

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

N° d'ordre :

N° de série :

Faculté des Sciences et Technologies
Département de Génie des procédés

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologie*

Filière : *Génie des procédés*

Spécialité : *Génie chimique*

Par : **BAAFOU Fadila.**

SALMI Habiba.

Thème

*Optimisation des conditions d'extraction des composés
phénoliques des noyaux des dattes locales (Variété
Azerza).*

Soutenu publiquement le : 10/09/2020.

Devant le jury :

HELLALI Naima	MCB	Univ Ghardaïa	Président
ADAMOU Youcef	MAA	Univ Ghardaïa	Examinateur
RAACHE Imene	MCB	Univ Ghardaïa	Examinateur
LAGHOUITER Oum Kelthoum	Maitre assistante.	Univ. Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire: 2019 / 2020.

Dédicaces

Au terme de toutes ces années d'étude, Je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement, a ceux qui ont donné un sens à mon existence, qui m'ont soutenu nuit et jours durant tout mon parcours :

A vous mes très chers parents, je vous dis merci pour votre soutien moral et financier. Je vous suis très reconnaissante, votre fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses ;

A mon frère unique : Mohammed lamine et mes sœurs : Fatiha, Amel, et Hakima;

A toute la famille Salmi,

A Mes ami(e)s : Fadila, ferial, Dalila, Hassina , Wahiba, Salima, Zahra, Mbaraka ,Asma, Rachida, Nawel, Nassira, Fatiha.....

A Mon fiancé Mahmoud et à toute son famille ;

A toute la promotion de Génie chimie 2020.

Habiba

Dédicaces

Au terme de toutes ces années d'étude, je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement, à ceux qui ont donné un sens à mon existence, qui m'ont soutenu nuit et jours durant tout mon parcours :

A vous très chers parents, je vous dis merci pour votre soutien moral et financier. Je vous suis très reconnaissante, votre fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses ;

A mes chers frères : Mohammed, Abdel Kader, Ahmed, Ali, Abd Salam, Abdel Monaim .

A Mes sœurs : Fatma, Affifa, Leila et Safa ;

A toute la famille Baafou,

A 3esa miÈs : Habiba, Dalila, Hassina , wahiba, , Ferial, Ryma, Hadjer, Siham, Sabrina, Fahima, Oulia.....

A Mon époux Mahfoudh et à toute son famille ;

A toute la promotion Génie chimie 2020.

Fadila

Remerciements

Au terme de ce travail, il nous est agréable avant tout de remercier Dieu, le tout puissant, pour nous avoir données la force et la patience pour achever ce travail.

A nos chers parents qui dès notre naissance, ont toujours fait de leur mieux pour qu'afin, nous sommes là. Pour leur volonté de nous avoir appris le sens de la persévérance, ainsi que pour leurs inspirations courageuses.

Nos vifs remerciements et notre profonde gratitude vont particulièrement à notre encadreur M^{elle} Laghouiter Oum Keltoum qui a dirigée ce travail avec une grande rigueur scientifique, une patience, pour sa grande générosité, ses précieux conseils, sa contribution et soutien tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi pour le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer dans la rédaction. Qu'elle trouve ici notre très grande reconnaissance.

Nous remercions vivement le chef de département de Génies de procédés Mme Hellali N et Mr Arif M et tous le corps Académique et scientifique de la faculté des sciences techniques à l'université de Ghardaïa en général et ceux du Département de Génie des procédés en particulier, qui nous ont suivi tout au long de notre cursus universitaire notamment ceux qui ont bien voulu nous honorer et faire partie du jury afin d'évaluer ce modeste travail à Mme Hellali N comme présidente du jury, Mme RAACHE I et Mr Adamou Y pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant d'être examinateurs.

*Nos remerciements s'adressent également au responsable de laboratoire de chimie à **Aouf D et Derbali I** pour nous avoir confiées un travail aussi intéressant, pour leurs soutiens, leurs orientations et pour mis à notre disposition tout le matériel nécessaire et disponible pour mener à bien ce travail. Sans oublier les responsables de la bibliothèque de sciences techniques et de biologie pour leur disponibilité.*

*Nous tenons également à remercier tous les étudiants de **2^{eme} année master Génie chimie** promos 2019-2020. Bien que toutes les personnes qui ont contribués de près ou de loin à la réalisation de ce travail trouvent ici mes sincères remerciements.*

يهدف هذا العمل إلى تحسين شروط استخلاص المركبات الفينولية التمر المحلية المقطوفة من واحدة متليلي المسماة أرززة، من أجل تحديد الظروف المثلى التي تعطي فضل مردود من المركبات الفينولية مما يساهم في تئمين النوى و توسيع استعمالاته في مختلف المجالات.

من خلال هذه الدراسة تبين ن المردود الاقصى من المركبات الفينولية هو المتحصل عليه عند استخلاص هذه المركبات بطريقة النقع صلب سائل البارد لمسحوق نوى التمر تام النضج في (مرحلة التمر)، مطحون بدقة (حجم 0.5) الميثانول أو الإيثانول كمذيب بتركيز 60 درجة مئوية إلى 80 درجة مئوية وبنسبة (1/10 /) 48 التحريك، وفي درجة حرارة المخبر. تسمح تقنية الطرد المركزي بترشيح أفضل للمستخلص الفينولي لنوى أرززة و في وقت اقل من الترشيح بالورق.

اسينات الإيثيل يعتبر مذيب فعال لفصل المركبات الفينولية في مستخلص نوى التمر.

أرززة جوهرة و كنز واحات متليلي و مصدر واعد غني بالمركبات الفعالة خاصة المركبات الفينولية و الالياف / TPC=20.307 ، المسؤولين عن فعاليتها العلاجية و خصائصها البيولوجية كمضادات أكسدة جيدة ومضادة للبكتيريا.

الكلمات الرئيسية: نوى التمر، صنف أرززة، التحسين ، شروط الاستخلاص، المركبات الفينولية.

Résumé

Ce travail vise à optimiser les paramètres d'extraction des composés phénoliques dans les extraits de noyaux de datte locale de la région de Metlili nommé Azerza a fin de déterminer les conditions donnant un meilleurs rendement en ces substances, ce qui facilite la valorisation de ce biomasse et leur utilisation dans divers domaines.

A l'essor de ce travail, le maximum rendement en composés phénoliques dans les extraits de noyaux de datte Azerza obtenu par extraction solide liquide à froid a partir d'une poudre de noyaux de datte à plein maturité (stage Tmar), broyés finement (taille <0.5 mm), en utilisant le méthanol ou l'éthanol comme solvant avec un concentration de 60°C à 80°C et un rapport de (1/10 g/v), durant 48 h avec agitation, à une température ambiante. La centrifugation permet une meilleure filtration des extraits de variété Azerza. L'acétate d'éthyl semble un solvant efficace pour la séparation des composées phénoliques de noyaux de datte testé. Azerza est la trésor d'oasis de Metlili et une source prometteuse des métabolites secondaires particulièrement les polyphénols (TPC=20.307 mg/g MS) responsables de leur effets pharmacologiques et activités biologiques comme bons agent antioxydants et antibactériens.

Mots clés : *Noyaux de datte Azerza, optimisation, Conditions d'extraction, polyphénols.*

Abstract

Extraction of bioactive components with high added value from plants is currently attracting considerable interest because of their high oxidative potential. This study aim was to optimize the extraction conditions by studying the influence of certain parameters on the polyphénols yield in the extract of local date seeds from the region of Metlili called Azraza, in order to determine the optimal conditions that give the best yields in polyphenols, which facilitates the valorization of this biomass and enlargir their use in various fields.

From this study, the highest yield of phenolic compounds extracted from Azerza date seeds obtained by cold liquid-solid extraction from seeds powder in maturate date (Tmar stage), is crushed accurately (the size <0.5 mm), using methanol or Ethanol as solvent at concentration of 60°C to 80°C, solid / liquid ratio of (1/10 g / ml) for 48 hours with agitation, at laboratory temperature. Centrifugation allows better filtering of seeds extracts from Azerza. Ethyl acetate appears to be an effective solvent to separate phenolic compounds from tested date seeds.

Azerza is the treasure of the Metlili Oasis and a promising source of secondary metabolites, especially polyphénols and fibre (TPC= 20.307 mg / g DM), responsible of pharmacological effects and biological activities as good antioxidants and antibacterial agents.

Key words: Date seeds, Azerza variety, optimisation, conditions of extraction, polyphénols.

Liste des Figures

N°	Titre	Page
Figure I.1	Le noyau de datte durant les stages de maturation de datte.	4
Figure I.2	Classification des composés phénoliques.	7
Figure I.3	Structure de base des flavonoïdes.	8
Figure II.1	Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	23
Figure II.2	Influence de taille de particule sur le rendement en polyphénols.	24
Figure II.3	Influence de solvant d'extraction.	25
Figure II.4	Influence de concentration de solvant (méthanol).	26
Figure II.5	Effet de stockage de la poudre des noyaux sur la teneur en polyphénols.	27
Figure II.6	Effet de région de récolte sur la teneur en polyphénols.	28

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau II.1	La plante investiguée	20

Liste des Abréviations

CAE :	Caffeique acide Equivalent
CE	Catechin Equivalent
CPG	Chromatographie phase gazeuse
DMSO	Dimethyl Sufo oxyde
DPPH	1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl
EC₅₀	Efficient concentration
ERO:	Espèces Réactives de l'Oxygène
TPC	Total polyphenols content
FAO	Food and Agriculture Organization
GAE	Acid Galique Equivalent.
MF	Matière Fraiche
MS	Matière Sèche.
Q.ha	quintaux par hectare.
RE	Rutine équivalent.
RMN	Résonnance Maghitique Nucleaire
TFC	Total Flavoinoid Content

Sommaire

Liste des Abréviations	
Liste des Figures	
Liste des Tableaux	
Introduction Générale	1
Chapitre -I- Synthèse bibliographique	
I.1. Généralités	4
I.1.1. Le Noyau de datte	4
I.1.2. Composition chimique de noyau de datte	5
I.1.3. Utilisation des noyaux de datte et ses extraits	5
I.2. Les composés phénoliques	6
I.2.1. Définition et Structure chimique	6
I.2.2. Les flavonoïdes	7
I.2.3. Localisation des composés phénoliques dans la plante	8
I.2.4. Rôle des polyphénols	9
I.2.5. Analyse des composées phénoliques	9
I.2.6. L'extraction des composés phénoliques	10
I.2.7. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques	10
I.2.7. 1. Effet des procédés d'extraction	11
I.2.7. 2. Effet de la matière première	12
I.2.7. 3. Effet de degré de maturation	13
I.2.7. 4. Effet du solvant	14
I.2.7. 5. Effet du ratio liquide solide	15
I.2.7. 6. Effet du couple température-temps	16
I.2.7. 7. Effet de Nombre d'étapes d'extraction	17
I.2.7. 8. Effet de L'agitation	18
Chapitre II : Matériels et Méthodes	

II. Matériels et Méthodes	20
II.1. Matériels	20
II.1.1. Matériel végétale (Les Noyaux de datte)	20
II.2. Méthodes	21
II.3. Extraction des composés phénoliques	21
II.4. Dosage des phénols totaux	22
II.5. Teneurs en Polyphénols totaux	23
II.6. Optimisation de l'extraction des polyphénols	23
II.6.1. Influence de taille des particules	23
II.6.2. Influence de solvant	24
II.6.3. Influence de concentration de solvant	25
II.6.4. Effet de stockage de poudre de noyaux	26
II.6.5. Effet de Région de récolte	27
II.6.6. Effet de rapport Solide/ Liquide	28
Conclusion Générale	29
Références Bibliographiques	32
Annexes	42

Introduction Générale

Les polyphénols constituent l'un des groupes de substances les plus courants et les plus répandus dans les plantes à fleurs, présents dans tous les organes végétatifs, ainsi que dans les fleurs, les fruits et même dans les graines. Ces molécules sont impliquées dans de nombreux processus physiologiques tels que la croissance cellulaire, la formation des racines, la germination des graines et la maturation des fruits (Naczki *et al.*, 2006). De plus, ces composés sont considérés comme des métabolites secondaires impliqués dans la défense chimique des plantes contre les prédateurs, les pathogènes, les stress environnementaux et les interférences plante-plante (Bruneton, 2009).

