les différents teneurs en polyphénols selon les différents auteurs.

Le tableau VII : teneur des noyaux de dattes en polyphénols.

| Variétés | Teneur en polyphénols | Auteurs |
|---------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| Tunisienne | De 215 à 526 mg / kg de MS. | (BESBES <i>et al.</i> , 2004) |
| Algérienne Deglet-Nour | 3,94g EAG/100g Matière sèche | (AIT MOUHOUB et OUBOUZID, 2017) |
| Algérienne Mech-Deglet | 0.1174 mg EGA/g de matière sèche | (ANNOUN et BILEK, 2013) |

I.3. Utilisation des noyaux de dattes (Valorisation)

D'après **BOUDEBZA et OUCHTATI, (2018)** les noyaux de dattes constituent une biomasse locale, disponible et ses potentialités d'utilisation sont immenses et peuvent intéresser les différents secteurs de l'activité humaine telle que les industries agro-alimentaire, cosmétique et pharmaceutique.

I.3.1. Alimentation du bétail

Les noyaux de dattes qui sont des sous-produits du palmier dattier peuvent être utilisés comme aliment de bétail (bovin, mouton, chameaux, et les volailles) (**AL-FARSI et LEE, 2008**).

Selon **BOUDECHICHE, (2010)** dans son étude sur la valeur alimentaire de ces sous-produits chez le bétail. Il a démontré qu'il existe une grande efficacité dans l'alimentation de ces animaux avec ces sous-produits.

La poudre des noyaux de dattes est additionnée à l'alimentation de bétail pour augmenter le taux de croissance chez les animaux, elle a une action qui contribue à une augmentation des œstrogènes et /ou testostérones dans le plasma (**JASSIM et NAJI, 2007**).

La farine des noyaux de dattes peut être incorporée avec un taux de 10% dans l'alimentation des poulets sans influencer négativement leurs performances (**RAHMAN et al., 2007**). L'incorporation de la poudre des noyaux de dattes dans l'alimentation du bétail est illustrée dans la figure N°02 ci-après.



Figure N°02 : Incorporation de la poudre des noyaux de dattes dans l'alimentation de bétail (BOUDECHICHE, 2010).

I3.2. Fabrication du café décaféiné

Un succédané du café extrait des noyaux de dattes torréfiés avec une odeur beaucoup plus agréable que le café traditionnel, c'est un café moins fort plus doux et son goût dépend de la variété des noyaux des dattes (Anonyme 2, 2019).

D'après GHNIMI *et al.* (2015), l'absence de caféine et les niveaux élevés de composés phénoliques dans les extraits de noyaux de dattes peuvent être un puissant facteur de motivation pour les personnes qui veulent profiter de la saveur caractéristique du café sans augmenter leur apport quotidien en caféine, ainsi que l'évaluation sensorielle a révélé que les extraits de noyaux de dattes sont acceptables et de qualité légèrement inférieure à celle du café arabe.

Selon RAHMAN *et al.* (2007) les arabes traitaient les noyaux de dattes comme les grains de café pour préparer une boisson très proche du café.



Figure N°03 : L'utilisation des noyaux de dattes pour la fabrication du café décaféiné
(Anonyme 3, 2016).

I33. Production du charbon actif

Les déchets agricoles ligno-cellulosiques (substances organiques et inorganiques) contenant des valeurs élevées en carbone (BANAT *et al.*, 2003).

Ils sont considérés comme une bonne source de production du charbon actif (HAIMOUR et EMEISH, 2006). D'après MOUNI *et al.* (2010) les résultats obtenus montrent que la carbonisation des noyaux de dattes peuvent conduire à l'obtention de charbon actif qui pourrait avoir des applications diverses : purification des gaz, élimination des phénols, traitement des eaux polluées et dans la pharmacologie (BOUCHELTA *et al.*, 2008). Ainsi que le charbon actif produit par les noyaux de dattes a une capacité d'adsorption élevée qui permet d'éliminer le Chrome (Cr) toxique de différentes solutions due à sa caractéristique physico-chimique (EL NEMER *et al.*, 2007).

BOUCHEMAL *et al.* (2011) a démontré que la valorisation des noyaux de dattes du Sud algérien en charbon actif a donné des résultats comparables à ceux fabriqués industriellement donc il peut être utilisé dans le traitement des eaux usées.



Figure N° 04: Charbon actif synthétisé à partir des noyaux de dattes (**Anonyme 4, 2016**).

I3.4. Production de la levure (biomasse)

L'utilisation du moût des dattes Tafezouine dans la production d'une levure alimentaire (*Saccharomyces cerevisiae*) et l'optimisation de cette production par l'addition de minéraux provenant des cendres des noyaux de dattes été l'objectif d'une étude menée par **KEMASSI et al. (2016)**. Toutefois le meilleur résultat est enregistré pour le moût enrichi avec les cendres à raison de 0.6 g/l. La valorisation des noyaux de dattes par des procédés biotechnologiques en utilisant ces cendres comme substituant aux éléments minéraux synthétiques est par conséquent envisageable pour la production de levures alimentaires.

I3.5. Incorporation dans la farine de blé tendre

D'après **KHALI et al. (2015)**, par son essai de valorisation des noyaux de dattes par incorporation dans la farine de blé tendre commercial, les noyaux de quatre variétés de dattes algériennes (Deglet-Nour, Degla-Baïda, Ghars et Hamraya) séchés et broyés en un mélange très fin sont incorporés dans une farine de blé aux taux de 5%, 10%, 15% et 20%. Les pains fabriqués aux taux d'incorporation précédents sont tous dans l'ensemble acceptables en termes de saveur et de couleur, particulièrement le pain à 10% (**FigureN°05**).



Figure N°05 : Résultats de l'essai de panification par l'incorporation de la poudre de noyaux de dattes à 10% et le pain témoin (KHALI *et al.*, 2015).

I3.6. Préparation de crèmes

Les noyaux de dattes entrent dans le domaine cosmétique dans la préparation des crèmes. Ces crèmes apportent beaucoup de bénéfices (l'effet anti-ride, protection de Derme, etc.) (LECHEB, 2010).

I3.7. Usages antiseptiques

Selon AL-QARAWI *et al.* (2005), les extraits des noyaux de dattes ont l'aptitude de reconstituer les fonctions normales des foies empoisonnés. Ils les protègent également contre l'hépatotoxicité (JASSIM et NAJI, 2010).

I3.8. Autres utilisations

Les noyaux sont un sous-produit intéressant de dattes. En effet, il est possible de fabriquer de ces derniers de l'acide citrique et des protéines à l'aide des microorganismes suivants : *Candida lipolytica*, *Aspergillus oryzae* et *Candida utilis* (JASSIM et NAJI, 2007).

II.1. Généralités et définition

Les composés phénoliques sont des molécules du métabolisme secondaire spécifiques du règne végétal, produits à côté des métabolites primaires classiques (glucides, protides, lipides et acides nucléiques). Cette appellation générique désigne un vaste ensemble de substances aux structures variées qu'il est difficile de définir simplement (MACHEIX *et al.*, 2005).

Les composés phénoliques ou polyphénols constituent une famille de molécules organiques caractérisées comme leur nom l'indique par la présence de plusieurs groupements phénols associés en structures plus ou moins complexes généralement de haut poids moléculaire (Figure N°06). Les polyphénols prennent une importance croissante, notamment à cause de leurs effets bénéfiques sur la santé (CHIRA *et al.*, 2008).



Figure N°06 : Structure chimiques d'un polyphénol (CHIRA *et al.*, 2008).

HARDMAN (2014), affirme que les plantes produisent diverses formes de polyphénols, dont plusieurs contiennent des propriétés antioxydantes.

II.2. Structure et classification

Structurellement, les polyphénols ont tous un ou plusieurs noyaux aromatiques avec différents éléments structuraux. Ce qui permet leur classification en sous-groupes. La figure N°07 ci-après illustre les différents sous-groupes de polyphénols.

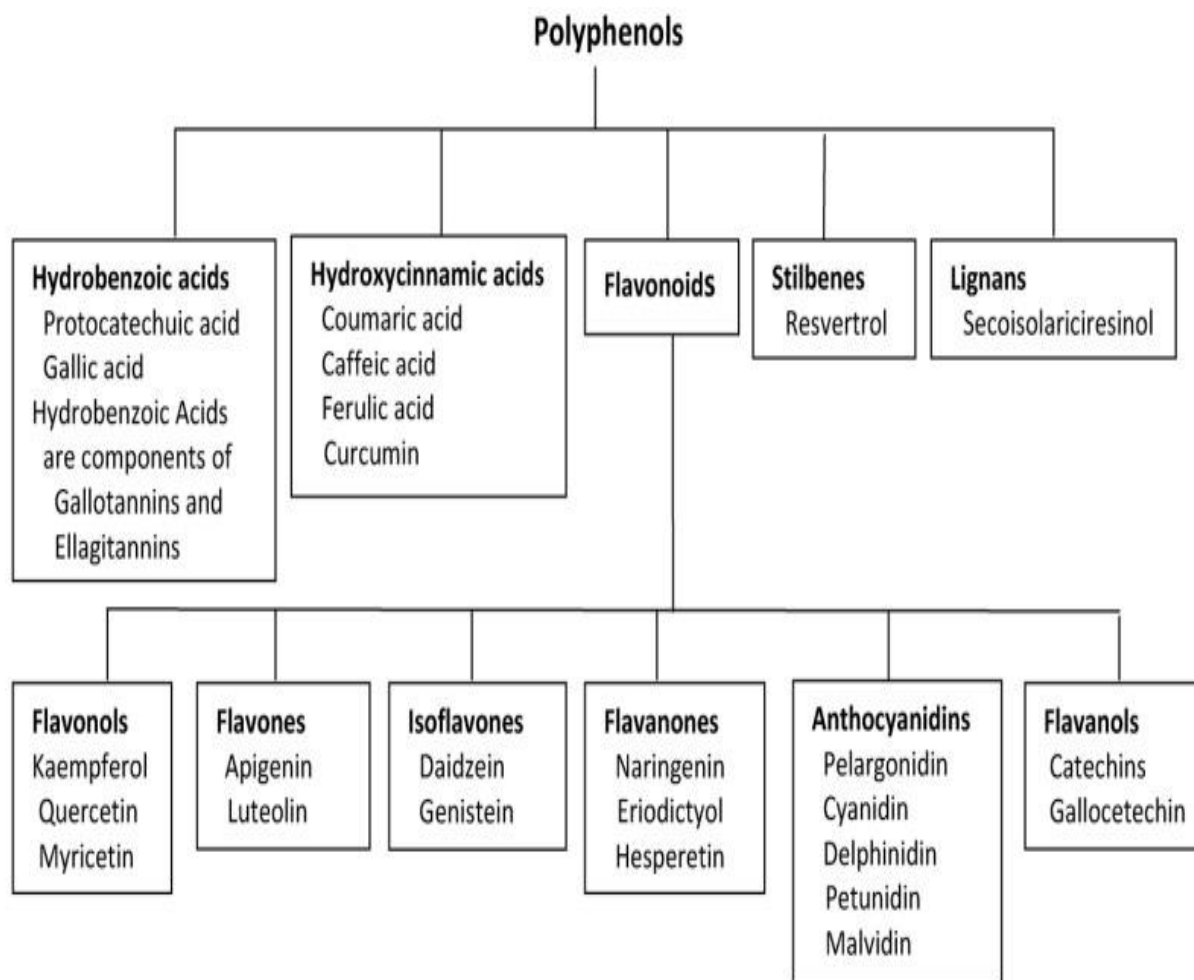

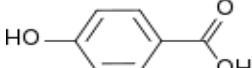
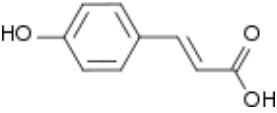
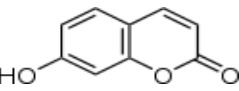
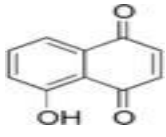
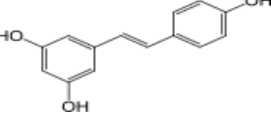
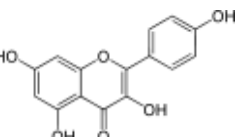
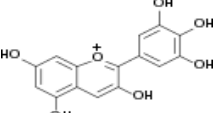
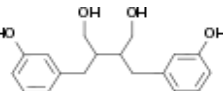
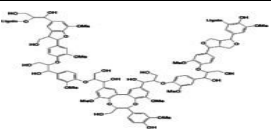
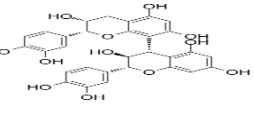


Figure N°07 : Classification des polyphénols. (HARDMAN, 2014).

Ces composés phénoliques peuvent être classés par le nombre et l'arrangement des atomes de carbone les composant, en fonction de la nature de leur squelette carboné et en fonction de la longueur de la chaîne aliphatique liée au noyau benzénique. Ces composés sont capables de se conjuguer à des oses ou à des acides organiques, de ce fait, on peut les retrouver très souvent présents sous ces formes. Les composés phénoliques peuvent être répartis en deux grands groupes : les flavonoïdes et les non-flavonoïdes (CHIRA *et al.*, 2008).

Le tableau VIII regroupe les principales classes de polyphénols (MANACH, 2004 ; MACHEIX, 2005)

Tableau VIII : les principales classes des polyphénols (MANACH 2004 ; MACHEIX 2005).

| Squelette carboné | Classe | Exemple | Formule | Origine |
|-------------------------|----------------------------|--------------------------|--|------------------------|
| C6 | Phénols simples | Hydroquinone |  | Busserole |
| C6-C1 | Acides hydroxybenzoïques | acide p-hydroxybenzoïque |  | Epices, fraises |
| C6-C3 | Acides hydroxy-Cinnamiques | acide p-coumarique |  | Tomates, ail |
| | Coumarines | Ombelliférone |  | Carottes, coriandre |
| C6-C4 | Juglone | Naphtoquinone |  | Noix |
| C6-C2-C6 | Stilbénoides | trans-resvératrol |  | Raisins |
| C6-C3-C6 | Flavonoïdes | Kæmpférol |  | Fraises |
| | Anthocyanes | Delphinidol |  | Raisin |
| (C6-C3) ₂ | Lignanes | Entérodiol |  | Bactéries intestinales |
| (C6-C3) _n | Lignines | |  | Bois, fruits à noyaux |
| (C6-C3-C6) _n | Tanins condensés | Procyanidol |  | Raisins, kaki |

II.2.1. Flavonoïdes

Occupant une place prépondérante dans le groupe des phénols, les flavonoïdes sont responsables de la pigmentation de différentes parties de la plante (ABEDINI, 2013). Différentes sous-classes d'origine biosynthétique commune composent cette famille, celles-ci partagent un même squelette de base à quinze atomes de carbones « 2-phényl-1-benzopyrane ». Ce dernier est constitué de deux unités aromatiques (deux cycles en C6, A et B), reliés par un cycle pyranique central (C) en C3 (figure N°08) (NKHILI, 2009).

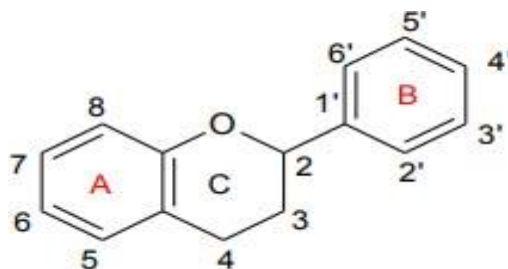
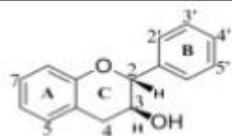
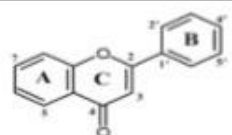
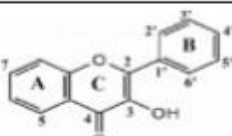
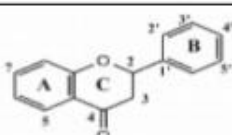
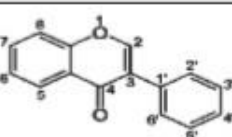
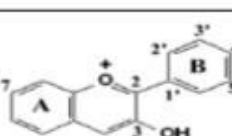


Figure N°08 : Structure de base des flavonoïdes (ABEDINI, 2013).

Ainsi, nous retrouvons pour les flavonoïdes 6 sous-classes réparties en fonction du nombre, de la nature des substituants (groupements hydroxyles, méthoxyle, etc.), mais aussi de la position de la liaison entre le noyau B et l'hétérocycle C (position 2 ou 3) (AKROUM, 2011).

Le tableau IX ci-dessous illustre les principales classes des flavonoïdes avec quelques exemples.

Tableau IX : Principales classes des flavonoïdes avec quelques exemples (ARUOMA et al., 2003).

| Classe des Flavonoïdes | Structure générale | Exemple de composés | Substituant |
|------------------------|---|---------------------|-----------------------------|
| Flavanols |  | Catéchine | 5, 7, 3', 4'-OH |
| | | Epigallocatechine | 5, 7, 3', 4', 5'-OH |
| Flavones |  | Apigénine | 5, 7, 4'-OH |
| | | Lutéoline | 5, 7, 3', 4'-OH |
| Flavonols |  | Kaempférol | 5, 7, 4'-OH |
| | | Quercétine | 5, 7, 3', 4'-OH |
| Flavanones |  | Hespéritine | 5, 7, 3'-OH, 4'-OCH3 |
| | | Naringine | 5, 4'-OH, 7-RHG |
| Isoflavones |  | Biochanin A | 5, 7-OH, 4'-OCH3 |
| | | Génistéine | 5, 7, 4'-OH |
| Anthocyanidine |  | Apigénidine | 5, 7, 4'-OH |
| | | Malvidine | 3, 5, 7, 4'-OH, 3', 5'-OCH3 |

II.2.2. Les non-flavonoïdes

Les principaux non-flavonoïdes d'importance alimentaire sont les acides phénoliques, les acides hydroxycinnamiques et les stilbènes (CHIRA et al., 2008).

II.2.2.1. Les acides phénoliques

Le terme acide-phénolique peut s'appliquer à tous les composés organiques possédant au moins une fonction carboxylique et une autre hydroxylique (ABEDINI, 2013). Nous distinguons deux sous-groupes :

- Les acides hydroxybenzoïques.
- Les acides hydroxycinnamiques.

a. Les acides hydroxybenzoïques

Ce sont des dérivés de l'acide benzoïque et ont une structure de base en C6-C3. Ils peuvent se retrouver sous forme libre ou combinée, à l'état d'esters ou d'hétérosides. Ces composés sont abondants dans les fruits et légumes, leurs principaux représentants sont l'acide salicylique et l'acide gallique (figure N°09) (HOSSEINI *et al.*, 2016).

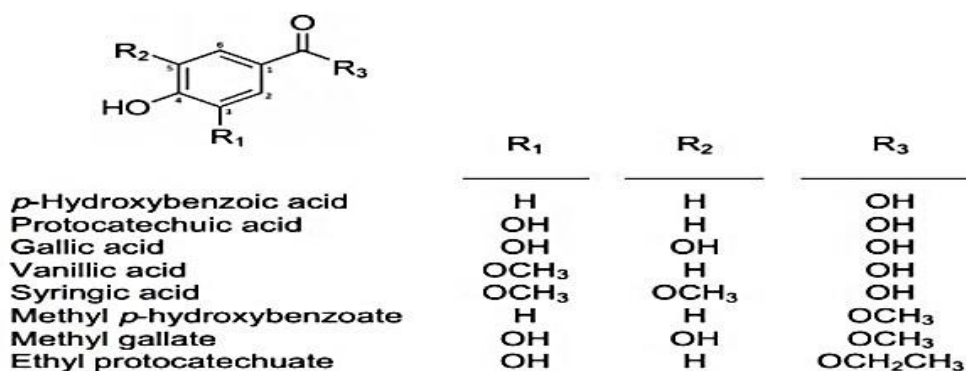


Figure N°09 : Structures des dérivés de l'acide benzoïque (FARHOOSH *et al.*, 2016).

b. Les acides hydroxycinnamiques

Ces composés se trouvent en abondance dans les feuilles de thé, les graines de café et le vin rouge. Ils sont souvent estérifiés et peuvent être combinés à des sucres (O-acylglucosides) (HOSSEINI *et al.*, 2016).

L'acide Hydrocinnamique possède plusieurs activités thérapeutiques dont l'activité anti-inflammatoire, antioxydante et cardioprotectrice (ALAM *et al.*, 2016).

L'acide caféique est le principal représentant de cette famille (DAI *et MUMPER*, 2010) (figure N°10).

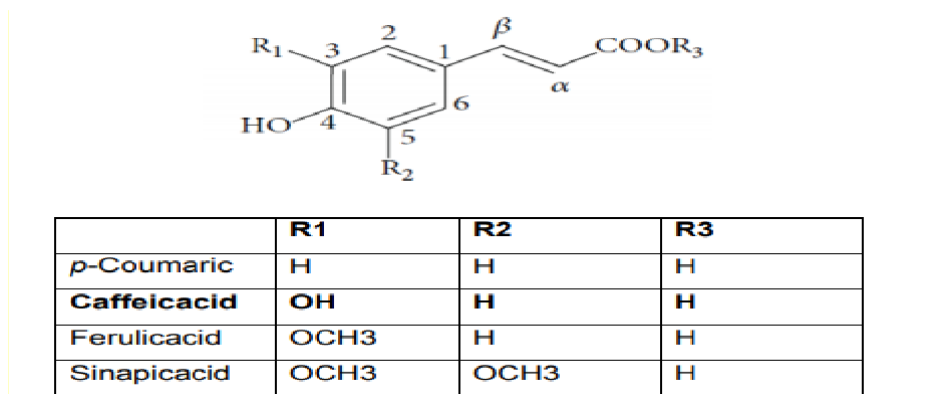
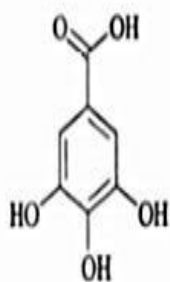


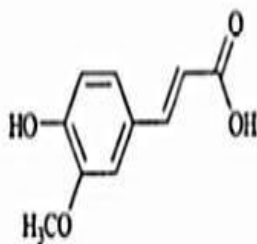
Figure N°10 : Structure de l'acide hydroxycinnamique (TEIXEIRA *et al.*, 2013).

Hydroxybenzoic acid

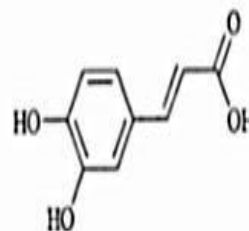


Gallic acid

Hydroxycinnamic Acid



Ferulic acid



Caffeic acid

Figure N°11: Structures des principaux acides phénoliques (DAI et MUMPER, 2010).

II.2.2.2. Les stilbènes

Les stilbènes font partie d'un groupe très vaste de polyphénols, celui des dérivés de l'acide cinnamique (phénylpropanoïdes) (LERAY, 2010).

Ces composés sont produits par les plantes en réponse aux attaques bactériennes, fongiques ou virales (CROZIER, 2007).

Les membres de cette famille ont un squelette de base en C6-C2-C6 et leurs principaux représentants sont : le resvératrol, le ptérostilbène et le piceatannol (figure N°12).

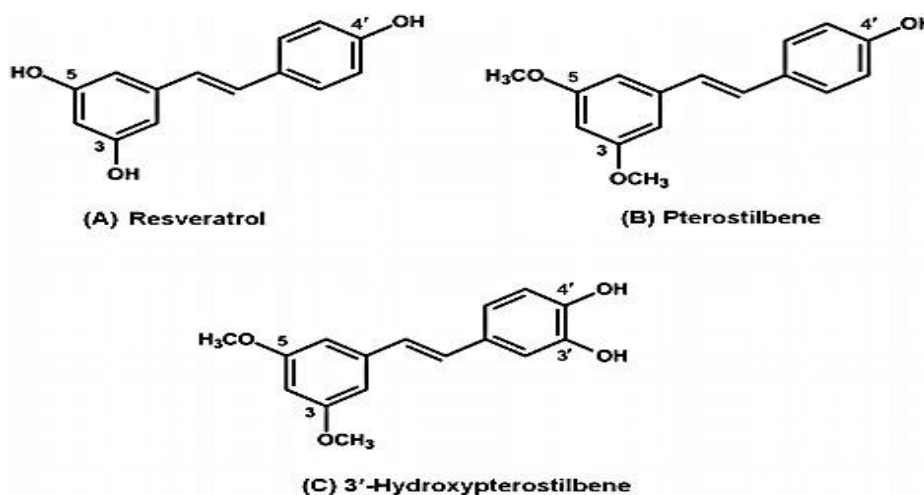


Figure N°12: Les structures chimiques du resvératrol (A), du ptérostilbène (B) et du 3'-hydroxyptérostilbène (C) (TSAI et al., 2017).

