

### République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique

### Université de Ghardaïa



Faculté des sciences de la nature et de la vie et des sciences de la terre Département de Biologie

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

### **MASTER**

Domaine : Sciences de la nature et de la vie

Filière: Biologie

**Spécialité :** Biochimie Appliquée **Par :** BENKHELIFA NADJET

### **Thème**

Etudes des caractéristiques physicochimiques, biochimiques et activité antioxydante de quelques vinaigres traditionnels de la région de Ghardaïa

Devant le jury : 25/06/2018

Maître Conférences B Univ. Ghardaïa **Présidente** Mme HAMID OUJANA AICHA Univ. Ghardaïa **Mme BENSANIA WAFAA** Maître Assistant A **Examinatrice** M<sup>elle</sup>.BENHAMMADI ZOHRA Maître Assistant C Univ. Ghardaïa Encadreure M.KRIMAT MOHAMED Maître Assistant A Univ. Ghardaïa Co-encadreur

Année universitaire 2017/2018

### Remerciements

Avant toute chose, je remercie **ALLAH**, le tout puissant, pour m'avoir donnée la force et la patience.

J'adresse mes sincères remerciements à, Mme HAMID OUJANA Aïcha
Maître assistante A au Département de la Biologie à la faculté des Sciences de la nature et de la vie de l'Université de Ghardaïa d'avoir accepté de présider le jury.

Au terme de ce travail, je tiens tout particulièrement à témoigner notre profonde gratitude à notre promotrice  $M^{elle}$  Benhammadi Zohra, Maître assistante C au Département de la Biologie à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université de Ghardaïa pour avoir encadré et dirigé ce travail avec une grande rigueur scientifique, sa disponibilité, ses conseils et la confiance qu'elle m'accordé m'ont permet de réaliser ce travail.

Mes sincères remerciements également à **Mr KRIMAT**, Co-promoteur de ce mémoire. Son aide et sa disponibilité ont été des atouts précieux.

Je tiens également à adresser mon vif remerciement à **Mme BENSANIA W**Maître assistante A au Département des Sciences biologiques à la Faculté des

Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université de Ghardaïa pour avoir accepté

d'examiner ce mémoire

Un grandmerci est adressé aux techniciens de laboratoire
: MESITTEFA Noureddine, REZAGUE Khaled,
BEN HAMADI Hicham, CHIKH, MOULAI ALI, IMANE, AHLAM

Un grandmerci pour toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail, particulièrement mes collègues de promotion de Master Biochimie appliquée (2018).

Un très grand merci à mes parents et mon cher mari pour leur soutien inconditionnel tout au long de mes études et la confiance qu'ils m'ont toujours témoignée. Merci à toute ma famille et mes amis pour leur présence à mes côtés.

Merci

Nadjet

### Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui m'ont comblé d'amour et d'affection, qui m'ont toujours encouragé pour achever mes études tout en espérant voir le fruit de leurs sacrifices, qu'Allah les garde pour moi sains et saufs.

Amon cher mari Amer pour son appui moral et son aide tout le long de ce travail.

A mes chers frères : pour leurs soutiens et leurs amours

A mes chères sœurs chacune en son nom pour leur soutien moral, leurs amours et leurs soins

A ma grande famille chacun en son nom pour leurs encouragements

A mes collègues de travail pour leurs aides morales durant ces années

A tous ceux que j'aurais oublié de citer mais qui existent au fond de mon cœur et de ma pensée.

Nadjet

### Résumé

Le vinaigre traditionnel de datte se caractérise par une production traditionnelle ancestrale qui utilise un matériel artisanal on lui confère au vinaigre élaboré des avantages que l'on ne retrouve pas chez les vinaigres industriels. La qualité de vinaigre est obtenue par une double fermentation simultanée et spontanée (alcoolique/acétique), en présence de la levure Saccharomyces Cerevisiae pour la première fermentation et pour la seconde fermentation en présence de Acétobacter Aceti. Pour les caractéristiques physicochimiques des vinaigre traditionnels des dattes des échantillons (TTG, T, D1, D2, D3, GAT, ND, B), le pH varies entre  $3.14 \pm 0.02$  et  $3.62 \pm 0.00$ . Ces échantillons de vinaigre ont une densité comprise entre 0,97  $\pm$ 0,00 et 1,05  $\pm$ 0,00, un taux de solides solubles de 5 $\pm$ 0,00 à 16,5±0,00%. La conductivité électrique varie entre 3,36 ±0,00 et 6,11 ±0,01 ms/cm. La teneur en matière sèche des échantillons oscille entre 1,20 ±0,01 et 11,5±0,01%. La teneur en cendre varie entre 0,66 ±0,00% et 0,87 ±0,01%. La teneur en acide acétique est de l'ordre de  $15,5\pm0,00$  g/l à  $58,2\pm0,00$  g/l. Les oses totaux présentent une valeur de  $0.55\pm0.001\%$  à  $11.19\pm0.65\%$ . Des teneurs en protéines de  $0.037\pm0.04\%$  à  $0.074\pm0.65\%$ . La teneur en alcool résiduel varie entre 0± 0,00% à 7,6 ±0,00 %. Pour l'activité antioxydant, le pourcentage d'inhibition par le test ABTS est varié entre 72,63±6,78 % à 93,00±0.94%. et pour le test DDPH varie entre 53,54 % à 80,22 %.

Mots clés : Vinaigre traditionnel, datte, fermentation, physico-chimique, activité antioxydante.

### **Abstract**

The traditional vinegar of dates is characterized by ancestral traditional production that uses artisanal materials and gives elaborate vinegar the benefits that are not found among the industrial vinegar. The quality of vinegar is obtained by a double simultaneous and spontaneous fermentation (alcoholic / acetic), in the presence of the yeast Saccharomyces Cerevisiae for the first fermentation and for the second fermentation in the presence of Acetobacter Aceti. For the physico-chemical characteristic of the traditional vinegar dates of varieties (TTG, T, D1, D2, D3, GAT, ND, B), the pH varies between  $3.14 \pm 0.02$  and  $3.62 \pm 0.00$ . These vinegar samples have a density of between  $0.97 \pm 0.00$  and  $1.05 \pm 0.00$ , rate of soluble solids varies between  $5 \pm 0.00$  to  $16.5 \pm 0.00\%$ . The electrical conductivity varies between  $3.36 \pm 0.00$  and  $6.11 \pm 0.01$  ms / cm. The dry matter content of the samples oscillates between 1.20  $\pm$  0.01 and 11.5  $\pm$  0.01%. The ash content varies between 0.66  $\pm$ 0.00% and 0.87  $\pm$  0.01%. The acetic acid content is in the range of 15.5  $\pm$  0.00 g / 1 to 58.2  $\pm$  0.00 g / l. Total oses have a value of 0.55  $\pm$  0.001 to 11.19  $\pm$  0.65%. Protein levels between 0.037  $\pm$  0.04 to 0.074  $\pm$  0.65%. The residual alcohol content ranges from 0  $\pm$ 0.00% to  $7.6 \pm 0.00\%$ . For antioxidant activity, the percent inhibition by the ABTS assay is varied between  $72.63 \pm 6.78\%$  at  $93.00 \pm 0.94\%$ . And for the DDPH test ranges from 53.54% to 80.22%.

**Key words:** Traditional vinegar, dates, physicochemical, fermentation, antioxidant activity

يتميز خل التقليدي بإنتاجه من طرف الاجداد بطريقة تقليدية مواد تقليدية في في الخل الصناعي. يتم الحصول على نوعية الخل من قبل التخمير مزدوج في وقت واحد (الكحول / حامض الخليك) في وجود خميرة لتخمير الأول و التخمير بكتيريا الخل.

D1 T TTG) عينا الفيزيائية والكيميائية لخل التمر التقليدي عينا  $0.00 \pm 3.62$   $0.02 \pm 3.14$  درجة الحموضة متنوعة بين  $0.00 \pm 3.62$   $0.00 \pm 1.05$   $0.00 \pm 0.97$  هذه العينات لها كثافة تتراوح بين  $0.00 \pm 1.05$   $0.00 \pm 5$   $0.00 \pm 5$   $0.00 \pm 6.11$   $0.00 \pm 0.01 \pm 1.20$  يتراوح محتوى المادة العينات بين  $0.01 \pm 1.20$  يتراوح محتوى المرماد بين  $0.00 \pm 0.87$   $0.00 \pm 0.87$  يتراوح محتوى الرماد بين  $0.00 \pm 0.87$   $0.00 \pm 0.05$  يتراوح محتوى بين  $0.00 \pm 15.5$  يتراوح محتوى  $0.00 \pm 0.00$   $0.00 \pm$ 

الكلمات المفتاحية: الخل التقليدي ، الته ، التخمر ، الفيزيائية والكيميائية

### Liste des Figures

Numéro de figure	Titre de figure	
1: schéma datte et son noy	аи (BELGUEDJ, 2001)	10
2 : Situation géographique	e de Ghardaïa (D.P.A.T, 2002	19
3 : Procédure des analyses	s physicochimique et activité antioxydante du vinaigre	22
4: pH des différents échan	tillons de vinaigres	31
5: Conductivité électrique	des différents échantillons de vinaigre	32
6: Densité des différents d	échantillons de vinaigre	33
7: Teneur des solides solul	bles des différents échantillons de vinaigre	34
	naigre. des différents échantillons de vinaigre	
	e MS des différents échantillons de vinaigre	
	ue des différents échantillons de vinaigre	
	uel des différents échantillons de vinaigre	
	s différents échantillons de vinaigre	
	les différents échantillons de vinaigre	
	cide ascorbique pour le test d'ABTS et DPPH	
	lyse de composent principale	
	Liste des Tableaux	
Tableau 1 Canactéristiau	on thé namentianes du vivaione traditions el de dattes	16
Tableau 2 - Différentes van	es thérapeutiques du vinaigre traditionnel de dattes riétés de dattes utilises dans chaque échantillons de vinai vdante d'échantillons de vinaigre pour le test ABTS et DP	gres 20

### Liste des abréviations

TSS: Taux des Solides Solubles

MS : Matière Sèches

TTG: vinaigre de datte de variété Temdjohoret-Tafezwine-Ghars

T : vinaigre de datte de variété Temdjohoret

D1 : vinaigre de datte de variété Hchef Deglet noor

D2 : vinaigre de datte de variété Hchef Deglet noor

D3 : vinaigre de datte de variété Hchef Deglet noor

B : vinaigre de datte de variété Hchef Deglet noor

ND: vinaigre de datte de variété Deglet noor- Ghars-Tafezwine-Azerza

P : vinaigre de Pomme

FOA: Food and Agriculture Organization

### Table des Matière

Introduction		
	Chapitre I GÉNÉRALITÉS SUR LE VINAIGRE	
I- Vin	naigre	4
I-1. I	Historique	4
I-2. I	Définition et réglementation du vinaigre	4
I-3. I	Principaux types de vinaigre	5
I-3-1.	Vinaigre de vin	5
I-3-2.	Vinaigre de cidre	5
I-3-3.	Vinaigre de riz	6
I-3-4.	Vinaigre de malt	6
I-3-5.	Vinaigre blanc ou cristal	6
I-3-6.	Vinaigre de moût de raisin	6
I-3-7.	Vinaigre de glucose	6
I-3-8.	Vinaigre de petit lait	6
I-3-9.	Vinaigre provenant de la distillation du bois ou vinaigre de bois d'acide acétique	6
I-3-10.	Vinaigres de jus fermenté de fruits et de légumes	7
I-4. I	Domaines d'utilisation du vinaigre	7
I-4-1.	Utilisation en médecine :	7
I-4-2.	Utilisation en cuisine	7
I-4-3.	Utilisation domestique	7
I-5. I	Bénéfices du vinaigre	8
	Chapitre II: Vinaigre traditionnel des dattes	
II- Vin	naigre traditionnel des dattes	10
	Définition des dattes	
II-2. (	Classification des dattes	11
II-3. (	Composition biochimique	11

II-3-1.

II-3-1-1	. Constituant majeur	11
II-3-1-2	. Constituants mineurs	13
II-3-2.	Graine	13
II-4.	Vinaigre traditionnel de dattes	13
II-5.	Elaboration du vinaigre	14
II-6.	Processus de fermentation du vinaigre des dattes	14
II-6-1.	Fermentation alcoolique	14
II-6-2.	Fermentation acétique	15
	Chapitre III : Matériels et méthodes	
III-	L'objectif d'étude	19
III-1.	Présentation de la zone d'étude	19
III-2.	Matériel végétal	19
III-3.	Matériel biologique	20
III-4.	Méthodologie d'échantillonnage	20
III-5.	Analyses physicochimiques	22
III-5-1.	Détermination du pH	22
III-5-2.	Taux de matière sèche (MS)	22
III-5-3.	Taux de solides solubles (TSS)	22
III-5-4.	Détermination de la densité (%)	22
III-5-5.	Taux des cendres	23
III-5-6.	Détermination de la conductivité électrique	23
III-5-7.	Dosage de l'acide acétique	23
III-5-8.	Dosage de l'alcool résiduel	24
III-6.	Analyses biochimiques	24
III-6-1.	Dosages des oses totaux	24
III-6-1-1	1. Principe	24
III-6-1-2	2. Mode opératoire	25
III-6-2.	Dosage des protéines	25
III-6-2-1	1. Méthode de BRADFORD (Micro-assay)	25
III-6-2-2	2. Principe	25
III-6-2-3	3. Mode opératoire	25
III-7.	Activité antioxydante	25

III-7-1.	Mesure du pouvoir anti-radicalaire par le DPPH (2,2-diphenyle-1- picrylhydrazyle)	26
III-7-1-1.	Principe	26
III-7-1-2.	Réactif	26
III-7-1-3.	Mode opératoire	27
III-7-2.	Test à l'acide 2,2'-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique (ABTS)	27
III-7-2-1.	Principe	27
III-7-2-2.	Réactif	27
III-7-2-3.	Mode opératoire	28
III-8. A	nalyse statistique	28
	Chapitre IV : Résultats et discussion	
IV-1. Re	ésultats des Analyses physico-chimiques	30
IV-1-1.	Résultats des pH	30
IV-1-2.	Conductivité électrique	31
IV-1-3.	Densité	32
IV-1-4.	Taux des solides solubles	33
IV-1-5.	Cendres	33
IV-1-6.	Matière sèche	34
IV-1-7.	Acide acétique	35
IV-1-8.	Teneur en alcool résiduel	37
IV-2. A	nalyses Biochimiques	38
IV-2-1.	Protéines	38
IV-2-2.	Oses totaux	39
IV-3. A	ctivité biologique	40
IV-3-1.	Résultats du pouvoir antioxydant par le test ABTS et DPPH :	40
IV-4. Et	tudes statistiques	42
Conclus	ion	46
Référenc	ces bibliographiques	19
Annexes	5	55

### Introduction

### Introduction

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L*.) est considéré comme l'arbre des régions désertiques du globe connues pour leur climat chaud et sec. En raison de ses utilités alimentaires, écologiques, sociales et économiques, le palmier dattier est l'arbre fruitier le plus apprécié par les populations des oasis.