De nos jours, les composés phénoliques représentent un lieu unique et fonctionnel, composé de produits bioactifs, présents dans les aliments et boissons d'origine végétale et inclus dans les formulations de produits cosmétiques et parapharmaceutiques bien commercialisés. Les composés phénoliques présentent diverses activités biologiques, anti-appétent, attractifs des pollinisateurs, contributeurs à la pigmentation, antioxydants et protecteurs contre les rayons UV. Ils contribuent également aux caractéristiques nutritives et sensorielles des fruits et légumes (Naczki *et al.*, 2006). D'où l'importance à rechercher, identifier et isoler ces précieux composés via le retour à la nature (plantes).

La détermination des teneurs de polyphénols dans les différentes parties des plantes notamment les graines, les pépins et les noyaux afin de les valoriser et l'exploiter en divers domaines ce qui élimine leur stockage qui cause des problèmes environnementaux. Ce sujet suscité un intérêt croissant par les chercheurs et les scientifiques.

D'après la littérature, les composés phénoliques des graines et des noyaux de fruits, comme les acides phénoliques et les flavonoïdes, possèdent de nombreux effets bénéfiques, ainsi que la réduction des maladies cardiovasculaires (Shahidi et Naczki, 2004, 2016, Djaoudene *et al.*, 2019). Soong et Barlow., (2004) ont rapporté que la teneur en composés phénoliques totaux des graines de plusieurs fruits est plus élevée que celle de leurs chairs comestibles. Cela est confirmé pour les dattes où leurs noyaux sont riches en polyphénols noyaux et concéderais comme un potentiel oxydatif par excellent comparable aux antioxydants synthétiques (Biglari *et al.*, 2008; Laghouiter, 2018 ; Benali, 2018 ; Djaoudene *et al.*, 2019; Lecheheb *et al.*, 2020).

De nos jours l'attention scientifique est portée vers la valorisation du contenu phénolique, richement bioactif, des noyaux de datte de différents région de monde en vue d'application agroalimentaire, pharmacologique, cosmétique, environnementale et industrielle de ce biomasse et leurs extraits.

Cette étude porte sur l'amélioration de l'extraction des composés phénoliques à partir des noyaux de variété AZERZA provient de l'Oasis de Metlili (Ghardaïa). Ces noyaux sont riche en composés d'intérêt notamment par des composés phénoliques dotés d'un fort pouvoir antioxydant (Laghouiter, 2018 ; Djaoudene et *al.*, 2019). D'où l'intérêt de la valoriser en optimisant les conditions d'extraction de son contenu en polyphénols. A travers l'amélioration de concertation de solvant choisi, le rapport masse, volume qui convient ensuite le temps et la température d'extraction. Pour atteindre ces objectifs, une extraction par macération à froid a été effectuée.

Ce travail est subdivisé en deux parties: La première partie consiste en une synthèse bibliographique donnant des notions générales sur les dattes, les composés phénoliques et leur intérêt. La deuxième partie décrivant le matériel ainsi que les méthodes et les protocoles expérimentaux utilisés pour l'extraction et le dosage des composés phénoliques des noyaux de Azerza, puis une discussion des résultats obtenus et on terminera ce travail par une conclusion générale ainsi que les perspectives qui feront l'objectifs d'ultérieurs travaux.

Chapitre I

Synthèse bibliographiques



I.1. Généralités

La culture phoenicicole est l'une des activités agricoles Algérienne les plus importantes avec une surface de près de 167279 ha en 2016 et plus de 19 millions de palmier dattier plaçant ainsi l'Algérie au 3ème rang des pays producteurs de dattes 12% (1029596 tonnes) après l'Égypte et l'Iran dont 25% présente des rebuts et déchets (FAO, 2016),

Le Palmier dattier (Nakhla) est une espèce dioïque appartenant à la famille des *Arecaceae* (Palmaceae), Genre *Phoenix*, Espèce *Dactylifera L.* (Munier, 1973, Gasmî, 2012).

I.1.1. Le Noyau de datte

Le noyau «Âlfa» est un organe de reproduction. Il est entouré d'un endocarpe membraneux (Figure I.1). Il est de forme allongée, oblongue ou arrondie, ovoïde, parfois sphérique. Plus ou moins volumineux, lisse ou pourvu de protubérances latérales. Sa couleur va du gris au brun. Il présente un sillon central et un embryon diamétralement opposé et avec un endosperme dur fait d'un gisement de cellulose sur l'intérieur des murs de la cellule (Gasmî, 2012).

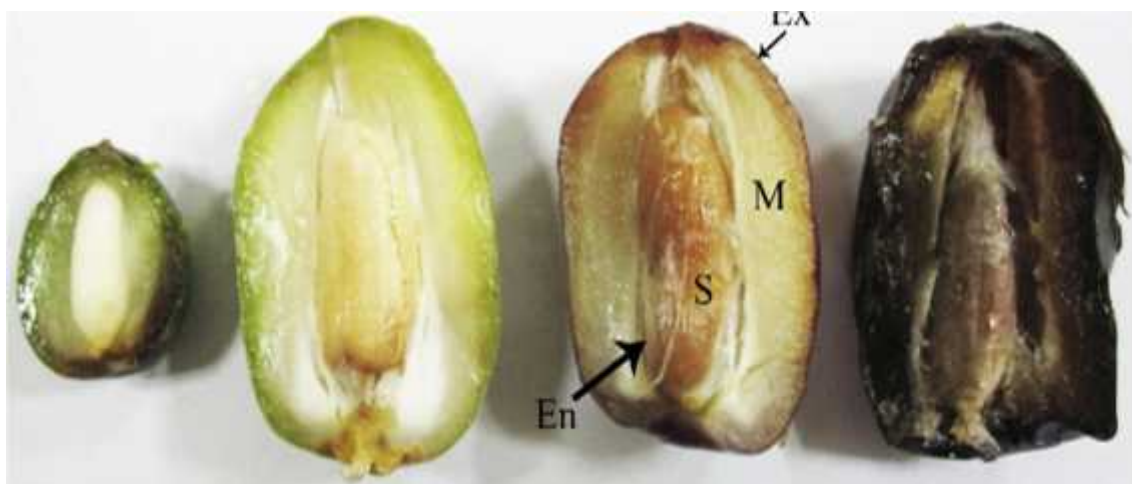


Figure I.1 : Le noyau de datte durant les stages de maturation de datte (Bijami et al., 2019).

I.1.2. Composition chimique de noyau de datte

Les noyaux sont une source important de fibres alimentaires, carbohydrates, en huile à haute valeur ajoutée (riche en phénols, tocophérols, stérols et des acides gras (acide oléique (55%)), caroténoïdes; elle contient 14 types d'acides gras alors que seulement 8 sont présents dans la chair à des teneurs très faibles matières protéiques solubles et insolubles (Albumine), tannins, anthocyanines, résine, pectose insoluble, matières colorantes, cellulose, vitamines, minéraux, sels fixes et surtout en polyphénols qui lui fait un gisement recherché (**Omotayo et al., 2015, Laghouiter, 2018, BenAli, 2018, Nehdi, 2018, Eljuhaimiet al., 2019**).

Les noyaux sont un potentiel oxydatif par excellent, antibactérienne, anticancéreux, antidiabétiques, antivirale, anti-inflammatoire et enzymatique (**AbdulAfiq et al., 2013; Allouche et al., 2016; Sirisena et al., 2016**). Ils sont une source potentielle d'énergie, par gazéification (**Golshan et al., 2017**) ou production de biocarburants, biofuel (**Abdul-Afiq et al., 2013**) et comme fertilisants des sols. La valorisation de ce sous-produit serai un important atout.

I.1.3. Utilisation des noyaux de datte et ses extraits

Les noyaux sont employées comme combustibles dans les fours traditionnels et servent de nourriture pour les animaux dont la farine des noyaux de dattes peut être incorporée avec un taux de 10% dans l'alimentation des poissons et des poulets sans influencer négativement leurs performances (**Rahman et al., 2007; Al-Farsi et Lee, 2008; Golshan et al., 2017**) où on estime sa valeur fourragère équivalente à celle de l'orge (**Munier, 1973**).

Dans la médecine arabe, les noyaux (en particulier de Ghars) sont recommandés pour le traitement des maladies rénales, les infections biliaires et les maladies de la peau. Il est utilisé pour traiter le sable et le pus du rein, pour soulager le rhumatisme et céphalée, guérir la lèpre, traitement de diabète et pour traiter de manière curative et/ou préventive les manifestations cutanées du vieillissement; diminuer les rides et lisser la peau. Les noyaux réduits en poudres et mêlés au miel constituent un excellent emménagogue, ils peuvent consommer comme café en raison de leur saveur styptique et odeur agréable, ils sont apaisant pour le cardiovasculaire (**Gasmi, 2012**). L'huile de noyaux est utilisée en pharmacologie, cosmétique, savonnerie mais aussi peut être une source potentielle d'huile de table (**Abdul-Afiq et al., 2013**).

I.2. Les composés phénoliques

Les propriétés pharmacologiques les valeurs nutritionnels et les activités biologiques de nombreux aliments d'origine végétale sont liées à leurs contenant en métabolites secondaires, ou également appelés substances phytochimiques ou phytonutriments, qui peuvent être regroupés en polyphénols, terpènes et composés soufrés (**Croteau et al., 2000**).

Les composés phénoliques constituent une famille comprend un grand nombre des métabolites secondaires qui diffèrent par leur structure chimique et leur réactivité, allant des composés simples aux composés hautement polymérisés et dérivent de la phénylalanine et la tyrosine (**Sarni-Manchado et cheynier 2006**).

I.2.1. Définition et Structure chimique

Les polyphénols sont des phytom micronutriments, ils sont synthétisés par les végétaux et qui appartiennent à leur métabolisme secondaire caractérisés par la présence d'un ou de plusieurs cycle aromatique portant des groupements hydroxyles libres ou engagés avec un glucide. Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) et sont impliqués dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance cellulaire, la germination des graines ou la maturation des fruits (**Boizot et Charpentier, 2006**). Les polyphénols, qui forment une immense famille de plus de 8000 composés naturels, dont 5000 pour la sous classe des flavonoïdes. Ils sont communément subdivisés en acides phénoliques, coumarines, stilbènes, flavonoïdes, lignanes, lignines, tanins (**figure I.2**) (**Sarni-Manchado et cheynier 2006**).