II.2.2.3. Les lignanes

Ces polymères sont un large groupe de produits naturels dérivés de la condensation de deux sous-unités C6-C3. Ces composés de haut poids moléculaire contribuent à former avec la cellulose et les dérivés hémi-cellulosiques la paroi des cellules végétales.

Les lignanes et leurs dérivés synthétiques suscitent de plus en plus d'intérêts en raison de leurs nombreuses activités biologiques, ce qui explique leur utilisation en médecine traditionnelle (CASARIN *et al.*, 2014).

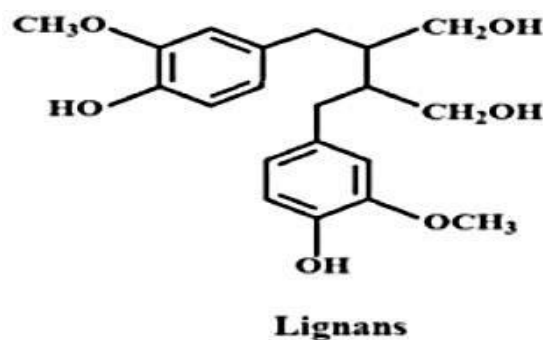


Figure N°13: Structure des lignanes (CASARIN *et al.*, 2014).

II.2.2.4. Les tanins

Cette classe désigne un groupe de substances phénoliques très répandues dans le règne végétal (CHEYNIER, 2005), possédant au moins deux sous-unités phénoliques (KING *et* YOUNG, 1999).

Ce sont des molécules fortement hydroxylées ayant en commun la propriété de se complexer aux protéines et donc de les précipiter, ce qui explique leur capacité à tanner la peau (MACHEIX *et al.*, 2005). En outre, les tanins s'associent à d'autres polymères organiques tels que les glucides, les acides nucléiques, les stéroïdes et les alcaloïdes pour former avec eux des complexes stables (HASLAM, 1998).

Les tanins sont classés en deux groupes :

➤ **Les tanins hydrolysables**

Il s'agit d'oligo- ou de poly-esters de sucre, souvent le glucose avec des molécules d'acide-phénols. Ils seront alors classés selon la nature de l'acide-phénol en question : les tanins galliques seront dérivés de l'acide gallique alors que les tanins éllagiques seront dérivés de l'acide hexadroxypnéique. (DESMIER, 2016).

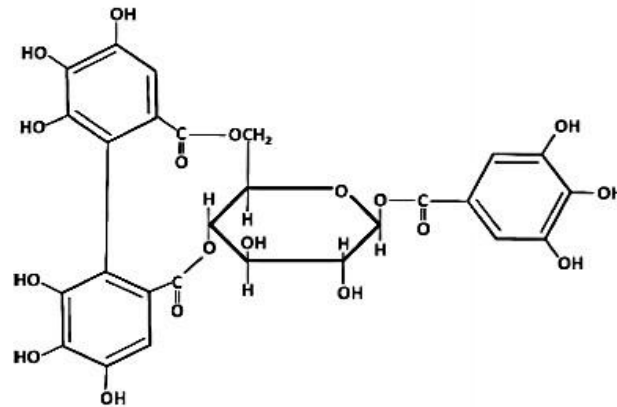
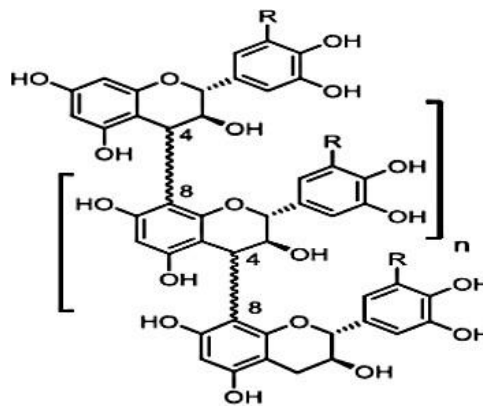


Figure N°14 : Structure des tanins hydrolysables (1-O-galloyl-4,6-hexahydroxydiphenoyl- β -D-glucose (OG β DG) (ARBENZ *et al.*, 2015).

➤ Les tanins condensés

Ce sont des polymères flavaniques constitués d'unités flavan-3-ols. Ces molécules vont être liées entre elles par des liaisons C-C (type B) ou C-O (type A). Selon la définition, les homo-polymères sont des tanins condensés présentant uniquement des flavan-3-ols alors que les hétéro-polymères présenteront des monomères de classes différentes (DESMIER, 2016).



Condensed tannins:

R = H: procyanidins

R = OH: prodelphinidins

Figure N°15: Structure de tanins condensés (ROPIAK *et al.*, 2017).

II.3. Principales voies de biosynthèse des composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des produits du métabolisme secondaire des plantes. Ils sont synthétisés à partir de deux voies biosynthétiques qui d'après **VISIOLI et al. (2000)** sont:

a) La voie de l'acide shikimique, qui conduit des oses aux amino-acides aromatiques (phénylalanine et tyrosine), puis par désamination de ces derniers aux acides cinnamiques et à leurs dérivés.

b) La voie de l'acide acétique, qui conduit à des poly- β -cétoesters de longueur variable, qui engendrent par cyclisation ou condensation, des composés souvent polycycliques : les flavonoïdes et les tannins condensés.

II.4. Extraction des polyphénols

Les solvants d'extraction jouent un rôle capital en assurant le transfert de phase du produit à extraire. Au départ, la matière première (solide végétal ou liquide de fermentation) qui est un mélange hétérogène est soumise au contact d'un solvant (liquide le plus souvent) afin d'obtenir un extrait primaire complexe utilisable directement. C'est le cas des extraits fluides et des teintures pharmaceutiques.

Les composés phénoliques à extraire sont le plus souvent combinés à d'autres substances (protéines, polysaccharides, terpènes, chlorophylle, lipides, composés inorganiques, etc.). C'est pourquoi un solvant ne sera pas nécessairement choisi en fonction de la grande solubilité du composé à extraire (**HEMINGWAY et LAKS, 2012**).

II.5. Les composés phénoliques dans les noyaux de dattes

La valeur nutritionnelle des noyaux de dattes est principalement liée à une teneur élevée en polyphénols (**HABIB et IBRAHIM, 2011**).

Selon **PLATAT et al. (2014)**, la nature et l'intensité des effets des polyphénols sont susceptibles de varier selon le type chimique du composé phénolique. En effet, les flavan-3-ols, y compris la catéchine et l'épicatéchine qui sont les polyphénols les plus abondants détectés dans l'extrait des graines de dattes de la variété Khalas, ont des effets bénéfiques les plus élevés sur la santé. En raison de leur teneur élevée en polyphénols et de leur valeur nutritive, les graines de dattes représentent un agent fonctionnel potentiel dans l'industrie alimentaire, cosmétique et pharmaceutique (**MASAKI, 2010**).

L'étude de la composition du noyau de dattes en polyphénols a attiré l'intérêt de beaucoup d'auteurs (**DAMMAK et al., 2007** ; **KHANA VI et al., 2010**).

Selon **LECHEB (2008)**, 22,89% des polyphénols dans les noyaux de la variété Mechdegla. De même, **ARDEKANI, (2010)** a étudié 14 variétés iraniennes et a montré des teneurs allant de 4,34% jusqu'à 33,97%. **AL FARSI et al. (2007)**, ont signalé que les phénols totaux pour trois variétés de noyaux de dattes omaniennes (Mabseeli, Um-sellah et Shahal) variaient de 31,0 à 44,3 mg GAE/g par échantillon, il a montré également la présence de différents types d'acides phénoliques à savoir : l'acide gallique, l'acide caféique, l'acide vanillique...etc.

Parmi les composés phénoliques qu'on trouve dans les noyaux de dattes les flavonoïdes, d'après **PLATAT et al. (2014)** la teneur en ces composés dans 18 variétés de noyaux de dattes varie de 5 995 mg ER/100g de graines à 2 673 mg ER/100g de graines.

Dans une autre étude, 2015 µg d'acide gallique par gramme de contenu phénolique ont été directement extraits des graines d'une variété de fruits dattiers (**AMANY et al., 2012**).

En effet, les noyaux de dattes sont riches en polyphénols, soit dans leur extrait aqueux ou huileux. Des études ont été effectuées sur la composition phénolique de l'huile de noyaux de dattes telles que le travail d'**ABDUL AFIQ et al. (2013)** sur deux types d'huile de noyaux de dattes, à savoir l'huile de graines de la variété Deglet-Nour et l'huile de graines de la variété d'Allig. Le nombre total de composés phénoliques détectés dans les deux huiles était différent. L'hydroxytyrosol, l'acide proto-catéchoïque, le tyrosol, l'acide gallique, l'acide caféique, le p-Coumaric et l'oleuropéine ont été identifiés dans l'huile de graines Deglet-Nour. Les mêmes composés phénoliques ont également été détectés dans l'huile de graines d'Allig mais à des niveaux différents avec en plus de l'acide 3,4-dihydroxyphénylacétique détecté dans cette huile. La meilleure stabilité oxydative de l'huile de graines de Deglet-Nour par rapport à l'huile d'Allig était due à la quantité élevée de phénols totaux (**BESBES et al., 2004**).

II.6. Le mécanisme d'action des polyphénols

Cette catégorie est largement retrouvée dans les végétaux et très diversifiée. Les phénols réagissent rapidement avec les radicaux libres, notamment les peroxydes en donnant un radical phénoxy incapable de propager la réaction radicalaire. De plus, les polyphénols circulants sont majoritairement des formes conjuguées avec des sucres, ce qui laisse supposer que ce sont les métabolites conjugués des polyphénols qui sont biologiquement actifs (**GUILLOUTY, 2016**).

Selon **EL GHARRAS (2009)**, les effets bénéfiques des polyphénols sont bien sauvent, attribués à leur activité antioxydante, notamment à leur capacité à piéger les radicaux

libres. Cette capacité est principalement liée au nombre et à l'accessibilité des groupements Hydroxyles.

Les polyphénols antioxydant ont la capacité de donner un atome d'hydrogène au radical libre, donnant lieu à la formation d'une espèce oxydée plus stable et moins disponible pour promouvoir une auto-oxydation (**figure N°16**) (SHAHIDI et AMBIGAI ALAN, 2015).

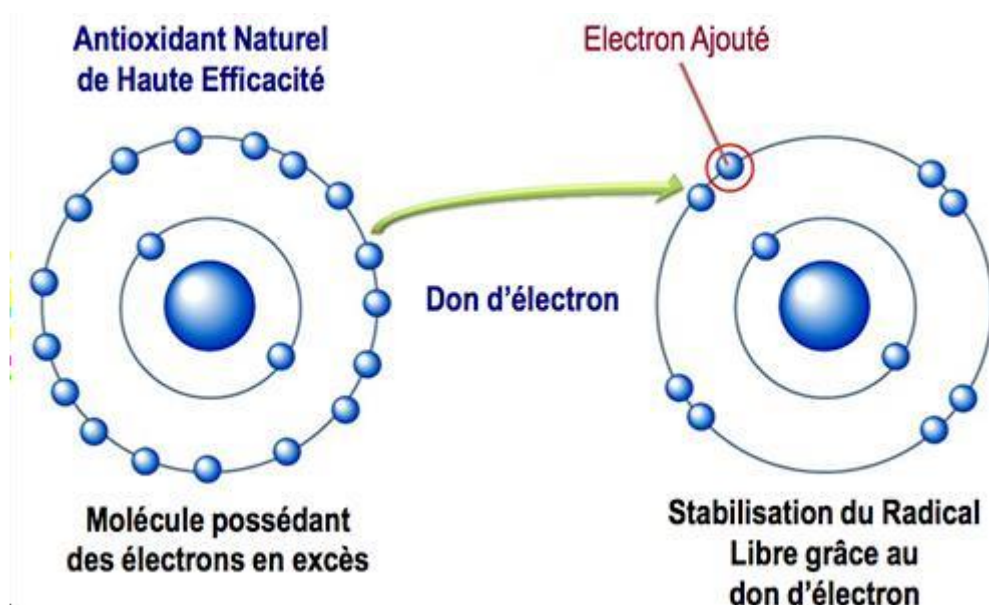


Figure N°16 : Transfère d'électron d'un antioxydant à un agent oxydant (Anonyme 5, 2012).

II.7. Intérêts et propriétés biologiques des polyphénols

II.7.1. Chez les végétaux

Les polyphénols sont des pigments responsables des teintes des différentes parties de la plante (EDEAS, 2007). Ils jouent un rôle important dans son interaction avec son environnement, en particulier contre les radiations UV (ultraviolet), le stress oxydatif et dans la défense et la résistance des plantes vis-à-vis des agents pathogènes (CLERIVET et al., 2013).

II.7.2. Chez l'être humain

La consommation d'aliments riches en polyphénols réduit le développement de nombreuses pathologies (cancer, athérosclérose, maladies cardiovasculaires et hypertension, etc.). Cela peut s'expliquer par la capacité de ces composés à modifier de nombreux facteurs impliqués dans la genèse de ces maladies. Ainsi, ils modulent l'activité de nombreuses protéines intracellulaires (les protéines kinases, les phospholipases,

l'adénylatecyclase, les ATPases (AdénosylTriPhosphates), les cyclo-oxygénases (COX), le cytochrome P450), ce qui est à l'origine de nombreuses activités biologiques des plantes médicinales (MARTIN et ANDRIANTSITOHAINA, 2002).

La figure N°17 ci-dessous résume les principales activités biologiques des polyphénols.

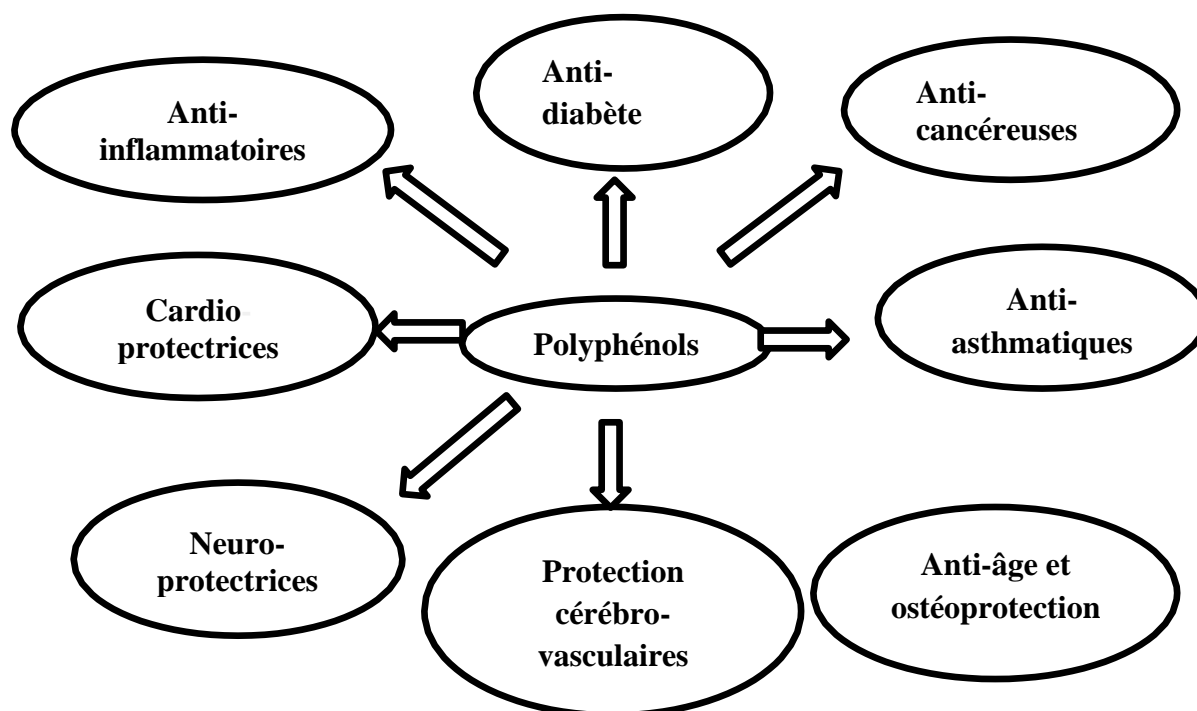


Figure N°17 : Rôles des polyphénols dans la santé humaine (GANESAN et XU et al., 2017).

En effet, les composés phénoliques des noyaux de dattes, principalement l'acide phénolique et les flavonoïdes sont susceptibles d'avoir une efficacité antioxydante, anticancérigène, antimicrobienne, anti-mutagène, anti-inflammatoire ainsi que la réduction des maladies cardiovasculaires chez l'être humain (AL-FARSI et LEE, 2008).

Plusieurs travaux de recherches sont consacrés à la valorisation des noyaux de dattes sous différentes formes telles qu'en médecine traditionnelle. D'après les résultats des études antérieures réalisées sur des extraits de noyaux de dattes, ces derniers présentent des caractéristiques bénéfiques qui sont due à leur richesse en substances a propriétés biologiques.

III. Activités biologiques des noyaux de dattes

III.1. Activité antioxydante

Les molécules antioxydantes sont de plus en plus considérées comme étant à l'origine des propriétés bénéfiques des aliments d'origine végétale. En effet, la recherche des dernières années sur les antioxydants naturels a démontré que les principales sources d'antioxydants comme les sous-produits du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pourraient participer activement à prévenir certaines maladies cardiovasculaires et neurodégénératives et plusieurs types de cancers.

L'utilisation des antioxydants synthétiques comme le butylhydroxyanisole (BHA) et le butylhydroxytoluène (BHT) devient de plus en plus limitée. L'alternatif antioxydant s'avère donc prometteur dans le cadre de la recherche des nouvelles voies de valorisation de dattes. D'autre part, la transformation des produits végétaux a toujours eu pour objectif de prolonger la durée de consommation de ces aliments au-delà de sa saison et de profiter ainsi toute l'année de ses qualités nutritionnelles. Ce qui fait l'objet de l'étude de valorisation des sous-produits du palmier dattier tels que les noyaux dattes (CHAIRA et al., 2009).

Selon THOURI et al. (2017), ces déchets qui sont les noyaux de dattes pourraient être utilisés comme matrice biologique et comme source de composés antioxydants naturels qui sont considérés comme un défi pour la santé des pays pauvres.

ANNOUN et BILEK (2013), ont constaté un pourcentage d'inhibition radicalaire DPPH de 49.12 % pour l'extrait aqueux de noyaux de dattes de la variété Mech-Degla d'origine du Sud-est Algérien (Biskra). PLATAT et al. (2014), dans son travaille sur 18 variétés de noyaux de dattes (Variétés d'Emirat Arabe Unis) a estimé l'activité antioxydante des noyaux de dattes par le test d'inhibition du radical DPPH, le pouvoir réducteur férrique (FRAP), test d'inhibition du radical superoxyde (O_2^-) et la capacité antioxydante totale (TAC) dont il a constaté une activité très intéressante. Ainsi, il rajoute que les résultats de cette étude suggèrent que les graines de dattes pourraient être un candidat potentiel prometteur pour de futures applications pharmaceutiques ou aliments fonctionnels afin de prévenir et de

traiter les maladies et d'améliorer la santé générale, en fonction de leurs caractéristiques nutritionnelles et antioxydantes.

Les résultats des différents tests utilisés par **PLATAT et al. (2014)**, sont illustrés dans le tableau X suivant :

Tableau X : Résultats des différents tests d'activité antioxydante selon **PLATAT et al. (2014)**.

| Tests | DPPH | FRAP | TAC | O_2^- |
|---------|----------------|---|-----------------|----------------|
| valeurs | 29.44 à 53.70% | 62555 à 222569 $\mu\text{mol FE}/100\text{g}$ | 0.012 à 0.102nm | 35.27 à 56.39% |

De plus, **AIT MOUHOUB et OUBOUZID (2017)**, ont trouvé des activités plus intéressantes pour les noyaux d'une variété de dattes provenant du Sud-est Algérien (région de Touggourt).

D'après **BOUSSENA et KHALI (2016)**, dans leur étude sur la composition chimique de l'huile des noyaux de dattes ont montré que l'utilisation potentielle de cette huile est à envisager dans les applications alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques, grâce à son effet antioxydant.

III.2. Activité antibactérienne

Dans une étude faite par **CELIK et al. (2014)** sur onze microorganismes montre que l'activité antimicrobienne des extraits de noyaux de dattes par la mesure du diamètre des zones d'inhibition présente un large spectre antimicrobien et exercent un effet antimicrobien un peu plus fort contre les bactéries Gram positif que contre les bactéries Gram négatif à une concentration de 10 mg/ml.

RETIMA (2015) a démontré dans une étude sur les extraits méthanoliques de trois variétés de noyaux de dattes algériennes à savoir Deglet-Nour, Degla-Baïda et Ghars que l'espèce *Escherichia coli* été sensible pour tous les extraits.

De plus **GHANIA (2015)** a démontré l'activité antibactérienne des extraits polysaccharidiques des noyaux de dattes de la variété Ghars vis-à-vis les souches *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*.

III.3. L'activité antivirale

Les noyaux de dattes agissent comme des agents antiviraux contre divers virus humains pathogènes. Ils peuvent être utiles dans le traitement et la prévention de nombreux types d'infections virales. La recherche a montré que les extraits de dattes montrent une forte capacité à prévenir l'ineffectivité du phage *Pseudomonas* ATCC 14209-B1 et à prévenir complètement la lyse bactérienne (AL-FARSI *et al.*, 2007)

Dans une étude qui visait principalement à évaluer l'efficacité antivirale d'un extrait d'acétone des noyaux du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) contre le phage *Pseudomonas* ATCC 14209-B1 (connu pour être relativement résistant à la désinfection).

SABAH *et al.* (2010), ont trouvé que l'extrait de 100 mg/ml de l'extrait de noyaux de dattes inhibe fortement l'ineffectivité de *Pseudomonas* phage ATCC 14209-B1 à *Pseudomonas aeruginosa*. L'inhibition de l'ineffectivité des phages peut être attribuable au(x) composant(s) bioactif(s) thermolabile(s) de l'extrait des noyaux de dattes qui se fixent à la surface des phages ou la modifient. Les composants bioactifs, à savoir les protéines et certains dérivés decomposés polyphénoliques tels que les polysaccharides, les lignanes et les bioflavonoïdes sont présents en quantités raisonnables dans les graines des dattes (MUTLAK *et ALYWI*, 1987 ; BARREVELD, 2007), qui agissent principalement en se liant à la couche protéique et arrêtent ainsi l'absorption du virus (JASSIM *et NAJI*, 2003).

Toutefois, d'autres études sont nécessaires pour étudier l'effet direct des protéines des noyaux de dattes et des composés polyphénoliques sur la liaison des phages aux cellules hôtes et pour déterminer si l'acide nucléique a été endommagé dans la capsid de phage (SABAH *et al.*, 2010).

Selon JASSIM, (2005), les extraits des noyaux de dattes pourraient jouer un rôle dans la thérapie combinée ou même en tant que nouvelle classe de thérapie phytochimique anti-VIH pour le développement de médicaments " inhibiteurs de fusion et d'attachement " semblables à l'Enfuvirtide (T-20) dans lequel l'inhibition ou le blocage de la pénétration du VIH dans les cellules CD4 constituent des médicaments importants pour le traitement du SIDA.

III.4. L'activité anti-inflammatoire

Plusieurs rapports se sont concentrés sur l'activité anti-inflammatoire des fruits de dattier tels que les travaux de KEHILI *et al.*(2016). Cependant, peu de travaux de recherches ont montré l'inhibition inflammatoire des autres parties du *Phoenix dactylifera* L. Bien que,

les noyaux de dattes été utilisés dans la médecine populaire comme remède et appliqués aux blessures, aux lésions, à l'inflammation, comme nous le savons, il n'y a que les études de (ARZI *et al.*, 2014), qui ont prouvé l'effet anti-inflammatoire de l'extrait méthanoliques des noyaux de dattes sur l'arthrite adjuvante chez le rat comme modèle d'inflammation chronique et d'infection à Carrageenan-Induced chez le rat mâle de HindPaw respectivement(THOURI *et al.*, 2014).