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

La datte a toujours été depuis les temps immémoriaux un élément important de l'alimentation tant pour les humains que pour les animaux. Elle constitue un excellent aliment énergétique. Sa production mondiale s'élève à plus de 58 millions de tonnes plaçant l'Algérie au 4 ème rang des pays producteurs de dattes, dont 30% sont des dattes communes à faible valeur marchande destinées pour la plupart à l'alimentation du bétail (FAO, 2007). Les dattes sont particulièrement riches en sucres et en éléments minéraux. Y compris les variétés sèches, elles constituent un véritable concentré de calories avec plus de 50% de sucres par rapport à la matière sèche (BEN AHMED et *al.*, 2010). Des milliers de tonnes de dattes restent non utilisées et peuvent dépasser les 30 % de la production. Elles pourraient être transformées et donc valorisées (Ministère de l'Agriculture, 2001). Toutefois, le secteur phoenicicole, malgré les richesses qu'il procure dans les zones désertiques, accuse un retard technologique. En effet, dans le domaine de la technologie de la datte et de sa valorisation, les systèmes pratiqués sont restés archaïques. Les produits qui peuvent être issus de la transformation de la datte sont cependant très divers (MECHRAOUI et BELKHADEM, 2009).

Il y'a quelques années, certains pays arabes, producteurs de dattes (Irak, Arabie Saoudite...etc.) ont commencé à s'intéresser à la technologie de la transformation de la datte. Ils ont réalisé des usines modernes de transformation. D'autres envisagent d'investir dans ce créneau mais leurs activités restent trop faibles. Actuellement, la transformation de la datte et des coproduits du palmier est lancée à l'échelle industrielle. Les pays développés ont adapté des lignes modernes pour le traitement et la transformation de la datte,

ce qui leur a permis d'obtenir une gamme importante d'assortiments. Les opportunités de transformation de la datte et des coproduits offrent, en effet une gamme variée de produits tels que : les farines issues des dattes sèches, le jus les sirops à partir des dattes molles, la confiture, l'alcool, le vinaigre...etc. (KHELIFA, 2012).

L'une des ancestrales traditions des populations sahariennes est la production à l'échelle domestique du vinaigre. C'est un savoir-faire local qui utilise un matériel artisanal conférant à ce produit des avantages organoleptiques et thérapeutiques que l'on ne retrouve pas chez le vinaigre industriel à partir du fruit entier de dattes de diverses variétés et plus particulièrement les dattes communes de faible valeur marchande au gout généralement acide (OULED EL HADJ et al., 2001).

Face à ce constat, le présent travail s'oriente sur l'étude des caractéristiques physico chimiques, biochimiques et activité antioxydante des vinaigres traditionnels de la région de Ghardaïa.

Notre travail est structuré en trois chapitres. Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique, rappelant des généralités sur le vinaigre ainsi que le vinaigre traditionnel des dattes.

Le deuxième chapitre porte essentiellement sur la méthodologie de travail adopté pour l'analyse des propriétés physico-chimiques, biochimiques et activité antioxydant.

Le troisième chapitre traite les principaux résultats obtenus et son discussion .Une conclusion et des perspectives sont un ensemble de réflexions qui achèvent ce travail.

## Généralités Sur Le Vinaigre

### I- Vinaigre

### I-1. Historique

le vinaigre a été connu par la plupart des anciennes civilisation .Il est utilisé comme condiment, comme agent de conservation ou, dilué dans l'eau, comme boisson. Il est aussi antique que l'utilisation du vin qui remonte à plus de 1000 ans puisqu'il s'agit d'une maladie de vin. Les Babyloniens l'ont fabriqué,5000 ans avant J-C à partir du vin de palme (BOURGEOIS et LARPENT, 1996).

**PASTEUR** fut le premier à démontrer en 1868 que l'acide acétique provenait bien de l'oxydation de l'éthanol par des microorganismes, à qu'il proposa le nom de *Mycoderma aceti* (BOURGEOIS et LARPENT, 1996).Par la suite, **HANSE** a démontré en 1879 la présence de plusieurs espèces bactériennes, **BERJERINCK** proposa en 1899 le nom du genre Acétobacter (BOURGEOIS et LARPENT, 1996).

### I-2. Définition et réglementation du vinaigre

Le vinaigre, étymologiquement de vin et aigre, c'est du vin rendu aigre par le développement de bactéries acétiques (BOURGEOIS et LARPENT, 1996).

Le vinaigre est une solution d'acide acétique produit par un procédé biotechnologique en deux étapes. Dans la première étape, sucres fermentescibles sont transformés en éthanol par l'action de la levure. Dans la deuxième étape, les bactéries acétiques oxydent l'éthanol en acide acétique dans un processus aérobie (CLAUDIO, 2012).

Selon le codex alimentarius : Le vinaigre est un produit liquide, propre a la consommation humaine, préparé exclusivement a partir d'une matière première appropriée contenant de l'amidon ou des sucres, ou de l'amidon et des sucres, selon le procédé de la double fermentation alcoolique et acétique .Il renferme une quantité spécifiée d'acide acétique; il peut contenir des ingrédients facultatifs.

"Le vinaigre d'alcool est un vinaigre obtenu par fermentation acétique à partir d'alcool de distillation."(ALINORM 85/19, codex alimentarius, 1985)

Dans la législation Algérienne de même que la norme régionale européenne pour le vinaigre : Le vinaigre est le liquide propre à la consommation humain, préparé exclusivement à d'une matière appropriée contenant de l'amidon et/ou des sucres, selon le procédé de la double fermentation alcoolique et acétique.

- La teneur totale en acide : pour vinaigre de vin minimum 60g/l et 50g/l pour les autres vinaigres et pas plus de la peut obtenir par fermentation biologique.
- La teneur en alcool résiduel maximum 0,5% v/v, sauf pour le vinaigre de vin maximum 1% v/v.
- La teneur totale minimal en extrait sec soluble à l'exclusion des sucres, du sel d'ajout est fixé à 1,3 g par 1000 ml pour 1% d'acide acétique pour les vinaigres de vin et a 2 g/l pour 1% d'acide pour les vinaigres de vin de fruits (JOURNAL OFFICIEL ALGERIENNE, 1995).

### I-3. Principaux types de vinaigre

Tous les vinaigres sont issus de l'acidification (« acétification ») du vin, du cidre ou de tout autre liquide fermenté dont l'alcool (éthylique) se transforme en acide (acétique) sous l'influence d'un organisme unicellulaire qu'on a d'abord pris pour un champignon (d'où son nom latin : *Mycoderma aceti*) avant que Pasteur ne revoie sa copie, identité la bactérie et vienne mettre un peu d'ordre dans les connaissances, tout en proposant quelques améliorations aux vinaigriers (DROULHIOL, 2009).

La tendance de consommation à échelle mondiale va vers les produits biologiques et de terroir. Bien que le vinaigre soit un produit mondial, ses variétés selon les régions. De nos jours, les variétés traditionnelles du vinaigre, particulières à des marchés régionaux, font leur entrée sur le marché mondiale en tant que produits nouveaux et novateurs dont on commercialise les bienfaits pour la santé et les utilisations multiples (ANONYME, 2007). On a plusieurs types de vinaigre parmi lesquels :

### I-3-1. Vinaigre de vin

La gamme des vinaigres de vin peut être aussi riche que celle des vins : qu'ils soient blancs, rouges ou rosés, ils donnent tous du vinaigre (PIERRE, 2008). Le meilleur vinaigre de vin est celui ayant subi un vieillissement de 6 mois a une année. Il est beaucoup plus cher (GRELON, 2005).

### I-3-2. Vinaigre de cidre

Il se fabrique comme le vinaigre de vin, mais avec du cidre. Apprécié pour ses vertus médicinales et son goût, son degré d'acidité est plus bas que la plupart des vinaigres de vin (5°). Réalisé avec des pommes entières, c'est le vinaigre le plus riche en composants essentiels comme les sels minéraux et les enzymes (PIERRE, 2008).

### I-3-3. Vinaigre de riz

Prisé au Japon et dans d'autres pays d'Asie, il est réalisé à base de vinaigre de riz fermenté. Il a une faible teneur acétique (PIERRE, 2008).

### I-3-4. Vinaigre de malt

Élaboré avec du jus d'orge germée, il est souvent coloré, comme d'autres vinaigres, avec du caramel. Les vinaigres de céréales sont surtout produits dans les pays scandinaves, en Grande-Bretagne et aux États-Unis (PIERRE, 2008).

### I-3-5. Vinaigre blanc ou cristal

Habituellement fabriqué à partir d'alcool de betterave. Naturellement incolore, il est destiné à des emplois domestiques (PIERRE, 2008).

### I-3-6. Vinaigre de moût de raisin

Le meilleur exemple de cette catégorie de vinaigres est le vinaigre balsamique. Il est moins liquide que la plupart des vinaigres. Sa substance sirupeuse possède une saveur agréablement fruitée. Il peut entrer dans la composition de vinaigrettes traditionnelles et s'associe harmonieusement à l'huile d'olive (PIERRE, 2008).

### I-3-7. Vinaigre de glucose

Il est obtenu par l'acétification du liquide alcoolique provenant de la fermentation d'une solution de glucose commerciale. Ces vinaigres ont une acidité de 42 à 60 g/l (ARAB et GUEZZOUN, 2003).

### I-3-8. Vinaigre de petit lait

Fabrique au moyen du sérum du lait enrichi de la quantité de sucre nécessaire pour obtenir un vinaigre d'acidité normale. C'est un liquide légèrement teinte en jaune ombré avec une saveur agréable (SBIHI, 1996).

### I-3-9. Vinaigre provenant de la distillation du bois ou vinaigre de bois d'acide acétique

Ce vinaigre est obtenu en diluant de l'acide acétique a haut degré sous le nous d'essence de vinaigre jusqu'à 80% d'acide acétique, avec une quantité d'eau suffisante pour abaisser son titre à 8° environ (GRELON, 2005).

### I-3-10. Vinaigres de jus fermenté de fruits et de légumes

On les produit à base de jus fermenté de dattes, figues, tamarin, groseilles, pamplemousses, algues, bananes, noix de coco, etc. La production de ces vinaigres est fonction des fruits et des légumes récoltés sur place (PIERRE, 2008).

### I-4. Domaines d'utilisation du vinaigre

### I-4-1. Utilisation en médecine :

Au Moyen Agé, comme dans l'antiquité ; le vinaigre avait beaucoup plus d'usages qu'aujourd'hui, sans aucun doute, il a été le premier « antibiotique » connu par l'homme (DAHMANI et RABOUH, 2009). Il a été utilisé pour le traitement de certaines maladies internes telles que la lèpre, la peste et les morsures de serpents, comme il a été utilisé pendant la première Guerre Mondiale pour limiter la propagation du scorbut (ALANISALAN, 1982). Il est conseillé contre l'arthrite, l'ostéoporose, les céphalées, les douleurs musculaires, l'érythème fessier, les maux de gorge, les démangeaisons et les champignons, etc. (GRELON, 2005).

### I-4-2. Utilisation en cuisine :

Les préparations culinaires à base de vinaigre ont été très nombreuses, conservation de la viande, de poissons, des légumes, des fruits de saison, de gâteaux, des épices. Les romaines aussi développèrent son utilisation comme boisson additionnée d'eau ou d'un mélange d'eau et d'œufs (AMARA, 2005).

Le vinaigre est un condiment par lui –même et il est souvent utilisé lors de macération des légumes et ajouté au moutard, aux ketchups et aux mayonnaises (BOUREOIS et LARPENT, 1996; ANONYME, 2007; XU et *al.*,2007; SAKANAKA et ISHIHARA, 2008).

Dans la vie quotidienne, l'acide acétique, constitue un excellent détartrant, il sert également pour rincer les lainages et il peut remplacer de nombreux produits d'entretien sans porter atteinte l'environnement (BOUKHIAR, 2009).

### I-4-3. Utilisation domestique:

Au XVIII siècle, les dames utilisent le vinaigre pour leurs bains, leurs toilettes. Le vinaigre est un acide ce qui lui permet d'être un bon détartrant, il est aussi utilisé comme désodorisant (BENAHMED, 2007).

### I-5. Bénéfices du vinaigre

Vinaigres sont des produits liquides, produits par la fermentation alcoolique et acétique de sources. Ils ont été utilisés comme remèdes dans de nombreuses cultures et ont été signalés à produire des effets bénéfiques pour la santé lorsqu'il est consommé régulièrement. Ces avantages sont dus à divers types de polyphénols, les micronutriments et les autres composés bioactifs présents dans les vinaigres qui contribuent à leurs effets pharmacologiques, parmi eux, des effets antimicrobiens, antidiabétiques, antioxydants, anti obésités et des antihypertenseurs.

Le principal composé volatil dans le vinaigre est l'acide acétique, qui donne le vinaigre son arôme fort, aigre et sa saveur. Autres composés volatils présents dans les vinaigres sont principalement alcools, acides, esters, aldéhydes et cétones. La diversité des vinaigres permet des applications étendues dans les aliments (CHIN, 2017).

Le vinaigre apparaît utilisé comme fongicide pour protéger les plantes de blé et d'orge ou des semences de légumes (carottes, tomates ...). D'autres applications ont été tentées, mais les premiers essais ont révélé une phytotoxicité importante, généralement à partir de 5% en masse. Ceci qui n'est pas étonnant puisque le composé actif, l'acide acétique, est inscrit à la Directive CE 91/414 en tant qu'herbicide (PATRICE et COULOMBEL, 2012).