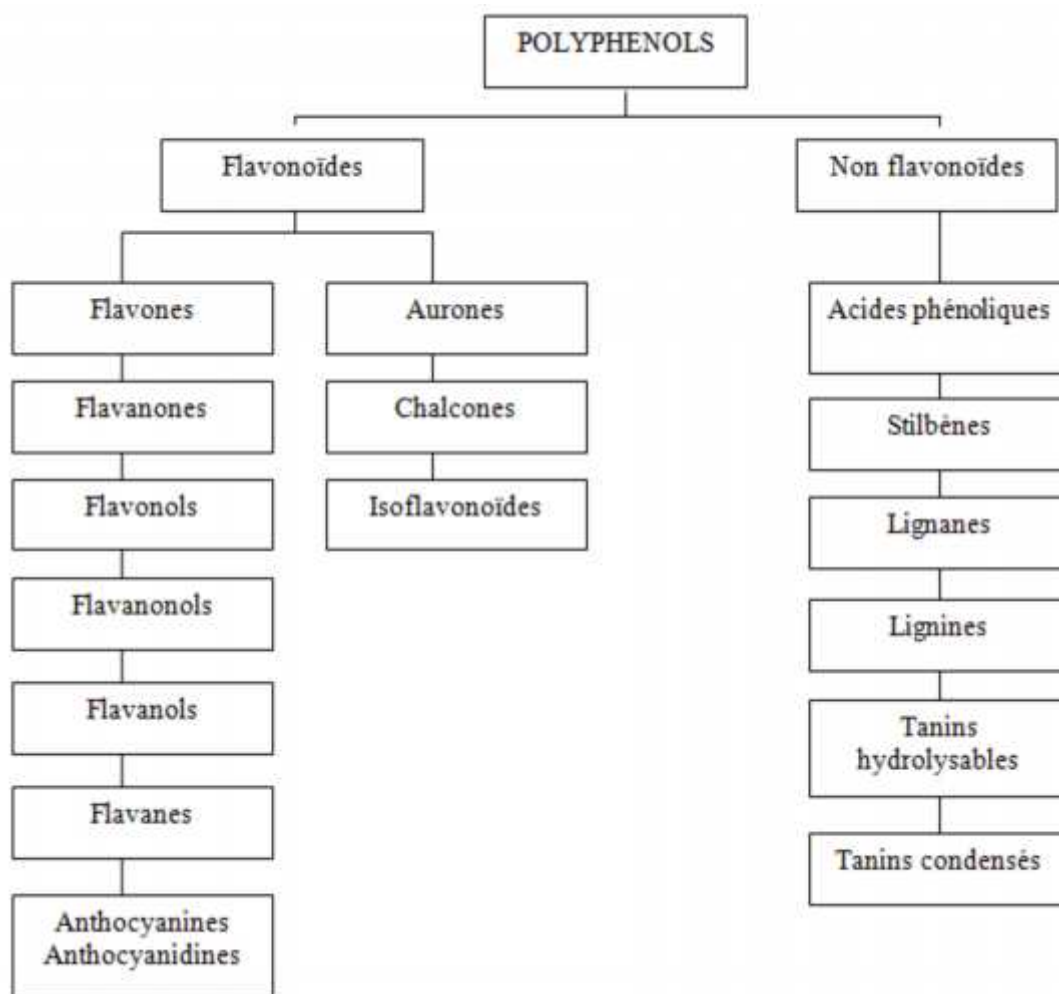


Figure I.2: Classification des composés phénoliques.

I.2.2. Les flavonoïdes

Le terme flavonoïdes désigne une très large gamme de composés naturels appartenant à la famille des polyphénols. Ils sont des dérivés du noyau flavone ou 2-phenyl chromone portant des fonctions phénols libres, éthers ou glycosides. Le noyau flavone est lui même un dérivé du noyau flavane de base. Ils constituent des pigments responsables des colorations jaune, orange, et rouge de différents organes végétaux (**Ghedira 2005**). Structuralement, les flavonoïdes ont un squelette de base commun constitué de 15 atomes de carbone assemblés en trois cycles nommés A, C et B. Selon la structure du cycle intermédiaire (cycle C) (**Figure I.3**), les flavonoïdes se répartissent en plusieurs classes de molécules dont les principaux sont: les flavones, flavanones, flavonols, isoflavonones, anthocyanines, proanthocyanidines et flavanols (**Vihakas, 2014**). Elles diffèrent par le degré d'hydroxylation, le niveau de méthylation (groupements O-CH₃) et/ou le niveau de glycosylation des différents cycles (**Sarni-Manchado et Cheynier, 2006**). A l'état naturel, les flavonoïdes existent très souvent sous forme d'hétérosides.

Une ou plusieurs de leurs fonctions phénols peuvent être glycosylées. La nature des sucres liés aux molécules de flavonoïdes et leur position sur le cycle varient. La quercétine glycosylée est l'hétéroside le plus rencontré chez les végétaux (Hollman Peter *et al.*, 1996).

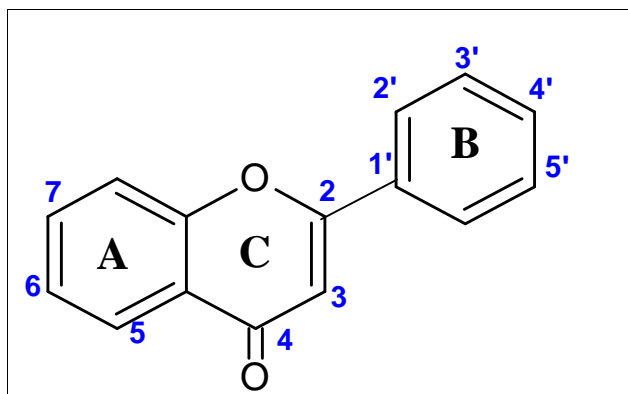


Figure I.3. Structure de base des flavonoïdes (Ghedira 2005).

I.2.3. Localisation des composés phénoliques dans la plante

A l'échelle cellulaire, les composés phénoliques sont principalement localisés dans la paroi cellulaire, où sont présentes les lignines (et quelquefois certains flavonoïdes) et dans la vacuole (tanins, flavonols, anthocyanes, acide chlorogénique...).

Au niveau tissulaire, les composés phénoliques sont inégalement répartis. Les esters hydroxycinnamiques peuvent s'accumuler préférentiellement dans les parties les plus externes du fruit (cas de la poire), ou dans le cœur du fruit (cas de la pomme) ou dans les tubercules (cas de la pomme de terre). Chez certains fruits, comme l'ananas, des concentrations croissantes d'esters p-coumaroylquiniques sont observées de l'intérieur vers l'extérieur et du sommet vers la base du fruit. Les flavonoïdes, tels que les anthocyanes et les flavonols, sont généralement présents dans les couches cellulaires externes des organes de la plante, en particulier les épidermes des fruits et des feuilles. Les différents organes d'une plante donnée présentent également des différences très importantes. Chaque partie du végétal peut être caractérisée par son profil phénolique (Sarni-Manchado et Cheynier, 2006).

1.2.4. Rôle des polyphénols

Les interventions des composés phénoliques dans la santé est maintenant reconnue dans des domaines variés : la protection contre certaines maladies en raison de leur interaction possible avec de nombreuses enzymes et de leurs propriétés antioxydants, antibactérienne, anticancérogène, anti-inflammatoire, antiallergique et vasodilatateur, inhibiteurs de peroxydation des lipides, l'agrégation plaquettaire. Par ailleurs, leur implication dans les phénomènes de brunissement enzymatique (**Sarni-Manchado et cheynier 2006**).

- Ils peuvent réagir dans les interactions des plantes avec leur environnement biologique et physique.
- Ils ont été utilisés dans l'industrie agro-alimentaire comme additif, colorant, arôme ou agent de conservation.
- Ils jouent un rôle physiologique comme attracteurs des insectes et dans la dispersion des graines.
- Les flavonoïdes possèdent potentiellement des activités biologiques, anti-inflammatoire, anticancérogène, antimicrobiennes, antioxydant, hypotenseur et diurétiques.
- En effet, les polyphénols pourraient permettre de prévenir de nombreuses pathologies comme le cancer et les artérioscléroses mais aussi la faculté de combattre les caries et les diarrhées (**Maqsood et al., 2015**).

1.2.5. Analyse des composés phénoliques

La quantité de polyphénols totaux peut être quantifiée par des méthodes colorimétriques avec le réactif Folin Ciocalteu (**Singleton et al., 1999**) en utilisant des courbes standard dérivées de quantités connues de molécules de polyphénols purifiées telles que l'acide gallique ou la catéchine (**Xu et al., 2007**). Cependant, la quantification est difficile parce que d'autres composants des extraits alimentaires se comportent comme des agents réducteurs et peuvent contribuer à l'absorbance (**Galili et Hovav, 2019**). La chromatographie liquide (HPLC, LC) permet maintenant de séparer et de doser simultanément les principaux composés phénoliques présents dans un extrait végétal et que la caractérisation des molécules utilise largement les techniques physicochimiques classiques tels que la chromatographie sur couche mince (CCM), et chromatographie en phase gazeuse (GC) combinées avec différentes méthodes de détection (SM, RMN...) (**Sarni-Manchado et cheynier 2006**).

I.2.6. L'extraction des composés phénoliques

Certains métabolites sont produits régulièrement dans les plantes, alors que d'autres sont nouvellement formés en réponse aux signaux de stress biotiques et abiotiques divers. La plupart des plantes synthétisent de manière constitutive de faibles concentrations de polyphénols. Cependant, les composés phénoliques s'accumulent dans des conditions de stress extrême, accompagnées d'une augmentation des concentrations de phénylalanine ammoniac-lyase et une diminution des activités de la peroxydase polyphénols lyase (**Boussetta et al., 2012**).

Vu l'importance de ces composés antioxydants, un intérêt croissant est porté sur l'étude et la quantification des composés phénoliques des noyaux de datte dans différentes régions de monde, parmi ces études citons les travaux de : (**Ardekani et al., 2010; Al-Farsi et Lee 2011; Eljuhaimni et al., 2012; Sekeroglu et al., 2012; Misterello et al. 2014; Habib et al., 2014; Adeosun et al., 2015; Masmoudi-alouch et al., 2016 ; platat et al., 2016 ; Sirisena et al., 2016 Bouhlali et al., 2017**); parmi eux ceux qui concerne des noyaux de dattes algériennes (**Messaoudi et al., 2013 ; Ben ali, 2018 ; Laghouiter, 2018, Djaoudene et al., 2019, Lechehab et al., 2020**). Ces résultats sont variables et différent l'un de l'autre.

Les teneurs les plus élevées en polyphénols sont enregistrés pour des variétés de datte d'Oman et Türck étudiés par **Al-Farsi et Lee (2011) et Sekeroglu et al., (2012)** respectivement avec des valeurs (1810-9350 mg d'équivalents acide férulique/100g MF, 3102-4430mgAGE/100g MF et 7486 mg/100g MS) en utilisant l'acétone et la butanone, respectivement. Par contre, la teneur la plus faible est enregistré par les extraits d'acétate d'éthyle pour des variétés Algériennes (22,8 à 42,6 mg équivalents d'acide caféique/100 g MF) (**Messaoudi et al., 2013**). Ces résultats montrent des différences significatives entre les valeurs rapportées basées sur les variations dans les méthodes d'extraction et les standards utilisés. Il est donc très difficile de comparer les données des rapports de la littérature et les écarts entre les résultats déclarés sont bien distingués. De telles variations évidentes pourraient être attribuées à la différence dans les méthodes extraction, de dosage et de quantification des polyphénols.

I.2.7. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques

Trop souvent, la détermination des paramètres d'extraction des composés phénoliques est établie en fonction de solvant ou de procédé d'extraction dépendent, il y a d'autres paramètres mise en jeu tels que la variété, les conditions de croissance, la maturité, type de récolte, nature de plante étudiée (cultivée ou spontanée), la partie utilisée (fleurs, tiges, fruit ou noyau..), l'origine

géographique, type de sol, l'exposition au soleil, type de séchage et les conditions de stockage peuvent être responsables. De plus, plusieurs facteurs expérimentaux peuvent influencer le taux d'extraction et la qualité des composés phénoliques bioactifs extraits, ces facteurs comprennent la méthode d'extraction, le type de solvant utilisé et la concentration, la taille des particules de plante, la température et le pH d'extraction, le temps d'extraction et le rapport solvant / masse (Nazck et Shahidi, 2004; Khenfer- Medjouel, 2016 ; Pradal, 2016; Adjal -Choudani, 2017)

I.2.7. 1. Effet des procédés d'extraction

Afin de récupérer les composés bioactifs de plante tout en conservant leurs propriétés bioactives ciblées, l'extraction est largement utilisée et constitue la première étape importante. Différents solvants et techniques sont utilisés pour l'extraction des polyphénols. Cependant, il n'existe pas de méthode d'extraction standard en raison de leur complexité et de leur interaction avec d'autres composés bioactifs (Pradal, 2016).