III.5. Action cosmétologique

L'extrait du noyau de datte abaisserait clairement et rapidement les rides du visage (CHAIRA *et al.*, 2007).

III.6. Activité phagocytaire et anticoagulante

Parmi aussi les activités biologiques des noyaux de dattes l'activité phagocytaire et anticoagulante ; qui ont été démontrées par GAHNIA, (2015) dans son travail sur les extraits polysaccharidique des noyaux de dattes de la variété Ghars.

Partie

experimentale

Notre travail a été réalisé au niveau des laboratoires communs I et II d'analyses physico-chimiques et le laboratoire de microbiologie appliquée LABAB de l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, durant la période allant du mois de Mars au mois de Mai de l'année 2019.

Ce travail a pour objectif la caractérisation physico-chimique des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda ainsi que de leur poudre et de son extrait aqueux et l'évaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne de ce dernier.

I- Matériel

I.1. Matériel végétal

Le matériel végétal étudié dans ce travail est les noyaux de dattes qui proviennent de la variété Degla-Baïda récupérés comme déchet industriel après dénoyautage de la société MEHIRI DATTES sise à Tolga (Biskra) en décembre 2018. Le choix de cette variété se justifie par son abondance au niveau national.

L'échantillonnage a été réalisé au niveau de la même région à savoir Tolga (Biskra), Notre échantillon global est constitué de plusieurs lots de 10 Kg du fruit de datte entier de la variété Degla-Baïda. A partir de cet échantillon global soigneusement mélangé, des quantités de 2 kg ont été prélevés au hasard en différents endroits, afin de déterminer notre échantillon d'analyse.



Figure N° 18 : Les Fruits et les noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda.

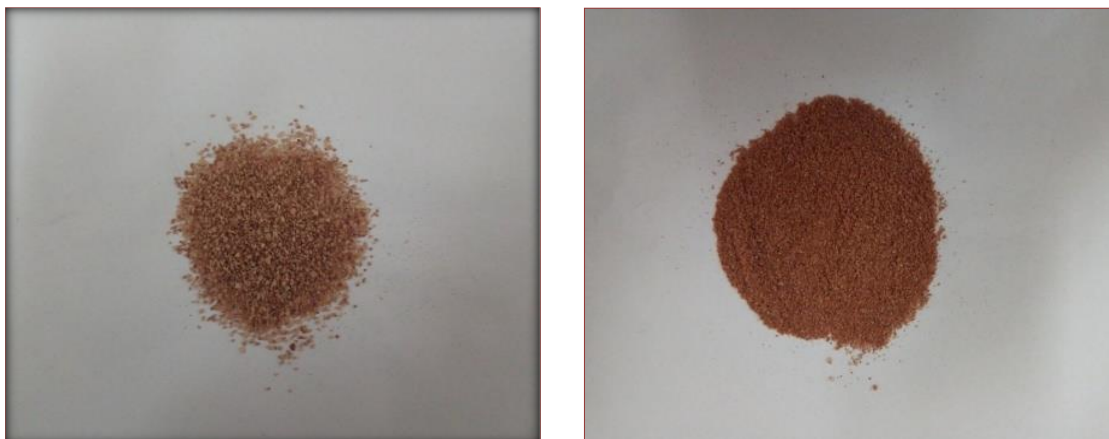


Figure N°19: La poudre de noyaux de dattes après concassage et broyage.

I.2. Matériels de laboratoire

Tableau XI : Verreries, produits chimiques et appareillage utilisées.

| Verreries et produits chimiques | |
|--|---|
| <u>Verreries</u> | Béchers Erlenmeyers Entonnoir Fiole-Jaugée Tubes à essais Verre de montre Burettes Eprouvette. |
| <u>Produits chimiques</u> <u>Solvants</u> | Méthanol Ethanol Acétone Eau distillée Diméthylsulfoxyde (DMSO) |
| <u>Réactifs</u> | Chlorure d'Hydrogène (HCL) Acide gallique Acide ascorbique Carbonate de sodium Na ₂ CO ₃ Acétate de potassium CH ₃ COOK Folin-Ciocalteu DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazine) Quercetine Phénolphtaléine |

| | |
|----------------------------|--|
| Milieux de culture | Trichlorure d'aluminium($AlCl_3$) Ferricyanide de potassium BD Brain Heart Infusion (BHI) Agar (gélose pour infusion cœur-cervele) Gélose Mueller-Hinton(MH) |
| <u>Appareillage</u> | pH-mètre (INLAB) Agitateur magnétique (DENVER INSTRUMENT) ; Spectrophotomètre (SHIMADZU, Japon) Centrifugeuse (HETTICHUNIVERSAL/K2S) -Balance de précision (KERN 770.Allemagne) Réfractomètre (ANTON PAAR) Four à moufle (NABERTHERM) -Plaque chauffante (VELP) -Etuve (BINDER) Réfrigérateur (ENIEM) Autoclave (WEBECO. Allemagne) Four pasteur : BINDER. Allemagne. |

I.3. Souches microbienne utilisées

Les souches bactériennes utilisées (tableau XII) sont des espèces Gram négatif et Gram positif, pathogènes et responsables d'infections graves chez l'homme et dont la plupart sont résistantes aux antibiotiques. Elles sont actives à 37 °C par repiquage sur milieu gélosé Muller-Hinton (MH).

Les quatre souches bactériennes (*Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli* et *Klebsiella pneumoniae*) utilisées sont des souches de référence (American Type Culture Collection ATCC). Elles sont fournies par le laboratoire de microbiologie de l'hôpital de Sour El Ghozlane et de l'hôpital universitaire de Bab El Oued « Lamine DEBAGHINE ».

Tableau XII : Les souches microbiennes utilisées.

| Souches bactériennes testées | Famille | Gram positif/ ou négatif | Référence |
|-------------------------------|--------------------|--------------------------|------------|
| <i>Staphylococcus aureus</i> | Microcaceae | Positif | ATCC 25923 |
| <i>Pseudomonas aeruginosa</i> | Pseudomonaceae | Négatif | ATCC 27853 |
| <i>Escherichia coli</i> | Enterobacteriaceae | Négatif | ATCC 25922 |
| <i>Klebsiella pneumoniae</i> | Enterobacteriaceae | Négatif | ATCC 4352 |

L'antibiotique témoin : C'est la Gentamycine (CN) utilisé comme contrôle positif (récupéré du laboratoire de microbiologie appliquée LABAB).

II- Méthodes

II-1 Préparation de l'échantillon d'analyse

Les noyaux obtenus après dénoyautage sont lavés, séchés à 30 C° dans une étuve pendant 20 h, puis concasser à l'aide d'un mortier, ensuite ils sont broyés en fine poudre avec un broyeur électrique , puis conservés au réfrigérateur à + 4 °C jusqu'à l'analyse.

Une partie de l'échantillon (noyaux de dattes) est préparée pour la caractérisation physique.

II.2. Caractérisation physique des noyaux de dattes

Les caractéristiques physiques sont déterminées sur les noyaux de dattes (30 noyaux) qui sont prélevés au hasard de l'échantillon d'analyse, sur lesquels nous avons déterminé : les dimensions des noyaux (longueur et largeur) à l'aide d'un pied à coulisse avec une précision de $\pm 0,01$ cm, ainsi que leurs poids à l'aide d'une balance analytique de précision de $\pm 0,001$ g.

II.3. Analyses physico-chimiques

II.3.1. Analyses physico-chimiques de la poudre de noyaux de dattes

La poudre de noyaux de dattes conservée à + 4 °C est soumise aux analyses suivantes :

- Détermination de la teneur en eau ;
- Détermination de la teneur en cendres ;
- Détermination de la teneur en matière grasse.

II.3.1.1. Détermination de la teneur en eau

La teneur en eau des noyaux de dattes est déterminée selon la méthode normalisée **NA/1132/1990** en concordance avec la **NF.707**. Le test d'humidité est réalisé dans le but d'estimer la teneur en eau des noyaux de dattes (**AFNOR, 1982**).

L'humidité est un facteur qui favorise l'hydrolyse des AG au cours du stockage et qui donne naissance à des acides gras libres et au glycérol, donc la détermination du taux d'humidité sert à évaluer les risques d'altération de l'échantillon par hydrolyse.

- **Principe**

La teneur en eau est déterminée sur une partie aliquote de 1g d'échantillon broyé étalé dans une capsule en porcelaine, puis séché dans une étuve réglée à une température de 103 ± 2 °C jusqu'à obtention d'un poids constant.

- **Mode opératoire**

- Sécher des capsules vides à l'étuve durant 15 minutes à 103 ± 2 °C ;
- Tarer les capsules après refroidissement dans un dessiccateur ;
- Peser dans chaque capsule 1 g d'échantillon préalablement broyé, et les placer dans l'étuve réglée à 103 ± 2 °C pendant 3 heures ;
- Retirer les capsules de l'étuve, puis les mettre dans un dessiccateur et les faire peser après refroidissement.

L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant (en réduisant la durée de séchage à 30 minutes) pour éviter la caramélisation.

- La teneur en eau est calculée par l'équation suivante :

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

Soit: **M1**: poids de l'échantillon avec la capsule en porcelaine.

M2 : poids après séchage.

P: la prise d'essai.

II.3.1.2. Détermination de la teneur en cendres

- **Principe**

La teneur en cendre consiste en la destruction de la matière organique par la technique de minéralisation par voie sèche ou calcination qui consiste à brûler l'échantillon dans un four à moufle et de recueillir le résidu minéral gris blanchâtre (AOAC, 2005).

- **Mode opératoire**

Afin de déterminer la teneur en cendre :

-Peser un creuset en porcelaine vide ;

-Peser un creuset en porcelaine vide avec 2 g d'échantillon ;

-Placer le creuset dans un four à moufle réglé à 550 °C pendant cinq heures, jusqu'à la destruction total de la matière organique et l'obtention d'un résidu gris blanchâtre (la matière minérale).

➤ La teneur en cendre est calculée par l'équation suivante :

$$\text{Teneur en cendre (\%)} = [(M_1 - M_2) / M_0] \times 100$$

Soit: **M₀**: Masse de la prise d'essai (g);

M₁: Masse du creuset après incinération (g);

M₂: Masse du creuset vide (g).

II.3.1.3. Détermination de la teneur en matière grasse (MG)

- **Principe**

La détermination quantitative de la teneur en matières grasses d'un échantillon s'effectue généralement par extraction avec un solvant lipophile. La graisse libre est détectée par extraction directe sans minéralisation préalable.

La méthode d'extraction la plus répandue est l'extraction solide-liquide. L'échantillon préparé est extrait avec le solvant. Après l'extraction, le solvant est éliminé par distillation et le résidu séché est pesé. La teneur en matière grasse libre correspond à la différence entre le poids initial et final (Anonyme N° 06, 2015).

- **Mode opératoire**

La méthode utilisée est l'extraction solide-liquide, la matière grasse est extraite à partir d'un échantillon de 30 g de poudre des noyaux de dattes dans un SOXTHERM au niveau de

l'Office National des Aliments du Bétail (ONAB nutrition sise à Kouba, Alger)(système d'extraction de la matière grasse solide-liquide rapide et flexible) dont le processus d'extraction est de cinq étapes, il suffit de placer les béciers d'extraction et de lancer le programme. Les solvants utilisés sont récupérés quasiment entièrement. Le rendement en matière grasse est calculé par l'équation suivante :

$$R(\%) = \frac{M_0}{M_1} \times 100$$

Soit : M_0 : la masse initiale de l'échantillon de la poudre de noyaux de dattes ;

M_1 : La masse de l'extrait aqueux et de la matière grasse après l'extraction.

II.4.2. Analyses physico-chimiques de l'extrait aqueux

II.4.2.1. Extraction des polyphénols

Avant de réaliser les analyses physico-chimiques, nous avons opté pour une extraction en suivant le protocole décrit par **OOMAH et al. (2010)** avec quelques modifications. Une extraction aqueuse est réalisée pour 200 g de poudre de ND dans 200 ml d'eau distillée, qui a pour but d'extraire tous les composés solubles dans l'eau dont les majoritaires sont les polyphénols. Les principales étapes de l'extraction sont résumées dans le schéma ci-dessous (figure N°20).

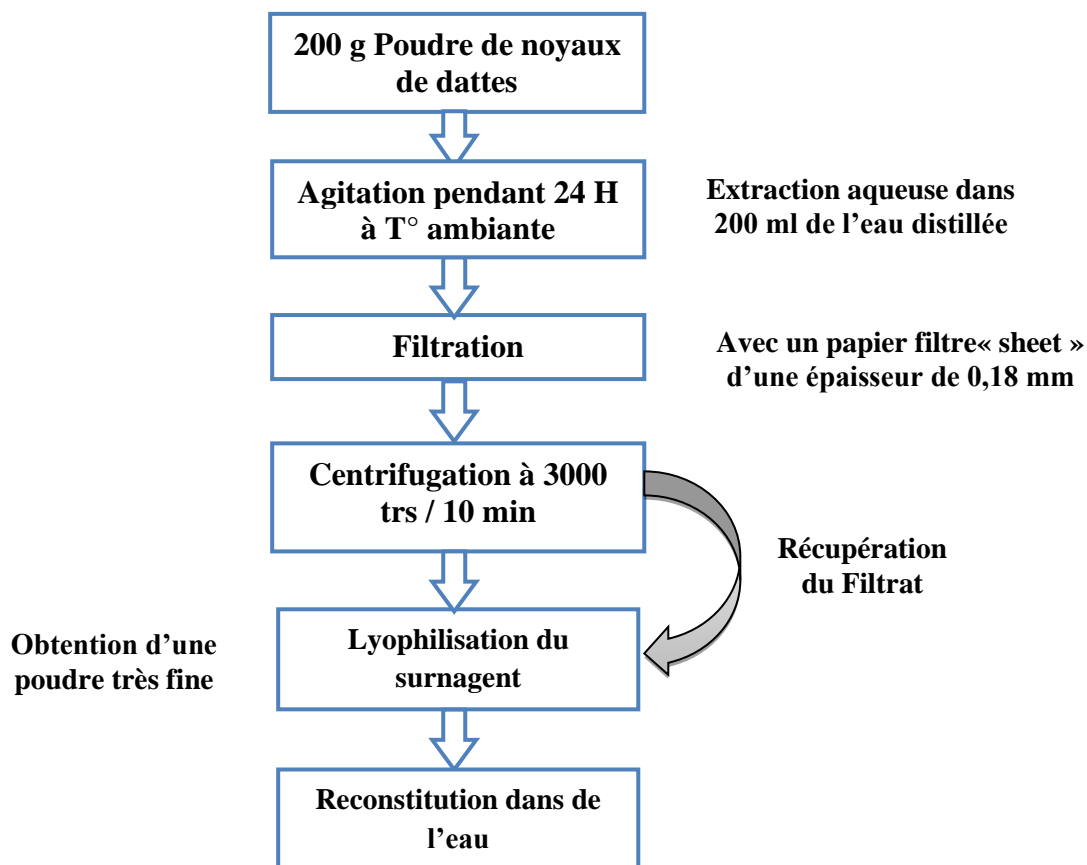


Figure N°20 : Schéma du protocole d'extraction des polyphénols (OOMAH et *al.*, 2010).

➤ Détermination du taux de rendement

Le taux de rendement en extrait obtenu est calculé par l'équation suivante :

$$R = \frac{M1}{M0} \times 100$$

Soit : **M₀** : Masse de la poudre initiale.

M₁ : Masse de l'extrait obtenue après lyophilisation.

II.4.2.2. Détermination du pH (potentiel Hydrogène)

• Principe

C'est une méthode basée sur la détermination de la différence de potentiel existant entre deux électrodes plongées dans une solution aqueuse.

Il est mesuré à l'aide d'une électrode en verre, dont le potentiel varie en fonction de la concentration des ions hydrogènes suivant l'équation de NERNST. Ce potentiel est mesuré par rapport à une électrode de référence à l'aide d'un potentiomètre à haute impédance communément appelé le pH-mètre (AFNOR, 1982).

- **Mode opératoire**

Afin de déterminer le pH

-Mélanger 2 g de l'extrait aqueux avec 20 ml d'eau distillée ;

-Homogénéiser bien à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 24 h, afin d'avoir une solution homogène.

-Procéder à la détermination du pH, en prenant soin que l'électrode du pH mètre soit complètement immergé dans la solution.

II.4.2.3. Mesure du degré Brix (ou l'extrait sec soluble)

- **Principe**

Le degré Brix traduit le taux de matière sèche soluble contenue dans une solution mesurée avec un refractomètre.

Il consiste à mesurer l'indice de réfraction de l'échantillon préparé à une T° de 20 °C, puis effectuer une conversion de cet indice en résidu sec soluble.

Le Résidu sec soluble égale la concentration en saccharose d'une solution aqueuse ayant le même indice de réfraction que le produit analysé dans des conditions déterminées de préparation et de température. Cette concentration est exprimée en pourcentage en masse (MEMORANDUM, 2002).

- **Mode opératoire**

-Nettoyer et sécher le prisme en utilisant l'eau distillée.

-Appliquer une goutte de l'échantillon préalablement homogénéisé sur une surface du prisme.

-Rabattre le deuxième prisme sur le premier ce qui permet d'obtenir une couche uniforme du liquide.

-Orienter le refractomètre vers une source de lumière : deux zones apparaissent (claire et sombre) la limite entre les deux zones indique la grandeur de la réfraction.

-La valeur Brix est la valeur lue par le refractomètre, ce qui nous donne le pourcentage (%) des sucres dans le produit.

1 degré Brix = 1g sucre dans 100g de solution

II.4.2.4. Détermination de l'acidité titrable

- **Principe**

Le principe est basé sur le titrage de l'acidité d'une solution aqueuse d'échantillon avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) en présence de quelques gouttes de phénophtaléine comme indicateur coloré (NF V 05-101, 1974).

- **Mode opératoire**

Une quantité de l'extrait aqueux (25 ml) est prélevée, puis titrée avec la solution de l'hydroxyde de sodium (0.1 N) en présence de phénolphtaléine jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30 secondes.

L'acidité titrable est exprimée en gramme d'acide citrique pour 100 g de produit selon la formule suivante :

$$A\% = \frac{250 \times V_1 \times 100}{V_0 \times M \times 10} \times 0.07$$

Soit : M : Masse en gramme de produit prélevé ;

V0 : Volume en millilitre de la prise d'essai ;

V1: Volume en millilitre de la solution d'hydroxyde de sodium (0.1N) utilisé.

0.07: Facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide citrique.

II.4.2.5. Dosage des sucres (AFNOR, 1986)

- **Principe**

La méthode est basée sur la capacité des sucres réducteurs à réduire l'hydroxyde Cuivrique en oxyde cuivreux selon la réaction suivante :



On titre à chaud un volume donné de réactif de Fehling à l'aide de solution de sucre en présence du bleu de méthylène comme indicateur coloré. On met en évidence 3 catégories de sucres : sucres totaux, sucres réducteurs et le saccharose. Avant les dosages, on a préparé la

solution Fehling A et la solution Fehling B et deux filtrats (1) et (2) dont la composition est détaillée en (Annexe 1).

1/ Sucres réducteurs (SR)

• **Mode opératoire**

- ✓ Introduire 5 ml de Fehling A et 5 ml de Fehling B dans un Becher de 500 ml.
- ✓ Ajuster à 100 ml avec l'eau distillée et mettre à ébullition.
- ✓ Verser 2 gouttes de Bleu de méthylène dans la solution diluée de liqueur en ébullition.
- ✓ Titrer ce mélange par le filtrat (1) jusqu'à ce que la coloration bleue soit remplacée par une coloration rouge brique.

➤ **Expression des résultats**

La teneur en sucre réducteur (SR), exprimé en (g/l) est donnée par la formule suivante :

$$SR = \frac{240}{V(V_1 - 0.05)} \times 10$$

Soit : V : volume de l'échantillon analysé.

V1: volume de filtrat consommé.

2/ Sucres totaux (ST)

• **Mode opératoire**

Dans ce dosage, l'échantillon est préalablement hydrolysé par une solution de HCl concentré. On titre la solution de Fehling de la même façon que précédemment par le filtrat (2) jusqu'à l'apparition d'une couleur marron cuivrée.

Lire le volume (V2) de filtrat (2) utilisé dans la titration.

$$ST = \frac{500}{V(V_2 - 0.05)} \times 10$$

Soit : ST: quantité des sucres totaux (g/l).

V2: volume du filtrat (2) utilisé à la titration.

V : volume de la prise d'essai.

Pour le calcul de la quantité du **saccharose**, on utilise la formule suivante :

$$S = (ST - SR) \times 0.95$$

Soit : S : quantité du saccharose ;

SR : sucres réducteurs ;

ST : sucres totaux.

II.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques

II.5.1. Dosage des phénols totaux

- **Principe**

La détermination de la teneur en phénols totaux de l'extrait a été déterminée en utilisant la méthode de Folin-Ciocalteu décrite par (**SINGLETON et al., 1999**).

- **Mode opératoire**

Brièvement une quantité de 0,3 ml de l'extrait brut (0,3 mg/ml) ont été additionné à 1,5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu (10/100), le mélange a été incubé pendant 6 min et mélangé avec 1,2 ml de carbonate de sodium Na₂SO₄ (7,5 %). Le mélange est incubé à l'obscurité pendant 30 min, L'absorbance est mesurée à 760 nm. Les phénols totaux sont exprimé en mg équivalent d'acide gallique/g de matière sèche, Les données sont exprimées en une moyenne ± SD en trois fois (**BARBOUCHI et al., 2018**).

II.5.2. Dosage des flavonoïdes

- **Principe**

La quantité de flavonoïdes contenue dans les extraits est déterminée selon la méthode colorimétrique de **QUETTIER-DELEU et al. (2000)**.

Cette méthode est basée sur la capacité des flavonoïdes à se complexer avec le chlorure d'aluminium. Il résulte de cette réaction une coloration jaunâtre avec un maximum d'absorption à 430 nm (**YDJEDD et al., 2017**).

- **Mode opératoire**

Des volumes égaux de extrait et de la solution de chlorure d'aluminium hydraté AlCl₃-6H₂O à 2%) ont été mélangés. L'absorbance du mélange réactionnel a été mesurée à 430 nm après 15 min d'incubation.

La teneur en flavonoïdes est déterminée par référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec de la Quercetine utilisée comme standard. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de Quercetine par gramme de matière sèche (mg EqQ/g MS)

II.5.3. Dosage des flavonols

- **Principe**

La quantité des flavonols contenue dans l'extrait est déterminée selon la méthode colorimétrique décrite par **LAMAISON et CARNAT, (1990)**. Dans leur étude réalisée sur les flavonoïdes, il s'est révélé que cette méthode (dosage des flavonoïdes) est adéquate uniquement pour la classe des flavonols. Les flavonols réagissent avec le chlorure d'aluminium $AlCl_3$ pour donner un chromophore mesurable à 440nm. La méthode est standardisée par rapport à la Quercétine.

Selon **KUMARAN et KARUNAKARAN, (2007)**, Cette méthode est basée sur la capacité des flavonols à se complexer avec le chlorure d'aluminium $AlCl_3$. Il résulte de cette réaction une coloration jaunâtre avec un maximum d'absorption à 430 nm.

- **Mode opératoire**

Chaque extrait (1 ml) a été ajouté à 1 ml de chlorure d'aluminium (2 %) et 1,5 ml d'acétate de sodium (50 g/l). Après 15 minutes, l'absorbance a été lue à 440 nm. La teneur en flavonols est déterminée par référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec de la Quercetine utilisée comme standard. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de Quercetine par gramme de matière sèche (mg EqQ/g MS).

II.6. Mise en évidence de la présence d'autres métabolites secondaires dans l'extrait

La mise en évidence de la présence d'autres métabolites secondaires dans l'extrait est effectuée sur trois types de composés (saponines, alcaloïdes, terpenoïdes).