## VINAIGRE TRADITIONNEL DES DATTES

### II- Vinaigre traditionnel des dattes

Le vinaigre traditionnel est un produit dérivant des dattes par doubles fermentations (alcoolique, acétique). La technique d'élaboration du vinaigre traditionnel est basée sur une double fermentation combinée, anaérobies et aérobie. Cette bioconversion utilisant les levures et des bactéries acétiques présentes naturellement dans la datte, ce qui entraîne une production d'éthanol qui est transformé en acide acétique (SBIHI, 1996).

La technique d'élaboration de vinaigre c'est une technique artisanale qui confère au vinaigre élaboré des avantages organoleptiques et thérapeutiques que l'on ne retrouve pas chez le vinaigre industriel vendu dans le commerce (ARAB et GUEZZOUN, 2003).

### II-1. Définition des dattes

La datte, fruit du palmier dattier, est une baie de forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau, ayant une consistance dure, entouré de chair. La partie comestible dite chair ou pulpe est constituée de :

- -Un péricarpe ou enveloppe cellulosique fine dénommée peau.
- -Un mésocarpe généralement charnu, de consistance variable selon sa teneur en sucre et de couleur soutenue.
- -Un endocarpe de teinte plus clair et de texture fibreuse, parfois réduit à une membrane Parcheminée entourant le noyau (ESPIARD, 2002).

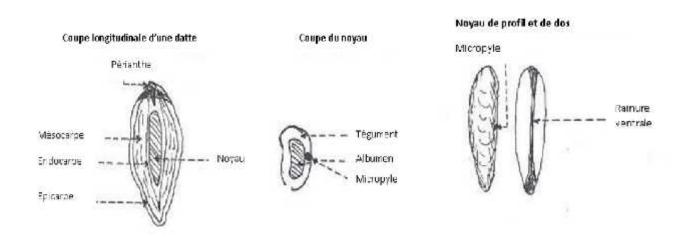


Figure 1: schéma datte et son noyau (BELGUEDJ, 2001).

### II-2. Classification des dattes

D'après ESPIARD (2002), la consistance de la datte est variable. Selon cette caractéristique, les dattes sont réparties en trois catégories :

Les dattes molles : taux d'humidité supérieur ou égal à 30%, elles sont à base de sucres invertis (fructose, glucose) tel que Ghars, Hamraia, Litima.....etc.

Les dattes demies molles : de 20 à 30% d'humidité, elles occupent une position Intermédiaire à l'exception de la *Deglet-Nour*.

Les dattes sèches : dures, avec moins de 20% d'humidité, riche en saccharose. Elles ont une texture farineuse telle que Meche-Degla, Degla Beida.....etc.

ESTANOVE (1990) a classé les dattes selon leur importance économique à 3 catégories :

Dattes nobles : destinées à l'exportation et à la commercialisation à l'échelle nationale.

Dattes communes : destinées à la consommation locale ou à l'alimentation du bétail

**Datte non consommée** : représentent les cultivars de faible valeur marchante destinées à l'alimentation animal ou perdues.

Les sous-produits de dattes selon BOUABDALLAH (1990): les jus de dattes, les sirops de dattes et les sucres liquides, les confitures de dattes non pasteurisée, les marmelades de dattes, les farine de dattes, les miels de dattes, les vinaigres

### II-3. Composition biochimique

### II-3-1. Chaire

La chair de la datte mûre est composée de sucre, d'eau et de lipides de protéines et d'éléments minéraux. Elle est essentiellement riche en eau et en sucre qui confère à la datte -1. sa texture et la consistance de sa chair (ESTANOV, 1990., DJERBI, 1994)

### II-3-1-1. Constituant majeur

### > Eau

La teneur en eau est en fonction des variétés, du stade de maturation et du climat. Elle varie entre 8 et 30 % du poids de la chair fraîche avec une moyenne d'environ 19 % (NOUI, 2007).

### > sucre

Les sucres sont les constituants majeurs de la datte. L'analyse des sucres de la datte a révélé essentiellement trois types : saccharose, fructose et glucose (ESTANOVE, 1990;

ACOURENE et TAMA, 1997).

Ceci n'exclut pas la présence d'autres sucres en faible proportion tels que : le galactose, le xylose et le sorbitol (FAVIER et *al.*, 1993; SIBOUKEUR, 1997).

La teneur en sucres totaux est très variable, elle dépend de la variété et du climat. Elle varie entre70 et 90 % du poids de la matière sèche (BELGUEDJ, 2001).

### > Protéines

La datte ne renferme qu'une faible quantité de protéines variant entre 0.38 à 2.5% par rapport à la matière fraîche (NOUI, 2001).AL-SHAHIB et MARSHALL (2003) Orapportent des teneurs plus élevées allant de 2.3% à 5.6 % du poids frais (cité in BEN SAYAH ,2014). Ces protéines se caractérisent cependant par un bon équilibre en acides aminés essentiellement ceux « indispensables » FAVIER et al. (1995). Ces auteurs notent la présence dans la datte des acides aminés suivants: <u>Isoleucine</u>, <u>leucine</u>, <u>lysine</u>, <u>méthionine</u>, cystine, <u>phénylalanine</u>, tyrosine, <u>thréonine</u>, <u>tryptophane</u>, <u>valine</u>, <u>arginine</u>, <u>histidine</u>, alanine, acide aspartique, acide glutamique, glycocolle, proline et sérine (les acides aminés soulignés sont indispensables chez l'Homme et les 02 en gras et soulignés indispensables chez l'enfant).Les protéines de la datte sont équilibrées qualitativement, mais en faible quantité (TABIB ,1999).

### > fibres

La datte est riche en fibres, elle en apporte 8.1 à 12.7 % du poids sec, (Al-SHAHIB et MARSHALL, 2002). Selon Les dattes présentent des teneurs faibles en composés protidiques, généralement moins de 3% (MS) (KHALLIL et *al.*, 2002 ; BESBES et *al.*, 2009).

### > Acides gras

La datte renferme une faible quantité de lipides. Leur taux varie entre 0,43 et 1,9 % du poids frais (DJOUAB, 2007). Cette teneur est en fonction de la variété et du stade de maturation.

### > Sels minéraux

Les minéraux et oligo-éléments sont remarquablement abondants dans ce fruit ; la datte renferme 1.5 à 1.8 g par 100 g. C'est un fruit le plus riche en potassium (plus de 670 mg par 100 g), en calcium (62 mg) et en magnésium (58 mg) ainsi qu'en fer (3mg). Cuivre, zinc sont également présent à des niveaux intéressants (ESTANOVE, 1990).

### > Vitamines

La pulpe des dattes contient des vitamines en quantités variables avec les types de dattes et leur provenance. En général, elle contient des caroténoïdes et des vitamines du groupe B en quantités appréciables, mais peu de vitamine C (MUNIER, 1973).

### > Arômes

L'identification des composés d'arôme des dattes permet d'apprécier leur qualité organoleptique, elle revêt en outre un intérêt technologique en guidant les industriels dans certains processus de transformation du fruit et de production d'extraits d'arômes à partir des variétés de faible qualité (HARRAK et *al.*2005).

### II-3-1-2. Constituants mineurs

Bien que 95% des constituants être cités ci- dessus, il existe d'autres composés sous forme de traces tels que (BENCHABANE, 1996) :

- -les acides organiques : l'acide citrique, l'acide malique.....;
- -les substances volatiles : l'éthanol, l'isobutanol, l'isopentanol ;
- -Les pigments : les caroténoïdes, la chlorophylle......

### II-3-2. Graine

La graine ou noyau a une forme allongée, une proportion et grosseur variable par rapport à la datte entière, c'est une caractérisation déterminante dans la qualité d'une variété. En effet, elle représente 7 à 30% de la masse de la datte (DJERBI, 1994).

Il est composé d'un albumen blanc, dur et corné protégé par une enveloppe cellulosique (ESPIARD, 2002).

### II-4. Vinaigre traditionnel de dattes

Le vinaigre traditionnel est un produit dérivant des dattes par doubles fermentations (alcoolique, acétique). La technique d'élaboration du vinaigre traditionnel est basée sur une double fermentation combinée, anaérobies et aérobie. Cette bioconversion utilisant les levures et des bactéries acétiques présentes naturellement dans la datte, ce qui entraîne une production d'éthanol qui est transformé en acide acétique (SBIHI, 1996).

### II-5. Elaboration du vinaigre

De tout temps les populations sahariennes ont eu à fabriquer localement leur propre vinaigre. Cette production est une tradition ancestrale qui utilise un matériel artisanal et confère au vinaigre élaboré des avantages que l'on ne retrouve pas chez le vinaigre industriels. Le vinaigre est obtenu par la mise en fermentation d'une mesure de dattes pour deux mesures d'eau, aux quelles sont additionnés, selon les techniques du savoir-faire traditionnel certaines substances : blé, orge, Harmel, coriandre, piment, sel de table, clou en fer, charbon et huile de table. Le mélange est mis est mis en fermentation durant 40 à 50 jours à la température ambiante dans une gargoulette ou jarre bouchée avec du gypse ou du lif de palmier. Ce temps écoulé, la jarre ou le récipient est débouché. Il est procédé au tamisage. Le produit ainsi obtenu est le vinaigre traditionnel (OULD EL-HADJ et *al.*, 2001).

### II-6. Processus de fermentation du vinaigre des dattes

### II-6-1. Fermentation alcoolique

La fermentation alcoolique consiste en une biotransformation des jus de fruits ou toute solution sucrée en vin et fait intervenir des phénomènes physiques, biochimiques et biologiques complexes. Elle consiste en la transformation par les levures, principalement *Saccharomyces cerevisiae* des sucres du moût, principalement le glucose et le fructose en éthanol et en dioxyde de carbone (NANCY, 2008). Dans une fermentation alcoolique en batch, environ 30 à 35% de la source de carbone est convertie pour produire la biomasse cellulaire tandis que 50% d'hydrates de carbone est transformée en éthanol. Le reste des sucres est utilisé pour la production de l'énergie et l'entretien des cellules (HODA et *al*. 2010). Dans le processus de production du vinaigre, la fermentation alcoolique est l'étape qui précède l'acidification réalisée par les bactéries acétiques (MOUNIR et *al*. 2016) La réaction se déroule selon l'équation suivante : (SOLIERI et COLL., 2006).

Glycolyse Décarboxylation

C6H<sub>12</sub>O6 
$$\longrightarrow$$
 2CH<sub>3</sub>-CO-COOH  $\longrightarrow$  2CH<sub>3</sub>CHO +H<sub>2</sub>O  $\longrightarrow$  2CH<sub>3</sub>CH2OH

Pyruvate Acétaldéhyde éthanol

### II-6-2. Fermentation acétique

La fermentation acétique est réalisée dans des conditions très diverses selon la matière première utilisée (jus de fruits, cidre, vin, malte issu de matières analysées) qui être une quelconque substance capable de produire de l'alcool par fermentation sous l'action des levures notamment (DAHMANI et RABOUH, 2009). PASTEUR montra que la transformation de l'alcool en acide acétique, sous l'influence de son ferment, s'accompagne d'une absorption d'oxygène considérable, et que ceci a lieu dans un milieu à réaction acide avec un pH optimal compris entre 5 et 6. La réaction se déroule selon l'équation suivante :

### II-7 Aspect thérapeutique du vinaigre traditionnel de dattes

L'origine du vinaigre est sans doute aussi ancienne que celle du vin. Pour la simple raison que laissée à l'air libre, le vin devient rapidement acide, et tourne en vin aigre. Son histoire croise celle du vinaigre, d'abord produit thérapeutique, avant d'être condiment. C'est sans doute le premier antibiotique de tous le temps (KOUDAMA, 1990). Le vinaigre est un produit essentiel dans la cuisine. Il a de multiples usages. Il permet d'élaborer les vinaigrettes, les mayonnaises et la moutarde. Il empêche l'oxydation des fruits et légumes. Il prolonge la durée de vie des aliments (CACQE, 2002). En outre, les anciens médecins arabes ont parlé du vinaigre en citant ces effets utiles et nuisibles pour la santé. Il calme les douleurs d'estomac. Il est bon pour la rate. Il guérit la jaunisse. Il facilite la digestion. Il améliore l'appétit. Il calme les brûlures, et il est utile pour les fourmillements. Sa consommation abusive affaiblit les nerfs et la vue et il jaunit la teinte du visage (KOUDAMA, 1990).

Le vinaigre traditionnel de dattes est connu depuis longtemps. Il constitue un produit très intéressant pour les populations sahariennes, en particulier celle de la cuvette d'Ouargla. En plus de son utilisation comme condiment, antioxydant, conservateur d'aliments, etc., il est aussi utilisé pour soigner plusieurs maladies et infections tel que: les maux de tête et de gorge, la constipation, les pellicules, les toux, les piqûres des insectes, les brûlures ;...etc. (ARAB et GUEZZOUN, 2003)

Maladies ou

Tableau 1- Caractéristiques thérapeutiques du vinaigre traditionnel de dattes

Ingredients

infections	Ingredients	Mode d'emploi	
Mau de tête	<ul> <li>1- Vinaigre</li> <li>2- Clou de girofle en poudre, ou citron sèche, henné, vinaigre de dattes.</li> <li>3- Une courgette râpée, eau de fleur et vinaigre de datte.</li> </ul>	<ul> <li>Par application de vinaigre sur le front et les trempes</li> <li>Mélanger une quantité de henné un peu plus grand que celle de poudre de clou de girofle et mouiller avec le vinaigre jusqu'à obtention d'une pâte tendre.</li> <li>Mettez la dans un foulard puit l'entourer sur la tête. Laisser la pendant une nuit puis enlever le foulard et laver la tête.</li> <li>Mouiller la courgette avec des quantités égales d'eau de fleur et de vinaigre, puis mettez le mélange dans un foulard et appliquer comme précédemment.</li> </ul>	
Fièvre	<ul><li>1- Vinaigre.</li><li>2- Même ingrédients que la méthode 3précédemment décrite.</li></ul>	<ul> <li>Par application sur tout le corps.</li> <li>Même procédé de la méthode 3 pour les maux de tête, mais on mette le foulard Sur le ventre.</li> </ul>	
Toux	<ul><li>1- Vinaigre, clou de girofle en poudre, araâr «enévrier».</li><li>2- Vinaigre, Araâr et son en poudre.</li></ul>	- Mouiller des quantités égales de cloud girofle et l'araâr avec un peu de vinaigre, puis appliquer le mélange sur le thorax Mélanger l'araâr et le son mouillé avec le vinaigre. Mettez le mélange dans un morceau de tissu et le plier puis l'entourer le sur le thorax et le dos en alternance. Le laisser pendant un jour ou une nuit, répéter l'opération plusieurs fois.	
Maux des os	- Vinaigre de date	- Bien mouiller un morceau de bande	
Constipation	- Un petit verre d'huile et demi verre de vinaigre de	chirurgical avec de vinaigre, puis l'entourer sur l'endroit douloureux. La laisse pendant un jour, répéter l'opération plusieurs fois.  - Boire toute la quantité préparée.	
Angine et maux de Gorge	datte Vinaigre de datte.	- Boire une cuillerée à café.	
Tumeurs et cassures	- Vinaigre de datte et henné.	- Mouiller le henné avec de vinaigre tiède jusqu'à obtention d'une pâte, puis appliquer sur la tumeur ou la cassure et entourer le par une bande et la laisser un jour, répéter l'opération plusieurs fois jusqu'à la guérison.	