Le défi majeur réside dans l'obtention d'une grande quantité de molécules hautement bioactives avec des coûts réels et énergétiques acceptables. Outre l'extraction simple avec différents solvants variant en polarité pour tenir compte de la solubilité des analytes, ou l'extraction continue avec un appareil Soxhlet, de nombreuses technologies ont alors vu le jour tels que : l'extraction assistée par enzymes pectolytiques, par ultrason UAE, par micro-onde MAE, par fluide supercritique FSC ou par macération qui ont des technologies efficaces pour la récupération des polyphénols permettant de diminuer le temps d'extraction et d'utiliser des solvants respectueux de l'environnement avec des faibles quantités et de qualité alimentaire. Les techniques d'extraction traditionnelles, ont certes démontré leurs efficacités mais aussi leurs limites en termes de productivité, de rentabilité et de qualité des extraits (Khenfer- Medjouel, 2016; Pradal, 2016; Adjal-Choudani, 2017).

L'extraction solide-liquide est la méthode la plus adoptée dans l'extraction des antioxydants, elle est basée sur la pénétration d'un solvant dans les tissus de plante pour dissoudre et extraire les substances actifs, et alors de récupérer la fraction soluble d'un solide insoluble et perméable.

La diffusion est possible grâce au gradient de concentration entre le solide et le liquide. Cette extraction dépend de plusieurs paramètres opératoires, tel que le temps, la température, le solvant, le ratio liquide solide, l'agitation, la taille des particules et leur interaction avec la matrice végétale, la diversité des classes phénoliques qui peuvent être présentes dans la matière

première, ainsi que leurs interactions avec d'autres macromolécules, comme les protéines (**Nazck et Shahidi, 2004**).

L'efficacité d'extraction est liée aux interactions entre la matrice et le soluté et/ou le chemin de diffusion du soluté à travers la matrice. Ceci peut être vérifié en réduisant la taille des particules, ou par augmentation de température et de temps d'extraction.

D'autres facteurs peuvent influencer l'opération d'extraction et le rendement de polyphénols tels que le type de solvant, les rapports masse/solvant et concentration de solvant. Il est très important d'optimiser ces paramètres afin de maximiser l'efficacité d'extraction des antioxydants. Le choix de la méthode d'extraction reste toujours en fonction des composés recherchés, et du coût.

1.2.7. 2. Effet de la matière première

L'effet de la matière première, influence le procédé d'extraction selon deux variantes: la taille et la structure. La réduction de taille des particules par broyage ou découpe, est un autre facteur important à prendre en compte dans l'élaboration d'un extrait riche en composés antioxydants, il permet d'améliorer le transfert de matière, mais également d'éclater les cellules et de rendre plus disponibles les composés d'intérêt pouvant être liés aux constituants des parois végétales, il augmente également la surface de contact entre le solvant et la matrice, tout en réduisant la distance sur laquelle le soluté devra diffuser au sein de la particule avant d'arriver au contact du solvant. En effet, dans le cas des noyaux de datte, plus la poudre est fine plus le rendement en antioxydants et leur teneur sera grande (**Pradal, 2016; Elnajjar et al., 2017; Laghouiter, 2018**).

Le séchage et l'exposition à la lumière et l'air peut également affecter la composition des polyphénols, et donc les températures élevées durant le séchage doit être évité. La lyophilisation semble être la méthode optimale en raison de conservation de la plupart des polyphénols et de leur composition lors de l'extraction. Cependant, les processus de séchage, y compris la lyophilisation, peuvent avoir effets indésirables sur les profils phénoliques. **Al-Farsi et Lee, 2008**, indique que les noyaux de datte séchées à l'air libre permet d'obtenir un meilleur teneur en polyphénols par rapport ou fraîches. Les noyaux transformées doivent être séchées à l'air, à l'étuve, sous vide ou lyophilisées avant le broyage et l'extraction pour éviter la dégradation des polyphénols natifs, car une teneur élevée en humidité ou en eau induit une activité enzymatique (**Stalikas, 2007**).

Les noyaux contiennent également des substances non phénoliques qui pourraient influencer l'efficacité d'extraction (lipides). Ce qui nécessite d'être délipidés avant l'extraction. Les protéines et les polysaccharides pouvaient être extraits à une température plus élevée lorsque l'eau était utilisée seule pour l'extraction. Ces molécules ont causé des difficultés de filtration par rapport à l'utilisation de l'eau combine à d'autre solvant. Dans ce cas la centrifugation permet une meilleur filtration des extraits phénoliques et en temps plus court.

I.2.7. 3. Effet de degré de maturation

Certaines études montrent que la teneur en composées phénoliques dans les extraits de noyaux de datte est influencée par le degré ou stade de maturation de fruit. La variation des teneurs en phénols et en flavonoïdes totaux en fonction de stade de développement des noyaux de dattes révèlent l'augmentation de certains de métabolites au cours des stades de développement.

Bijami et al., (2019), ont montré la présence de l'acide sinapique dans le stade Tmar avec un teneur de (26.84 mg/100g), l'acide gallique est identifié dans le stade Hababouk (11.02 mg/100g), le catéchine est identifié dans le stade Kimiri avec une valeur maximale puis il commence à diminuer. Le P-Coumarique et la vanilline sont les seuls composées identifiés dans tous les stages avec des teneurs variables. Généralement, la teneur en polyphénols sera maximale dans le stade Blah. Cependant, ces composés ont diminué de manière significative au stade Tmar. Concernant la composition phytochimique, l'analyse chromatographique par HPLC d'extraits méthanoliques de noyaux de dattes a révélé la présence de six composés à savoir l'acide gallique, l'acide chlorogénique, sinapique et p-coumarique, la vanilline et une catéchine flavonoïde. La catéchine était le composé le plus abondant identifié au cours des stades de développement de 8 WAP à 16 WAP. La valeur de la vanilline a fortement augmenté, jusqu'à 12 WAP, puis a diminué à 16 WAP (**Bijami et al., 2019**).

L'acide p-coumarique a augmenté de façon spectaculaire de 8 WAP à 12 WAP. Cependant, les acides hydroxycinnamiques étaient le groupe le plus prédominant révélé à tous les stades de développement (**Bijami et al., 2019**). L'augmentation du teneur phénolique pendant le développement des noyaux peut être dû à leur rôle protecteur pour le développement des embryons, tandis que la réduction de ces composés au stade de maturité permet la germination (**Noggle et Fritz, 1983**).

I.2.7. 4. Effet du solvant

Le choix du solvant se fait selon la solubilité des molécules ciblées. Il doit théoriquement être stable, peu visqueux, inoffensif pour l'environnement et peu coûteux, surtout dans les industries alimentaires et pharmaceutiques qui suivent des règles d'hygiène et de sécurité très strictes. Par ailleurs, même si l'efficacité du méthanol en termes d'extraction des composés phénoliques est supérieure à celle de l'éthanol, ce dernier est plus sécurisé (**Boussetta et al., 2012**).

L'éthanol, le méthanol 80% et l'acétone 70% restent les meilleurs systèmes d'extraction des composés phénoliques des plantes notamment les noyaux de datte (**Laghouiter, 2018 ; Benali, 2018**). Cependant, une telle extraction par l'éthanol ne donne pas que les polyphénols mais probablement d'autres substances non phénoliques telles que les sucres, les protéines, les pigments et d'autres composés réducteurs qui peuvent interférer pendant le dosage par le réactif du Folin-Ciocalteu. Cependant, **Al-Farsi et Lee (2008) et Lechehab et al., (2020)**, ont rapporté que l'acétone (50%) et l'éthanol (50%) permet d'extraire des taux élevées en polyphénols des noyaux de dattes (Oman). **Maqsood et al., (2015)** ont attribué le grand rendement en antioxydants et même l'activité antioxydant à l'utilisation de l'éthanol 60% ou l'acétone 80%. Similaires teneurs ont trouvés par **Ardekani et al., (2010)** pour les extraits de noyaux obtenus par DMSO (Iran) avec un teneur de (3498 mg/100g MS). **Siddhuraju et Manian (2007)** ont également rapporté que l'acétone 70% est un solvant plus efficace que le méthanol absolu pour extraire les polyphénols de noyaux.

L'eau présente une faible capacité d'extraction des polyphénols en raison de la faible solubilité de ces composants dans l'eau (**Al-Farsi et Lee, 2008**). Alors que, le mélange acétone/eau, éthanol/eau ou méthanol/eau pourrait être le meilleur milieu d'extraction en termes de rendement, de teneur en composés phénoliques tout dépend de la variété de datte, la nature des composés phénoliques et des conditions d'extraction, il est noté que la richesse de certaines variétés en fibres et d'autres macromolécules difficile la filtration ce qui influence sur la valeur de rendement (**Al-Farsi et Lee, 2008; Lechehab et al., 2020**).

L'effet de la concentration et la nature du solvant sont également des facteurs importants. La solubilité des composés phénoliques est régie par leur nature chimique dans la plante, qui peut varier du simple au très fortement polymérisé. Il y a aussi toujours la possibilité d'interaction entre les composés phénoliques et d'autres composants tels que les glucides et les protéines qui

peuvent conduire à la formation de complexes insolubles. La nature du solvant est très importante pour pouvoir extraire les molécules d'intérêt et, si possible, de façon sélective.

Le solvant doit avoir une affinité importante pour les molécules ciblées et posséder une grande capacité de dissolution. Une faible viscosité facilitera la pénétration du solvant dans la matrice solide ainsi que le transfert de matière au sein de la phase liquide. Une température d'ébullition peu élevée permettra de séparer les molécules extraites et le solvant en utilisant moins d'énergie. Il est toujours préférable d'utiliser des solvants ininflammables, non toxiques, non explosifs et disponibles (comme l'éthanol). En vue d'application des extraits dans les industries alimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques, il est important d'utiliser des solvants non toxiques.

L'eau est souvent utilisée comme solvant pour l'extraction de biomolécules à partir de sources végétales. Sa polarité permet de dissoudre beaucoup de composés phénoliques antioxydants polaires. Les solvants tels que le méthanol, l'éthanol, le propanol, l'acétone, l'acétate d'éthyle, ainsi que leurs mélanges avec l'eau semblent très efficace pour l'extraction des composés phénoliques. Les mélanges extraient souvent mieux les substances ciblées que les solvants purs. C'est le cas des noyaux de datte, dont le mélange eau- (éthanol, méthanol ou acétone) est plus efficace pour extraire les composés phénoliques, car l'eau en combinaison avec l'éthanol contribue à la création d'une moyenne modérément polaire qui assure à la fois l'extraction des composés phénoliques et la préservation de leur activité antioxydant. Généralement, la concentration optimale de méthanol et d'éthanol est de 80% ou 70% pour l'acétone (Khenfer- Medjouel, 2016; Adjal-Choudani, 2017)

1.2.7. 5. Effet du ratio liquide solide

Le rapport solvant/solide a un effet remarquable sur l'extraction des antioxydants. Le rendement d'extraction est maximisé lorsque le ratio liquide/solide et la vitesse de l'extraction sont faibles et que le diamètre des particules est important. Ces réglages assurent un meilleur rendement des substances bioactives de la plante étudiée. Cependant, même si le rendement est plus grand dans le cas de rapport solvant/solide important, l'utilisation de grande quantité de solvant n'est pas souhaitable car la concentration des molécules d'intérêt dans les extraits est faible et plus d'énergie est nécessaire pour éliminer le solvant et d'obtenir l'extrait sec. Une optimisation de ce paramètre est donc souvent nécessaire. Généralement, le choix du rapport solvant/eau dépend de la composition en polyphénols. La solubilité des polyphénols dans l'eau

est déterminée par leur polarité (Khenfer- Medjouel, 2016 ; Pradal, 2016; Adjal-Choudani, 2017).

Le rapport solvant / solide peut être augmenté en augmentant le volume de solvant ou en diminuant la taille de l'échantillon. Des rapports plus faibles peuvent causer des problèmes de saturation, alors qu'un rapport plus élevé peut nécessiter une étape de concentration de soluté par évaporation du solvant (Al-Farsi et Lee, 2008). Al-Farsi et al., 2008, dans leur étude montre que 60:1 (ml/g) est le rapport (solvant/masse) optimale d'extraction des polyphénols des noyaux. Par contre Lacheb et al., 2020, ont choisi un rapport (20/1) comme rapport optimale.