II.6.1. Détermination des saponines

La détection des saponosides est réalisée au moyen du test de **YADAV et AGARWAL (2011)** : 3ml d'eau distillée sont ajoutés à 1ml d'extrait. Après agitation pendant 2 min, la formation d'une mousse persistante indique la présence des saponines. Cette dernière est mesurée. La lecture des résultats est rapportée à l'échelle suivante :

< 4mm : + ; 4-8mm : ++ ; > 8 mm : +++

II.6.2. Détermination des alcaloïdes

La présence d'alcaloïdes est révélée par la méthode d'AMANA (2007) : quelques gouttes du réactif de BOUCHARDAT (la méthode de préparation du réactif de BOUCHARDAT est mentionnée dans l'annexe N°2) sont ajoutées à 2 ml d'extrait. La formation d'un précipité brun-noir, brun-terne ou jaune-brun indique la présence de ces métabolites dans l'extrait.

II.6.3. Détermination des terpénoïdes

La méthode d'AZIMAN *et al.* (2012) permet de mettre en évidence la présence de terpénoïdes : 1ml de chloroforme est ajouté à 2.5ml de l'extrait. Après homogénéisation, 1.5ml d'H₂SO₄ concentrés sont ajoutées au mélange. La formation d'une couleur brun-rouge à l'interface indique la présence de ces composés.

III. Evaluation de l'activité antioxydante

III.1. Détermination du pouvoir antiradicalaire par la méthode au DPPH

- Principe

L'activité anti-radicalaire du DPPH des extraits phénoliques est déterminée selon la méthode décrite par BRAND-WILLIAM *et al.* (1995). Elle est basée sur la capacité des antioxydants à piéger le radical 2-2-diphényl-1-picrylhydrazil (DPPH). Ce dernier est réduit à la forme d'hydrazine (non radical) en acceptant un atome d'hydrogène. Plus la perte de couleur est élevée plus le donneur d'hydrogène est considéré comme antioxydant fort.

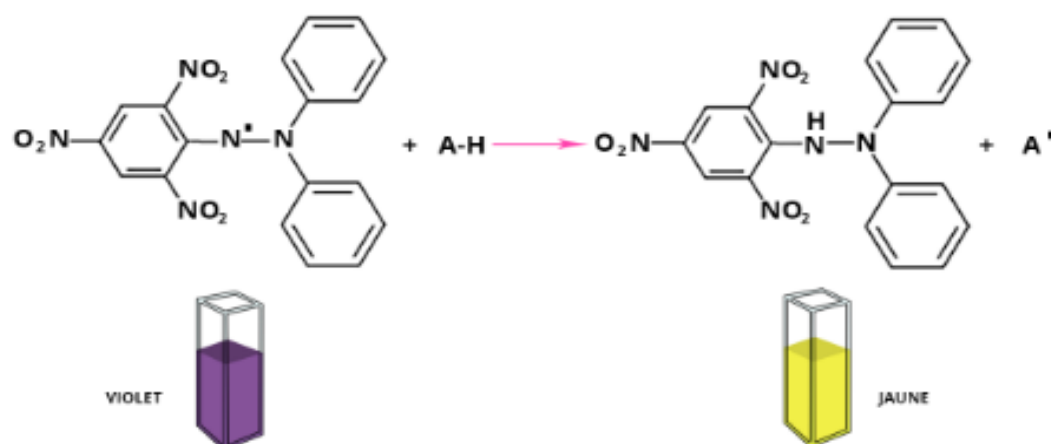


Figure N°21 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire (DPPH°) et un antioxydant (AH) (MOUDACHE, 2017).

- **Mode opératoire**

Un volume de 50 µl de l'extrait brut est ajouté à 1950 µl de solution méthanolique du DPPH (60 µM) fraîchement préparée. Après homogénéisation et incubation pendant 30 min (à l'abri de la lumière et à température ambiante). L'absorbance à 515 nm est mesurée.

Le témoin positif avec l'acide ascorbique et BHT est réalisé dans les mêmes conditions.

L'activité de piégeage des radicaux a été exprimée en pourcentage d'inhibition de radicaux libres par l'échantillon (MOLYNEUX, 2004).

Le pourcentage d'inhibition est calculé comme suit :

$$\% \text{ Inhibition} = (\text{AC}-\text{AE}/\text{AC}) \times 100$$

Soit : AC : Absorbance en absence de l'inhibiteur (contrôle négatif).

AE : absorbance en présence de l'inhibiteur (échantillon).

La concentration en extrait brut permettant d'inhiber 50 % du DPPH (IC50) est déterminée au moyen d'une série de dilutions de l'extrait soumises aux mêmes réactions que l'extrait.

IV. Evaluation de l'activité antibactérienne

L'activité antimicrobienne a été déterminée par la méthode de diffusion sur puits décrite par MANSOURI *et al.* (2018) et celle de BAG et CHATTOPADHYAY (2015). Cette méthode consiste à estimer l'inhibition de la croissance des germes testés au contact de l'agent antimicrobien étudié.

IV.1. Repiquage des espèces bactériennes

Les différentes espèces bactériennes ont été repiquées par la méthode des stries, puis incubées à 37° C afin d'obtenir des colonies isolées qui vont servir à la préparation de l'inoculum.

IV.2. Préparation de l'inoculum bactérienne

IV.2.1. Préparation des pré-cultures

Les tests antibactériens sont réalisés à partir de cultures jeunes en phase exponentielle de croissance (culture 18 heures).

Chacune des quatre souches a été repiquée sur le milieu BD Brain Heart Infusion et incubée à une température de 37°C afin d'obtenir des cellules jeunes de 18 h à 24 h en phase exponentielle de croissance.

IV.2.2. Préparation de la suspension bactérienne

Après incubation et dans des zones septiques du bec bunsen; des suspensions bactériennes sont préparées dans de l'eau physiologique stérile (la méthode de préparation de l'eau physiologique est mentionnée dans l'annexe 3), puis homogénéiser. Les suspensions bactériennes obtenues sont standardisées à l'aide d'un spectrophotomètre à une DO de 0,08 à une longueur d'onde de 625nm. Ensuite, réalisé une dilution au 1/10 afin d'obtenir une suspension standardisée à 10^6 UFC/ml.

À partir de la suspension bactérienne standardisée à 10^6 UFC/ml, nous avons effectué un ensemencement en masse en déposant 1ml de la suspension au fond des boites de Pétri stériles contenant 15 ml de Mueller-Hinton (MH). Bien homogénéiser le contenu des boites de Pétri et le laisser se solidifier sur la paillasse.

Après solidification, des puits d'environ 7 mm de diamètre ont été confectionné à une distance de 30 mm chacun, à l'aide d'une pipette Pasteur retournée et flambée à son extrémité large.

IV.3. Préparation de solution mère (SM) de l'extrait aqueux des noyaux de dattes

Pour préparer une solution mère (SM) à partir de notre extrait aqueux de noyaux de dattes, nous avons dissous 100 mg de la poudre lyophilisée de l'extrait aqueux dans du Dimethylsulphoxyde (DMSO) à 15%.

IV.4. Réalisation du test

Mettre 75µl de l'extrait de la SM dans chaque puits, une quantité de 75 µl de DMSO à 15 % est déposée dans un puits qui sert de témoin négatif et 40 µl de l'antibiotique Gentamicine (solution mère à 40 mg/ml) qui sert comme témoin positif pour comparer les résultats. Sachant que dans notre test chaque essai a été répété en trois fois.

Les boites de Pétri sont maintenus pendant 4 h à une température de 4 °C pour une meilleur diffusion des substances biactives, puis incubés à 37 °C pendant 18 h.

IV.5. Lecture des résultats

La lecture est réalisée après 18h heures d'incubation à 37 °C.

La présence d'une zone d'inhibition autour du puits signifie une activité inhibitrice de l'extrait vis-à-vis de la souche

L'absence de zone d'inhibition autour du puits signifie l'absence d'une activité inhibitrice vis-à-vis de la souche testée.

L'activité antibactérienne est appréciée par la mesure des diamètres des zones claires (zones d'inhibition) qui se forment autour des puits (le diamètre du puits est inclus).

V. Analyse statistique

L'analyse statistique a été réalisée par le logiciel Stat-box version 6.2 en utilisant le test de l'analyse de la variance (ANOVA). Ce test nous permet de vérifier si les échantillons sont issus de la même population ou présentant des différences significatives.

S'il existe une différence significative, le test de l'ANOVA est suivi par le test complémentaire de Newman-Keuls afin d'établir les différents groupes homogènes. Le niveau de signification était de 5 %.

Résultats

et

Discussions

I. Caractérisation physique des noyaux de dattes

Les caractéristiques physiques des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda ont été déterminées par la méthodologie citée dans la section méthode. Les résultats sont illustrés dans le tableau XIII suivant:

Tableau XIII : Caractéristiques physiques des noyaux de dattes étudiés.

| Caractéristiques physiques des noyaux de dattes | |
|---|--------------------------|
| Caractéristique physique | Moyenne \pm Ecart Type |
| Largeur (cm) | 0,91 \pm 0,07 cm |
| Poids (g) | 1,45 \pm 0.31g |
| Longueur (cm) | 2,63 \pm 0,18 cm |

D'après les résultats de l'étude morphologique, la longueur varie de 2,31 à 2,99 cm avec une moyenne mentionnée dans le tableau qui est de 2,63 \pm 0,18 cm. De même que pour la largeur, les valeurs varient de 0,8 à 1,1 cm et de 1,05 à 2,18 g pour le poids avec des moyennes de 0,91 \pm 0,07 cm et de 1,45 \pm 0.31 g respectivement.

Des études effectués sur les noyaux de dattes ont rapportés des résultats plus au moins similaires à ceux déterminés au cours de notre étude. En effet, d'après **SAYAH et OULD EL HADJ (2010)**, la moyenne de la longueur et du poids de la variété Degla-Baïda (cuvette de Ouargla) sont de 2.47cm et 1.47g respectivement. Dans le même sens comparatif, **TAOUDA et al. (2014)** ont trouvé une moyenne de 0,54 \pm 0,03 g pour le poids de la variété Degla-Baïda (marché régional de la ville de Fès au Maroc). Les résultats de l'étude physique portant sur les noyaux de dattes de différentes variétés de la région de Foughala (Biskra) ont été rapportés par **RETIMA (2015)**, qui sont indiqués dans le tableau XIV ci-dessous.

Tableau XIV : Caractéristiques physique des noyaux de trois variétés de dattes (**RETIMA, 2015**).

| Caractéristiques morphologiques des noyaux de dattes de trois variétés (Kesbet Mira, Deglet Mbarek et Moukh El Baghri). | | | |
|--|--------------------|----------------------|------------------------|
| Caractéristique physique | Kesbet Mira | Deglet Mbarek | Moukh El Baghri |
| Largeur (cm) | 0.571 cm | 0.546 cm | 1.078 cm |
| Longueur (cm) | 2.026 cm | 1.725 cm | 2.498 cm |
| Poids(g) | 1.35g | 1.57g | 1.59g |

Les résultats de notre étude sont plus au moins similaires aux résultats rapportés par les auteurs cités dans le paragraphe précédent. Cette variabilité des résultats numériques morphologiques pourrait s'expliquer par la différence des conditions climatiques et de cultures des dattes, ainsi que le facteur variétal (**TAOUDA et al., 2014**).

De plus, **BOUDEBZA et OUCHTATI (2018)**, ont rapporté dans leur travail qu'il y'a une différence significative entre les paramètres suivants : largeur, poids, longueur du noyau du fruit des palmiers pris en considération dans l'étude, même si les palmiers pris en compte proviennent d'une même exploitation.

En effet et dans le même sens d'idées, **AL-WUSAIBAI et al. (2012)**, ont rapportés dans leur travail que cette différence pourrait être due aux différentes techniques de pollinisation du palmier dattier utilisées.

II. Caractérisation physico-chimique de la poudre de noyaux de dattes

Le tableau XV résume les résultats de la caractérisation biochimique de la poudre de noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda.

Tableau XV : Composition biochimique de la poudre des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda.

| Composition | Valeurs moyennes |
|------------------------------|-------------------------|
| Teneur en eau (%) | 11.06 ± 0.04 |
| Teneur en cendre (%) | 1.33 ± 0.28 |
| Teneur en matière grasse (%) | 7.056 ± 0.015 |

II.1. Teneur en eau (humidité)

La teneur en eau est un paramètre fondamental pour la détermination des opérations de stockage et de conservation. C'est un critère de qualité utilisé essentiellement pour estimer le degré d'humidité du noyau de datte et elle renseigne sur la stabilité du produit contre les risques d'altération durant la conservation.

Dans notre analyse, le résultat du test d'humidité a montré que la poudre du noyau de datte présente une teneur en eau faible qui est de 11.06 ± 0.04 %.

LECHEB (2010); KHALI et al. (2015) ; BOUDEBZA et OUCHTATI (2018), ont effectué des études sur la teneur en eau des noyaux de dattes, ils ont constaté des résultats plus au moins analogues à nos résultats. Le tableau XVI ci-après représente la teneur en eau de quelques variétés dont elle fait partie la Degla-Baïda.

Tableau XVI : La teneur en eau de quatre variétés de noyaux de dattes (**KHALI et al., 2015**).

| Variété | Degla-Baïda | Deglet-Nour | Ghars | Hamraya |
|---------|-------------------|-------------------|---------------------|--------------------|
| Teneur | $6.37 \pm 0.04\%$ | $8.08 \pm 0.09\%$ | $12.42 \pm 0.37 \%$ | $6.79 \pm 0.02 \%$ |

KAANIN et HARFI (2012), ont trouvé une teneur en eau de $5,00 \pm 0,03$ % pour la variété Mech-Deglet (variété de la région de Ouargla). Dans le même sens comparatif, **HAMADA et al. (2002)**, ont trouvé des valeurs qui varient de 7 à 11 % pour les noyaux de dattes des variétés Khalas, Lulu, Fard. (Variétés Emirats Arabes Unis).

Les différences constatées dans les teneurs en eau de la poudre de noyaux de dattes pourraient être expliquées par la différence des variétés étudiées ou simplement par l'intensité du traitement thermique appliqué (**LECHEB, 2010**).

II.2. Teneur encendre

La teneur en cendre représente la quantité totale en sels minéraux présente dans l'échantillon. Elle est exprimée en pourcentage (%) par rapport à la matière sèche (MS). La teneur en cendre de notre échantillon de poudre de noyaux de dattes est de 1.33 ± 0.28 %



Figure N°22 : Cendres des noyaux de dattes de la variété étudiée.

HAMADA et al. (2002) ; **BESBES et al. (2004)** ; **AL-FARSI et al. (2007)** ; **CHAIRA et al. (2007)** ; **RAHMAN et al. (2007)**, ont rapporté d'après leur étude sur des noyaux de plusieurs variétés de dattes une teneur en cendres de la poudre de noyaux de dattes qui est comprise entre 0,5 et 2 %.

La teneur trouvée dans notre présente étude est aussi très proche à celle donné par **KHALI et al. (2015)** pour la variété Degla-Baïda qui est de 1.1 %.

Selon **BOUDEBZA et OUCHTATI (2018)**, la teneur en cendres des noyaux de dattes peut être liée également à la composition minérale du sol des palmeraies et au traitement thermique appliqué.

II.3. Teneur en matière grasse

La teneur en matière grasse déterminée après une extraction à partir de la poudre de noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda avec l'appareil « Soxtherme » (utilisé pour le dosage de la MG au niveau du laboratoire ONAB nutrition, Kouba, Alger) est de 7.056 ± 0.015 %.

Dans la littérature, une étude faite par **BOUSSENA et KHALI (2016)** sur les noyaux de quatre variétés de dattes (Degla-Baïda, Mech-Deglet, Deglet-Nour et Hamraya), ainsi que leur mélange a révélé les résultats illustrés dans le tableau XVII ci-après.

Tableau XVII : Pourcentage de la matière grasse dans les noyaux de quatre variétés de dattes et leur mélange (BOUSSENA et KHALI, 2016).

| Variété | Teneur de MG (%) |
|-------------|------------------|
| Degla-Baïda | 8,72 |
| Mech-Deglet | 6,02 |
| Deglet-Nour | 9,81 |
| Hamraya | 10,39 |
| Mélange | 9,97 |

Mélange : mélange de poudres de noyaux de dattes : 50% Deglet-Nour ,20% Degla-Baïda, 20% Mech-Degla et 10% Hamraya.

CHAIRA *et al.* (2007), dans leur travail sur les noyaux de dattes ont trouvé que la teneur en matière grasse des noyaux pour les variétés Deglet-Nour et Allig sont respectivement de 10.13 ± 0.03 % et 12.74 ± 0.11 %.

Le résultat de notre étude est plus au moins similaire aux résultats rapportés par les auteurs cités dans les paragraphes précédents. Cette variabilité des résultats de la teneur en matière grasse pourrait s'expliquer par la différence des variétés ainsi que les techniques et les solvants d'extraction utilisés.

De plus QUINSAC *et al.* (2013), ont affirmé que la différence entre les résultats pourrait s'expliquer par les méthodes et les procédées utilisés, ainsi que le choix de la méthode la plus pertinente pour la détermination de la teneur en matière grasse devrait être fait en fonction de l'utilisation prévue.

D'après KHALI *et al.* (2015), la différence dans la teneur en matière grasse est en relation étroite avec le facteur variétal.

III. Extraction solide-liquide des composés de la poudre des noyaux de dattes

Le processus d'extraction des polyphénols correspond à la libération des composés phénoliques à partir généralement des structures vasculaires et leur diffusion, après rupture des tissus, vers le milieu extérieur.

Notre extraction nous a permis d'obtenir un extrait brut (l'extrait aqueux) par un procédé d'agitation de la poudre de noyaux de dattes dans de l'eau à T° ambiante pendant 24 h, centrifugation à 3000 tours /10 min et lyophilisation de l'extrait.

III.1. Détermination du taux de rendement

Le taux de rendement de l'extrait obtenu est calculé par l'équation suivante :

$$R = \frac{M1}{M0} \times 100$$

Soit : **M0** : Masse de la poudre initiale (20 g).

M1 : Masse de l'extrait après lyophilisation (0.92 g).

Le tableau XVIII et la figure N°23 illustrent le taux de rendement de l'extrait après la lyophilisation ainsi que son aspect et sa couleur.

Tableau XVIII : Taux de rendement, couleur et aspect de l'extrait brut des noyaux de dattes.

| Extrait | Rendement (%) | Aspect | Couleur |
|---------|---------------|------------------|---------|
| Aqueux | 4.6 ± 0.03 | Poudre très fine | Brune |



Figure N°23: Extrait lyophilisé des noyaux de dattes.

Il est important de souligner que le taux de rendement en extrait aqueux dépend de la méthode utilisée, le choix des solvants, ainsi que les conditions dans lesquelles l'extraction est effectuée (à chaud ou à froid), un mauvais choix pourrait influencé négativement le contenu total en métabolites secondaires, et par conséquent diminuer les activités biologiques rapportées par ces métabolites (LEE *et al.*, 2003).

IV. Analyses physico-chimiques de l'extrait aqueux des noyaux de dattes

IV.1. Analyses physico-chimiques de l'extrait aqueux

Les résultats des analyses effectuées sur l'extrait aqueux sont représentés dans le tableau XIX ci-après :

Tableau XIX : Caractéristiques physico-chimiques de l'extrait aqueux des noyaux de dattes.

| Critère | Valeur moyenne \pm Ecart type |
|--|---------------------------------|
| Le Ph | 4.67 \pm 0.025 |
| Le degré de Brix (%) | 3 \pm 00 |
| L'acidité titrable (g d'acide citrique / 100g de noyaux de dattes) | 0.64 \pm 0.01 |

IV.1.1. Potentiel hydrogène(pH)

Après avoir mesuré le pH de l'extrait aqueux des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda à l'aide d'un pH-mètre, nous avons trouvé une valeur moyenne de 4.67 \pm 0.025. Cette valeur est inférieure à celle trouvée par **KHALI (2015)** pour la même variété, ainsi que par rapport aux autres variétés. Les résultats de son étude sont exprimés dans le tableau XX suivant:

Tableau XX : Les valeurs moyennes du pH de quatre variétés de noyaux de dattes (**KHALI et al.**, 2015).

| Variétés | Degla-Baïda | Deglet-Nour | Ghars | Hamraya |
|--------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Valeur de pH | 5,76 \pm 0,07 | 5,91 \pm 0,19 | 6,12 \pm 0,09 | 5,93 \pm 0,13 |

Nous remarquons que la valeur du pH de notre extrait est inférieure à celle des extraits étudiés par **KHALI et al. (2015)**. D'après **KEMASSI et al. (2016)** la détermination du pH est essentielle pour le contrôle d'une fermentation microbienne.

IV.1.2. Degré de Brix (Teneur en solides solubles)

Le degré de Brix de notre extrait est de 3 ± 00 %. D'après **ANNOUN et BILEK (2013)** la teneur en solides solubles trouvée est de 8.5% pour la variété Mech-Deglet. Des valeurs élevées de l'ordre 69,15% et 69,58 % ont été trouvées par **KHALIL et al. (2002)** pour les variétés Siwi et Amhat, respectivement.

De plus, cette différence pourrait être fortement liée à la température car elle a une influence sur l'indice de réfraction (**Anonyme N°7, 2017**).

IV.1.3. Teneur en acidité titrable

La valeur moyenne de l'acidité titrable de notre extrait aqueux est de 0.64 ± 0.01 g d'acide citrique pour 100 g de noyaux de dattes.

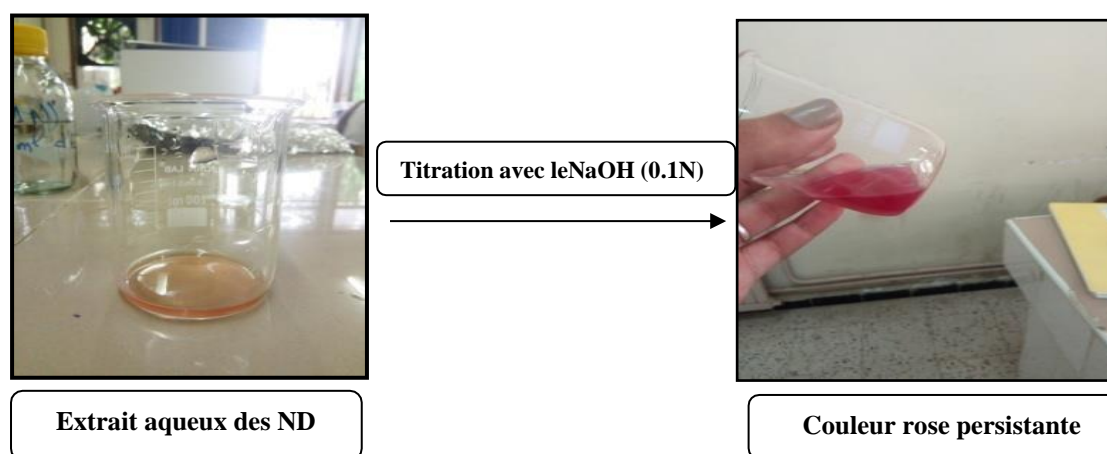


Figure N°24 : Détermination de la teneur en acidité par virage de couleur vers une couleur rose persistante.

Le tableau XXI ci-dessous exprime les résultats de l'acidité titrable d'une étude faite par **BOUDEBZA et OUCHTATI (2018)**, sur l'extrait aqueux de la poudre de noyaux de dattes, noyaux torréfiés et Broyat torréfié de noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda.

Tableau XXI : Teneur en acidité titrable de trois échantillons d'extrait aqueux de noyaux de dattes broyés, noyaux torréfiés et le broyat torréfié de la variété Degla-Baïda (BOUDEBZA et OUCHTATI, 2018).

| Variété | Extrait aqueux de poudre de ND | Extrait aqueux de noyaux torréfiés | Extrait aqueux de broyat torréfié des noyaux de datte |
|---|--------------------------------|------------------------------------|---|
| Valeur de l'acidité titrable (g d'acide citrique/100 g d'échantillon) | 0.084 | 0.14 | 0.112 |

D'après les résultats du tableau précédent, nous avons constaté que la teneur en acidité titrable de notre extrait est supérieure à la valeur trouvée par **BOUDEBZA et OUCHTATI (2018)**, qui est de 0.084 g d'acide citrique par 100 g d'échantillon.