Indigestion	- Une cuillère à soupe de vinaigre de datte, une cuillerée à café de sucre et un Verre d'eau.	- Mélange les ingrédients cités, tiédir
Saignement de nez	- Excréments de pigeon séchés et vinaigre de datte.	- Pulvériser les excréments de pigeons et mouiller avec du vinaigre jusqu'à obtention d'une pâte liquide. Mouiller un coton avec ce mélange, le mettre sur le nez et aspirer.
Caries dentaires	- Deux cuillères à soupe de vinaigre de dattes, cinq cuillères à soupe de fleurs d'althéa macérées et un pincé de poudre de clou de girofle.	- Mélanger les ingrédients cités, tiédir le mélange et laver la bouche.
Renforcement de la	- Une cuillère à soupe de	- Mélanger les ingrédients et laver la
gencive et hygiène	vinaigre, une cuillère à soupe	bouche avec ce mélange, puis appliquer
de la bouche	de sel de mer et quatre	un deuxième lavage avec le premier
	cuillères à souped'eau.	mélange.
Piqûresd'insectes	1- Vinaigre de dattes, zaâter	- En prévention, on applique un mélange
	« thymus »	de trois quarts de vinaigre de dattes et
	2- Vinaigre de dattes.	un quart de zaâter bouillie sur les parties
		du corps non recouvertes
		- Pour soulager les piqûres, mettre
		rapidement une bande chirurgicale mouillée avec de vinaigre sur l'endroit
		piqué.
Varices	- Vinaigre de dattes, feuilles	- Mélanger trois quarts de feuilles de
	de raisin rouge.	raisin bouillant avec un quart de vinaigre
		de dattes. Faire un massage des jambes
		avec ce mélange jours et nuit et boire une
		cuillerée à café de vinaigre ajoute à un
		demi-verre d'eau.

(ARAB et GUEZZOUN; 2003)

# MATÉRIELE ET MÉTHODES

### III- L'objectif d'étude

L'objectif principal de la présente étude a consisté en une caractérisation physicochimiques et de tester l'activité antioxydant de quelques vinaigres traditionnels des dattes issue de différents variétés de dattes, récolter à partir de région de GHARDAIA.

### III-1. Présentation de la zone d'étude

Les échantillons sont récoltés à partir de la région de Ghardaïa .Ce choix est orienté car c'est une ancienne localité ayant des traditions jadis du savoir-faire locale en matière de vinaigre traditionnelle. Elle représente une zone phoenicicole par excellence.

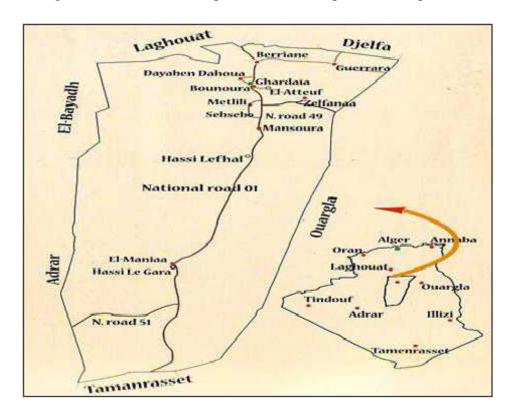


Figure 2 : Situation géographique de Ghardaïa (DPAT, 2002)

### III-2. Matériel végétal

En vinaigrerie traditionnelle, le choix de la matière première est capital car il joue sur la qualité du produit fini. Le choix des variétés de dattes, est orienté par leur disponibilité, leur abondance et leur appréciation pour la fabrication de vinaigre traditionnel.

### III-3. Matériel biologique

Des levures et des bactéries acétiques présentes naturellement dans la datte. Celles-ci entraînent une production d'éthanol qui est transformé en acide acétique (OULD EL HADJ et *al.*, 2001)

Le micro-organisme mis en jeu pour la production traditionnelle du vinaigre est une multitude de la flore bactérienne. La fabrication du vinaigre est un processus à double fermentation nécessitant les microorganismes (*saccharomyces cerevisiae* et *acétobacter aceti*) comme starter. Ces microorganismes peuvent être présents dans la nature (fruits, air, vin...) ou être apporté à partir d'une souche pure.

### III-4. Méthodologie d'échantillonnage

Pour la présente étude, les échantillons sont collectés à partir des zones des productions du vinaigre traditionnel de la cuvette de GHARDAIA consommant le vinaigre de dattes, ainsi, les échantillons étudiés sont aléatoires. Il s'agit de vinaigre à base de différentes variétés de dattes dont hchef deglet noor, tafezwine, garss, azerza, temdjohert, les variétés utiliser dans chaque échantillons sont présenter aux tableau(2). Les échantillons de vinaigres sont transfèrent dans des flacons en verres stériles étiqueté, gardé à la température ambiante avant l'analyse.

**Tableau 2 -** Différentes variétés de dattes utilisent dans chaque échantillon de vinaigres

Nombre	Abréviation	Variétés de matière première de production	La région
1	TTG	Dattes de Temdjohoret-tafezwine-ghars	Kourtti
2	T	Datte de Temdjohoret	El ghaba
3	В	Datte de Hchef deglet noor	Beneizgun
4	GAT	Dattes de Ghars -tafezwine-Azerza	El attef
5	D1	Datte de Hchef deglet noor	El ghaba
6	D2	Datte de Hchef deglet noor	Beneizgun
7	D3	Datte de Hchef deglet noor	Daitbendahwa
8	ND	Dattes de Ghars -tafezwine-Azerza- deglet	Beneizgun
		noor	
9	P	Pomme	Daitbendahwa

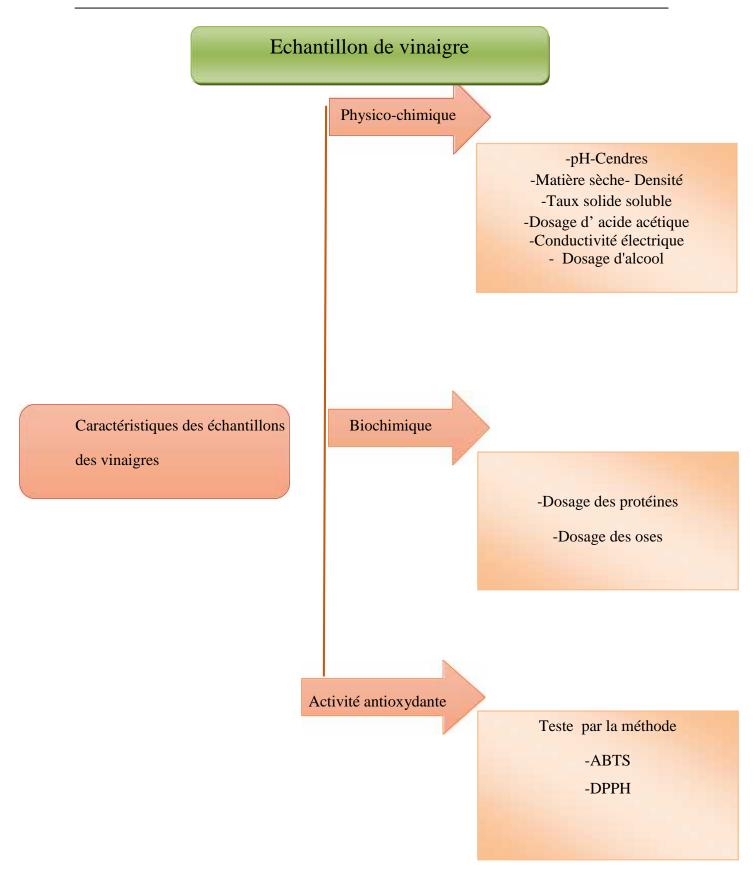


Figure 3 : Procédure des analyses physicochimique et activité antioxydante du vinaigre

Tous les échantillons subie une centrifugation de 4000g/15 minutes

### III-5. Analyses physicochimiques

### III-5-1. Détermination du pH

Le principe consiste à introduire dans un bêcher de 50 ml, contenant l'échantillon de vinaigre, l'électrode d'un pHmètre préalablement étalonné, et à lire directement la valeur du pH (DAHMANI et REBBOUH, 2009).

### III-5-2.Taux de matière sèche (MS)

La matière sèche est le résidu sec des produits alimentaires après l'évaporation de leur humidité dans une étuve à 105°C, jusqu'à un poids constant (BACHA, 2008).

La teneur en matière sèche(MS) est calculée selon réaction suivante :

$$MS \% = \frac{MZ - MU \times 100}{M1 - MU}$$

Dont:

M<sub>0</sub>: la masse de la capsule vide en gramme.

M<sub>1:</sub> la masse de la même capsule avec la prise d'essai avant le séchage en gramme.

M<sub>2</sub>: la masse de la même capsule avec la prise d'essai après séchage en gramme.

### III-5-3. Taux de solides solubles (TSS)

Le taux de solides solubles (TSS), exprimé en degré Brix est déterminé à l'aide d'un réfractomètre d'Abbe (Novex Holland). La détermination de TSS est obtenue par lecture directes sur l'échelle correspondante (AUDIGIE et *al*, 1994).

### III-5-4. Détermination de la densité (%)

La densité nous informe sur l'état de nos produits par la mise en œuvre du taux de matière solide et la viscosité. Elle est d'une importance considérable dans la mesure où elle nous renseigne sur l'aptitude des micro-organismes vis-à-vis de l'état physique du milieu dans lequel ils vivent (GUIRAUD, 1998). La détermination de la densité est réalisée par densimétrie à 20° C.

### III-5-5. Taux des cendres

Les cendres totales permettent de juger la richesse en éléments minéraux et la composition minérale du produit. L'analyse repose sur l'incinération d'une prise d'essai jusqu'à combustion complète des matières organique suivie d'une pesée du résidu obtenu (AFNOR V 18-101, 1997 cité par GOURCHALA, 2015).

Les cendres sont exprimées en pourcentage selon la formule suivant:

$$C\% = (M2-M0 \times 100)/(M1-M0)$$

M0 : la masse de la capsule vide (g).

M2: poids (capsule + cendres) après incinération (g).

M1 : poids (capsule + échantillon) avant incinération (g)

### III-5-6. Détermination de la conductivité électrique

Le principe consiste à introduire dans un bêcher de 50 ml le vinaigre l'électrode d'un conductimètre préalablement étalonné par le KCl (0,02 N) et à lire directement la valeur de la conductivité électrique (ms/cm) (DAHMANI et REBBOUH, 2009).

### III-5-7. Dosage de l'acide acétique

L'acide acétique est dosé par titrimétrie avec de la soude à 0,1 N en présence de phénol phtaléine comme indicateur coloré.

L'acidité du vinaigre est principalement due à la présence d'acide acétique et de petites quantités d'autres acides proviennent de matières premières ou sont générées par la fermentation (AUGIAR et *al*, 2005) La concentration en acide acétique est exprimée en g/l

Avant de réaliser le dosage, on a procédé à une dilution au 1 / 10 du vinaigre étudié La concentration en acide acétique est exprimée en g/l par la formule suivante :

$$C(g/l) = \frac{Vb \times 0.1}{Va} \times 10 \times 60$$

Vb : Volume de la soude versé en ml.

V : Volume de la prise d'essai.

0,1 : correspondant à la normalité de soude.

60 : La masse molaire de l'acide acétique.

### III-5-8. Dosage de l'alcool résiduel

L'éthanol (CH3CH2OH), est le produit essentiel de la fermentation alcoolique des levures. La détermination de ce dernier permet de connaître les proportions d'alcool non transformée en acide acétique. Le principe consiste en une lecture directe du degré alcoolique à l'aide d'une alcoométrie après distillation (DAHMANI et REBBOUH, 2009).

### Principe de méthode

- 1-Distillation de l'échantillon alcalinisé par une suspension d'hydroxyde de sodium à 4N.
- 2-Détermination du titre alcoométrique du distillat par aréométrie à l'aide d'un alcoomètre à 20 C°.

### Mode opératoire

- Prélever à l'aide d'une fiole jaugée un volume de 200 ml.
- -Le verser dans le ballon de l'appareil à distiller ou dans le barboteur de l'appareil à entraînement à la vapeur d'eau. Rincer la fiole jaugée à quatre reprises avec 5 ml d'eau que l'on ajoute dans le ballon ou dans le barboteur.
- -Recueillir le distillat dans la fiole jaugée de 200 ml qui a servi à mesurer. Recueillir un volume égal aux trois quarts environ du volume initial.
- -Compléter à 200 ml avec de l'eau distillée.
- -Verser le distillat dans l'éprouvette cylindrique. Tenir cette éprouvette bien verticalement. Introduire le thermomètre et l'alcoomètre. La lecture du thermomètre est faite 1 min. après avoir agité pour réaliser l'égalité de température de l'éprouvette, du thermomètre, de l'alcoomètre et du distillat.
- -Retirer le thermomètre et lire le titre alcoométrique apparent après 1 min. de repos. Faire au moins trois lectures en s'aidant d'une loupe. La lecture doit être à une température de 20 C° (ANONYME

, 2009).

### III-6. Analyses biochimiques

### III-6-1. Dosages des oses totaux

Pour déterminer la concentration des oses totaux dans les échantillons de vinaigre, la quantification se fait selon la méthode de DUBOIS (1956).