1.2.7. 6. Effet du couple température-temps

Le temps de contact ainsi que la Température d'extraction sont des paramètres importants à optimiser afin de maximiser le rendement en polyphénols antioxydants et de minimiser le coût énergétique de procédé. Ce paramètre est étroitement lié à la cinétique de l'extraction. La connaissance de la cinétique permettra d'arrêter l'extraction lorsque le rendement souhaité est atteint. Quant au pH, la polarité de beaucoup de composés varie avec le pH du solvant. L'extraction à différent Ph peut permettre de cibler différents groupes d'une même famille et ainsi d'obtenir des extraits riches en composés ciblés. Par conséquent, leur solubilité dépend aussi de l'acidité/basicité du solvant. Par exemple, une extraction à pH 6 a permis d'obtenir de meilleurs rendements en composés phénoliques, tandis que le pH 10 a été optimal pour extraire les acides gras et les protéines à partir de fibres d'avoine (Pradal, 2016; Galili et Hovav, 2019).

Le temps d'extraction est dépend de température et de partie étudié. Cependant le chauffage et les longs temps d'extraction peuvent entraîner l'oxydation et la décomposition des composés souhaités. Nepote et al. (2005) ont montré que l'extraction des polyphénols d'arachide par macération nécessite 60 min pour extraire la même quantité de polyphénols extraits par la méthode d'agitation en 10 min (Galili et Hovav, 2019).

L'augmentation de la température a favorisé l'extraction en améliorant à la fois la solubilité et la diffusivité dans la solution et réduit sa viscosité.

Le chauffage pourrait également ramollir le tissu végétal et affaiblir les interactions phénol-protéine et phénol-polysaccharide dans les graines (Shi et al., 2003), La chaleur facilite l'extraction aussi car elle augmente la perméabilité des parois cellulaires. Cependant cela peut provoquer une diminution de la sélectivité de l'extraction (Galili et Hovav, 2019).

Une température excessive peut provoquer une dénaturation des produits à extraire. Des températures élevées au cours de l'extraction ou du séchage affectent la stabilité de certains composés phénoliques en raison de réactions impliquant des dégradations chimique et enzymatique, ou une décomposition thermique. Il est démontré que la température est le paramètre le plus influant sur la modification des polyphénols. L'effet de la température ne peut pas être généralisé car il dépend fortement de la typologie des composés (**Spigno et al., 2007**). 40°C était la température optimale d'extraction pour la sauge, 65 °C était la meilleure Température pour extraire les polyphénols des pépins de raisin. Par conséquent, 45 °C a été choisi pour extraire les polyphénols des noyaux de dattes. Des températures d'extraction élevées améliorent l'efficacité d'extraction des composés phénoliques en ramollissant les tissus végétaux, en affaiblissant la paroi cellulaire, augmentant la solubilité des polyphénols et augmentant les taux de diffusion et de transfert de masse du composé extrait (**Khenfer- Medjouel, 2016 ; Pradal, 2016; Adjal-Choudani, 2017**).

La température d'extraction doit tenir compte du point d'ébullition du solvant d'extraction, car des températures supérieures à ce point peuvent modifier rapport solvant/eau dû à l'évaporation du solvant de la solution aqueuse-solvant. La Température agit à la fois sur le solvant et sur le solide (**Boussetta, 2010**). **Lechehab et al., (2020)**, ont démontrés que l'extraction totale des polyphénols des noyaux de datte nécessite une durée de 30 jours à température 25°C. Cependant, **Al Farsi et al., (2008)** déclarent que 1 heure à (45°C) à deux cycle permet d'extraire les composés phénoliques de noyaux.

1.2.7. 7. Effet de Nombre d'étapes d'extraction

L'efficacité d'extraction augmente avec l'utilisation de plusieurs cycles d'extraction avec des solvants identiques ou différents. Par exemple, il est plus efficace d'effectuer quatre extractions dans 1 ml qu'une extraction dans 4 ml. Jusqu'à cinq, mais dans la plupart des cas, deux à trois extractions les étapes sont suffisantes pour une détermination quantitative des polyphénols des graines (**Shi et al, 2003; Nepote et al, 2005; Liu et al, 2013**). Plus d'extractions ne sont pas recommandées en raison du temps passé, de la consommation de solvant et de la dilution du composé. Plusieurs étapes les extractions peuvent également minimiser l'oxydation et la décomposition des polyphénols causées par température ou longue durée d'extraction (**Al-Farsi et al., 2008; Galili et Hovav, 2019**).

I.2.7. 8. Effet de L'agitation

L'agitation mécanique de mélange matière- solvant permet le maintien en suspension des particules solides et l'homogénéisation du milieu. Elle a un effet toujours favorable sur l'extraction. Si l'agitation est très intense et/ou maintenue durant une longue période, elle peut favoriser des chocs entre les différentes particules et permettre ainsi l'éclatement de certaines cellules qui vont libérer leur contenu cellulaire dans le milieu (**Pradal, 2016**).

Chapitre II

Partié expérimentales

II. Matériels et Méthodes

II.1. Matériels



Ce travail est réalisé au sien du laboratoire de chimie département de Génie des Procédés, l'université de Ghardaïa.

II.1.1. Matériel végétale (Les Noyaux de dattes)

Les Noyaux de variété Azerza provenant de l'Oasis de Metlili (Ghardaïa) en 2013 au stade Tmar. Connus localement par leurs vertus pharmacologiques et leur abondance (**Tableau II.1**). Les noyaux sont séparés des chairs, lavées, séchées à l'étuve à 50°C pendant 24h puis broyés en poudre fine à l'aide d'un broyeur électrique, et conservées jusqu'à l'analyse.

Le choix de cette variété apporté sur leur abondance, leur potentialité nutritionnelle et pharmacologique dans la région de Metlili, elle est utilisé spécialement dans le cas des fracture des OS, dans le traitement de diabète, comme calmant et dans la fabrication de Roub et Debs.

Tableau II.1: La plante investiguée.

Nom de la variété	Photos
<p>Espèce : Azerza ().</p> <p>Azerza (AZ): selon Buelguedj (2001)</p> <p>Fruit : Ovoïdes, légèrement allongée</p> <p>Longueur : 40 mm / Largeur : 20 mm</p> <p>Poids : 10.5g / Couleur : miel</p> <p>Aspect : Lisse cloquée</p> <p>Consistance : Molle.</p> <p>Gout : Parfumé, Texture : Fibreuse.</p> <p>Graine :</p> <p>Forme : Cylindrique / Poids : 0.9g.</p> <p>Longueur : 20mm / Epaisseur : 10 mm.</p> <p>Protubérances : Crêtes.</p> <p>Surface : Rugueuse./Situation : Central.</p>	 <p>Datte variété : AZERZA (Mettlili).</p>  <p>Noyaux de datte AZERZA.</p>

Tous les produits chimiques utilisés dans ce travail sont de haute qualité et pureté (Fluka, Sigma-Aldrich, Prolabo et Biochem). Nous avons utilisé un spectrophotomètre UV (Secomam), et les calculs sont faites par **Microsoft Office Excel 2007**.

II.2. Méthodes

L'amélioration de procédé ou de solvant semble insuffisante pour extraire le maximum de composés phénoliques, mais il serait un atout supplémentaire pour l'obtention d'un meilleur rendement d'une grande potentialité oxydatif. Donc, la mise en œuvre de certains paramètres influents sur le rendement et la teneur des composés phénoliques reste le premier pas, après la quantification de ces composés.

Des séries d'extractions ont été réalisées pour optimiser certains paramètres d'extraction solide-Liquide permettent de récupérer le maximum des composés phénoliques des extraits hydro-alcooliques des noyaux de datte Azerza.

Le volume de solvant doit être suffisant pour que la matrice reste immergée pendant la totalité de l'extraction. Le ratio optimum masse/volume, le plus souvent trouvés dans la littérature scientifique, sont généralement situés entre 1/10 et 1/50 (g/ml). Le temps d'extraction est généralement court: quelques secondes à plusieurs minutes. De plus, il a pu être démontré que des temps plus longs d'extraction n'amélioraient pas forcément le rendement d'extraction et qu'ils induisaient des risques de dégradation de molécules thermolabiles plus élevés. D'après la littérature, La méthode d'extraction menée à température ambiante permet d'extraire le maximum de composés et de prévenir leur dénaturation ou modification probable dues aux températures élevées utilisées dans d'autres méthodes d'extraction (**Lee et al., 2003**).

II.3. Extraction des composés phénoliques

Afin d'optimiser les conditions d'extraction des antioxydants de noyaux de datte de variété AZERZA. Six paramètres ont été étudiés: Taille de particule, Nature et Concentration de solvant, le rapport liquide /solide, effet de stockage de matrice, effet de Région de récolte.

Dans des erlenmeyers 1g de la poudre de délipidés de noyaux de datte est macérée dans 20 ml de méthanol ou acétone à différents concentration (50, 60, 70 et 80 %) de solvant pendant 48 h, avec des différents volumes (10, 20, 30, 40 et 50 ml) d'un mélange (méthanol/eau), en fixant le temps et la température d'une part, et d'autre part, nous avons fixé la température et le fraction optimisé en changeant le temps (24h, 48h et 7 jours) afin d'optimiser le temps pour celle-ci, en

utilisant les conditions optimisés à Température ambiante, la taille de particule, effet de saison et stockage de poudre sont aussi étudiés.

Les erlenmeyers sont fermés et couverts de papier aluminium pendant le procédé d'extraction pour limiter l'évaporation du solvant et la dégradation ou oxydation des composés phénoliques par l'air et la lumière, Après filtration les extraits bruts ainsi obtenus sont pesés pour calculer le rendement en polyphénols puis conservés à 4 °C pour des analyses ultérieures.

$$R_{\text{polyphénols}\%} = \frac{\text{Poids de polyphénols extraits} \times 100}{\text{Poids de prise d'essais}}$$

Pour être efficace, une macération sans agitation peut durer de 4 à 10 jours environ. Cependant, une telle durée d'extraction peut affecter par une fermentation ou contamination bactérienne. Pour éviter ou réduire ce problème, la macération peut être opérée dans un récipient couvert par papier aluminium, le tous à l'abri de la lumière.

II.4. Dosage des phénols totaux

La teneur en composés phénoliques est déterminée selon la méthode décrite par **Singleton et Rossi (1999)** avec le réactif de Folin Denis. Ce réactif est formé d'acide phosphotungstique $H_3PW_{12}O_{40}$ et d'acide phosphomolybdique $H_3PMo_{12}O_4$ qui est réduits lors d'une oxydation des phénols en milieu alcalin en oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}), et de molybdène (Mo_8O_{23}) donnant une couleur bleu détectable à 760 nm.

Un volume de 100 μ l d'extrait est additionné avec 500 μ l du réactif de Folin-Denis (10 fois dilué), 2 ml d'une solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 5% sont ajoutés au mélange. Après incubation pendant 30 minutes à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 760 nm.

Les concentrations en composés phénoliques sont déterminées en se référant à la courbe d'étalonnage et les résultats sont exprimés en milligramme équivalent d'acide gallique par 100g d'échantillon (mg GAE/100g).

II.5. Teneurs en Polyphénols totaux

Les différents extraits obtenus par extraction solide-liquide des tourteaux délipidés des noyaux de variété Azerza, ont été analysés quantitativement. Les résultats sont exprimés en mg par g de tourteaux équivalent en acide gallique (**Figure II.1**).