Selon **NILI et al. (2013)**, les différences constatées dans les valeurs de l'acidité titrable peuvent être expliquées par les facteurs environnementaux. Dans le même sens d'idée **HAROUN et KHESRANI (2016)**, affirment que la différence pourrait être due aux facteurs climatiques, l'origine géographique, le type du sol et la diversité variétale.

IV.1.4. Dosage des sucres

La teneur en différentes catégories de sucres de notre extrait aqueux de noyaux de dattes est exprimée dans le tableau XXII et la figure N°25 Ci-après.

Tableau XXII: Teneur en sucre de l'extrait aqueux de noyaux de dattes (g/l).

| Catégorie de sucres | Teneur (g/l) |
|---------------------|---------------|
| Sucres totaux | 0.472 ± 0.006 |
| Sucres réducteurs | 0.121±0.003 |
| Saccharoses | 0.349±0.011 |

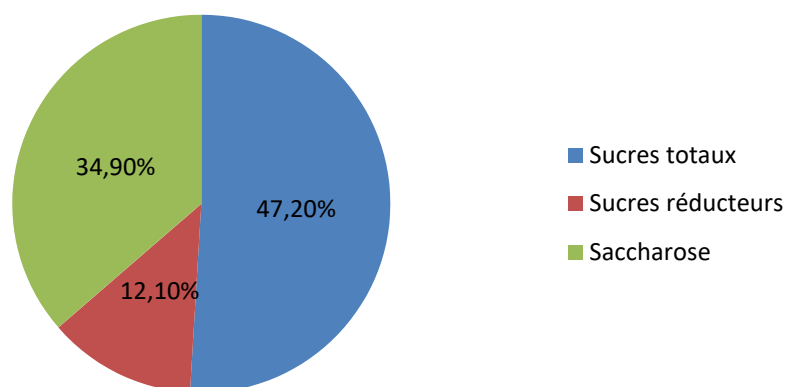


Figure N°25 : Représentation graphique des sucres dans l'extrait aqueux de noyaux de dattes.

D'après la figure N°25 nous avons constaté que les résultats de notre présente étude sont largement supérieurs à ceux trouvés par **LECHEB (2010)**, pour une variété algérienne Mech-Deglet, qui sont de $3.94 \pm 0.33\%$ pour les sucres totaux, $3.42 \pm 0.29\%$ pour les sucres réducteurs et $0.52 \pm 0.03\%$ pour le saccharose.

Le tableau XXIII ci-après illustre les différents résultats obtenus par **CHAIR et al. (2007)** dans son étude sur deux variétés tunisiennes Allig et Deglet-Nour.

Tableau XXIII : Les teneurs en différentes catégories de sucres de deux variétés de dattes (Allig et Deglet-Nour) (**CHAIR et al., 2007**).

| Sucres Variétés | Sucres totaux (%) | Sucres réducteurs (%) | Saccharose (%) |
|--------------------|-------------------|-----------------------|-------------------|
| Deglet-Nour | 5.653 ± 0.187 | 2.18 ± 0.152 | 3.473 ± 0.031 |
| Allig | 5.445 ± 0.054 | 2.287 ± 0.074 | 3.157 ± 0.044 |

Par contre notre résultat pour les sucres totaux est légèrement inférieur au résultat trouvé par **GHANIA (2015)** qui de 51.6 %.

LECHEB (2010), a rapporté dans son étude sur les sucres de l'extrait aqueux des noyaux de dattes qu'ils varient en fonction de la variété considérée, le climat et le stade de la maturation.

IV.1.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques

Les différents dosages réalisés ont permis de mettre en évidence la présence de polyphénols totaux, flavonoïdes et flavonols. Les résultats de ces dosages sont illustrés dans le tableau XXIV ci-dessous.

Tableau XXIV : Les teneurs en composés phénoliques de l'extrait aqueux des noyaux de dattes.

| Les composés phénoliques | phénols totaux (mg EGA/g de matière sèche) | Flavonoïdes (mg EQ/g de matière sèche) | Flavonols (mg EQ/g de matière sèche) |
|--------------------------|--|--|--------------------------------------|
| Concentration | 229.67 ± 0.302 | 201.12 ± 0.024 | 173.03 ± 0.12 |

- **Teneur en phénols totaux**

Le dosage des phénols totaux des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda a été effectué par la méthode spectrophotométrique au réactif de Folin-Ciocalteu décrite par **SINGLETON et al.(1999)**.

Le réactif de Folin-Ciocalteu est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$). Il est réduit lors de l'oxydation des phénols en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (**BOIZOT et CHARPENTIER, 2006**). La coloration produite est proportionnelle à la quantité de phénols totaux présents dans les extraits végétaux.

La teneur en phénols totaux obtenus à partir de l'extrait aqueux a été estimée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec un extrait de référence l'acide gallique (Figure N°27) à différentes concentration (50-200 µg/ml) et exprimée en milligrammes d'équivalent d'acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g MS).

Le résultat obtenu pour le dosage des phénols totaux en utilisant l'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée de l'AG est rapporté dans le tableau N°24 précédent. La valeur est la moyenne ± SD de trois répétitions.

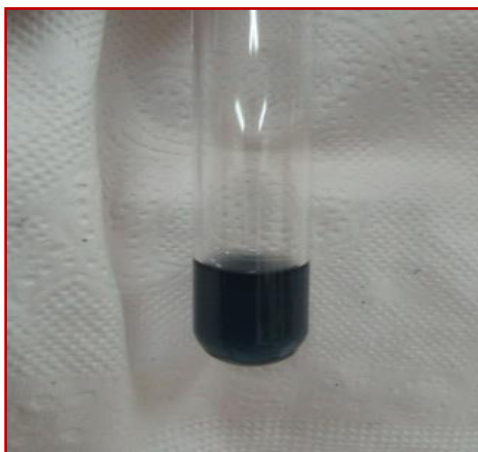


Figure N°26 : Changement de couleur de l'extrait aqueux des ND vers le bleu après l'addition du Folin-Ciocalteu.

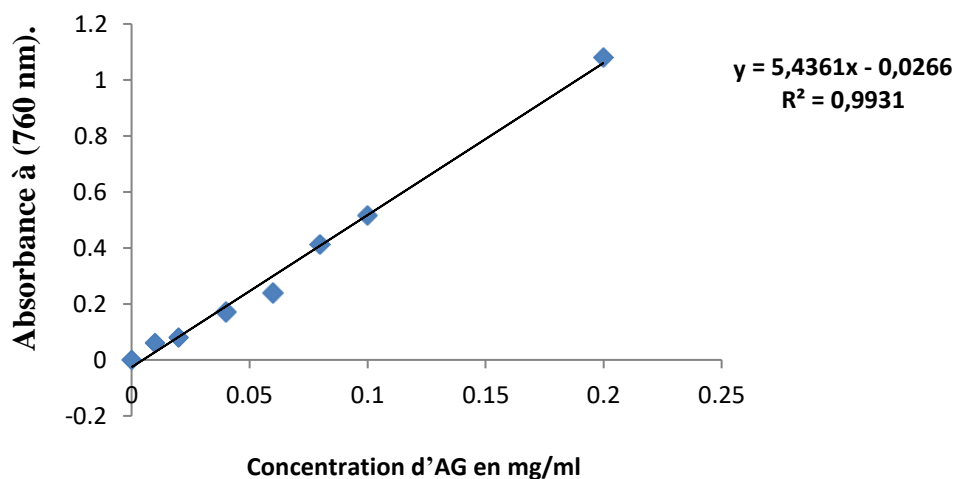


Figure N°27 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique (dosage des phénols totaux).

Dans notre étude, la teneur en phénols totaux est de 229.67 ± 0.302 mg EGA/g de matière sèche. Ce résultat est largement supérieur à celui trouvé par **ANNOUN et BILEK (2013)**, qui est de 0.1174 mg EGA/g de matière sèche pour la variété Mech-Deglet. De plus, **AL-TURKI et al. (2010)** dans leur travail sur 15 variétés (variétés des Etats Unis d'Amérique et d'Arabie Saoudite), dont les valeurs varient de 0.145 à 0.667 mg EAG/g de matière sèche.

Selon **ARDEKANI et al. (2010)**, dans une étude sur des noyaux de 14 variétés de dattes iraniennes, ils ont constaté des valeurs qui varient de 3.81 ± 0.3666 à 36.58 ± 3.2532 mg EGA/gde matière sèche.

La différence de la teneur en phénols totaux entre les lieux, les années et les cultivars peut être liée à l'interaction entre plusieurs facteurs tels que la variété et l'origine géographique, qu'il soit indigène ou introduit, les conditions de croissance, la maturité et la transformation, les facteurs climatiques, les pratiques agricoles, les maladies et les parasites, les conditions de stockage, la manipulation et la quantité de lumière solaire reçue (AL-TURKI *et al.*, 2010).

La température et les solvants ont un effet significatif sur l'extraction des phénols totaux. Une température plus élevée peut ramollir les tissus qui permettent la migration des polyphénols dans les solvants, améliorant ainsi l'efficacité d'extraction. De même, la solubilité de ces composés dépend du type de solvant de polarité variable (HOSSAINE *et al.*, 2014). De plus, leur polarité influence le rendement d'extraction qui détermine la quantité, la qualité des composés phénoliques extraits (SINEIRO *et al.*, 2008).

- **Teneur en flavonoïdes totaux**

Le dosage des flavonoïdes totaux contenus dans l'extrait a été effectué par la méthode colorimétrique de QUETTIER-DELEU *et al.*, (2000).

Cette méthode est basée sur la capacité des flavonoïdes à se complexer avec le chlorure d'aluminium. Il résulte de cette réaction une coloration jaunâtre avec un maximum d'absorption à 430 nm.

La concentration en flavonoïdes est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec de la quercétine. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de quercétine par gramme de matière sèche (mg EQ/MS) (Figure N°28).

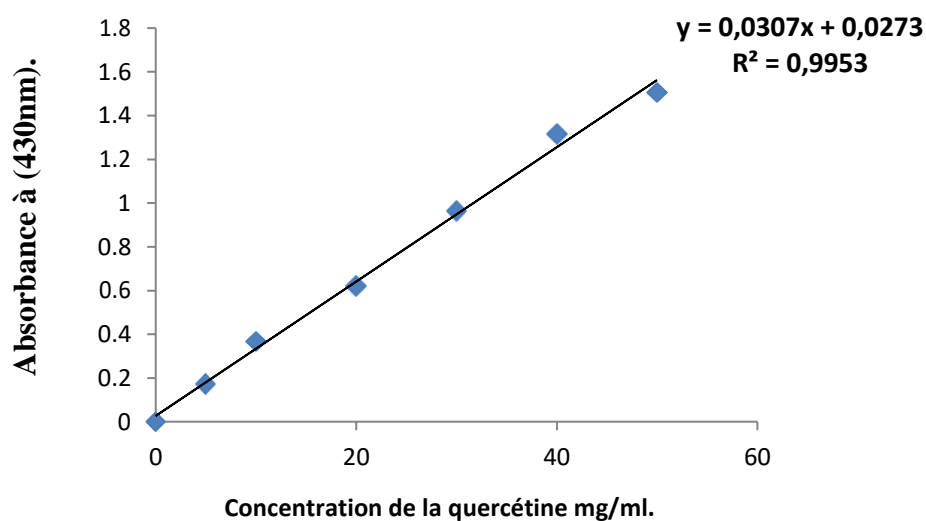


Figure N°28 : Courbe d'étalonnage de la quercétine (dosage des flavonoïdes).

La teneur en flavonoïdes de notre extrait est de 201.12 ± 0.024 mg EQ/g de matière sèche. **CHIKH (2014)**, a affirmé la présence de flavonoïdes dans les noyaux des dattes par la réalisation d'un screening phyto-chimique.

L'étude menée par **AIT MOUHOUB et OUBOUZID (2017)**, sur les noyaux des dattes qui proviennent du sud-est Algériens (région Touggourt) a présenté une teneur en flavonoïdes inférieure à celle obtenue dans la présente étude, dont la teneur moyenne en flavonoïdes est de 0,5mg EQ/g MS).

AL FARSI et al. (2008), ont rapporté que peu d'études ont été réalisées sur l'aspect quantitatif des flavonoïdes. Dans leurs travail, ils ont constaté des teneurs qui varies de 63.9 à 159.3mg EQ/g de matière sèche en utilisant des mélanges de solvants différents pour l'extraction (eau/butanol, eau/butanone, acétone/butanol et acétone/ butanone).

D'après l'étude faite par les auteurs cités précédemment ; nous pouvons déduire que les différences dans les teneurs en flavonoïdes pourrait être dues à l'influence des solvants utilisés dans l'extraction.

En plus de l'influence des solvants, **LECHEB(2010)**, a ajouté que la teneur en flavonoïdes diffère aussi selon le temps d'extraction.

- **Teneur en Flavonols**

Les flavonols représentent une sous-classe des flavonoïdes. La concentration en flavonols est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec de la quercétine.

Les résultats sont exprimés en mg équivalent de quercétine par gramme de matière sèche (mgEQ/g MS) (**Figure N°29**).

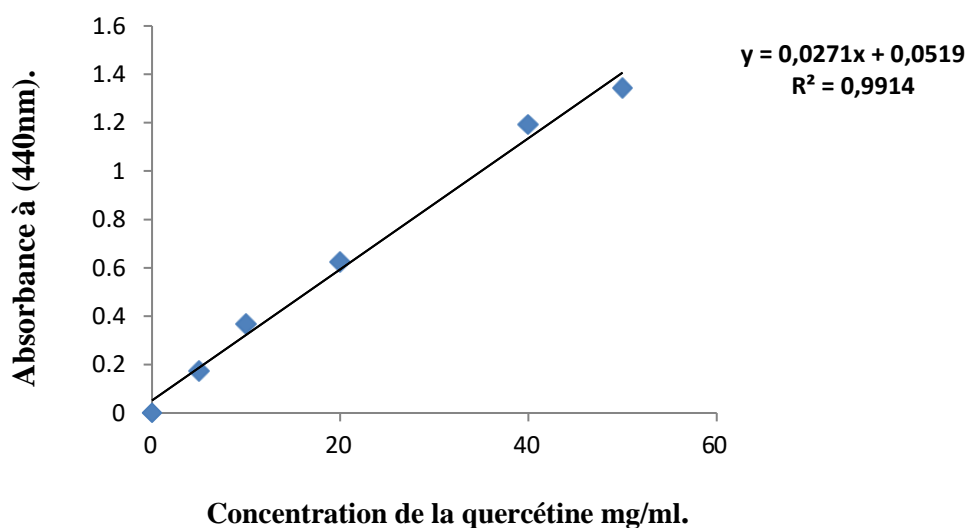


Figure N°29 : Courbe d'étalonnage de la quercétine (dosage des flavonols).

La teneur en flavonols de notre extrait est de 173.03 ± 0.12 mg EQ / g de matière sèche. A notre connaissance, il n'existe aucune donnée bibliographique pour ce paramètre qui permet de comparer nos résultats.

IV.1.6. Mise en évidence de la présence d'autres métabolites secondaires

La mise en évidence de la présence de métabolites secondaires a été effectuée sur trois types de composés (saponines, alcaloïdes, terpenoïdes) par le screening phyto-chimique.

Le screening phyto-chimique est le moyen indispensable pour mettre en évidence la présence de groupes et de familles chimiques dans un échantillon donné. Toutefois, ce test nous renseigne sur la nature des molécules chimiques. Bien entendu, les tests de caractérisation phyto-chimiques présentent des imprécisions car ils sont basés en partie sur l'analyse qualitative (**BADIAGA, 2012**).

La détection des composés chimiques est basée sur la formation de complexes insolubles en utilisant les réactions de précipitations, ou par la formation de complexes colorés en utilisant des réactions de coloration (**BETTAYEB et MEFISSEL, 2015**).

Les résultats des tests phyto-chimiques de l'extrait aqueux de la poudre de noyaux étudiés sont présentés dans le tableau XXV ci-dessous.

Tableau XXV: Résultats de la mise en évidence de trois métabolites secondaire (Saponines, Alcaloïdes et Terpenoïdes) dans l'extrait aqueux des noyaux de dattes.

| Les métabolites secondaires | Résultats |
|-----------------------------|-----------|
| Saponines | ++ |
| Alcaloïdes | + |
| Terpenoïdes | + |

+ : présence ; **++** : présence modérée.

a. Saponines

L'ajout d'eau distillée à l'extrait aqueux et l'agitation pendant 2 min, nous ont permis d'obtenir une mousse. Cette dernière est mesurée et elle est de 6 mm (entre 4 et 8 mm) (**FigureN°30**)

La lecture des résultats est rapportée sur l'échelle suivante :

< 4mm:+ , **4-8 mm : ++**, **8 mm :+++**

Pour cela nous pouvons dire que la présence des saponines dans les noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda est modérée.



Figure N°30 : Formation d'une mousse indiquant la présence de saponines.

b. Alcaloïdes

Le screening phyto-chimique a révélé la présence des alcaloïdes dans l'extrait qui se traduit par la formation d'un précipité brun-terne (**Figure N°31**).



Figure N°31 : Formation d'un précipité brun-terne indiquant la formation des alcaloïdes.

Notre résultat va dans le même sens que celui de **CHIKH (2014)**, dans une étude phyto-chimique sur les noyaux de dattes de la variété « Ajwa ».

c. Terpenoïdes

Il ressort du test phyto-chimique réalisé sur l'extrait aqueux des noyaux de dattes que les terpénoïdes sont présents dans les noyaux de la variété Degla-Baïda. Il se traduit par une coloration brun-rouge. (**Figure N°32**).

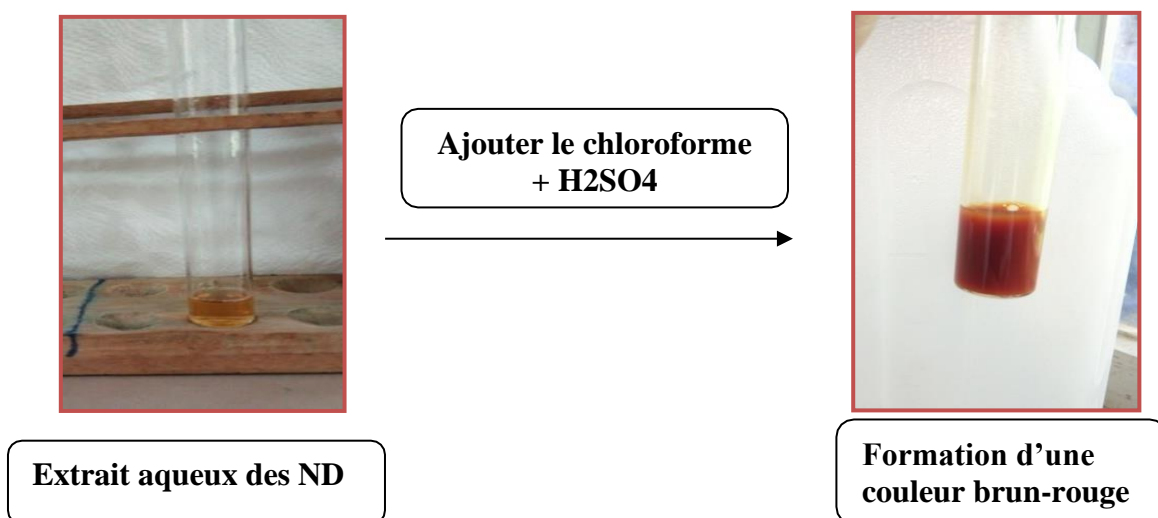


Figure N°32 : Formation d'une couleur brun-rouge indiquant la présence des terpénoides.

Notre résultat est compatible avec les résultats d'une étude faite par **CHIKH (2014)** sur les noyaux de dattes de la variété « Ajwa ».

V. Evaluation de l'activité antioxydante

Pour l'évaluation de l'activité antioxydante, nous avons opté pour le test de piégeage du radical (DPPH).

Le radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) est généralement l'un des composés le plus utilisé pour l'évaluation rapide et directe de l'activité antioxydante en raison de sa stabilité en forme radicale et la simplicité de l'analyse (**BOZIN et al., 2008**).

La mesure de l'absorbance (ou DO) pour notre extrait ainsi que pour l'acide ascorbique et le BHA a été effectuée par spectrophotométrie à 515 nm (les résultats ont fait l'objet de trois répétitions).

Le tableau XXVI regroupe les différents pourcentages de piégeage du radical libre DPPH pour différentes concentrations de l'extrait aqueux de ND, de l'acide ascorbique et de BHA (Butyl-Hydroxyl-Anisol).

Tableau XXVI : Pourcentage moyen de trois répétitions de piégeage du radical DPPH.

| Les extraits | Concentration ($\mu\text{g/ml}$) | | | | |
|----------------------|------------------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| | 50 | 100 | 150 | 200 | 250 |
| Extrait aqueux de ND | 19.52 \pm 2.75(%) | 32.3 \pm 3.34 (%) | 43.42 \pm 4.33 (%) | 53.9 \pm 3.85 (%) | 62.85 \pm 3.55 (%) |
| Acide ascorbique | 16,56 \pm 0.95 (%) | 44,26 \pm 3.22 (%) | 59,18 \pm 1.11 (%) | 77,09 \pm 2.46 (%) | 88,79 \pm 1.45 (%) |
| BHA | 23,17 \pm 1.01 (%) | 45,33 \pm 0.58 (%) | 60 \pm 1(%) | 79,85 \pm 1.01 (%) | 91,3 \pm 0.52 (%) |

La forme réduite confère à la solution une coloration jaune pâle. Le virage vers cette coloration et l'intensité de la coloration de la forme libre en solution dépend de la nature, la concentration et la puissance de la substance antiradicalaire (**EBRAHIMZADEH et al., 2010**).

Le pouvoir antiradicalaire de l'extrait et de l'acide ascorbique ainsi que le BHA est illustré dans la figure N°33 ci-après :

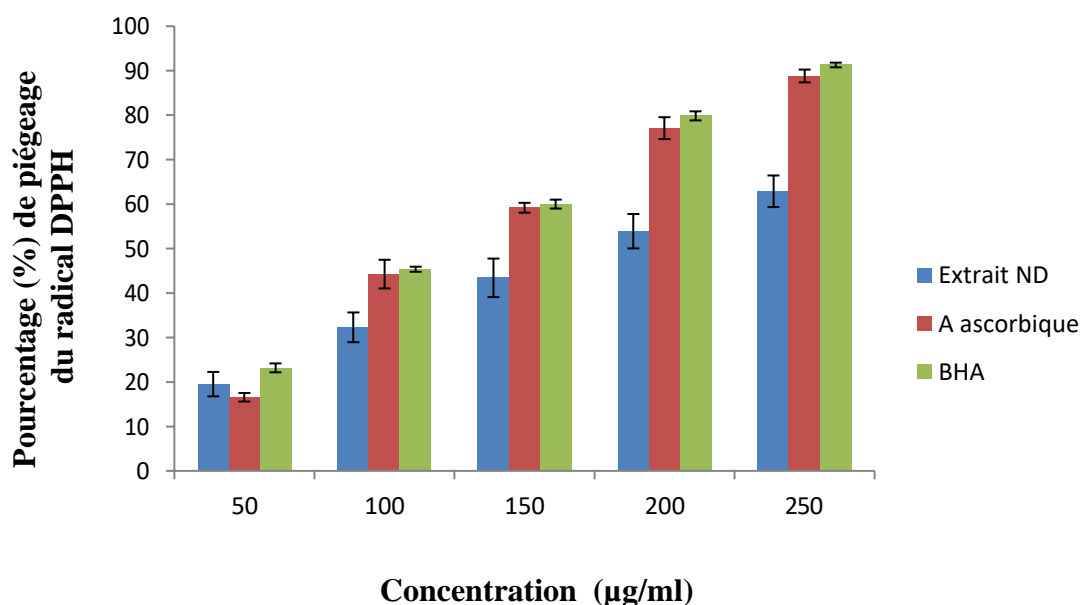


Figure N°33 : Pourcentage de réduction du radical DPPH par l'acide ascorbique, le BHA et l'extrait aqueux de ND.

L'activité de piégeage du radical (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl DPPH) de notre extrait est de 62.85 ± 3.55 %. Cette valeur est inférieure à celle trouvée pour l'acide ascorbique qui est $88,79 \pm 1.45$ % et celle de BHA $91,3 \pm 0.52$ %.