### III-6-1-1. Principe

En milieu acide et à chaud, les liaisons glycosidiques sont hydrolysées. La

déshydratation des unités osidiques conduit à la formation de dérivés furfuriques qui interagissent avec le phénol pour former des composés de coloration orange-jaune absorbant à 492 nm. Une gamme étalon de glucose est réalisée avec des concentrations comprises entre 0,1 et 1g/l.

### III-6-1-2. Mode opératoire

Dans des tubes en verres placer un mélange de 200µl d'échantillon et 200µl de phénol 5%. Après homogénésation, 1ml d'acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (96%), est rapidement introduit dans le milie

u réactionnel. Les tubes sont ensuite incubés à 100°C pendant 5 mn, puis ils sont laissés 30 mn à température ambiante et à l'abri de la lumière. L'absorbance est mesurée à 492 nm (BRUDIEUX, 2007; RUIZ, 2005; GENESTIE, 2006).

### III-6-2. Dosage des protéines

### III-6-2-1. Méthode de BRADFORD (Micro-assay)

### III-6-2-2. Principe

En milieu acide, le réactif de Coomassie de coloration marron se lie aux protéines provoquant la formation d'un complexe de coloration bleue qui absorbe entre 465 et 595 nm. Une courbe d'étalonnage est tracée en utilisant du sérum albumine bovine (SAB) comme référence standard (WARRAND, 2004).

### III-6-2-3. Mode opératoire

Dans des tubes en verre, il est additionné un volume 400ul de solution à doser, puis 2ml de réactif de coomassie. Le mélange est homogénéisé pendant 30 secondes. L'absorbance est mesurée à 595 nm après 2mn. La coloration est stable pendant une heure (BRADFORD, 1976).

### III-7. Activité antioxydante

Les antioxydantes sont des molécules qui retardent ou stoppent le processus d'oxydation et par conséquence régulent l'équilibre redox cellulaire (ARUOMA, 1996). Les antioxydants les plus connus sont les vitamines, comme l'acide ascorbique (C), le tocophérol (E) et le carotène (provitamine A). L'évaluation de la capacité antioxydante des échantillons de vinaigres dans cette étude, est effectuée suivant deux tests 2,2-diphenyle-1-picrylhydrazyle (DPPH), le test d'acide 2,2'- azinobis-3-

éthylbenzothiazoline-6-sulphonique (ABTS).

### III-7-1. Mesure du pouvoir anti-radicalaire par le DPPH (2,2-diphenyle-1-picrylhydrazyle)

La mesure du pouvoir anti-radicalaire par le DPPH, est une méthode utilisée pour évaluer l'activité antioxydante *in vitro* par deux approches d'une part, la détermination de la réduction relative du radical DPPH à un temps de référence ou la détermination de la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire 50% de DPPH et d'autre part, le suivi de la cinétique de la réduction (POPOVICI *et al.*, 2009). L'activité est définie par l'indice de la réduction de l'activité anti-radicalaire en pourcentage (pourcentage d'inhibition) Radical Scavenger Activity (RSA), où l'absorbance du mélange réactionnel qui contient le radical libre et l'échantillon de l'antioxydant est reliée avec l'absorbance du mélange sans aucun antioxydant (solution témoin ou contrôle) (YOUMBAI, 2015)

### III-7-1-1. Principe

Le DPPH est un radical libre stable caractérisé par sa couleur violet foncé qui va disparaitre après la réduction par un antioxydant donneur des protons (Hydrogène), plus la perte de couleur est rapide plus le donneur d'hydrogène considéré comme un antioxydant fort. La perte de couleur peut être suivie par la mesure de l'absorbance au spectrophotomètre à 515nm. Le pourcentage d'inhibition est calculé selon la formule suivante (CHENG et *al.*, 2013).

### Calcul de pourcentage d'inhibition

P(%) inhibition = (absorbance de control - absorbance de l'échantillon/absorbance de control)  $\times 100$ 

### III-7-1-2. Réactif

Il faut dissoudre 25 mg DPPH dans 80ml de méthanol, puis ajouter 20ml d'eau distillée à l'obscurité. Une dilution de solution mère de DPPH est effectuée juste avant le dosage par le méthanol jusqu'à l'obtention d'une absorbance entre 1,1 et 1,2 à 515nm (YOUMBAI, 2015).

- Une solution mère de l'acide ascorbique, est préparée de concentration 0,1%, dilué à

1/10 à l'eau distillée servira à la préparation de la courbe d'étalonnage.

### III-7-1-3. Mode opératoire

Cinquante (50) microlitres de chaque échantillon ou de l'étalon, sont placés dans des tubes en verre avec 1,95ml de réactif DPPH. Le mélange est agité et incubé à l'obscurité pendant 30mn. L'absorbance est lue à 515nm. Une courbe d'étalonnage est préparée à l'aide de l'acide ascorbique (0,01%) (BOUGANDOURA et BENDIMERAD, 2012).

### III-7-2. Test à l'acide 2,2'-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique (ABTS)

L'ABTS est l'un des tests utilisés pour évaluer l'activité antioxydante in vitro.

### III-7-2-1. Principe

L'ABTS est un radical cation caractérisé par sa couleur bleu vert foncé qui va disparaitre après la réduction par un antioxydant donneur des protons (hydrogène). Ce radical est facilement formé à partir de l'acide correspondant par oxydation en présence de persulfate de potassium. Plus la perte de couleur est rapide plus le donneur d'hydrogène considéré comme un antioxydant fort. La perte de couleur peut être suivie par la mesure de l'absorbance au spectrophotomètre à 734nm.

Calcul de pourcentage d'inhibition (LI et al., 2015).

Pourcentage inhibition d'ABTS $\bullet^+$  = (absorbance de control - absorbance de l'échantillon/absorbance de control) ×100

### III-7-2-2. Réactif

Deux solutions A et B sont préparées et mélangées en proportion égal 1:1, et incubé à 18°C pendant 16 heures, puis une dilution par l'éthanol (95%) jusqu'à l'obtention d'une absorbance à 0,700±0,01 à 734nm juste avant l'utilisation (BARAHONA et *al.*, 2011).

Solution A (ABTS 7mM): A 0,383g d'ABTS est ajouté à 100ml d'eau distillée.

Solution B (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 2,45mM): A 0,0662g de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 100ml d'eau distillée est ajoutée.

### III-7-2-3. Mode opératoire

Cinquante (50) microlitres de chaque échantillon ou de l'étalon sont placés dans des tubes en verre avec 1,95ml de réactif d'ABTS. Le mélange est agité et laisser à l'obscurité pendant 6mn. L'absorbance est lue à 734nm. Une gamme d'étalons est préparée par l'acide ascorbique (vitamine C) à différentes concentrations allant de 0,01mg/ml à 0,1mg/ml (YOUMBAI, 2015).

### III-8. Analyse statistique

Les résultats issus des analyses au laboratoire, on fait l'objet d'une Analyse de la Variance Aléatoire (ANOVA) à un seul facteur au seuil de signification =0.05. De même, une Analyse en Composantes Principales (ACP) a été réalisée pour les variables à caractères quantitatifs en utilisant XLSTAT 2016.

# RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### IV-1. Résultats des Analyses physico-chimiques

Tous les résultats obtenus en répétant l'expérience (processus) trois fois.

### IV-1-1. Résultats des pH

Les résultats de l'analyse de variance (variable du pH). D'après ces résultats, il est à noter que pH a une influence très hautement significative (P<0,0001).

Le pH des échantillons de vinaigre étudiés sont représenté dans la figure (4)

Le pH des échantillons de vinaigre de datte étudiés (TTG, T, D1, D2, D3, GAT ND, B) est compris entre 3.14±0.02 et 3.62 ±0.00, celle de pomme est de 3,24±0.00

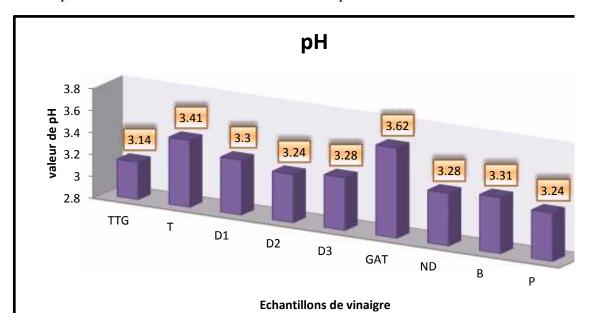


Figure 4: pH des différents échantillons de vinaigre.

Les mesures du pH informent sur l'évolution de l'acidité du milieu, fonction du métabolisme des micro-organismes acidophiles (OULD EL HADJ *et al.*, 2001)..

Le pH des dattes est de 5,5 selon DOWSON et ATEN (1963), l'activité des microorganismes acidophiles, abaisse le pH du milieu, suite aux processus de fermentation acétique (BOUAZIZ et *al.*, 2010).

Les résultats obtenus lors de la présente étude sont en accord avec des résultats des travaux antérieur présentés par certains chercheurs (SEBIHI, 1996; BOUAZIZ, 2009) à savoir 3.12 à 3.65. Ce résultat est très proche à la norme internationale de vinaigre qui est de 3. DAHMANI ET RABOUH signale un pH de vinaigre de dattes compris entre 3,27 et 3,62.

Cette acidité est dû au métabolisme des microorganismes acidophiles tels que les bactéries, acétiques, lactiques, les moisissures et les levures présentes dans la matière première par ailleurs, la présence des acides organiques tels que d'acide malique citrique, et autres



composants plus au moins acides, confère aux vinaigres une acidité originelle (ANONYME, 1962, DOWSON et ATEN, 1963, MAATALLAH, 1970).

### IV-1-2. Conductivité électrique

Les résultats de l'analyse de variance à un seul facteur (facteur du CE), il est à noter que CE a une influence très hautement significative (P<0,0001)

La conductivité électrique CE de notre échantillon est variée entre 3.36±0.0 ms/cm pour D1 et 6.11±0.01 ms/cm pour GAT .Celle de vinaigre de pommes est égales à 2.8±0.01 ms/cm. les résultats sont représentés dans la figure 5.

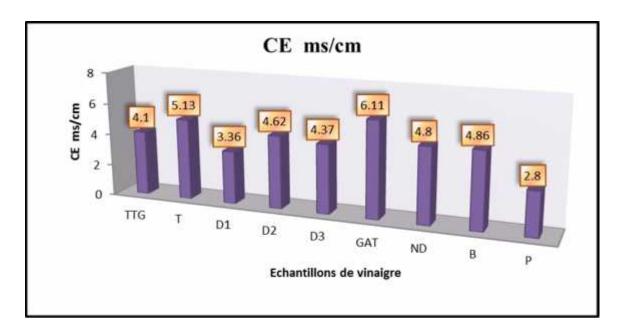


Figure 5: Conductivité électrique des différents échantillons de vinaigre.

Les résultats obtenus lors de la présente étude sont comparables à ceux évoquées par (SEBIHI, 1996, BOUAZIZ, 2009) à savoir entre 4,88 - 6,29ms/cm et 5,1-7,3 ms/cm successivement pour le vinaigre traditionnel de dattes.

On peut justifier ces résultats obtenus pour le vinaigre traditionnel de dattes par la présence de matières minérales dans la datte, ou l'absence d'un nettoyage poussé des dattes, sans oublier l'eau utilisée (l'eau de robinet) pour la fabrication de ces produits. Cette eau est en fait caractérisée par une charge non négligeable en sels dissous (SEBIHI, 1996). Cette conductivité élever peut aussi justifier par l'ajout de sel de table dans la fabrication de ce bioproduit traditionnel.

### IV-1-3. Densité

Les résultats de l'analyse de variance (variable de la densité), il est noté que la densité est non significative (P>0.05).

La densité des échantillons de vinaigre traditionnel de dattes est comprise entre 1.05±0.00 (TTG, ND) et 0.97±0.00 (D3). Pour le vinaigre du pommes égale à 1±0.00. Les résultats sont présentent dans le graphe figure (6).

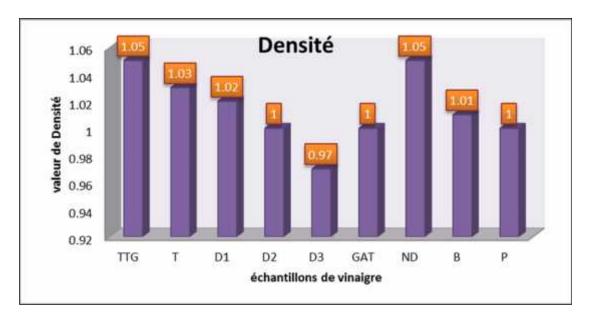


Figure 6: Densité des différents échantillons de vinaigre

Ces résultats sont proches à ceux rapportés par ARAB et GUEZZOUN (2003) à savoir 1,010 à 1,020. La densité de vinaigre de pommes semble proche de celle rapportée pour le vinaigre de cidre par CLAVET (1912) in (BOUAZIZ, 2009) (1,010). Des résultats proches sont enregistré à savoir 1,018 1,035 1,013 par BENEDDINE et BENTADJ (2009); 1,05 1,028 par DAHMANI et REBBOUH (2009).

Ces résultats sont faibles par rapport à ceux rapportés par SEBIHI (1996) qui sont compris entre 1,09 à 1,22 pour le vinaigre traditionnel de dattes. Ces résultats pourraient avoir par origine la présence de matières colloïdales en suspension responsables de l'aspect trouble des vinaigres. La densité des vinaigres D2 et GAT et P est la même que celle de l'eau.