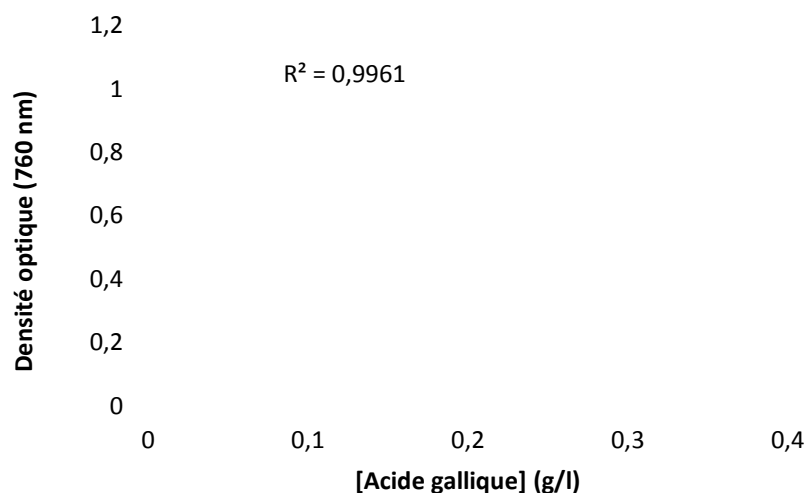


Figure II.1 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

II.6. Optimisation des conditions d'extraction

II.6.1. Influence de taille des particules

Les noyaux de variété de datte choisie sont broyés puis tamisé par des tamis de diamètres différents en poudre fine $0.1 < \text{diamètre} < 0.5$ et d'une taille aléatoire.

D'après les résultats obtenus (**Figure II.2**), le rendement en polyphénols dans l'extrait méthanolique des noyaux de taille fine < 0.5 mm est mieux que celui obtenu à partir de poudre de noyaux de taille > 0.5 mm.

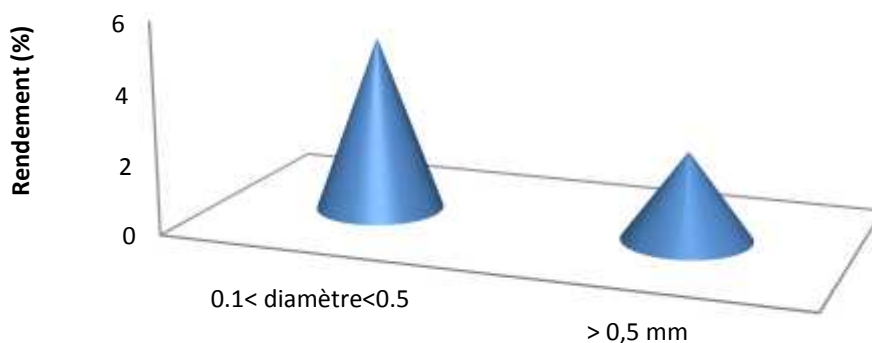


Figure II.2 : Influence de taille de particule sur le rendement en polyphénols.

Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par la littérature, aussi pour des études menées par **Laghouiter, (2018)** pour des extraits lipidiques et protéiques de même variété. **Elnajjar et al., 2017**, ont noté l'effet de diamètre de particule sur la teneur en lipides dont la taille des particules de noyaux de datte optimale était ($0.1 < DS < 0.3$ mm).

D'après la partie théorique, plus la taille de particule est fine, plus le rendement en métabolites extraits sera grand. Cependant, les particules de taille très fine posent des problèmes technologiques car elles tendent à s'agglomérer ce qui provoque une diminution de pénétration de solvant à l'intérieur de la matrice. Alors les particules très fines sont plus difficiles à séparer de l'extrait liquide en fin d'extraction (**Pradal, 2016**).

II.6.2. Influence de solvant

L'utilisation de deux systèmes d'extraction des composés phénoliques à partir des noyaux de datte Azerza, permet d'obtenir les résultats résumés dans la (**figure II.3**).

La teneur en polyphénols totaux d'extrait hydro-méthanolique (20.307 mg/g tourteaux) est mieux que celui déterminé par l'extrait hydro-acétonique (11.416 mg/g tourteaux). **Masmoudi-alouch et al., 2016**, ont trouvés des teneur de 39.8 CAE/100g MF pour l'extrait d'acétate d'éthyl de Azerza et 29 CAE/100g MF pour l'extrait méthanolique. Des résultats similaires à nos résultats sont trouvés dans la littérature pour des extraits de noyaux de datte de différents variétés

et différents régions (Bouhlali *et al.*, 2017; Al-Farsi et Lee 2011; Sekeroglu *et al.*, 2012; Ben ali, 2018 ; Laghouiter, 2018, Djaoudene *et al.*, 2019, Lechab *et al.*, 2020).

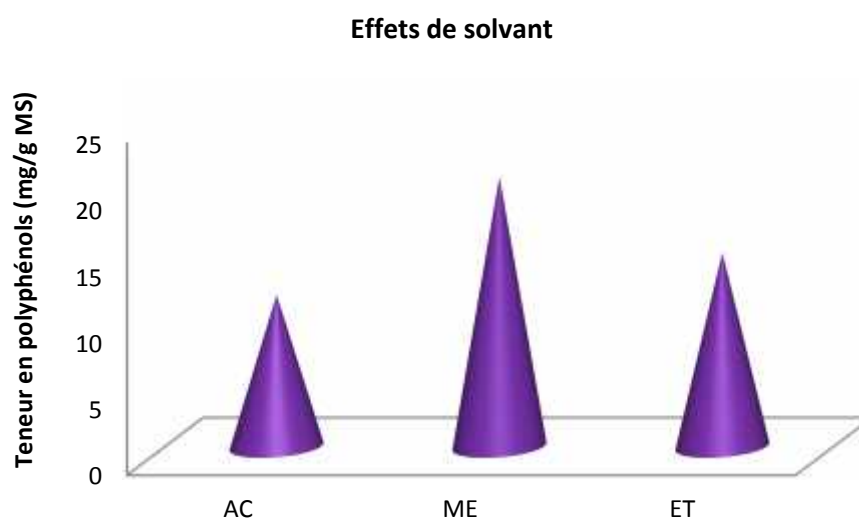


Figure II.3 : Influence de solvant d'extraction.

D'après **Laghouiter, (2018)**, le solvant d'extraction n'affecte pas significativement sur le rendement en polyphénols pour la variété Azerza par contre d'autres variétés tels que Adala, Aoucht, Binqbala, Dagla et Tafzouine le rendement de leur extraits hydrométhanolique sont plus élevés que ceux obtenus par l'Acétone/Eau, contrairement Timjoughert, Sbo'Locif et Ghars ont des rendements plus élevés quand ils sont extraits par acétone/eau que par méthanol/eau. En générale, le rendement et la teneur en composés phénoliques dépend de la variété, le solvant d'extraction et la nature des composés phénoliques contenant dans ces extraits. Il est noté que la richesse de cette variété (AZERZA) en fibre et d'autres macromolécules difficile la filtration ce qui influe sur la valeur du rendement. La centrifugation peut résoudre le problème, et minimise la durée de filtration et maximiser la teneur en composés phénoliques.

II.6.3. Influence de concentration de solvant

Plusieurs études ont montré l'importance de la concentration du solvant par rapport aux autres facteurs. Cependant un mélange méthanol-eau distillée donne une meilleure efficacité d'extraction des composés phénoliques comparant aux systèmes à solvant unique. En augmentant la proportion de l'eau distillée à l'éthanol, la polarité du solvant augmente, ainsi le système solvant sera capable d'extraire les polyphénols à haute polarité et ceux à polarité basse et également ceux à polarité moyenne (**Zhang *et al.*, 2007; Galili et Hovav, 2019**).

D'après les résultats traduits par la (**figure II.4**), on constate des rendements acceptables en composées phénoliques. Cependant, les meilleurs rendements sont obtenus par méthanol 60% et méthanol 80%.

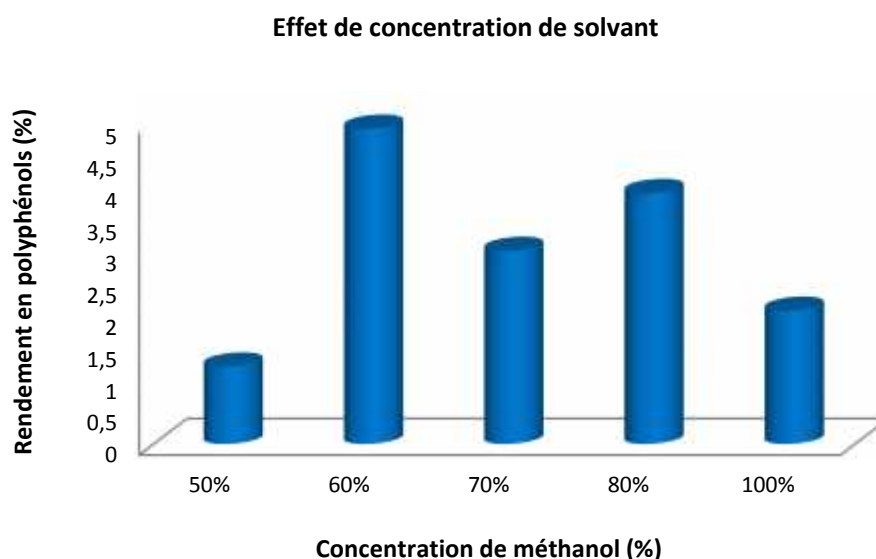


Figure II.4: Influence de concentration de solvant (méthanol).

Ces résultats sont généralement dans l'intervalle des résultats trouvés dans la littérature pour les extraits de noyaux de datte de différents variétés et origines. De façon générale, une concentration de (50 à 80%) pour le méthanol et l'éthanol, 70% pour l'acétone permet d'extraire une quantité élevée en composées phénoliques de datte et leur noyaux (**Ardekani et al.,2010; Al-Farsi et Lee 2011; Sekeroglu et al., 2012; Misterello et al. 2014; Masmoudi-alouch et al., 2016 ; Sirisena et al., 2016;Bouhlali et al., 2017, BenAli, 2018 ; Laghouiter, 2018, Djaoudene et al., 2019, Lechehab et al., 2020**).

II.6.4. Effet de stockage de poudre de noyaux

Afin d'étudier l'influence de stockage sur la qualité de poudre de noyaux de datte, les composées phénoliques sont extraits a partir de poudre de noyaux de Azerza stocké depuis 2013.

Les résultats présentés dans la(**figure II.5**), montrent que le stockage de poudre de noyaux d'Azerza n'a pas un impact sur la teneur en polyphénols, ce qui permet de dire que la poudre n'a pas altéré par les conditions de stockage, peut être gras à leur richesse en polyphénols qui sont considérés comme conservateurs agroalimentaires.

Sirisna et al., (2016), ont montré l'effet non significatif de saison de récolte et de Storage pour des noyaux de variété Daglet Noor, dont la teneur de TPC était 230.9 mg EAG/100g MS (2006), 327.84 mg EAG/100g MS (2007).

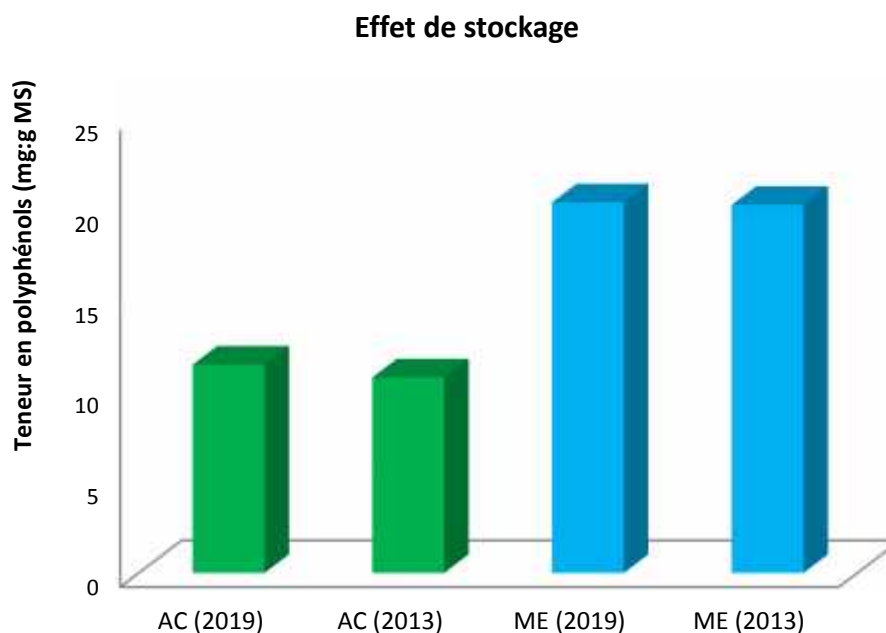


Figure II.5: Effet de stockage de la poudre des noyaux sur la teneur en polyphénols.