La figure N°33 illustre bien la différence de l'activité antiradicalaire entre l'extrait et les différents standards utilisés, d'une concentration à une autre, plus la concentration augmente plus le pourcentage de piégeage du radical DPPH est élevé.

L'analyse statistique par le test de l'ANOVA a montré une différence très hautement significative entre les pourcentages d'inhibition du radical DPPH des extraits de noyaux de datte, de l'acide ascorbique et de BHA (p -value < 0.001), le test complémentaire de Newman-Keuls a classé les extraits en trois groupes homogènes (voir figure N°01 de l'annexe N°05).

Pour pouvoir bien comparer l'activité antioxydante, des courbes de régression ont été établies pour calculer la concentration efficace pour réduire 50 % de DPPH (IC 50), (voir l'annexe N°04).

Les valeurs d'IC 50 sont données dans la figure N°34 suivante :

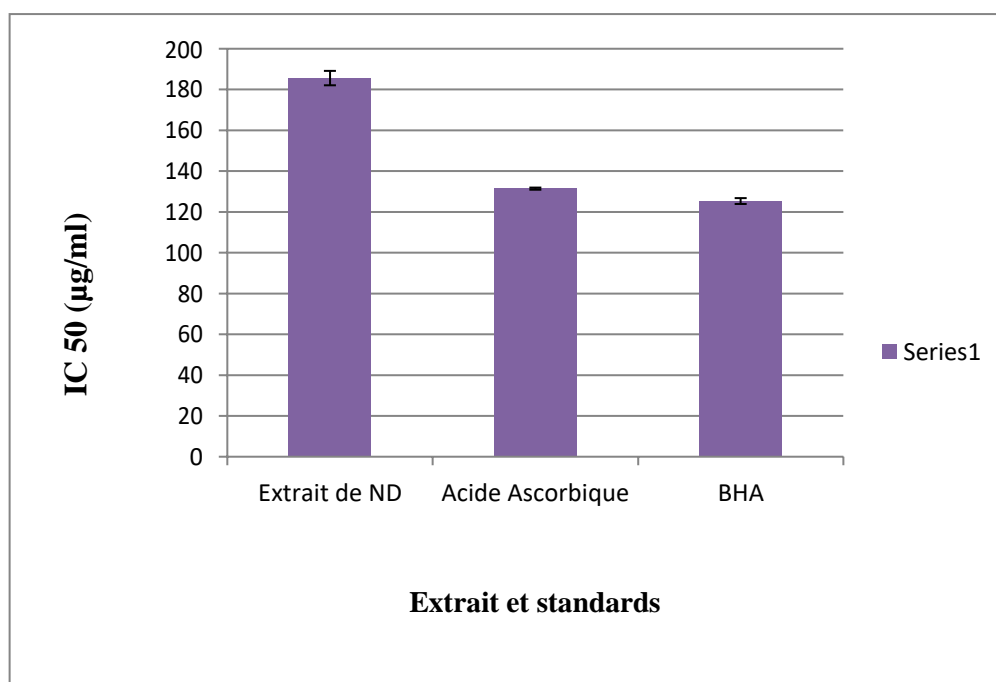


Figure N°34 : Valeurs d'IC 50 de l'extrait de ND et des standards (BHA et l'acide ascorbique).

La différence de l'activité antiradicalaire est mise en évidence en utilisant ce paramètre (IC50) qui est inversement proportionnel au potentiel anti-radicalaire d'un antioxydant,

Selon **THOURI et al. (2017)** l'IC50 de l'extrait est inversement liée à sa richesse en composés antioxydants (une valeur d'IC 50 faible correspond à une activité antioxydante élevée).

A partir de la figure N°34, nous pouvons conclure que notre extrait de noyaux de dattes représente une activité antioxydante avec une IC50 de $185.56 \pm 3.55 \mu\text{g/ml}$. Mais elle reste inférieure à celles trouvées pour l'acide ascorbique et le BHA qui sont $131,42 \pm 0.52 \mu\text{g/ml}$ et $125,3 \pm 1.45 \mu\text{g/ml}$ respectivement.

L'étude statistique ANOVA montre une différence très hautement significative (p-value < 0.001) entre les IC50 des trois extraits à savoir extrait de noyaux de dattes, l'acide ascorbique et le BHA. Le test complémentaire de Neuwman-keuls a classé les extraits en deux groupes homogènes (voir figure N°02 de l'annexe N°05).

En effet, dans la littérature on trouve que **AIT MOUHOUB et OUBOUZID (2017)**, ont constaté un pourcentage d'inhibition du radical DPPH de 98.07 % pour les noyaux d'une variété de dattes provenant du sud-est Algérien (région de Touggourt).

PLATAT et al. (2014), dans leur travail sur des noyaux de 18 variétés de dattes (Variétés Emirats Arabes Unis) qui ont trouvé un pourcentage inférieur à notre résultat, dont la valeur moyenne est de 45,53%.

Pour l'IC50 **THOURI et al. (2017)** ont trouvé des valeurs plus au moins différentes pour deux variétés tunisiennes, selon les différents solvants d'extraction utilisés. Les résultats de leur étude sont représentés dans le tableau XXVII ci-dessous.

Tableau XXVII : Les IC 50 d'inhibition radicalaire de deux variétés tunisiennes (mg/ml). (THOURI *et al.*, 2017)

| Variété Solvant | Korkobbi | Arechti |
|----------------------------------|-----------------|----------------|
| Méthanol | 0,74 ± 0,02 | 0,61 ± 0,04 |
| L'eau | 0,35 ± 0,01 | 0,58 ± 0,09 |
| Acétone 80% | 0,35 ± 0,01 | 1,61 ± 0,53 |
| Acétone 100% | 1,88 ± 0,67 | 2,01 ± 0,98 |

Les différences constatées dans l'activité de piégeage radicalaire sont fortement et positivement liée à la concentration des phénols ainsi que celle des flavonoïdes (PLATAT *et al.*, 2014).

Le pouvoir antioxydant des échantillons est étroitement lié à leur teneur totale en composés phénoliques. Les extraits ayant des niveaux plus élevés de composés phénoliques totaux présentent également une plus grande activité antioxydante. Il est conclu que le changement de polarité des solvants influence la dissolution de certains composés antioxydants et l'estimation de l'activité anti-oxydante (THOURI *et al.*, 2017).

II.5. Activité antibactérienne

Notre travail vise à montrer la présence ou l'absence d'une activité antibactérienne de l'extrait aqueux de noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda et de la comparer ensuite à celle de l'antibiotique standard utilisé qui est la Gentamycine (témoin positif).

- **Témoin positif**

En ce qui concerne les résultats de l'effet de la Gentamycine sur les différentes souches bactériennes sont présentés dans le tableau XXVIII.

Tableau XXVIII : L'effet de la Gentamycine sur les différentes souches bactériennes (diamètre de la zone d'inhibition en cm).

| Souche bactérienne | Diamètre de la zone d'inhibition de la CN |
|---|---|
| <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923 | 5 cm |
| <i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 27853 | 5 cm |
| <i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 | 5 cm |
| <i>Klebsiella pneumoniae</i> ATCC4352 | 5 cm |

CN : Gentamycine

- **Témoin négatif**

En ce qui concerne le témoin négatif le DMSO(Diméthylsulfoxyde) qui est le solvant utilisé même pour la reconstitution de l'extrait, il ne représente aucune zone d'inhibition.

- **L'extrait de noyaux de dattes**

Les diamètres des zones d'inhibition des bactéries testées sont mesurés et résumés dans le tableau XXIX, les valeurs représentent la moyenne des trois répétitions \pm l'écarttype.

Tableau XXIX : Activité antibactérienne de l'extrait aqueux des noyaux de dattes (diamètre des zones d'inhibition en cm) (n=3)

| Souche bactérienne | Diamètre de la zone d'inhibition |
|--|----------------------------------|
| <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923 | 2 \pm 00 cm |
| <i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 27853 | 2.47 \pm 0.6cm |
| <i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 | 1.63 \pm 0.6 cm |
| <i>Klebsiella pneumoniae</i> ATCC4352 | 1.8 \pm 00cm |

Les mesures des halos d'inhibition (diamètre du puits inclus) nous ont permis de classer les microorganismes suivant leur degré de sensibilité aux différents extraits :

- $\emptyset < 8$ mm : bactérie non sensible;
- $9 < \emptyset < 14$ mm : bactérie sensible;
- $15 < \emptyset < 19$ mm : bactérie très sensible (MOREIRA *et al.*, 2005).

Un seul antibiotique standard est testé sur quatre souches bactériennes Gram (+) et Gram (-), nous avons observé que les différentes souches réagissent de la même façon à l'antibiotique utilisé. Dans le même sens comparatif, ces souches bactériennes réagissent différemment vis-à-vis de l'extrait testé. Les résultats sont illustrés dans la figure N°35 ci-après.

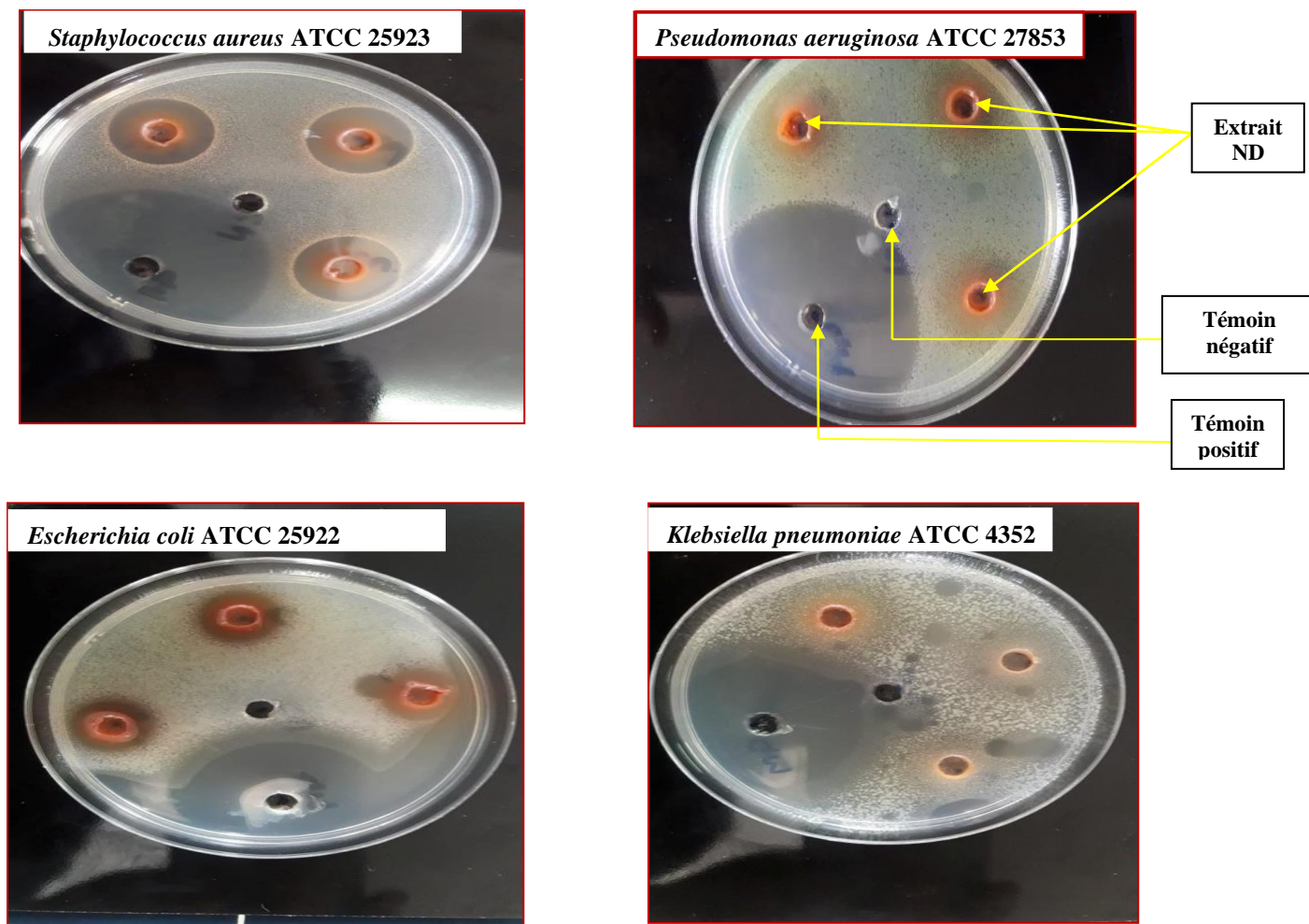


Figure N°35 : Activité antibactérienne de la Gentamycine (témoin positif) et de l'extrait aqueux de ND sur quatre souches bactériennes.

Les figures N°36 illustre les différents diamètres des zones d'inhibition obtenus par l'extrait aqueux de ND et le témoin positif (CN) sur quatre souches bactériennes.

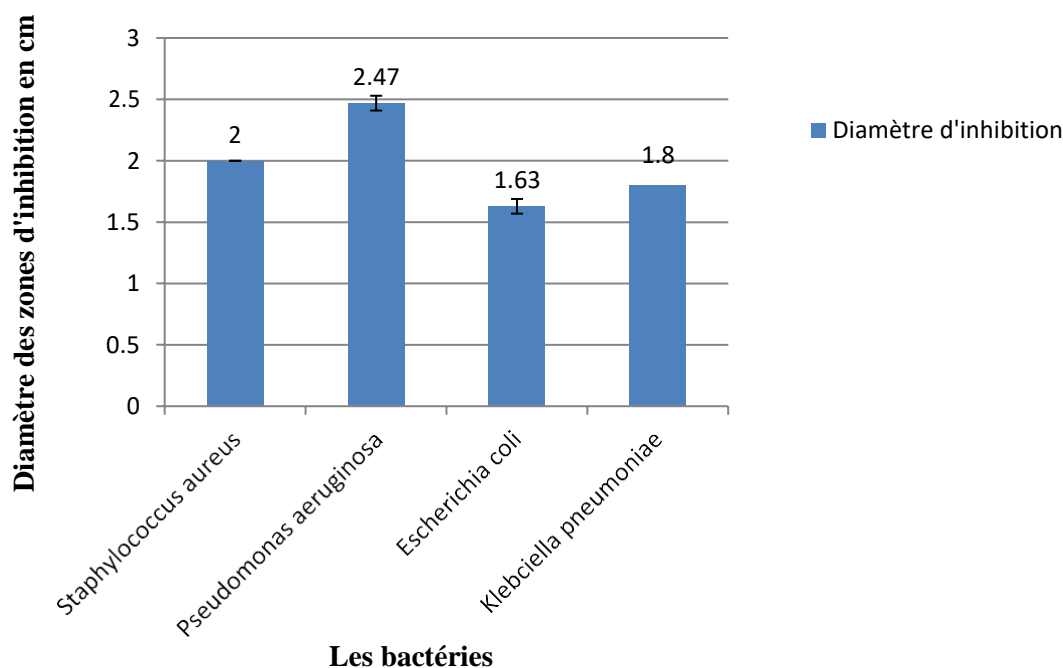


Figure N°36 : Représentation graphique des diamètres des zones d'inhibition en (cm) exprimées par l'extrait de noyaux de dattes.

Il ressort à travers l'observation des zones d'inhibition répertoriées dans la figure N°36, que tous les microorganismes testés s'avèrent sensibles à notre extrait aqueux de noyaux de dattes à une concentration de 100 mg/ml. Une sensibilité importante notée chez *Pseudomonas aeruginosa* avec un diamètre de la zone d'inhibition de 2.47 ± 0.06 cm, suivie de *Staphylococcus aureus* dont le diamètre est égal à 2 cm, *Klebsiella pneumoniae* qui a un diamètre de 1.8 cm et enfin *Escherichia coli* avec un diamètre de 1.63 ± 0.06 cm.

Le test de l'ANOVA a donné une p-value $< 0,001$; donc statistiquement il existe une différence très hautement significative entre l'extrait de noyaux de dattes et le témoin positif (Gentamycine). Par contre ce même test n'a montré aucune différence significative entre les quatre souches bactériennes. A partir de ces résultats, le test complémentaire de Newman-Keuls a classé les extraits en deux groupes homogènes (voir figure N°03 de l'annexe N°05).

Dans la littérature, **RETIMA (2015)**, a démontré que l'extrait méthanolique des noyaux de la variété Degla-Baïda et Deglet-Nour ont montré un effet inhibiteur vis-à-vis de la souche bactérienne *Escherichia coli* avec un diamètre d'inhibition de 10 mm et 11 mm respectivement. Alors que l'extrait méthanolique des noyaux de la variété Ghars a montré un effet inhibiteur de l'ordre de 12 mm pour deux souches bactériennes qui sont *E. coli* et *Entérobactérie*.

Dans le travail de **GHANIA (2015)**, sur les extraits polysaccharidiques des noyaux de dattes de la variété Ghars, elle a constaté une faible activité antibactérienne. Les résultats sont illustrés dans le tableau XXX selon les différentes bactéries.

Tableau XXX : Activité antibactérienne des extrait polysaccharidiques des noyaux des dattes en fonction des diamètres Des zones d'inhibitions (mm) (**GHANIA, 2015**).

| Souches | <i>Staphylococcus aureus</i> | <i>Escherichia coli</i> | <i>P. aeruginosa</i> |
|--------------------------|------------------------------|-------------------------|----------------------|
| Zone d'inhibition | De 1 à 6.5 mm | De 3 à 5 mm | De 3.5 à 4.5 mm |

Discussion générale

D'une manière générale, des similitudes ont été trouvées dans les résultats des analyses physico-chimiques (humidité, cendre, pH et acidité) avec ceux rapportés par la littérature scientifique, comme ils existent des différences dans les autres paramètres qui sont principalement dues aux facteurs climatiques, l'origine géographique, le type du sol, la diversité variétale, les conditions de conservation post-récolte, etc. (BENSETTI, 2005).

La méthode de macération sous agitation permet d'accélérer le processus d'extraction et de minimiser le temps de contact du solvant avec l'extrait tout en préservant la bioactivité de ces constituants (SINEIRO *et al.*, 2008).

Le rendement d'extraction varie en fonction de plusieurs paramètres qui sont : le type d'extraction (solide-liquide), le solvant d'extraction, la taille des particules, le coefficient de diffusion du solvant, les propriétés génétiques de la variété, l'origine géographique et les conditions et la durée de stockage et de récolte (LEE *et al.*, 2003).

L'extraction des composés phénoliques à partir d'un échantillon est directement liée à la compatibilité des composants avec le système de solvant ainsi que sa polarité. Il n'existe pas un solvant qui permet d'extraire tous les composés phénoliques d'un échantillon, car la polarité de ces composés est variable (MARKOM *et al.*, 2007 ; THOO *et al.*, 2010).

ALTIOK (2010) dans son étude a démontré que l'eau joue un rôle important dans le processus d'extraction des polyphénols en augmentant leur diffusion dans les tissus végétaux, ainsi la solubilité des polyphénols dépend principalement du nombre de groupements hydroxyles, du poids moléculaire et la longueur de la chaîne carbonique du squelette de base. Il constate aussi que quel que soit la méthode d'extraction appliquée, elle doit tenir compte de la bioactivité de ces principes actifs.

D'après les résultats de notre étude ; l'extrait aqueux de noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda représente des teneurs élevées en phénols totaux, flavonoïdes et flavonols. En comparant à nos résultats nous remarquons que la teneur en phénols totaux et en flavonoïdes sont largement supérieurs à ceux trouvés dans la littérature. En effet, la variabilité dans les teneurs est largement dépendante de plusieurs facteurs : cultivar, degré de maturation (BOUDHRIOUA *et al.*, 2009), des conditions climatiques et géographiques (MYLONAKI *et al.*, 2008), de l'état physiologique et l'âge de la plante (DE LEONARDIS *et al.*, 2008).

PLATAT *et al.* (2014) ont constaté dans leur travail sur les noyaux de 18 variétés de dattes d'UAE (United Arab Emirates), des valeurs variables et différentes et par rapport à nos

résultats à savoir de 18,6482 mg GAE/g MS à 47,6887 mg GAE/g MS pour les phénols totaux et de 59,95 mg RE/g MS à 216,73 mg ER/g MS pour les flavonoïdes.

Le dosage par le réactif de Folin-Ciocalteu n'est pas spécifique aux polyphénols, mais beaucoup de composés peuvent réagir avec ce réactif (**TAWAHA et al., 2007**).

Selon **ALMELA et al. (2006)** et **OBEID et al. (2007)**, la quantification et l'identification des polyphénols des extraits végétaux sont considérées comme la première étape vers l'évaluation de l'activité antioxydante. Le DPPH est un radical stable à température ambiante, accepte un électron ou un hydrogène et devient stable. Ce test est largement utilisé pour évaluer la capacité antioxydante, ceci est en relation avec sa faible consommation du temps par rapport à d'autres méthodes. Il permet d'apprécier les variations qualitatives des composés phénoliques.

L'évaluation de l'activité antiradicalaire doit être interpréter avec précaution du fait que l'absorbance du DPPH à 517 nm diminue sous l'action de la lumière, de l'oxygène, en fonction du pH et le type du solvant additionné à l'antioxydant (**RAJESHWAR et al., 2005**).

Notre extrait aqueux de noyaux de dattes représente une activité antioxydante assez élevée, qui est estimée par le pourcentage d'inhibition radicalaire DPPH cette valeur est de 62.85 ± 3.55 %. Cette dernière est inférieure par rapport aux valeurs constatées pour les deux standards utilisés dans cette présente étude ; qui sont l'acide ascorbique et Butyl-Hydroxyl-Anisol (BHA) avec des valeurs $88,79 \pm 1.45$ % et $91,3 \pm 0.52$ %, respectivement.

Selon **PLATAT et al. (2014)**, les variétés présentant le pouvoir antioxydant le plus élevé sont également celles qui contiennent le moins de matières grasses. Ainsi que les graines de dattes les plus riches en phénols et en flavonoïdes permettent d'optimiser l'effet antioxydant des polyphénols en minimisant l'apport en matières grasses.

D'après les résultats de l'étude effectuée par **THOURI et al. (2017)**, les solvants les plus efficaces pour l'extraction des polyphénols étaient l'eau et le méthanol. Ces deux solvants polaires ont montré la plus forte activité antioxydante. Une bonne corrélation a été obtenue entre les propriétés antioxydantes des extraits des noyaux de dattes. Par conséquent, l'extrait aqueux des noyaux de dattes pourrait être considéré comme une source sûre d'antioxydants naturels utilisables dans de différentes applications tant dans le domaine de l'industrie alimentaire que pour l'usage pharmacologique.

Les résultats de l'activité antimicrobienne obtenus dans la présente étude pourraient être dus à la méthode d'extraction et le solvant utilisé. De plus, L'activité antimicrobienne d'un extrait est probablement due à la présence de synergie entre le nombre de composants qui lorsqu'ils sont séparés deviendraient inactifs individuellement (**RIO et RECIO, 2005**).

L'extrait testé dans notre étude a réagi positivement sur toutes les souches microbiennes testées, ce qui confirme que les noyaux de dattes de la variété Deglet-Baïda sont doués de propriétés antimicrobiennes.

Les résultats des tests de l'activité antibactérienne obtenue par **CELIK et al. (2014)** ont montré que l'extrait aqueux et l'extrait éthanolique des noyaux de dattes ont un effet sur onze microorganismes. Ces extraits présentent un large spectre antimicrobien et exercent un effet antimicrobien un peu plus fort contre les bactéries Gram positif que contre les bactéries Gram négatif, à une concentration de 10 mg/ml. Les bactéries les plus sensibles ont présenté un diamètre de zone d'inhibition de $33,4 \pm 1,5$ mm et les diamètres de zone d'inhibition pour les plus résistantes été inférieur à 10 mm.

L'étude de **GHANIA (2015)** sur les extraits polysaccharidiques des noyaux de dattes a montré que ces derniers sont dotés d'un effet antibactérien sur les souches bactériennes testées, et les diamètres des zones d'inhibition étaient : De 1 à 6.5 mm pour *Staphylococcus aureus*, de 3 à 5 mm pour *Escherichia coli* et de 3.5 à 4.5mm pour *P.aeruginosa*

En effet, **HAYOUNI et al. (2007)** ont montré que la méthode d'extraction et la nature du solvant peuvent influencer l'activité antimicrobienne des composés phénoliques des plantes. Le diamètre de la zone d'inhibition diffère d'une bactérie à une autre et d'un extrait à un autre. La variation de l'activité antimicrobienne des extraits explique les variations de leurs compositions chimiques.