### IV-1-4. Taux des solides solubles

Le TSS des vinaigres traditionnels de dattes sont variés entre 7,5 ±0,00% et 16,5±0,00%, on remarque que le vinaigre de la pomme à un faible taux des solides solubles égaux à 5±0,00%. La figure 7 montres les résultats de TSS des différents échantillons de vinaigre

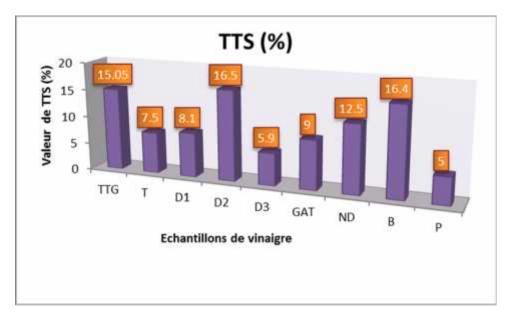


Figure 7: Taux des solides solubles des différents échantillons de vinaigre

Ces résultats sont proches de ceux de SEBIHI (1996) à savoir 5 à 10% pour le vinaigre traditionnel de dattes. Ensuite le TSS c'est un rapport qui indique combien de fois plus petite est la vitesse de la lumière dans le milieu donné par rapport à la vitesse dans le vide. (ALLEMAN et *al*, 1983). Il varie dans le même sens que la concentration de la substance dissoute .Donc plus un milieu est concentré plus la vitesse de la lumière diminue (AUDIGIE et *al*, 1984).

### IV-1-5. Cendres

Les résultats de l'analyse de variance (facteur du cendre), il est à noter que cendre a une influence très hautement significative (P<0,0001)

Les teneurs en cendres des échantillons de vinaigre semblent assez proches les unes des autres, elles sont représentées dans le graphe figure (8). La teneur en cendres des vinaigres (ND, B, GAT, TTG, D2, T) variée entre  $0.66\pm0.\%$  et  $0.87\pm0.05\%$ . Nous avons enregistré des faibles teneurs pour  $D_1$   $0.4\pm00$  %  $0.29\pm00$  % pour  $0.34\pm00$ 0% pour vinaigre de pomme P.

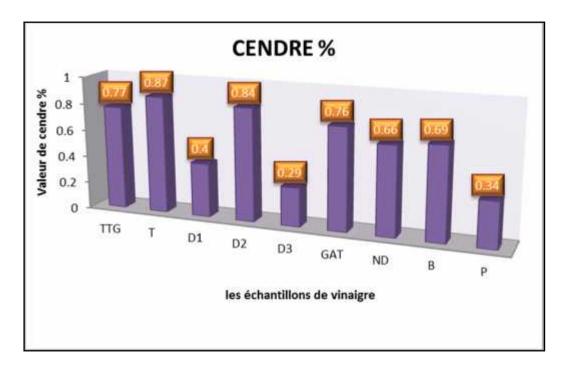


Figure 8: Teneur en cendre des différents échantillons de vinaigre.

BOUAZIZ, 2009 rapporte des valeurs comparables à celle que nous avons enregistré entre (0,506 et 0,63%). Néanmoins, Les résultats sont faibles par rapport à ceux rapportés par OULD ELHADJ et *al*, (2001) allant de 6% à 8% pour le vinaigre traditionnel de dattes.

La centrifugation que nous avons effectuée de nos échantillons de vinaigre traditionnel peut expliquer ces faibles teneurs en cendres par rapport à ceux trouvé par OUELD ELHADJ(2001). La teneur en cendres des vinaigres de dattes semble de prendre de la teneur en éléments minéraux des dattes (ESPIARD.E, 2002) et aussi de l'eau utilisée pour l'élaboration du vinaigre et des additifs ajouté dans cette production artisanal tel que le sel de table, des grains de gorge et autre additifs.

### IV-1-6. Matière sèche

Les résultats de l'analyse de variance (facteur du MS), il est à noter que cendre a une influence très hautement significative (P<0,0001)

Les teneurs en matière sèche des échantillons sont variées entre 1.2% et 11.5%, les résultats sont représentés dans la figure 9.



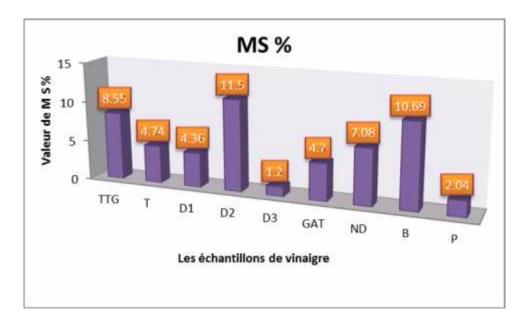


Figure 9: Teneur en matière sèche MS des différents échantillons de vinaigre.

OULD EL HADJ et *al*(2001) notent des teneurs de 6,59 ; 10,0 et 11,26 % pour le vinaigre traditionnel des dattes. De même les résultats notés par BOUAZIZE (2009) qui est compris entre 6,2 et 13,7%.

La texture du fruit (datte) semble en être responsable de cette teneur plus au moins élever. Il semble que les compositions organiques et minérales diffusent plus facilement du fruit vers le moût dans le cas de dattes molles et demi molles .Entre les différents vinaigres de dattes, il semble que le comportement des dattes sèches soit similaire à celui des pommes P (2.04%) exemples le  $D_3$  (1.2%) qui est fabriqué à partir de hchef deglet noor.

### IV-1-7. Acide acétique

Les résultats de l'analyse de variance (facteur du acide acétique) . L'acide acétique a une influence non significative (P>0.05

Les résultats représentent dans la figure (10) note une acidité totale en fonction des méthodes, s'avère plus ou moins très importante; avec une concentration minimale de l'acide acétique enregistrer pour GAT (15,6g/l) et une valeur maximale (58,2 g/l) pour D2. Ces valeurs sont proches par rapport à celles annoncées par SEBIHI (1996) qui allant entre 15,31 à 30,38 g/l. Pour le vinaigre de pommes (P) a une teneur en acide acétique égale à 29,4 g/l. Nous pouvons noter que la teneur totale en acide acétique est faible para port à la norme Algérienne 50g/l à l'exception de l'échantillon D2 58,2 g/l.

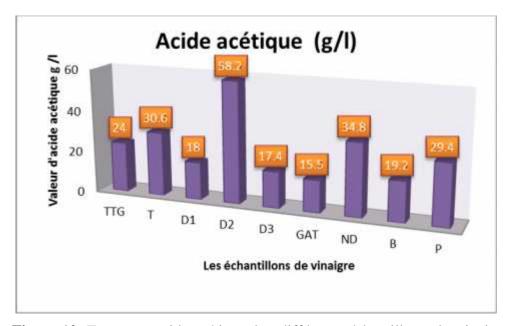


Figure 10: Teneur en acide acétique des différents échantillons de vinaigre.

L'acide acétique résulte de l'oxydation d'éthanol en aérobie par les bactéries acétique (Acétobacters) à des pH acides. L'acidité du vinaigre est principalement due à la présence d'acide acétique et de petites quantités d'autres acides proviennent de matières premières ou sont générées par la fermentation (AUGIAR et *al*, 2005).

La fermentation dans le cas de la vinaigrerie traditionnel est un processus combiné en une fois. En même temps qu'il y a production d'alcool, la production d'acide acétique par oxydation de l'éthanol c'effectue. C'est une transformation en désordre où une multitude de microorganismes intervient (OULED ELHADJ D et *al.*, 2001).

Selon DRILLEAU (1996), certaines levures dites nuisibles sont responsables de formation de l'acide acétique dans le début de la formation.

D'après WHITING (1975) cité par DRILLEAU (1996), les bactéries lactiques métabolisent beaucoup de constituants du milieu où elles se développent. L'acide acétique est parmi leurs métabolites majeurs.

De même l'action de l'effet additionnel des levures, des acétobacters et d'autres microorganismes, donne au milieu un aspect plus concentré et trouble. Les conditions de fermentation en vinaigrerie traditionnelle telle que anaérobiose, diminue le pouvoir fermentaire des acétobacters avec prolifération d'autres microorganismes et de ce fait l'acide acétique peut avoir une triple origine:

- Provenir de l'oxydation de l'éthanol par les acétobacters;
- du métabolisme des bactéries lactiques ;



- un produit secondaire formé par les levures au cours de la fermentation (LAFOURCADE, 1978 ; OULED ELHADJ D et *al.*, 2001) .

### IV-1-8. Teneur en alcool résiduel

Les résultats de l'analyse de variance (variable d'alcool) .L'alcool a une influence non significative (P>0.05)

Les résultats de degrés alcooliques obtenus au fonction de méthode utiliser aerométrie sont représentés dans le graphe figure (11).

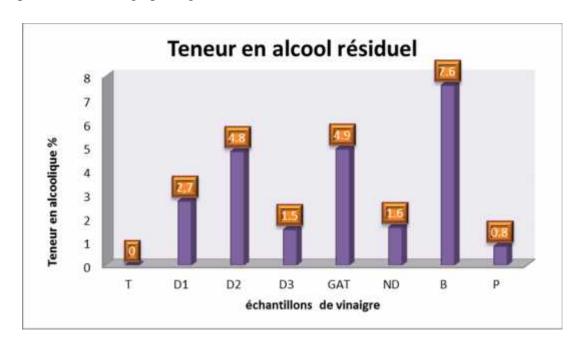


Figure 11: Teneur en alcool résiduel des différents échantillons de vinaigre.

Un taux élevé d'alcool est noté pour B 7,6±0.00%, suivi par D2et GAT 4,8±0.00%; 4,9±0.00% respectivement ; pour D1 ,D3 et ND la teneur est 2,7%±0.00% ,2 ±0.00% et 1,6±0.00% respectivement , nous avons enregistrer des teneur les plus faible à savoir 0,8% pour P vinaigre de pomme et 0 degré alcoolique pour l'échantillon T ; le dosage que nous avons effectué pour l'échantillon TTG selon la méthode aerométrie nous n'a donné aucun résultat malgré que nous avons répété deux fois.

De même des teneurs similaires se situant entre 3,61 à 4,90% signalé par SBIHI (1996). DAHMANI et RBOUH note des degrés alcoolique du vinaigre traditionnel de datte VD2 est le plus élevé (8,9%) et (VD1) présente un degré alcoolique égale à 4,8%, celui des dattes Tacherwit (VD3) a un degré alcoolique égale à 0,7% ,par contre BOUAZIZE dans leur étude sur le vinaigre traditionnel de datte pour le cuvette de OUARGLA a trouvé des teneur en alcool qui ne dépasse pas 1%.



Les bactéries acétiques oxydent l'éthanol et donne l'acide acétique qui pénètre massivement dans la cellule et entraîne une acidification à l'origine d'une protéolyse généralisée. La levure dénaturée sédimente alors rapidement et se dépose sur le fond du récipient de stockage de vinaigre (DUTEURTRE, 1989) in (ARAB et GUEZZOUN, 2003).

La présence d'alcool résiduel indique que ce dernier n'est pas complètement catabolise en CH3COOH. On pense que le milieu n'est pas suffisant en oxygène qui est un facteur responsable de la fermentation acétique. Aussi que le taux d'alcool dépend de la concentration en sucres des dattes. En plus des échantillons de vinaigre contient de protéines et plus visqueux, cette viscosité permet une anaérobiose plus stricte qui assure un milieu favorable à la production d'alcool par les levures toutefois, ce degré alcoolique plus élevé peuvent être bénéfique car, il réprime les enzymes de la sur oxydation de l'acide acétique en H2O et CO2 (DIVIES, 1989) in (ARAB et GUEZZOUN, 2003). Dans la vinaigrerie traditionnelle la fermentation n'est pas dirigée et c'est l'un des inconvénients de la méthode traditionnelle (DAHMANI ET RBOUH, 2009).

### IV-2. Analyses Biochimiques

### IV-2-1. Protéines

Les résultats de l'analyse de variance à (le variable du protéine), il est à noter que la protéine a une influence très hautement significative (P<0,0001)

La teneur en protéines de nos échantillons des vinaigres traditionnels des dattes sont plus proche l'une de l'autre, varié entre 0,074±0,72 g/l et 0,037±0.05 g/l. les résultats sont présentés dans la figure(12).

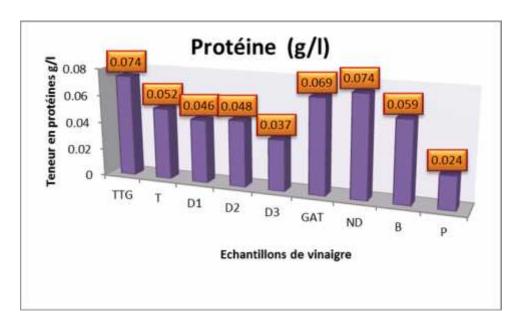


Figure 12 : Teneur en protéine des différents échantillons de vinaigre.

On peut justifier, ces faibles teneurs en protéines de nos échantillons étudiés par la faible teneur en protéine de matière première de fabrication de vinaigre qui les dattes, La datte ne renferme qu'une faible quantité de protéines variant entre 0.38 à 2.5% par rapport à la matière fraîche (NOUI, 2001), Ainsi que l'activité métabolique dont les vinaigres sont le siège peut affaibli la teneur en protéine qui peuvent être consommer par les microorganismes ou détruites à cause de fort acidité de milieu.

### IV-2-2. Oses totaux

Les résultats de l'analyse de variance (variable du oses), il est à noter que le ose a une influence très hautement significative (P<0,0001)

La teneur oses totaux résiduels des vinaigres traditionnels de dattes varie entre 0.55%±0.01g/l (D1) et 0.77±0.01 g/l (D3) et 1.67±0.04g/l (GAT) est sont les plus faibles en sucres. Pour l'échantillon(T) égale à 4.23±0.23 g/l et pour le (B) 6.12±0.25 g/l et pour le (ND) 6.15±0.10 g/l, le (TTG) égale à 7.36±0.09 g/l. La plus élevé si le (D2) avec concentration 11.39±0.26 g/l .Le vinaigre traditionnel de la pomme (P) contient 0.88±0.05g/l.

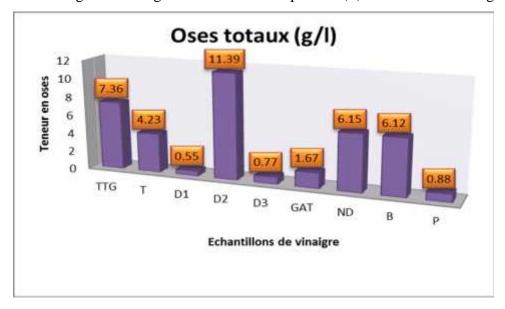


Figure 13: Teneur en oses totaux des différents échantillons de vinaigre.

Ces résultats sont proches de ceux trouvés par SEBIHI (1996) allant de 6,58 à 24,64g/l. On note un teneur un peu élevé qui indique la diminution de l'activité des levures qui peut justifier par la teneur élevé en alcool résiduels, ce dernier à des effets nuisibles pour les levures OULD EL HADJ (2001).