II.6.5. Effet de Région de récolte

La quantification des composées phénoliques dans les extraits de noyaux d'Azerza provenant de deux oasis de Ghardaïa (Metlili et Sebseb) traduits par les résultats illustrés dans la (**Figure II.6**), montre que les extraits des noyaux de datte de Metlili sont riches en polyphénols totaux par rapport a celles extraits de noyaux de datte Azerza d'origine de Sebseb.

Ces résultats montrent que la région géographique a une influence sur la teneur en polyphénols et alors sur la composition de ces extraits. Ceci conforme avec ce qu'on a dit dans la partie théorique (**Galili et Hovav, 2019**).

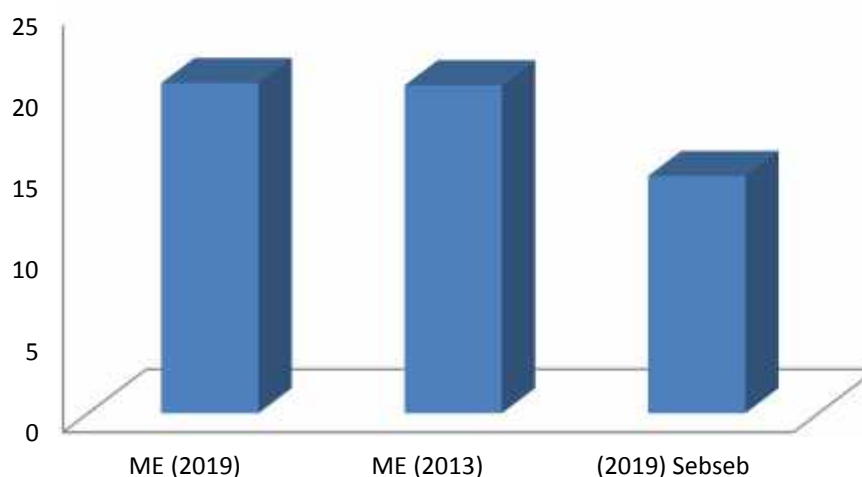


Figure II.6: Effet de région de récolte sur la teneur en polyphénols.

II.6.6. Effet de rapport Solide/ Liquide

Le peu des travaux concernant l'optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques des noyaux de datte, notamment le rapport solide/ liquide qui est un facteur plus important d'optimiser afin de maximiser le rendement en antioxydants. Généralement, le rapport de 1/10 (m/v) est préférable pour assurer l'homogénéité et le passage du solvant à travers la totalité des particules. Ce qui permet d'obtenir la meilleure concentration pour les quatre échantillons. **Afifi et al., 2017**, ont réussi d'obtenir un teneur de 71.6 mg AGE/100 g des extraits éthanolique 50% par macération durant 1 h à 55°C et un rapport de 1/40 (m/v). Par contre, **Al-Farsi et al., 2008**, ont concédé un rapport de 1/60 comme optimal pour extraire les composés phénoliques des noyaux des variétés d'origine de Oman, par acétone 50% pendant 1 heure à 45°C (2 fois) en utilisant le butanol et le butanone dans la purification des extraits.

Un rapport de 1/9 donnant la meilleur teneur en antioxydants pour les feuilles de *phœnix dactéliféra*, aussi l'extrait de rapport 1/9 et 1/10 s'avère le plus antioxydant avec une valeur de $EC_{50}=0,015\text{mg/g}$ évaluée par test DPPH (**Laouini et al., 2013**, **Adaika et Ramdani, 2014**). **Ben saci et al., (2015)**, ont réussi d'extraire des antioxydants de la pulpe de quelque variétés de datte a un grand potentiel oxydatif vis-à-vis le DPPH par un similaire rapport solide /liquide de 1/10 par où l'acétone 70% et méthanol 80% durant 24h à température ambiante sont les conditions optimales.

Conclusion Générale

Le dattier, la plante symbolique des régions sahariennes notamment Metlili (Ghardaïa), plante médicinale citée dans le coran et la Sunna ce qui montre leur immense importance et sa place depuis la nuit de temps. Le dattier a plusieurs atouts, dès leur racines qui ont été utilisés pour leur vertus pharmacologiques à son délicieux dattes aliment énergétique complet.

La dattes partagent son noyau leur composition et leur effet pharmacologique et biologique. Les noyaux sont une source de composés d'intérêt disponible et pas coûteux, ayant une application industrielles, cosmétiques et pharmaceutiques et même environnementales favorise leur valorisation.

Plusieurs recherches concernant la quantification quantitative et qualitative des extraits des dattes et leurs noyaux, les extraits phénoliques qui ont prouvé leur efficacité contre plusieurs maladies chroniques telles que le cancer. Cependant le faible rendement en ces métabolites reste toujours un obstacle pour élargir l'utilisation de cette biomasse. Ce qui fait appel à l'optimisation des conditions d'extractions de ces composés phytochimiques.

Les résultats d'optimisation des conditions d'extraction solide liquide par macération des composés phénoliques dans les noyaux de dattes Azerza d'origine de METLILI (Ghardaïa), nous a permis de déterminer les conditions optimales suivantes :

Le mélange méthanol/eau est souvent utilisé par les chercheurs pour ce genre d'extraction des composés antioxydants notamment les noyaux d'AZERZA à un pourcentage variant de 60 à 80%. L'addition de l'eau au système d'extraction fait améliorer le rendement des composés phénoliques et par la suite leur activité antioxydante.

La fraction solide /liquide affecte d'une façon significative le rendement en polyphénols des extraits de noyaux; la meilleure fraction trouvée est 1/10 avec une concentration de méthanol de (80%), à partir d'une poudre finement broyée (0.5 mm).

L'extraction Solide-Liquide par Macération durant un temps de 48 h et à Température ambiante avec agitation suivie d'une centrifugation permet d'obtenir un rendement optimal en composés phénoliques des noyaux. La Température présente est en relation étroite avec le temps d'extraction.

La Saison de récolte, le Stockage, la variété et la partie de plante étudiée, ainsi que la région géographique sont des facteurs influencés directement ou indirectement sur le rendement, la

teneur et la composition (structure) des composés phénoliques dans les extraits des noyaux de datte.

D'autres paramètres qui ne sont pas étudiés dans ce travail et qui peut être influent sur le rendement, la teneur et la composition des molécules bioactives, et par la suite sur le pouvoir antioxydant des extraits, peuvent servir de perspectives pour optimiser au mieux l'extraction en vue de leur valorisation. D'autres critères peuvent être ajoutés en plus tel que le rendement en antioxydants, nature de solvant, la maturité de datte, utilisation d'autres variétés de différentes régions, aussi l'étude de potentiel oxydatif par différentes tests biologiques.

En termes de perspectives et dans le but de compléter ce travail dans l'avenir, il serait intéressant d'utiliser des méthodes d'extraction innovantes vertes, et des techniques d'analyse avancées (CCM, HPLC, CPG, ...) pour mieux identifier les substances antioxydants des extraits de noyaux de datte afin de les bien valoriser et alors d'utiliser dans des domaines cosmétiques, agroalimentaires, environnementaux, pharmaceutiques et même dans l'industrie. Il sera important d'améliorer et d'optimiser les différentes conditions d'extraction des substances actives pour obtenir le meilleur rendement en ces composés avec une efficacité biologique intéressante. De plus, il est recommandé d'élargir l'étude sur d'autres paramètres, d'autres substances phytochimiques, d'autre variété de datte ou autres fruits.

Références

Bibliographiques

- Abdul Afiq, M. J. A., Rahman, R. A., Man, Y. B. C., Al-Kahtani, H. A., and Mansor, T. S. T.**, 2013. Date seed and date seed oil. *International Food Research Journal*, 20(5), 2035.
- ADAIKA Meriem RAMDANI Bichira:** Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques par ultrason des feuilles de phoenix dactylifera L. Mémoire Master en Génie des Procédés, université Echahid Hamma Lakhdar El Oued, 2014 – 2015.
- Adeosun, A.M., S., O. Oni, Osasenaga, M., Ighodaro, Okikiola H., Durosinlorun, and Omotayo M. Oyedele**, 2015. Phytochemical, minerals and free radical scavenging profiles of *Phoenix dactylifera* L. seed extract. *Journal of Taibah University Medical Sciences(-)*, 1e6.
- Adjaj Samiha et Choudani Fatima** « Optimisation d'extraction des polyphénols des grains de *Pinus halepensis* Mill. par des méthodes conventionnelles et non conventionnelles », master biologie, Université de BOUIRA, 2017.
- Akasha, I. A., Campbell, L., Lonchamp, J., and Euston, S. R.** 2016. The major proteins of the seed of the fruit of the date palm (*Phoenix dactylifera* L.): Characterisation and emulsifying properties. *Food Chemistry* 197; 799–806.
- Al Juhaimi F, Ozcan MM, Adiamo OQ, Alsawmahi ON, Ghafoor K, Babiker EE.** Effect of date varieties on physico-chemical properties, fatty acid composition, tocopherol contents, and phenolic compounds of some date seed and oils. *J Food Process Preserv.* 2018;e13584.
- Al Juhaimi F, Ozcan MM, Adiamo OQ, Alsawmahi ON, Ghafoor K, Babiker EE.** Effect of date varieties on physico-chemical properties, fatty acid composition, tocopherol contents, and phenolic compounds of some date seed and oils. *J Food Process Preserv.* 2018;e13584.
- Aldhaheri A., Alhadrami G., Aboalnaga N., Wasfi I., Elridi M.**, 2004. Chemical composition of date pits and reproductive hormonal status of rate fed date pits. *Food chemistry* 86, 93-97.
- Al-Farsi M A, Alasalvar C, Morris A, Baron, M and Shahidi F .(2005).** Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 53:7592-7599.
- Al-Farsi M. A. et LEE C. Y. (2008).** Optimization of phenolics and dietary fiber extraction from date seeds; *Journal of Food Chemistry*, Vol. 108, pp977-985.

- Al-Farsi, M. A. and Lee, C. Y.** 2011. Usage of date (*Phoenix Dactylifera* L.) seeds in human health and animal feed. In Preedy, V.R., Watson, R.R.; Patel, V.B. (eds). Nuts and Seeds in Health and Disease Prevention. p 447- 452. USA: Elsevier.
- Alobaidi K.H., Mohammad F. I., Hassan M.F. and Hamad M. A. (2019).** Antitumor activity of *Phoenix dactylifera* L. pit extracts against Hela and L20B cell lines. Research Journal of Biotechnology. Vol. 14 (Special Issue I), 196-199.
- Ardekani, M.R.S., Khanavi, M., Hajimahmoodi, M., Jahangiri, M., Hadjiakhoondi, A.** 2010. Comparison of antioxidant activity and total phenol contents of some date seed varieties from Iran. Iranian Journal of Pharmaceutical Research, 9 (2), pp. 141–146.
- Azadeh Bijami, Farkhondeh Rezanejada, Hakimeh Oloumi, Hossein Mozafari (2019)** Minerals, antioxidant compounds and phenolic profile regarding date palm (*Phoenix dactylifera* L.) seed development, Scientia Horticulturae xxx (xxxx) xxxx.
- Basuny, A.M.M, AL-Marzooq, M.A.** 2011. Production of mayonnaise from date pit oil Food Nutr. Sci., 2 (9), p. 938–943.
- Bauer WJ, Badoud R, L liger J, Eturnaud A.** Science et technologie des aliments. 1^{er} Ed presses polytechniques et universitaires romandes, 2010, Italie.
- Belguedj M., Tirichine A., Guerradi M., Bousdira K., Labгаа L., Bayoud B.** 2011. Ressources génétiques du palmier dattier. Caractéristique des cultivars de Ghardaïa. Dossier N°2, INRAA, Alger: 48-68p.
- Ben Ali Mustafa (2018).** Etude de la fraction lipidique des noyaux de quelques variétés de Palmier dattiers locales. Thèse Doctorat en cimie, université d’Ouargla.
- Bensaci C. Ghiaba Z. et Saidi M. (2015).** L’extraction des antioxydants de datte. J chem pharm Res., 7(7) ; 27-31.
- Besbes S., Blecker C., Deroanne C., Drira N.E and Attia H.** 2004a. Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. Food Chem. Vol. 84: N°. 4, pp. 577-584.
- Biglari F., Alkarkhi A. F. M. et Easa A. M.; (2008).** Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Iran, Journal of Food Chemistry, Vol. 107, pp1636-1641.