Conclusion

Conclusion générale

Toute activité de production ou de consommation génère des déchets, qui sont souvent associés à la détérioration de notre environnement et à de multiples risques pour la santé humaine, parmi ces activités on trouve l'industrie de transformation des dattes qui génère des quantités considérables de déchets à savoir les noyaux de dattes.

Les noyaux de dattes possèdent des propriétés biologiques très importantes qui trouvent de nombreuses applications dans divers domaines tels qu'en médecine, pharmacologie, cosmétologie, agroalimentaire, etc. Ce regain d'intérêt vient du fait que ce sous-produit représente une source inépuisable de substances bioactives.

Dans le présent travail, nous avons réalisé une caractérisation physique des noyaux de dattes, une caractérisation physico-chimique de la poudre de noyaux de dattes et de son extrait aqueux, ainsi qu'une évaluation de l'activité antioxydante et antimicrobienne de ce dernier.

La caractérisation physique nous a permis d'obtenir les résultats suivants : $0,91 \pm 0,07$ cm, $1,45 \pm 0,31$ g et $2,63 \pm 0,18$ cm pour la largeur, le poids et la longueur respectivement.

L'extraction des polyphénols à partir des noyaux de dattes nous a permis d'obtenir un rendement moyen qui est de $4,6 \pm 0,03\%$.

Le dosage des composés phénoliques en termes de phénols totaux, flavonoïdes et flavonols a été effectuée par des méthodes spectrophotométriques et les valeurs respectives étaient comme suit : $229,67 \pm 0,302$ mg EAG/ g de MS, $201,12 \pm 0,024$ mg EQ/ g de MS, $173,03 \pm 0,12$ mg EQ/g de MS.

L'activité antioxydante de l'extrait aqueux a été évaluée par la méthode de réduction du radical libre DPPH. L'IC₅₀ a été estimée à $185,56 \pm 3,55$ µg/ml contre $131,42 \pm 0,52$ µg/ml pour le standard (acide ascorbique) et $125,3 \pm 1,45$ µg/ml pour le BHA, ce qui confirme que les noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda sont doués d'un pouvoir antioxydant.

L'activité antimicrobienne a été déterminée sur quatre souches bactériennes, selon la méthode de diffusion en puits. Les résultats indiquent que l'extrait aqueux des noyaux de dattes de la variété Degla-Baïda possède une activité antibactérienne.

Les résultats de l'activité antioxydante et antimicrobienne ont montrés des différences très hautement significatives issues de l'étude statistique par le test ANOVA.

D'après les résultats obtenus de la présente étude, certaines perspectives s'imposent :

- Étendre l'éventail des tests antioxydants et antimicrobiens sur les noyaux de dattes et pourquoi ne pas tester les activités anti-inflammatoires et antidiabétiques.

- Approfondir beaucoup plus sur les activités antioxydantes et antimicrobiennes des différents extraits des noyaux de dattes, en passant de l'in vitro qui ne constitue qu'une première étape dans la recherche des substances d'origines naturelles vers des études in vivo.

La valorisation des sous-produits issus de l'industrie agroalimentaire contribue significativement à la réduction de la consommation des ressources en collectant mieux les déchets, Elle favorise une exploitation industrielle des sources naturelles d'antioxydants qui dépend de nombreuses exigences comme la concentration élevée en molécules actives, facilité d'extraction, absence de toxicité des composés présents dans les extraits et une autorisation légale d'utilisation en industries alimentaires à des fins de conservation.

Références

bibliographiques

ABDUL AFIQ M.J., ABDUL RAHMAN R., CHE MAN Y.B., AL-KAHTANI H.A. et MANSOR T.S.T. (2013). Date seed and date seed oil. *International Food Research Journal* 20(5):2035-2043.

ABEDINI A. (2013). Evaluation biologique et phytochimique des substances naturelles d'*hyptisatrorubens Poit. (Lamiaceae)*, sélectionnée par un criblage d'extraits de 42 plantes ; diplôme de doctorat ; université de Lille ; France.

ABSI R. (2013). Analyse de la diversité variétale du Palmier Dattier (*Phoenix dactylifera L.*): Cas des Ziban (Région de Sidi Okba). Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Magister en sciences agronomiques. Université Mohamed Khider Biskra.

AIT MOUHOUB H. et OUBOUZID T. (2017). L'étude de l'activité anti-oxydante des extraits phénoliques d'un mélange de «*Matricaria pubescens*» et une variété de datte «*Phoenix dactylifera L.*». Mémoire de Fin de Cycle. Option Biochimie appliquée. Université A. MIRA – Bejaia-

AKROUM S. (2011). Etude analytique et biologique des flavonoïdes naturels ; diplôme de doctorat. Université Mentouri. Constantine. Algérie.

AL JUHAIMI F., GHAFOR K. et ÖZCAN M.M. (2012). Physical and chemical properties, antioxidant activity, total phenol and mineral profile of seeds of seven different date fruit (*Phoenix dactylifera L.*) varieties, *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 63:1, 84-89

ALAM M.A., SUBHAN N., HOSSAIN H., HOSSAIN M., REZA H. M., RAHMAN M.M. et ULLAH M.O. (2016). Hydroxycinnamic acid derivatives: A potential class of natural compounds for the management of lipid metabolism and obesity. *Nutrition & Metabolism*, 13 (1).

ALDHAHERI A., ALHADRAMI G., ABOALNAGA N., WASFI I., et ELRIDDI M. (2004). Chemical composition of date pits and reproductive hormonal status of fed date pits. *Food Chemistry*, 86, 93-97.

AL-FARSI A.M., et LEE C.Y. (2008). Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds . *Food Chemistry*, vol.108, pp. 977-985.

AL-FARSI M., ALASALVAR C., AL-ABID C.M., AL-SHOAILY K., MANSORAH AL-AMRY. et ALRAWAHY F. (2007). Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and their by-products. *Food Chemistry*. 104: 943–947.

Références bibliographiques

ALMELA L., BAYÇIN D., SANCHEZ-MUNOZ B., FERNANDEZ-LOPEZ J.A., ROCA M.J., et RABE V. (2006). Liquid chromatographic-mass spectrometric analysis of phenolics and free radical scavenging activity of rosemary extract from different raw material. *Journal of Chromatography*, 1120 (1), 221-229.

AL-QARAWI A.A., MOUSA H. M., ALI B.E. H., RAHMAN H. A. et EL-MOUGY S.A. (2005). Protective effect of extracts from dates (*Phoenix dactylifera* L.) on carbon tetrachloride-induced hepatotoxicity in rats., *Int. J. Appl. Res. Vet. Med* 2(24): 176–180.

ALTIOK E., DENIZ B., OGUZ B., et SEMRA U. (2008). Isolation of polyphenols from the extracts of olive leaves (*Olea europaea*. L) by adsorption on silk fibroin. *Separation and Purification Technology*, 62: 342-348.

AL-TURKI S., SHAHBA M.A., et STUSHNOFF C. (2010). Total Phenolics and Antioxidant Properties of Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Pits as Affected by Cultivar and Location, *Acta horticulturae*. pp.1163-1180.

AL-WUSAIBAI N. A., BEN ABDALLAH A., AL-HUSAINI M. S., AL-SALMAN H. ET ELBALLAJ M. (2012). A comparative study between mechanical and manual pollination in two premier Saudi Arabian date palm cultivars, Vol.5 No.4, p 2487-2490.

AMANA E.K. (2007). Les anacardiaceae du Togo : études botaniques, écologiques et propriétés antifongiques. Thèse de doctorat en Pharmacie. Sciences pharmaceutiques. Biologie végétale. Reims. France.

AMANY M.M.B., SHAKER M.A. et ABEER A.K. (2012). Antioxidant activities of date pits in a model meat system. *International Food Research Journal*, 19: 223227.

ANNOUN N., et BILEK H. (2013). Caractérisation et incorporation dans une margarine des extraits de noyaux de datte d'une variété sèche. Mémoire de Master en Biotechnologie, Agro-Ressources Aliments et Nutrition, Option : Corps Gras Université Abderrahmane Mira. Bejaia.

AOAC, "Official Methods of Association of Agriculture Chemists," (2005). 20th Edition, AOAC, Washington DC,.

ARBENZ A., et AVEROUS L. (2015). Chemical modification of tannins to elaborate aromatic biobased macromolecular architectures, *Green Chemistry*, p26-46.

ARDEKANI M.R.S., KHANAVI M., HAJIMAHMOODI M., JAHANGIRI M., et HADJIAKHOONDI A. (2010). Comparison of Antioxidant Activity and Total Phenol Contents of some Date Seed Varieties from Iran, *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*, 9 (2): 141-146.

Références bibliographiques

ARUOMA O.I., BAHORUN T., et JEN L.S. (2003). Neuroprotection by bioactive components in medicinal and food plant extracts. *Mutation Research*, 544: 203-215.

ARZI A., AZARBANI S., AGHEL N., NAZARI Z., et REZAEI M. (2014). The preventive effect of date palm (*Phoenix dactylifera L.*) seed and fruit Hydroalcoholic extracts on carrageenan-induced inflammation in Male rat's hind paw. *Jundishapur Sci Med* .13(5) : P.495–502.

ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALISATION (AFNOR), (1982). Recueil de normes françaises des céréales et produits céréaliers. 1re Edition.

ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALISATION (AFNOR). (1974). Recueil des normes françaises des produit dérivés des fruits est légumes, jus de fruit. Ed. AFNOR. pp 1-322.

ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALISATION (AFNOR). (1986). Jus de fruits et légumes : spécification d'analyse. 2ème éd, Tour Europe, Paris, p 155.

AZIMAN N., ABDULLAH N., MOHD NOOR Z., ZULKIFLI K.S., et WAN KAMARUDIN W.S.S. (2012). Phytochemical constituents and in vitro bioactivité of ethanolic aromatic herb extracts. *Sains Malayiana*, 41(11),pp : 1437-1444.

B

BAG A., et CHATTOPADHYAY R.R. (2015). Evaluation of Synergetic Antibacterial and Antioxidant Efficacy of Essential Oils of Spices and Herbs Combinaison. *PLOS-One.PLoS One*. 2015 Jul 1;10 (7): pp. 0131-321.

BANAT F., AL-ASHEHA S. et AL-MAKHADMEHA L. (2003). Evaluation of the use of raw and activated date pits as potential adsorbents for dye containing waters. *Process Biochemistry* 39 (2): 193-20.

BARBOUCHI M., ELAMRANI K., EL IDRISSE M., et CHOUKRAD M. (2018). A comparative study on phytochemical screening, quantification of phenolic contents and antioxidant properties of different solvent extracts from various parts of *Pistacia lentiscus L.* *Journal of King Saud University - Science*.

BARREVELD W.H. (2019). Date Palm Products. *FAO Agricultural Services Bulletin* No.101. <http://www.fao.org/docrep/t0681e/t0681e00.htm#con>

Références bibliographiques

BENNAMIA A., MESSAOUDI B. (2006). Contribution à l'étude de la composition des dattes « Deglet Nour » et « Ghars » dans le pédopaysage de la cuvette de Ouargla, p 4-5.

BENSETTI M. (2005). Contribution à l'étude de l'effet de la durée de congélation sur les propriétés des dattes Routab du cultivar Bent Qbala. Mémoire de fin d'études en biochimie. Université d'Ouargla, pp : 8-20.

BESBES S., BLECKER C., DEROANNE C., DRIRA N.E., et ATTIA H. (2004). Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food Chemistry*, pp : 577– 584.

BETTAYEB H., et MEFISSEL F. (2015). Etude phytochimique des extraits bruts des dattes (Ghars, Deglet-Nour, Degla-Beida). Mémoire de master en Biologie. Spécialité Biochimie fondamentale et appliquée. Université kasdi merba-Ouargla-.

BOUCHELTA C., MOHAMED S.M., ODILE B., et JEAN-PIERRE B. (2008). Preparation and characterization of activated carbon from date stones by physical activation with steam. *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, pp : 82, 70-7.

BOUCHEMAL N., MERZOUGUI Z., ADDOUN F. (2011). Adsorption en milieux aqueux de deux colorants sur charbons actifs à base de noyaux de datte. *Journal de la Société Algérienne de Chimie*, 21(1), 1-14.

BOUDEBZA Y., et OUCHTATI N. (2018). Valorisation des noyaux de datte dans la fabrication d'un café décaféiné. Mémoire en science alimentaire. Option Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire. Université 8 Mai 1945 Guelma.

BOUDECHICHE L. (2010). Valorisation des rebuts de dattes dans les rations pour ovins. Thèse de Doctorat. Option biologie animal. Université Badji Mokhtar- Annaba.

BOUDECHICHE L., ARABA A., TAHAR A. et OUZROUT R. (2009). Etude de la composition chimique des noyaux de dattes en vue d'une incorporation en alimentation animale. *Livestock Research for Rural Development*. Volume 21, pp: 210-269

BOUDHRIOUA N., BAHLOUL N., BEN SLIMEN I., et KECHAOU N. (2009). Comparison on the total phenol contents and the color of fresh and infrared dried olive leaves. *Industrial Crops and Products*., 2/3 (29): pp : 412-419.

BOUGUEDOURA N., BENKHALIFA A. et BENNACEUR M. (2010). Le palmier dattier en Algérie Situation, contraintes et apports de la recherche, p : 15-22.

BOUSSENA Z. et KHALI M. (2016). Extraction et composition chimique d'huile de noyaux de dattes algérienne. *Nutrition et Santé*, Vol.05 N°02: 100-106.

BOZIN B., MIMICA-DUKIC N., SAMOJLIK I., GORAN A., et IGIC R. (2008). Phenolics as antioxidants in garlic (*Allium sativum*L., Alliaceae). *Food Chemistry*, 111: p 925–929.

BRAND-WILLIAMS W., CUVELIER M., E., et BERSET C. (1995). Use of the free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT. Food Science and Technologie*. 28 (1),pp : 25-30.



CASARIN E., DALL'ACQUA S., SMEJKAL K., ŠLAPETOVA T., INNOCENTI G. et CARRARA M. (2014). Molecular mechanisms of antiproliferative effects induced by Schisandra-derived dibenzo-cyclooctadiene lignans deoxyschisandrin and gomisin N in human tumour cell lines. *Fitoterapia*.pp : 241–247.

CELIK H., KUCUKOGLU K., NADAROGLU H. et SENOL M. (2014). Evaluation of Antioxidant, Antiradicalic and Antimicrobial Activities of Kernel Date (*Fructus dactylus*). *Journal Of Pure And Applied Microbiology*. Vol. 8(2), p. 993-1002.

CHAIRA N. (2016).Nouvelles approches technologiques de valorisation des dattes tunisiennes à faible valeur marchande. Formulaire De Proposition D'une Action De Recherche (AR). 1-15.

CHAIRA N., FERCHICHI A., MRABET A. et SGHAIROUN M., 2007 « Chemical composition of the flesh and the pit of date palm fruit and radical scavenging activity of their extracts » *Pakistan Journal of biological sciences*, 10 (13), .pp : 2202-2207.

CHAIRA N., MRABET A. et FERCHICHI A. (2009). Evaluation of antioxidant activity, phenolics, sugar and mineral contents in date palm fruits. *Journal of Food Biochemistry*, 33(3), pp : 390–403.

CHEYNIER V. (2005). Polyphenols in foods are more complex than often thought. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 81(1). pp : 223-229.

Références bibliographiques

CHIKH S. (2014). Etude phytochimique et évaluation de l'activité antibactérienne et antifongique des extraits des noyaux des dattes variété « Ajawa ». Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Master en Biologie. Option Biochimie Appliquée. Université Abou Bekr Belkaïd-Tlemcen-.

CHIRA K., SUH J.H., SAUCIER C., et TEISSEDRE P.L. (2008). Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*, 6(2), pp : 75–82.

CLERIVET A., ALAMI I., BRETON F., GARCIA D. et SANIER C. (2013). Les composés phénoliques et la résistance des plantes aux agents pathogènes. *Acta Botanica Gallica*. pp : 2166-3408.

CROZIER A., JAGANATH I., et CLIFFORD M. (2007). Phenols, Polyphenols and Tannins: Chapter1 in book: *Plant Secondary Metabolites: Occurrence, Structure and role in the Human diet*. Oxford, United Kingdom, Black well publishing; pp : 383.

D

DAI J., et MUMPER R.J. (2010). Plant Phenolics : Extraction, analysis and their antioxydant and anticancer properties. *Molecules*; 15(10), pp : 7313-52.

DAMMAK I., BEN ABDALLAH F., BOUDAYA S., BESBES S., KESKES L., EL GAIED A., TURKI H., ATTIA H., et HENTATI B. (2007). Date seed oil limit oxidative injuries induced by hydrogen peroxide in human skin organ. *BioFactors*. 29, pp : 137-145.

DE LEONARDIS A., ACETINI A., ALFANO G., MACCIOLA V. et RANALLI G. (2008). Isolation of a hydroxytyrosol rich extract from olive leaves (*Olea europea L.*) and evaluation of its antioxidant properties and bioactivity. *European Food Research and Technology*., 226, pp : 653-659.

DESMIER T. (2016). Les antioxydants de nos jours : definition et applications. Thèse pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie. Université de Limoges.

DJOUAB A. (2016). Etude du pouvoir antioxydant de deux variétés de dattes du nord et du sud algérien. possibilité d'incorporation dans une margarine allégée. Thèse de doctorat. Option technologie alimentaire. Université M'hamed Bougara-Boumerdes.

Références bibliographiques

E

EBRAHIMZADEH M-A., NABAVI S-F., MAHMOUDI M., ESLAMI B. et DEHPOUR A-A. (2010). Biological and pharmacological effects of Delphinium elbursense. *African Journal of Biotechnology*, 9 (34), pp : 5542-5549.

EDEAS M. (2007). Les polyphenols et les polyphenols de thé. *Phytothérapie*. 5, pp : 264-270.

EL GHARRAS H. (2009). Polyphenols : food sources, properties and applications – a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, pp : 2512–2518.

EL NEMER A., ABDELWAHAB O., EL-SIKAILY A. (2007). Treatment of waste water containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed. *J.Hazard. Mater.*

EI SHAZLY K., IBRAHIM E.A., et KARAM H.A. (2009). Nutritional value of date seeds for sheep. *Journal of Animal Science*, 22, pp : 894-897.

F

FARHOOSH R., JOHNY S., ASNAASHARI M., MOLAAHMADIBA-HRASEMAN N., et SHARIF A. (2016). Structure–antioxidant activity relationships of o-hydroxyl, o-methoxy, and alkyl ester derivatives of p-hydroxybenzoic acid. *Food Chemistry*. 194. pp : 128-134.

G

GANESAN K., et XU B. (2017). A Critical review on polyphenols and health benefits of black soybeans. *Nutrients*, pp: 1-17.

GHANIA A. (2015). Extraction, caractérisation partielle et activités biologiques des polysaccharides des noyaux des dattes ; variété Ghars. Mémoire en vue de l'obtention du Diplôme de MAGISTER en Biologie Option : Biochimie et Analyse des Bioproduits. Université Kasdi Merbah-Ouargla.

GHNIMI S., ALMANSOORI R., JOBE B., HASSAN M.H., KAMAL-ELDIN A. (2015). Quality Evaluation of Coffee-Like Beverage from Date Seeds (*Phoenix dactylifera*, L.). *Arab Journal of Food Processing and Technology*. 6 (12), pp : 1-6.

Références bibliographiques

GUILLOUTY A. (2016). Plantes médicinales et antioxydants. Thèse pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie. Université Toulouse III Paul Sabatier.

H

HABIB H.M., et IBRAHIM W.H. (2011). Effect of date seeds on oxidative damage and antioxidant status in vivo. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(9), pp : 1674–1679.

HAIMOUR N. M. et EMEISH S. (2006). Utilization of date stones for production of activated carbon and phosphoric acid., *Waste Management* (26), pp : 651-660.

HAMADA J.S., HASHIM I.B., SHERIF F.A. (2002). Analyse préliminaire et utilisation potentielle des puits de dattes en nourriture. *Nouriture Chem.* 76, pp : 135-137.

HARDMAN W.E. (2014). Diet components can suppress inflammation and reduce cancer risk. *Nutrition Research and Practice*, 8(3), 233.

HAROUN M., et KHESRANI W. (2016). Caractérisation physico –chimique de fruits de variétés de dattes de la vallée de M'Zab et leurs potentiel antibactérien. Mémoire de master. Université Abderrahmane Mira-Bejaia-

HASLAM E. (1998). Practical polyphenolics: From structure to molecular recognition and physiological action. Editions Cambridge University Press ; Cambridge ; United Kingdom. p422.

HAYOUNI E.A., ABEDRABBA M., BOUIX M. et HAMDI M. (2007). The effect of solvents and extraction method on the phenolic contents and biological activities in vitro of Tunisian *Quercus coccifera* and *Juniperus phoenicea* L. fruits extracts. *Food Chemistry*, 105 (3), pp : 1126-1134.

HOPF M., ZOHARY D., et WEISS E. (2012). Domestication of plants in the old world. 3eme édition. New York, Oxford University Press, p 264.

HOSSAIN Z.M., MOSTAFA I.W., SINGH V., SEQUEIRA V. et RAHMAN M.S. (2014). Chemical Composition of Date–Pits and Its Potential for Developing Value–Added Product – a Review. *Pol. J. Food Nutr. Sci.*, Vol. 64, No. 4, pp. 215–226.

Références bibliographiques

HOSSEINI R., MOOSAVI F., RAJAIAN F.H., SILVA T., MAGALHÃES D., SASO L., MIRI R., BORGES F., et FIRUZI O. (2016). Discovery of neurotrophic agents based on hydroxycinnamic acid scaffold. Medicinal and natural products chemistry research center, pp : 1-39.

I

IVORA S., GROS-BALTHAZARD M., NEXTON C., TENGBERG M., PINTAUD J.C., et TERRAL J.F. (2013). «Origine et domestication du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) », *Revue d'ethnoécologie*, 4.

J

JASSIM S.A. A., NAJI M.A. (2007). In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Pits on a Pseudomonas Phage. General Authority for Health Services for the Emirate of Abu Dhabi. *Journal of Ethnopharmacology*, vol.98, pp : 313-317.

JASSIM S.A.A. (2005). Review/novel phyto-anti-HIV drugs: A cause for optimism. *Biologist*;52 ; pp : 268–72.

JASSIM S.A.A., NAJI M.A. (2003). Review/novel antiviral agents: A medicinal plant perspective. *J Appl Microbiol*; 95, pp : 412–420.

JASSIM, S. A. A. & NAJI, M. A. (2010).In vitro evaluation of the antiviral activity of an extract of date palm (*Phoenix dactylifera L.*) pits on a *pseudomonas* phage., *Evid-Based Compl. Alt. Med* (7), pp : 57–61.

K

KAANIN G. et HARFI L. (2012). Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de l'huile du noyau de datte : essai d'incorporation dans une margarine de table. Mémoire de fin d'étude en sciences alimentaire. spécialité Contrôle de Qualité et Analyse des aliments. Université Abderrahmane MIRA de Béjaia.

KEHILI H.E., ZERIZER S., BELADJILA K.A., KABOUCHE Z. (2016). Anti-inflammatory effect of Algerian date fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Agric Immunol*, pp : 820–829.

Références bibliographiques

KEMASSI H., BABAHANI S., et IDDER T. (2016). «Valorisation des noyaux de dattes de la région d'Ouargla (Sud algérien) par des procédés biotechnologiques pour la production de levure alimentaire » ; *Régions Arides*. n°43 (3/2017), Zarzis (Tunisie), 19-21.

KHALI M., BOUSSENA Z., et BOUTEKRABT L. (2015) « Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre ». *Nature & Technologie*. B- Sciences Agronomiques et Biologiques, n° 12, pp : 16 à 26.

KHALIL K.E., ABD EL-BARI M.S., HAFIZ N.E., et AHMED E.Y. (2002). production, evaluation and utilization of date syrup concentrate (Dibis). *Egypt. J. Food Sci*, 30(2), pp : 179-203.