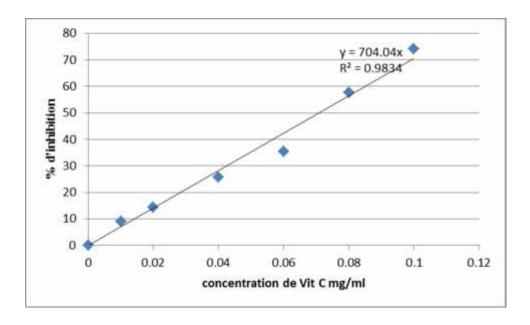
### IV-3. Activité biologique

### IV-3-1. Résultats du pouvoir antioxydant par le test ABTS et DPPH:

L'activité antioxydante vis-à-vis le radical ABTS a été évaluée, par spectrophotomètre UV-Visible, en suivant la réduction de ce radical, qui s'accompagne par son passage de couleur verte à la couleur verte claire jusqu'à disparition totale de la couleur, à une longueur d'onde =734 nm.

L'activité antioxydant des différents échantillons de vinaigres .vis-à-vis du radical 2,2-diphényl- 1picrylhydrazyle (DPPH) a été évaluée par spectrophotomètre en suivant la réduction d'une solution alcoolique de DPPH en présence d'un antioxydant qui donne un hydrogène ou un électron et s'accompagne par le passage de la couleur violette à la couleur jaune mesurable à 517 nm.

L'activité des différents échantillons de vinaigres étudiées est mesurée et comparée avec l'acide ascorbique (vit C) vis-à-vis le piégeage de radical libre (ABTS.+;DPPH)



**Figure 14 :** Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique pour le test d'ABTS.

La méthode de balayage du radical (ABTS.+;DPPH) a été largement appliquée pour estimer l'activité antioxydant d'un matériel biologique.

La capacité des différents échantillons de vinaigre à inhiber le radical cation ABTS + et le radical DPPH est évaluée et les résultats exprimés en pourcentage d'inhibition sont résumés dans le tableau 4 suivant :



Echantillon	TTG	GAT	T	ND	D1
% d'inhibition					
ABTS	86,28±0,78	89,15±2,41	84,39±0,78	72,63±6,78	87,49±0,85
DPPH	70,52±1,54	80,22±0,74	53,54±0,95	57,55±0,83	56,09±2,04
Echantillon	<b>D2</b>	D3	В	P	Vit C 0,1mg/ml
% d'inhibition					
ABTS	76,36±0,81	93,00±0,94	85,14±2,38	95,35±0,86	74,182±0,79
DPPH	75,26±0,98	59,14±1,01	59,30±0,56	52,19±0,78	98±0,71

**Tableau 3**: Activité antioxydante d'échantillons de vinaigre pour le test ABTS et DPPH.

D'après le tableau l'activité inhibitrice évalue par le test ABTS de notre échantillons de vinaigre de dattes semble très forts, elle varie entre  $72,63\pm6,78\%$  pour l'échantillon ND et  $93,00\pm0,94\%$  pour l'échantillon D3.la forte réduction qu'on a enregistré est pour vinaigre de pomme à savoir  $95,35\pm0,86\%$ .tous les échantillons testés montre une activité supérieur au standard Vit C  $74,18\pm0,79\%$  à l'exception de l'échantillon ND qui présente la faible activité ; ce qui concerne le test DPPH le pourcentage d'inhibition est inférieur à ce de test ABTS mais il est plus au moins important, le faible valeur est de (T  $53,54\pm0,95\%$ ) .Nous n'avons pas trouvé des études de l'activité antioxydante de vinaigre de datte un seul étude publiée par HAFZAN et al (2017) Université Sains Malaysia montre une activité de l'ordre de  $200\pm21,8$  AAeq (µg /ml) et  $310\pm38,5$  AAeq(µg /ml) par la méthode de piégeage de radical H2O2 et une pourcentage de réduction de métal pour les même échantillons de vinaigre égale à  $2,90\pm0,03\%$  et  $0,34\pm0,10\%$  . Notre résultats sont plus supérieure que ceux signalé par SUN-HEE et al (2012) pour un vinaigre de fruits commercialisé en KOREA ou il a enregistré un pourcentage le plus fort égale à  $10.98\pm1.12\%$  pour le teste et ABTS et  $12.07\pm1.03\%$  pour le test DPPH.

### IV-4. Etudes statistiques

L'analyses composent principal ACP a montré des affinités de corrélation entre un certain nombre de variable examiné :

- ✓ Une corrélation positive entre le pH et CE.
- ✓ Une corrélation positive entre la teneur en matière sèche, les cendres, teneur en sucre, taux de solide soluble (TTS); ce qui valide notre résultats pour le dosage de cendre, TTS, et les sucres résiduelles.
- ✓ On note aussi une corrélation positive entre la teneur en sucre résiduel et la teneur en acide acétique c'est peut être due au taux élevé de sucre constituant la datte utilisant dans cette fabrication qui nous donne un taux élevé en sucre résiduelle favorise la fermentation alcoolique et acétique.
- ✓ Une corrélation positive est enregistré entre le taux d'alcool et le MS et TTS car ces deux dernier sont presque de totalité des sucres résiduelles leur présence favorise la fermentation alcoolique par les levures ce qui nous donne un taux élevé de l'alcool.
- ✓ En fin nous avons noté une corrélation négative entre le teneur en sucre, en protéine et l'activité antioxydante par le teste ABTS se qui indique que cette activité n'est pas d'origine d'une molécule glucidique ou protéique ; il est possible due au polyphénoles.

En effet celle permet de regrouper les cultivars comme suit :

**Groupe 1**: renferme TTG, D2, ND qui se caractérise par un teneur élevé en sucre, d'acide acétique, protéique et sont les plus dense.

**Groupe 2 :** renferme l'échantillon B qui se caractérise par le valeur le plus élevé de CE, la teneur maximale en alcool ; cendre et de TTS, cette échantillon est le plus active comme antioxydante par le test DPPH.

**Groupe 3 :** renferme l'échantillon GAT qui présente le pH le plus grand, et le millieur activité antioxydante par le test ABTS.

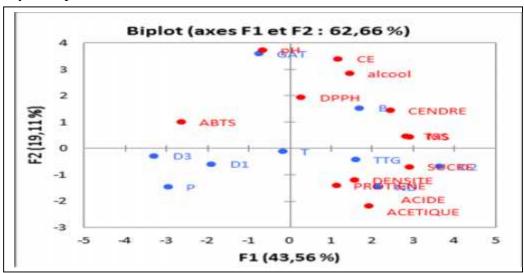


Figure 15 : Carte de facteur d'analyse de composent principale

## Conclusion

### Conclusion

Dans l'histoire humaine, les populations sahariennes produisent des vinaigres traditionnels de dattes, notamment celle de la région de Ghardaïa.

De nos jours cette production ancestrale tend à disparaître à travers les générations à cause de la disponibilité des produits industriels sur le marché. Cette dernière vis à la fois de sauvegarder le patrimoine phylogénétique et l'élaboration d'une formulation alimentaire de type biologique à forte valeur ajouté.

Au terme de cette étude, on a réalisé une série des analyses physico-chimiques et biochimiques ainsi l'activité biologiques pour les vinaigres traditionnels à base de différentes variétés de dattes dont hchef deglet noor, tafezuine, garss, azerza, temdjohert, les variétés utiliser dans chaque échantillons pour obtenir l'échantillons de TTG,T, D1, D2, D3, GAT, ND,B et P le vinaigre traditionnel de pomme de la région de Ghardaïa.

De tout ce qui précède, concernant l'étude des caractéristiques physico-chimiques des huit échantillons des vinaigres traditionnels (TTG, T, D1, D2, D3, GAT, ND, B) comparant avec le vinaigre traditionnel de la pomme (P). Leur teneur en pH est varié entre 3,14  $\pm$ 0,02 et 3,62  $\pm$ 0,00. Ces échantillons de vinaigre ont une densité comprise entre 0,97  $\pm$ 0,00 et 1,05  $\pm$ 0,00, un taux de solides solubles de 5 $\pm$ 0,00 à 16,5 $\pm$ 0,00%. La conductivité électrique varie entre 3,36  $\pm$ 0,00 et 6,11  $\pm$ 0,01 ms/cm. La teneur en matière sèche des échantillons oscille entre 1,20  $\pm$ 0,01 et 11,5 $\pm$ 0,01%. La teneur en cendre varie entre 0,66  $\pm$ 0,00% et 0,87  $\pm$ 0,01%.

Pour les caractéristiques biochimiques, La teneur en acide acétique est de l'ordre de  $15,5\pm0,00$  g/l à  $58,2\pm0,00$  g/l. Les oses totaux présentent une valeur de  $0,55\pm0,001$ g/l à  $11,39\pm0,65$ g/l. Ces échantillons se caractérisent par des teneurs en protéines de  $0,037\pm0,04$  g/l à  $0,074\pm0,65$  g/l. La teneur en alcool résiduel varie entre  $0\pm0,00\%$  à  $7,6\pm0,00\%$ .

Pour l'activité antioxydant, le pourcentage d'inhibition par le test ABTS est varié entre 72,63±6,78 % à 93,00±0.94%. Le pourcentage d'inhibition par le test DDPH est varié entre 53,54 % à 80,22 %, les résultats pour les deux tests prouvent la présence de diverses

molécules à activité biologique différentes présentes dans les échantillons des vinaigres traditionnels.



Par comparaison les résultats des vinaigres traditionnels des dattes avec celui des vinaigres traditionnels des pommes de la région de Ghardaia montrent des valeurs nutritionnelles comparables. Il possède plusieurs substances nutritives telles que les sucres, les protéines, les acides organiques principalement l'acide acétique, des sels

### **Perspectives**

Les études portant sur le vinaigre traditionnel doivent se pencher à l'avenir sur :

- -Détermination des éléments minéraux
- L'étude sur la recherche des substances pouvant être toxiques.
- -Etude qualitative des acides aminés.
- -L'identification des souches locales des levures et moisissures dans le vinaigre.
- -Le dosage des autres produits de fermentation tel que le méthanol et le glycérol.

# REFERENCES BIBLIOTHEQUES

### Référence Bibliographes

**AL-SHAHIB W., MARSHALL R.J.** ( **2002**). The fruit of dates palm: its possible use as the best food for the future? International journal of food Science and Nutrition, 54, pp 247-259

AMARA S., BEN YAMMA Z.(2005). Contribution à l'étude des caractéristiques physicochimiques de vinaigre traditionnel de dattes (variété hamraya) de cuvette d'Ouargla. Mémoire DES. Univ d'Ouargla.

ANONYME (Document Agriculture Et Agroalimentaire Canada).(2007).le marché du vinaigre, possibilité pour les exportateurs canadiens de vinaigre. Agriculture et Agroalimentaire, canada, 16p

**ANONYME** ,OIV-MA-AS312-01B ;(2009). RECUEIL INTERNATIONAL DES METHODES D'ANALYSES – OIV. Titre alcoométrique volumique – Méthodes Type IV

**ARAB H., GUEZZOUN K. (2003).** Contribution à l'étude des caractéristiques physicochimiques et Biochimiques du vinaigre traditionnel de dattes de cuvette d'Ouargla: vertu thérapeutiques. Mémoire DES. Univ d'Ouargla.

**ARUOMA O. L., 1996.**- Assessment of potential prooxidant and antioxidant actions. Journal of the American Oil Chemists' Society, vol. 73:1617-1625

**BACHA A.(2008).** Production et étude de l'activité d'invertase produite par la levure *sacharomyces cerviciae* sur substrat à bas de datte. Thèse magister en technologie alimentaire. Faculté des sciences. Université Belhadj Lkhdar-Batna-75page.

BARAHONA T., CHANDIA N. P., ENCINAS M. V., MATSUHIRO B. et ZUNIGA E. A., 2011.- Antioxidant capacity of sulfated polysaccharides from seaweeds. A kinetic a roach. Food Hydrocolloids, vol.25: 529-535.

BEN AHMED DILALI A., AMRANI M., AZOUAOU M., DAMIR A., ENAMARA S. (2010). Possibilité de fabrication d'un jus naturel à base d'un sirop

**BENCHABANE A. (1996).** Rapport de synthèse de l'atelier « Technologie et qualité de la datte » In Option méditerranéennes, série A, N° . 28. Séminaires méditerranéens. Ed. IAM, Zaragoza, Spain. Pp 205-210.

**BEN SAYAH Faiza**. (2014). Influence des conditions de stockage au froid des dattes sur leur qualité organoleptique dans la région des Zibans (Cas des dattes -variété Deglet Nour)

BESBES S., DRIRA L., BELCKER K., DEROANNE C., AND HAMADI A. (2009)

Adding value to hard date (Phoenix dactylifera L.): compositional, functional and sensory characteristics of date jam J. Food. Chem. 112:406-411.

**BOUAZIZ.** (2009). Caractérisation physicochimique et biochimique de quelques vinaigres traditionnels de dattes de la région d'Ouargla. Thèse de magistère. Université d'Ouargla. 70 p.

BOUGANDOURA N., BENDIMERAD N (2013). Evaluation de l'activité antioxydante

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha ssp. Nepeta* (L.) Briq ." Nature et Technologie . B- Sciences Agronomiques et Biologiques 9: 14 -19.

**BOUKHIAR.** (2009). Analyse du processus traditionnel d'obtention du vinaigre de dattes tel qu'appliqué au sud algérien : essai d'optimisation. Thèse de magistère. LRTA. Université Boumerdes. p 65.

**BOURGEOIS C. M.**, **LARPENT T. P.**, **(1996)**. Microbiologie Alimentaire. Aliments fermentés et fermentation alimentaires. Tome 2, 2 <sup>eme</sup> Ed. Tec et Doc Lavoisier.

**BRADFORD M.M.,** (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of proteins utilizing the principle of protein-dye binding. Analytical biochemistry vol.72: 248-254.

**BRUDIEUX V.,** (2007). Extraction, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structures pectiques. A lication de la relation structure/activité à la dermocosmétique. Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 220p

**BUELGUEDJ M. (2001).** Caractéristiques des cultivars de dattes dans les palmeraies du Sud-Est Algérien., INRAA EL Harrach  $N^{\rm o}$  11, 289p.