KHANAVIA M., HAJIMAHMOODI M., JAHANGIRI M., REZA SHAMS ARDEKANI M., HADJIAKHOONDI A. (2010). Comparison of antioxidant and Total Phenol Contents of some Date Seed Varieties from Iran. *Iranian Journal Pharmaceutical Research*. 9 (2), pp : 141-146.

KING A., et YOUNG G. (1999). Characteristics and occurrence of phenolic phytochemicals. *Journal of American dietetic association*, 99(2), pp : 213–218.

KUMARAN A., et KARUNAKARAN R.J. (2007). In vitro antioxidant activities of methanol extracts of five Phyllanthus species from India. *LWT - Food Science and Technology*, 40(2), pp : 344–352.



LAMAISON L.L., et CARNET A. (1990). Teneurs en principaux flavonoïdes des fleurs et des feuilles de *Crataegus monogyna* Jacq. Et de *Crataegus laevigata* (poiret) DC. (*Roasaceae*). *Pharmaceutica Acta Helvetica*, 65, pp : 315-320.

LECHEB F. (2010). Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin. Mémoire de fin d'étude en. Spécialité Génie alimentaire. Option Technologie Alimentaire. Université M'hamed Bougara Boumerdès.

Références bibliographiques

LEE K.W., KIM Y.J., LEE H.J. et LEE C.Y. (2003). Cocoa Has More Phenolic Phytochemicals and a Higher Antioxidant Capacity than Teas and Red Wine. *J. Agric. Food Chem*, 51, pp : 7292-7295.

LERAY C. (2010). Les lipides dans le monde vivant. Editions Lavoisier TEC & DOC, p5.

M

MACHEIZ J.J, FLEURIET A., et JAY-ALLEMAND C. (2005). Les composés phénoliques des végétaux. Un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. *Presse Polytechniques et universitaires Romandes*, pp : 175-181.

MANACH C., SCALBERT A., MORAND C., REMESY C., et JIMENEZ L. (2004). Polyphenols: food sources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*. 79(5), pp : 727-4.

MANSOURI N., AOUN L., DALICHAUCHE N., et HADRI D. (2018). Yields, chemical composition, and antimicrobial activity of two Algerian essential oil against 40 avian multi-drug-resistant *Escherichia coli* strains. *Veterinary World* Vol. 11.

MARKOM M., HASAN M., RAMLI W., DAUD W., SINGH H., et MD JAHIM J. (2007). Extraction of hydrolysable tannins from *Phyllanthus niruri* Linn.: Effects of solvents and extraction methods. *Separation and Purification Technology*. 52, pp : 487-496.

MARTIN S., et ANDRIANTSITOHAINA R. (2002). Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. *Annales de Cardiologie*. 51, pp : 304-315.

MASAKI H. (2010). Role of antioxydants in the skin : Anti-aging effects. *Journal of dermatological science*.58, pp : 85-90.

MOLYNEUX, P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity Songklanakarin. *J. Sci. Technol*, 26(2) : 211-219.

MOUDACHE M., ZAIDI F., NERIN C. et COLON M. (2016). Phenolic content and antioxidant activity of olive by-products and antioxidant film containing olive leaf extract. *Food chemistry*.212, pp : 521-527.

Références bibliographiques

MOUDACHE M., ZAIDI F., NERIN C., et COLON M. (2017). Antioxidant effect of an innovative active plastic film containing olive leaves extract on fresh pork meat and its evaluation by Raman spectroscopy. *Food chemistry*, 229, pp : 98-103.

MOUNI L., MERABET D., BOUZAZA A. et BELKHIRI L., (2010) « Removal of Pb²⁺ and Zn²⁺ from the aqueous solutions by activated carbon prepared from Dates stone», *desalination and water treatment*, 16, pp :1-8.

MUNIER P. (1973). Le palmier dattier. Techniques agricoles et productions tropicales Ed. Larousse, Paris, pp 2-21.

MUTLAK H.H., ALYWI F.F., et MAYSARA MS. (1987). Some flavonoid compounds in date seeds. *Date Palm*; 5, pp : 257–281.

MYLONAKI S., KIASOS E., MAKRIS D. P., et KEFALAS P. (2008). Optimisation of the extraction of olive (*Olea europaea*) leaf phenolics using water/ethanol-based solvent systems and response surface methodology. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 392(5), pp : 977–985.

N

NILI M., BEN MOHAMED C., et BOUAMEUR N. (2013). Caractérisation physico-chimique du colostrum camelin (*Camelus dromedarius*). *Revue des Bio-Ressources*. Vol. 3 N 2, pp 35-41.

NKHILI E. (2009). Polyphénols de l'Alimentation: Extraction, interactions avec les ions du Fer et du Cuivre, oxydation et pouvoir antioxydant ; diplôme de doctorat; Montpellier ; France.

O

OBEID H.K., KARUSO P., PRENZLER P.D. et ROBARDS K. (2007). Novel secoiridoids with antioxidant activity from Australian olive mill waste. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55, 2848-2853.

OOMAH B.D., CORBÉ A., et BALASUBRAMANIAN P. (2010). Antioxidant and Anti-inflammatory Activities of Bean (*Phaseolus vulgaris L.*) Hulls. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58(14), pp : 8225–8230.

Références bibliographiques

OUJEDI K., MANSO S., NERIN C., HASSISSEN A.N., ZAIDI F. (2019). New active antioxidant multilayer food packaging films containing Algerian Sage and Bay leaves extracts and their application for oxidative stability of fried potatoes. *Food Control* 98, pp : 216–226.

P

PLATAT C., HABIB H.M., AL MAQBALI F., JABER N. et IBRAHIM W. (2014). Identification of Date Seeds Varieties Patterns to Optimize Nutritional Benefits of Date Seeds. *Journal of Nutrition & Food Sciences*,s8.

Q

QUETTIER-DELEU, C., GRESSIER, B., VASSEUR, J., DINE, T., BRUNET, C., LUYCKX, M., TROTIN, F. (2000). Phenolic compounds and antioxidant activities of buckwheat (*Fagopyrum esculentum* Moench) hulls and flour. *Journal of Ethnopharmacology*, 72(1-2), pp : 35–42.

QUINSAC A., BAZIN DE CAIX C.-P., BERNARD C., BROSSON B., CARRE P., CHARDON G., et SIMONNEAU D. (2013). Comparaison des méthodes de détermination de la matière grasse dans les tourteaux d'oléagineux – Étude collaborative inter-laboratoires. *OCL*, 20(5),p 503.

R

RAHMAN M.S, KASAPIS S, AL-KHARUSI N.S.Z, AL-MARHUBI I.M, et KHAN A.J. (2007). Composition characterisation and thermal transition of date pits powders. *Journal of Food Engineering*. 80 (1), pp : 1–10.

RAJESHWAR Y., KUMAR G.P.S., GUPTA M. et MAZUMBER U.K. (2005). Studies on in vitro antioxidant activities of methanol extract of *Mucuna pruriens* (FABACEAE) seeds. *European Bulletin of Drug Research*, 13(1), pp : 31-39.

RETIMA L., (2015). Caractérisation morphologique et biochimique de quelque Cultivars du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) dans la région de Foughala (Wilaya du Biskra). Mémoire de Magister. Spécialité Chimie Organique Analytique. Université El Hadj Lakhdar - Batna-.

RIOS JL., et RECIO MC. (2005). Medicinal plants and antimicrobial activity. *Journal of Ethno pharmacology*, 100, pp : 80-84.

ROPIAK H.M., LACHMANN P., RAMSAY A., GREEN R. J. et MUELLER-HARVEY I. (2017). Identification of Structural Features of Condensed Tannins That Affect Protein Aggregation. *PLOS ONE*, 12(1).

S

SABAH A. A., JASSIM A., NAJI M. A., 2007. In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Pits on a *Pseudomonas* Phage; *CAM* , pp.1-6.

SAYAH Z., et OULD EL HADJ M.D. (2010). « Etude comparative des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques des dattes de la cuvette de Ouargla » *Annales des Sciences et Technologie* Vol. 2, N°1, pp : 87-92.

SEDRA MY, H., LASHERMES, P., TROUSLOT, P., COMBES, M. C. & HAMON, S. (2003). Identification and genetic diversity analysis of date palm (*Phoenix dactylifera L.*) varieties from Morocco using RAPD marker, *Euphytica* (103),pp : 75-82.

SHAHIDI F., et AMBIGAIPALAN P. (2015). Phenolics and polyphenolics in foods, beverages and spices: Antioxidant activity and health effects – A review. *Journal of Functional Foods*, 18, pp : 820–897.

SINEIRO J., FRANCO D., RUBILAR M., SANCHEZ M., JEREZ M., PINELO M., COSTOYA N. et NÚÑEZ M.J. (2008). Polyphenols from plant materials: extraction and antioxidant power. *Electronic Journal of environmental, Agricultural and Food Chemistry*, 7(8), pp : 3210-3216.

SINGLETON V.L., ORTHOFER R., et LAMUELA-RAVENTOS R.M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, pp : 152–178.

T

TAOUDA H., MRANI ALAOUI M., ERRACHIDI F., CHABIR R., et AARAB L. (2014). « Etude comparative des caractéristiques morpho-métriques et Biochimiques des dattes commercialisées dans le marché régional de FES / MAROC ». *International Journal of Innovation and Applied Studies* ISSN, 2028-9324 Vol. 8 No, pp : 1-10.

Références bibliographiques

TAWAHA K., ALALI F.Q., GHARAIBEH M., MOHAMMAD M. et EL-ELIMAT T. (2007). Antioxidant activity and total phenolic content of selected Jordanian plant species. *Food Chemistry*, 104, pp : 1372-1378.

TEIXEIRA J., GASPAR A., GARRIDO E., GARRIDO J. et BORGES F. (2013). Hydroxycinnamic acid antioxidants: An electrochemical overview. *Bio Med research international*, pp: 1-11.

THOO Y.Y., HO S.K., LIANG J.Y., Ho C.W., et Tan C.P. (2010). Effects of binary solvent extraction system, extraction time and extraction temperature on phenolic antioxidants and antioxidant capacity from mengkudu (*Morinda citrifolia*). *Food Chemistry*. 120, pp :290–295.

THOURI A., CHAHDOURA H., EL AREM A., OMRI HICHRI A., BEN HASSIN R., et ACHOUR L. (2017). Effect of solvents extraction on phytochemical components and biological activities of Tunisian date seeds (var. Korkobbi and Arechti). *BMC Complementary and Alternative Medicine*, 17(1).

TSAI H.Y, HO C.T. et CHEN Y.K. (2017). Biological actions and molecular effects of resveratrol, pterostilbene, and 3'-hydroxypterostilbene. *Journal of food and drug analysis*, 25(1), pp : 134-147.



YADAVE R.N.S. et AGARWALA M. (2011). Phytochemical analysis of some medicinal plants. *Journal of phytology*, 3(12), pp : 10-14.

YDJEDD S., CHAALAL M., RICHARD G., KATI D.E., LOPEZ-NICOLAS R., FAUCONNIER M.L., et LOUAILECHE H. (2017). Assessment of antioxidant potential of phenolic compounds fractions of Algerian *Ceratonia siliqua L.* pods during ripening stages. *International Food Research Journal*, 24(5), pp : 2041-2049.

Références bibliographiques

References web-graphiques

Anonyme 1 :

<https://books.openedition.org/irdeditions/10714?lang=fr>.

Anonyme 2:

<https://www.oumnaturel.com/cafe-de-noyaux-de-dattes-bio/> consulté le 17/08/2019

Anonyme 3 :

<https://tunisie.co/article/7253/gastronomie/cuisine/la-poudre-noyaux-de-dattes-162815>

Anonyme 4 :

https://www.google.com/search?q=charbon+actif+a+base+de+noyaux+de+dattes&sxsrf=ACYBGNQ1uZr_36t0O7XnBerhOOw_zwK_OA:1572449678534&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwiOopDEp8TIAhWlxYUKHZM4D8kQ_AUIEigB&biw=911&bih=417#imgrc=KGahxvmwuybKNM:

Anonyme 5 :

https://www.google.com/search?tbm=isch&q=les+polyphénols+comme+antioxydants&chips=q:les+polyphénols+comme+antioxydants,online_chips:radicaux+libres&sa=X&ved=0ahUKEwi3ytWJwIDkAhVNXBoKHVgvCbkQ4lYIMSgH&biw=1517&bih=640&dpr=0.9#imgrc=q_28yh-2213T3M: consulté le 13/08/2019.

Anonyme 6 :

<https://www.gerhardt.de/fr/analyses-methodes/determination-des-matieres-grasses/> consulté le 22/09/2019.

Anonyme 7 :

<http://www.agir-crt.com/blog/refractometre-mesure-degre-brix-choix-appareil/> consulté le 27/08/2019.

Références bibliographiques

Annexes

Annexes

Annexe 1

➤ **Liqueur de Fehling A**

- 40 g Sulfate de cuivre
- 2 ml d'acide sulfurique pur
- 1000ml d'eau distillée

➤ **Liqueur Fehling B**

- 200g Tartrate de sodium et de potassium
- 150 g de NAOH pure
- 1000 ml d'eau distillée

➤ **Bleu de méthylène**

- 2 g de bleu de méthylène
- 1000 ml d'eau distillée

➤ **Filtrat (1)**

- 20 ml de l'échantillon
- 5 ml d'acétate de plomb (5%)
- Ajuster à 100 ml avec l'eau distillé
- Filtrer le mélange.

➤ **Filtrats (2)**

- Prélever 20 ml de filtrat (1)
- Ajouter 5 ml d' HCL concentré
- Porter au bain marie a $T^{\circ} = 70^{\circ}\text{C}$ pendant 5 minutes
- Neutraliser avec du Na OH a 10 N
- En présence de phénolphtaléine a 2 %
- Jusqu'à l'apparition d'une couleur rose persistant

Annexe 2 : préparation du réactif de BOUCHARDAT

- 2 g d'Iode.
- 2 g d'Iodure de potassium.
- 100 ml d'eau distillée.

Annexes

Annexe 3 : Préparation de l'eau physiologique stérile

- 9 g de Chlorure de sodium (Na Cl).
- 1000 ml d'eau distillée.
- pH = 7.
- Stérilisation : autoclavage à 120°C pendant 20 mn.

Annexe 4 : Courbes de régression de l'activité antioxydante qui ont servi au calcul de l'IC 50.

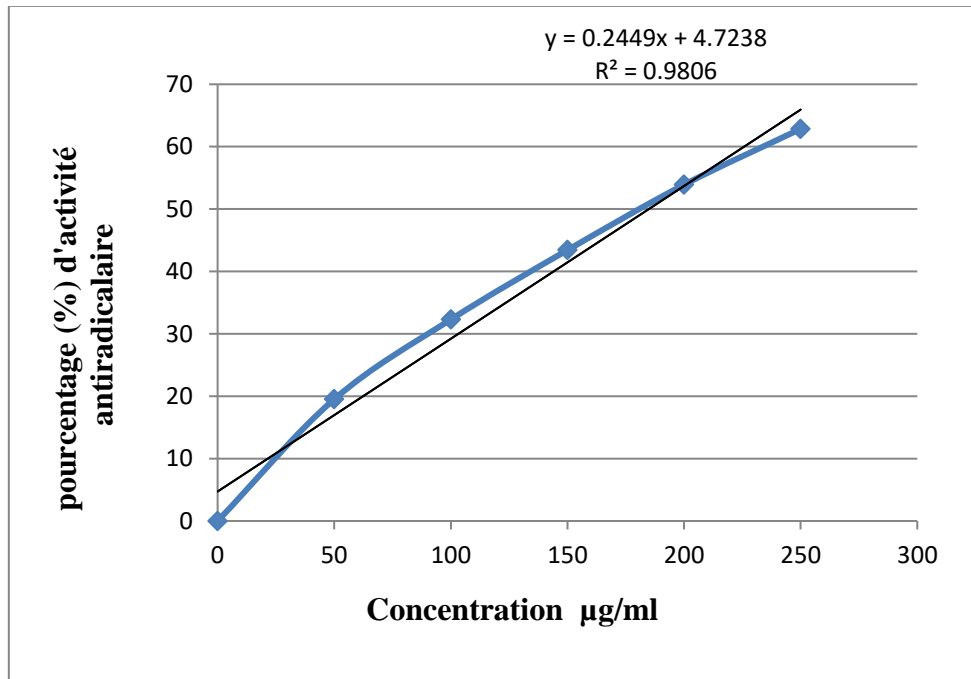


Figure N°01 : Activité antioxydante de l'extrait aqueux de noyaux de dattes.

Annexes

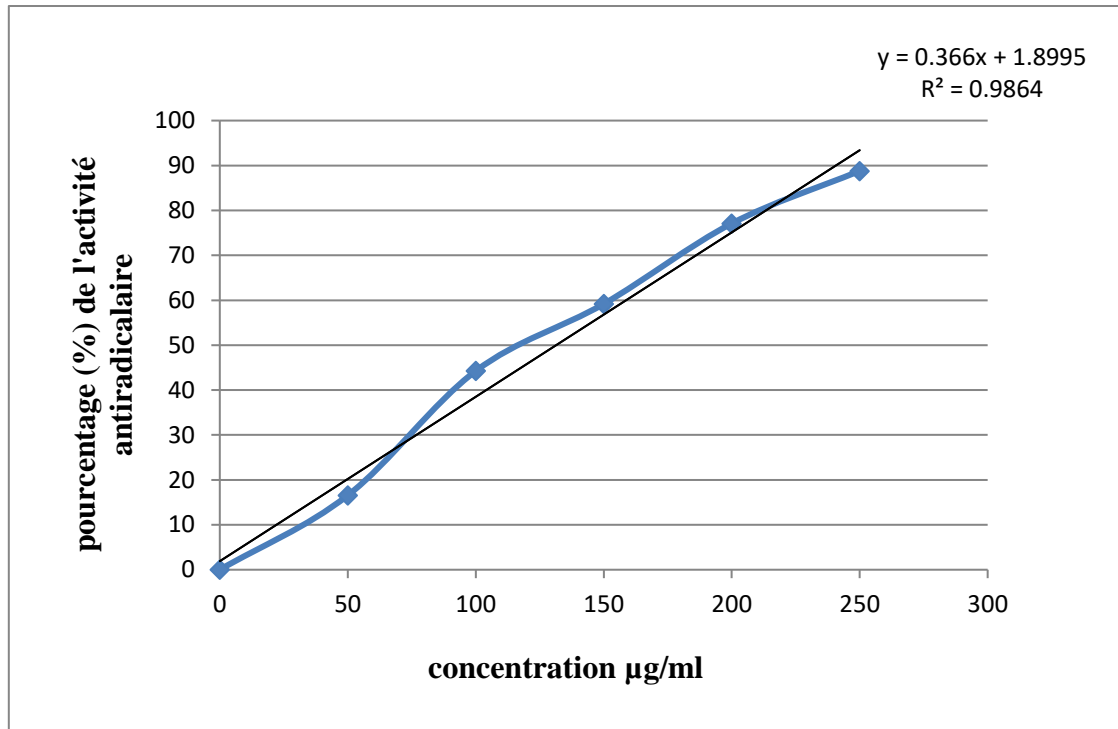


Figure N°02 : Activité antioxydante de l'acide ascorbique.

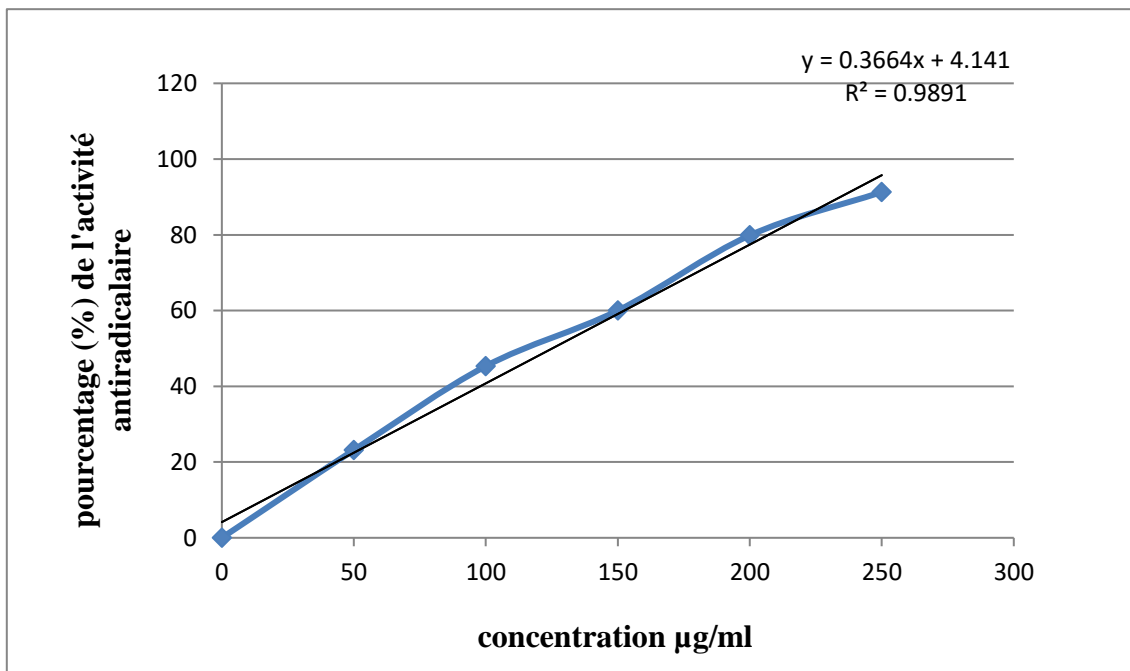


Figure N°03 : Activité antioxydante de BHA.

Annexes

Annexe 5 : Résultats des tests statistiques

| | S.C.E | DDL | C.M. | TEST F | PROBA | E.T. | C.V. |
|-------------------------|----------|-----|----------|---------|-------|-------|-------|
| VAR.TOTALE | 24861,29 | 44 | 565,029 | | | | |
| VAR.FACTEUR 1 (extrait) | 2719,668 | 2 | 1359,834 | 227,868 | 0 | | |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 179,029 | 30 | 5,968 | | | 2,443 | 4,60% |

| F1 | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES | | |
|-----|----------------------|----------|-------------------|---|---|
| 3.0 | BHA | 59,931 | A | | |
| 2.0 | Acide ascorbique | 57,176 | | B | |
| 1.0 | Extrait aqueux de ND | 42,235 | | | C |

Figure N°01 : Tables de l'ANOVA et Newman Keuls pour les résultats du pourcentage de piégeage de DPPH par l'extrait de noyaux de dattes, l'acide ascorbique et le BHA.

| | S.C.E | DDL | C.M. | TEST F | PROBA | E.T. | C.V. |
|------------------|----------|-----|----------|--------|---------|-------|-------|
| VAR.TOTALE | 7319,361 | 8 | 914,92 | | | | |
| VAR. Extrait | 6786,472 | 2 | 3393,236 | 38,206 | 0,00062 | | |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 532,889 | 6 | 88,815 | | | 9,424 | 6,37% |

| F1 | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES | | |
|-----|----------------------|----------|-------------------|---|--|
| 1.0 | Extrait aqueux de ND | 186,49 | A | | |
| 2.0 | Acide ascorbique | 131,707 | | B | |
| 3.0 | BHA | 125,3 | | B | |

Figure N°02 : Tables de l'ANOVA et Newman Keuls pour les résultats des IC50 de l'extrait de noyaux de dattes, l'acide ascorbique et le BHA.

| | S.C.E | DDL | C.M. | TEST F | PROBA | E.T. | C.V. |
|-------------------------|--------|-----|--------|--------|---------|-------|-------|
| VAR.TOTALE | 18,697 | 7 | 2,671 | | | | |
| VAR.FACTEUR 1 (extrait) | 18,302 | 1 | 18,302 | 277,74 | 0,00029 | | |
| VAR.FACTEUR 2 (souches) | 0,198 | 3 | 0,066 | 1 | 0,49999 | | |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 0,198 | 3 | 0,066 | | | 0,257 | 7,36% |

| F1 | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES | | |
|-----|----------|----------|-------------------|--|---|
| 2.0 | ANT B | 5 | A | | |
| 1.0 | EXT ND | 1,975 | | | B |

Figure N°03 : Tables de l'ANOVA et Newman Keuls pour les résultats de l'activité antimicrobienne de l'extrait de noyaux de dattes et de l'antibiotique Gentamycine.