**CACQE.** (2002). Rencontre technique. F, D, laboratoire régional de Constantine : p 11-CHEN I; CHANG H; YANG H; CHEN G.(2004). Evaluation of total activity of several popular vegetables and Chinese herbs: a fast approach with ABTS/H2O2/HRP system in micro plates,

Journal of food and drug analysis, 29-33 pp

**CHIN W. (2017).** Varities, production, composition and health benefits of vinegars: A review.

Pages 1621-1630.

**CLAVET.(1992).**Alcool méthylique. Vinaigre. Ed, Béranger, Paris et liège : p 47-64. **DAWSON H.V.W. et ATEN A.** (1963). Récolte et conditionnement des dattes. Ed. FAO, Rome.

**DAHMANI S., REBBOUH I. (2009).** Etude comparative des caractéristiques physico-chimique de différentes types de vinaigres :le vinaigres traditionnel de dattes (Deglet Nour, Degle Beida, Tacherwit), Vinaigre de pommes et vinaigre vendu en épicerie.

**DJERBI M.(1994**.) Précis de phoéniciculture : FAO ; 192 p.

**DJOUAB A**. (2007). Contribution à l'identification des constituants mineurs de la datte. 28-30 P.

DUBOIS M., GILLES K., HAMILTON J., REBERS P. and SMITH F. (1956)

Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Anal. Chem.,28: 350-356.

**ESPIARD** E.( **2002**). Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. Lavoisier, pp147-155.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**ESTANOVE P.** (1990). Note technique : Valorisation de la datte. In Options méditerranéennes, série A, N<sup>o</sup> 11. Systèmes agricole oasiens. Ed. CIHEAM, pp301-318.

FAO / OMS - Commission du Codex . (2008). Alimentarius, Méthodes d'analyse de la Norme Régionale

Européenne pour le Vinaigre, Alinorm 83/19 et 85/19.

**FAVIER J.C., IRELAND R.J., LAUSSUCQ C.,ET FEINBERG M.(1993).** Répertoire général des aliments. Table de composition des fruits exotiques, fruits de cueillette d'Afrique. Tome III, Ed. ORSTOM, Lavoisier, INRA. 27-28.

**GENESTIE B., 2006.-** Optimisation de la production d'arabinoxylooligosaccharides d'intérêt biologique à partir de sons de céréales: roches méthodologiques. Thèse de doctorat, 'université de Limoges: 30-50.

 $GOURCHALA\ F$  . (2015) . Caractérisation physicochimique, photochimique et biochimique

de cinq variétés de dattes d'Algérie, phœnix dactylifera L . Effet de leur ingestion sur certains

parametres biologiques. Thése doctorat en biochimie appliqué ; département de biochimie ; Universités BADJI MOKHTAR . ANABA . 133p.

GRELON. (2005). Les bienfaits du vinaigre. Ed, vercchi, Paris : p 9-49,44-49 GUIRAUD J., GALZY P.( 1998). Microbiologie alimentaire. Ed. Dunod. Paris. 615 P. HAFZAN et *al*, (2017). Physicochemical properties, total phenolic content, and antioxidant capacity of homemade and commercial date (*Phoenix dactylifera* L.) vinegar. International Food Research Journal 24(6): 2557-2562

**HODA S., GHASEM N., SIROUS R., MAZYAR S.** (2010). Optimal growth of saccharomyces response surface methodology. Chemical industry and chemical engineering

quarterly, 16:199-206. INA, EL-HARACH, Alger.

KHALIL K.E., ABD-EL-BARI MS., HAFIZ N.E., AND AHMED E.Y.(2002). Production ,

evaluation and utilization of date syrup concentrate (Dibis). Egypt. J. Food Sci, (2): 179-203.

JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE .( 2002) . $N^{\circ}$  36 KHELIFA M., DJENAIHI L., BENTRAH I.( 2012).Contribution à la fabrication d'un biscuit à

base de la farine de datte variétés Mech-Degla. Mémoire d'Ingénieur d'état en Biologie. Université Mohammed Khider Biskra. 111p.

**LAFOURCADE S.L.**( **1978**). Les origines microbiologiques de l'acidité volatile des vins. Microbiologie et industrie alimentaire. Ed *Apria*. P 33-48.

LI H B, CHENG K W, WONG C C, FAN K W, CHEN F, TIAN Y (2007).

Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fraction of selected microalgae. Food Chimestry, 102:771-776.

**MATALLAH S.** (1970). Contribution à la valorisation de la datte Algérienne., Mémoir d'ingénieur, INA, EL-HARACH.

**MECHRAOUI N et BELKHADEM S.**( **2009**). Essai d'incorporation de la farine d'une palmeraie à Biskra. Thèse Magistère en sciences agronomiques. I.N.A. El Harrach. Alger, 142 p.

**MOUNIR M., PHILIPPE T. (2016).** Maitrise de la fermentation alcoolique sous stress éthanolique, thermique et osmotique de la souche *Saccharomyces cerevisiae*.

**MUNIER P.**( **1973**). Le palmier dattier, Maison neuve et la rose, Paris. 25-28-31-32-40-48-141-142-221-367p.

**NANCY N.** (2008). Etude des interactions entre *Saccharomyces cerevisiae et Oenococcus oeni*: impact sur la réalisation de la fermentation Malo-lactique en cultures séquentielles et mixtes. Institut National Polytechnique de Toulouse.

**NOUI Y**.( **2005**). Caractérisation physico-chimique comparative des deux tissus constitutifs de la pulpe de datte Mech-Degla. Thèse de Magister spécialité génie alimentaire, Université de Boumerdès. 62 p.

**NOUI Y.( 2001)**. L'optimisation de la production de la biomasse *Saccharomyces cerevisiae* 

cultivée sur un extrait de datte. Mémoire d'Ingénieur. Institut d'Agronomie. Université de Batna, 62 p.

OULD EL-HADJ M.D., SEBIHI A.H., SIBOUKEUR O. (2001). Qualité hygiénique et caractéristique physico-chimique du vinaigre traditionnel de quelques variétés de dattes d'Ouargla. *Revue Energie Renouvelable*: Production et valorisation-Biomasse.Ouargla PATRICE A M., COULOMEL A.(2012). Le vinaigre efficacité antifongique et antibactérienne sur semences potagéres

**PIERRE V. (2008).** Vertus bienfaisantes du vinaigre saharien issu de la datte et du vinaigre traditionnel de dattes. Mémoire DUES. Université d'Ouargla

**POPOVICI C ; SAKOVA I ; TYLKOWSKI B.(2009).** Evaluation de l'activité antioxydante des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH, Revue de génie industriel ; 25-39 pp.et grandes cultures.

**RUIZ G. (2005).** Extraction, détermination structurale et valorisation chimique de phycocolloïdes d'algues rouges. Thèse de doctorat, 'université de Limoges, 230p.

**SEBIHI A.H.** (1996). Contribution à l'étude de quelques paramètres de la qualité hygiénique et biochimique du vinaigre traditionnel de quelques variétés de dattes de la cuvette D'Ouargla. Thèse d'ingéniorat. INFS/AS, université d'Ouargla. 48 p.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

**SIBOUCKEUR O**. (1997). Qualité nutritionnelle, hygiénique et organoleptique du jus de dattes. Thèse de Magister, INA. El-Harrach, Alger, 106p.

### SUN-HEE KIM; HYOUN-KYOUNG CHO; HAN-SEUNG SHIN. (2012).

Physicochemical Properties and Antioxidant Activities of Commercial Vinegar Drinks in Korea1

Food Sci. Biotechnol. 21(6): 1729-1734 DOI 10.1007/s10068-012-0230-y

**TABIB R.** (1999). Contribution à l'étude de quelques caractéristiques morphologiques et pomologiques du fruit de quelques cultivars de palmier dattier" *Phoenix dactyliffera*" dans la région de M'caonneche. Mémoire d'Ingénieur. Institut d'Agronomie. Batna

**WARRAND J.** (2004). Etude structurale et propriétés en solution des polysaccharides constitutifs de mucilage de lin (*Linumusitassimum*). Thèse de Doctorat, Université de Picardie jules verne, 238 p.

### ANNEXES

### Annexe 1 : Dosage des oses totaux. Méthode DUBOIS (1956).

### Réactif

La solution de réactif de phénol à 5% est préparée par l'ajout de 100ml d'eau distillée à 5g de phénol. La solution mère d'étalon est préparée par l'ajout de 0,1g de glucose dans 100ml d'eau distillée.

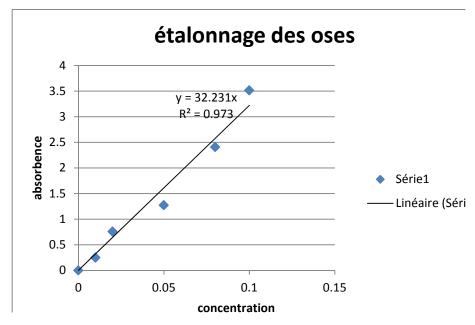
La courbe d'étalonnage d'oses totaux, est obtenue à partir une solution de glucose 0,01 % (dissoudre une quantité de 10 mg de glucose dans 100 ml d'eau distillée)

Préparation de la courbe d'étalonnage d'oses totaux.

Reactifs	Blanc	1	2	3	4	5
Eau distillée (ml)	1	0,9	0,8	0,5	0,2	0
Glc (solution mère 0,01%) (ml	) 0	0,1	0,2	0,5	0,8	1
Concentration (g/l	) 0	0,1	0,2	0,5	0,8	1

### Mode opératoire

Dans des tubes en verres placer un mélange de  $200\mu l$  d'échantillon et  $200\mu l$  de phénol 5%. Après homogéinisation, 1ml d'acide sulfurique  $H_2SO_4$  (96%), est rapidement introduit dans le milieu réactionnel. Les tubes sont ensuite incubés à  $100^{\circ}C$  pendant 5 mn, puis ils sont laissés 30 mn à température ambiante et à l'abri de la lumière. L'absorbance est mesurée à 492 nm (BRUDIEUX, 2007; RUIZ, 2005; GENESTIE, 2006).



### Annexe 2 : Dosage des protéines méthode de BRADFORD (Micro-assay)

### Réactif de Bleu de Coomassie

À 50mg de Bleu de coomassie sont ajoutés 25ml d'éthanol (95%), puis agités pendant 2h, après filtration sur papier Whatman N°1, 50ml d'acide phosphorique 85% sont ajoutés. Le réactif est dilué jusqu'à 500ml par l'eau distillé. Le réactif est stocké à l'obscurité et à la température ambiante.

La solution mère d'étalon est préparée par l'ajout de 0,01g de SAB à 100ml d'eau distillée

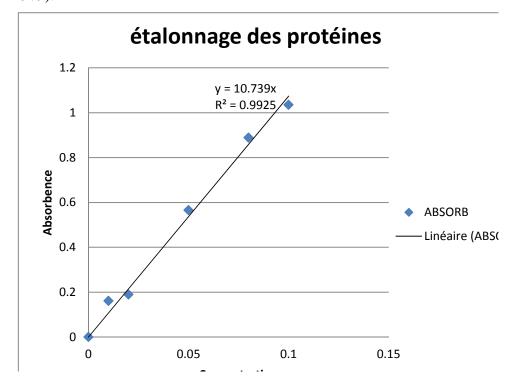
La courbe d'étalonnage des protéines par la méthode de BRADFORD (1976), est obtenue à partir une solution de sérum albumine bovine (SAB) à différentes concentrations de 0.1g/l - 0.01g/l.

Préparation	de la courbe d	l'étalonnage de	es protéines	(BRADFORD)	١.
1 1 Cparation	de la couloc c	i ciaiomnage a	cs proteines	(DMDIDIDID)	•

Réactifs	(blanc	1	2	3	4	5
Eau Distillée	1	0,9	0,8	0,5	0,2	0
BSA (solution	0	0,1	0,2	0,5	0.8	1
mère 0,01 (ml)	U	0,1	0,2	0,5	0,6	1
Concentration	0	0.1	0.2	0.5	0.8	1
(g/l)	U	0,1	0,2	0,5	0,8	1

### Mode opératoire

Dans des tubes en verre, il est additionné un volume 400ul de solution à doser, puis, 2ml de réactif de Coomassie, Le mélange est homogénéisé pendant 30 secondes, L'absorbance est lue 595 nm après 2mn. La coloration est stable pendant une heure (BRADFORD, 1979).



### Annexe 3

Résultats de variabilité de teneur en **pH** 

### Erreur! Liaison incorrecte.

Résultats de variabilité de teneur en conductivité électrique

Erreur! Liaison incorrecte. Erreur! Liaison incorrecte.

Résultats et régression de la variable MS:

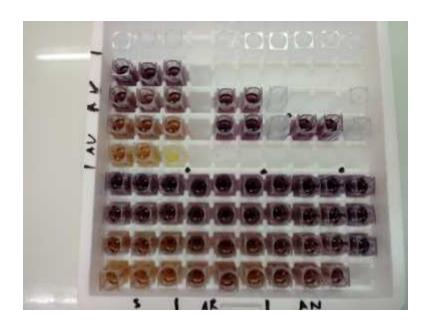
Erreur!						
Liaison			Somme	Moyenne		
	Source	$\mathbf{DDL}$	des carrés	des carrés	${f F}$	Pr > F
incorrect	Cultivar	8	308.2371	38.5296	1706.2495	< 0,0001

Résultats et régression de la variable **Cendre** :

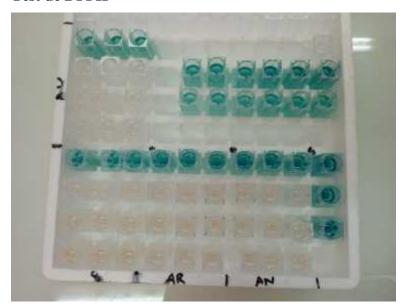
		Somme	Moyenne		
Source	$\mathbf{DDL}$	des carrés	des carrés	F	Pr > F
Cultivar	8	0.8992	0.1124	61.0599	< 0,0001

**Erreur! Liaison incorrecte.** 

### Annexe 4: Activité antioxydante



### Test de DPPH



Test d'ABTS

### **Annexe 5 : Echantillons des vinaigres**



Photo des vinaigres traditionnels des dattes de la région de Ghardaïa (commercialiser)



Photo de quelques échantillons étudiés