- Boizot N, Charpentier J.P,** 2006. Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier, INRA - Amélioration, Génétique et Physiologie Forestières, Laboratoire d'Analyses Biochimiques. Le Cahier des Techniques de l'Inra, p 79-82.
- Bouaziz M. A., Besbes S., Blecker C., H Wathelet B., Deroanne C. and Attia H.** 2008. Protein and amino acid profiles of Tunisian Deglet Nour and Allig date palm fruit seeds" *Fruits*, Vol. 63, Issue. 01, pp 37-43.
- Bouhlali E.T.C., Alem J., Ennassir M., Benlyas A., Mbark N., Zegzouti Y.F.,** 2017. Phytochemical compositions and antioxidant capacity of three date (*Phoenix dactylifera* L.) Seeds varieties grown in the South East Morocco, *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 16, 350–357.
- Bouterfas K, Mehdadi Z, Benmansour D, Khaled M.B, B, Bouterfas, M, Ali Latreche, A.** 2015. Optimization of Extraction Conditions of Some Phenolic Compounds from White Horehound (*Marrubium vulgare* L.) Leaves. *International Journal of Organic Chemistry*, 2014, 4, 292-308.
- Chaira N., Ferchichi A., Mrabet A., Sghairoun M.,** 2007. Chemical composition of the flesh and pit of date palm fruit and radical scavenging activity of their extracts, *Pakistan Journal of Biological Sciences*, vol 10(13), p: 2202-2207.
- Cheriet B et Toumi R.** Evaluation du pouvoir antioxydant de l'extrait méthanolique de trois variétés de phœnix dactylifera L. mémoire master biochimie appliquée, université de Ghardaïa, 2017.
- Chikh, née Khobzaoui Somia.** Etude phytochimique et évaluation de l'activité antibactérienne et antifongique des extraits des noyaux des dattes variété « AJWA", mémoire master en Biologie, 2014. Université Tlemcene.
- Delphine Pradal** « Eco procédés d'extraction de polyphénols antioxydants à partir d'un coproduits agro-alimentaire. Thèse doctorat, université de Lille 1, 2016.
- DJAHRA Ali Boutlelis.** Cours Phytochimie II *2ème Année Master* Université Echahid Hamma Lakhdar El Oued 2015.
- Djerbi M., 1994.** Précis de phoéniculture. FAO, 192p.

E Elnajjar, S Al-Zuhair, SAB Al Omari¹, A Hilal-Alnaqbi¹, SW Hasan. The Effect of Date Seeds size and Type on the Oil Extraction Percentage. *10th International Conference on Thermal Engineering: Theory and Applications* 26-28, 2017, Muscat, Oman.

El-Far AH, Ahmed HA, Shaheen HM. Dietary supplementation of *Phoenix dactylifera* seeds enhances performance, immune response, and antioxidant status in broilers. *Oxid Med Cell Longev* 2016; 2016: 9.

FAO. Statistical Databases 2016. <http://www.fao.org/faostat/fr/#data/QC>. Accessed 16.03.2018.

Fatma Mihoub, Freha Gourchala, Safia Lakhdar-Toumi Bioactivity of Algerian palm dates *Phoenix dactylifera* L. palm dates *Phoenix dactylifera* L. *Food Technology - Ukrainian Food Journal*. 2019. Volume 8. Issue 2, 249-259.

Gasmi Abdelkrim. Le palmier dattier, 2012, Edition Elaourassia, Algérie.

Ghania A, Boual Z et Ould El Hadj-Khelil A. 2017. Extraction, caractérisation partielle et L'activités antioxydantes des polysaccharides hydrosolubles des noyaux des dattes: variété Ghars. Séminaire International Polysaccharides de plantes de milieux arides (POLYSAC 2017), Ouargla, les 21 et 22 Novembre.

Ghedira K. 2005. *Les flavonoïdes: structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique.* **Phytotherapie** 3(4), 162-169.

Golshan Tafti, A., Solaimani Dahdivan, N. et Yasini Ardakani, S.A. 2017. Physicochemical properties and applications of date seed and its oil. *International Food Research Journal* 24(4): 1399-1406.

Habib H.M, Kamal H., Ibrahim W.H., Dhaheri A.S.A. 2013. Carotenoids, fat-soluble vitamins and fatty acid profiles of 18 varieties of date seed oil. *Industrial Crops Products* 42:567–572.

Habib HM, Platat C, Meudec E, Cheynier V, Ibrahim WH. 2014. Polyphenolic compounds in date fruit seed (*Phoenix dactylifera*): characterisation and quantification by using UPLC-DAD-ESI-MS. *J Sci Food Agric* 94:1084–89.

Hannachi S, Khitri D, Benkhalifa A et Brac de la Perrière R. (1998). « Inventaire variétal de la palmeraie algérienne ». Alger : Agence nationale d'éducation et de publication (ANEP).

Hannachi S., Benkhalifa A., Khitri D., Brac de la Perrière R.A. 1998. Inventaire variétal de la palmeraie algérienne. CDARS, URZA, Algérie, 225p.

Herchi W., Kallel H. and Boukhchina S. 2014. Physicochemical properties and antioxidant activity of Tunisian date palm (*Phoenix dactylifera L.*) oil as affected by different extraction methods. *Food Sci. Technol, Campinas*, 34(3): 464-470.

Hua Li, Xiaoyu Wang, Peihong Li, Yong Li, Hua Wang. 2008. Comparative Study of Antioxidant Activity of Grape (*Vitis vinifera*) Seed Powder Assessed by Different Methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, 16 (6), 67-73.

Hussein A.S., Alhadrami G.A., 2003. Effect of enzyme supplementation and diets containing date palm pits on growth and feed utilization of broiler chicks. *Agricultural and Marine science*, 8(2): 67-71.

Ishurd O., Ali Y., Wei W., Bashir. F., Ali A., Ashour A., Pan Y., 2003. An alkalisoluble heteroxylan from seeds of *Phoenix dactylifera L.* *Carbohydrate Research*, Volume 338, Issue 15, Pages 1609-1612.

Jerez M., Pinelo M., Sineiro J. Et Jos Nez M.; (2006). Influence of extraction conditions on phenolic yields from pine bark: assessment of procyanidins polymerization degree by thiolysis; *Journal of Food Chemistry*, Vol. 94, pp 406-414.

Khenfer Siham et Medjouel Maroua « Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques d'une plante médicinale de la région sud du Sahara Algérien », master biologie, université de Ouargla, 2016.

Konan N S., Kouamé B A., Mamyrbékova-Békro J. A., Konan K.M. & Békro Y.A. (2011). Composition chimique par GC/SM des huiles essentielles extraites des feuilles de *Mikania cordata* (Burm. F.) B. L. Robinson et de *Synedrella nodiflora* (L.) Gaertn. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 80, 846–853.

Laghouiter O.K (2018) Valorisation phytochimique des noyaux de quelques variétés du Palmier dattier de l'Algérie (Metlili). Thèse Doctorat en sciences université de Laghouat.

Laouini SE, Segni .J, Ouahrani M.R, (2013). A Comparative Study of the Antioxidant Activity and phytochemical composition of leaves extract of some varieties of Date Palm. *International Journal of Advances in Pharmaceutical Research, IJAPR*, Vol. 4, Issue 12 /2564 – 2571.

Lecheb F., Benamara S., Gougam H., Enhancement of the antioxidant activity of a by-product (*Phoenix dactylifera* L.) from the Agri-food industry, *Algerian J. Env. Sc. Technology*, 6:2 (2020) 1388-1395.

M. Iftikhar Hussain, Mohammad H. Semreen, Abdallah Shanableh, Muhammad Nasir Khan Khattak et al. Phenolic Composition and Antimicrobial Activity of Different Emirati Date (*Phoenix dactylifera* L.) Pits: A Comparative Study. *Plants* **2019**, 8, 497.

Mansouri A, Embarek G, Kokkalou E and Kefalas P (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*. 89: 411-420.

Maqsood S., Kittiphattanabawon P., Benjakul S., Sumpavapol P. and Abushelaibi A. 2015. Antioxidant activity of date (*Phoenix dactylifera* var. Khalas) seed and its preventive effect on lipid oxidation in model systems. *IFRJ* 22(3):1180-1188.

Masmoudi-Allouche F., Touati S., Mnafgui K., Gharsallah N., El Feki A., Allouche N. 2016. Phytochemical profile, antioxidant, antibacterial, antidiabetic and anti-obesity activities of fruits and pits from date palm (*Phoenix dactylifera* L.) grown in south of Tunisia. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*; 5(3): 15-22.

Mesrane Karima « Optimisation de l'extraction assistée par l'ultrason des composés phénoliques du jujubier *Ziziphus lotus* », master biologie, Université de BOUIRA, 2018.

Messaoudi R, Messaoudi S, Abbeddou A, Mansouri A, Calokerinos PAC, Kefalas P. 2013. Phenolic profile and antioxidant activity of date-pits of seven Algerian date palm fruit varieties. *Intl J Food Prop* 16:1037–47.

Misterello J., Sirisena S.D., Ghavami A., Marshall R.J., Krishnamoorthy S., 2014. Determination of the antioxidant capacity, total phenolic and flavonoid contents of seeds from three commercial varieties of culinary dates. *Int. J. Food Stud.* 3, 34–44.

Mrabet A., Rodríguez-Gutierrez G., Guillen-Bejarano R., Rodríguez-Arcos R., Ferchichi A., Sindic M., Jimenez-Araujo A. 2015. Valorization of Tunisian secondary date varieties (*Phoenix dactylifera* L.) by hydrothermal treatments: New fiber concentrates with antioxidant properties. *LWT - Food Science and Technology*. 60, 518-524.

Mujeeb Oladipupo Kareem, Anjali Achazhiyath Edathil, K. Rambabu, G. Bharath, Fawzi Banat, G. S. Nirmala, and K. Sathiyarayanan. 2019. Extraction, characterization and optimization of high quality bio-oil derived from waste date seeds. *Chemical Engineering Communications*, <https://doi.org/10.1080/00986445.2019.1650034>.

Munier P., 1973. Le palmier dattier. Techniques agricoles et productions tropicales Ed. Maisonneuve & Larousse, Paris: 221p.

Nadia BOUSSETTA. Intensification de l'extraction des polyphénols par électrotechnologies pour la valorisation des marcs de champagne, Thèse Doctorat Génie des procédés industriels, université de Technologie Compiègne, 2010.

Nazck M. et Shahidi F.(2004) Extraction and analysis of phenolics in food; Journal of Chromatography A, Vol. 1054, pp 95-111.

Nehdi I., Omri S., Sbihi H.M., Tan C.P, Rachid, U and Al-Resayes S.I. 2018. Chemical Composition of Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Seed Oil from Six Saudi Arabian Cultivars Journal of Food Science. d Products; 83 (3): 624-630.32, 360-365.

Ouarda Djaoudene, Víctor López, Guillermo Cásedas, Francisco Lesb, Connie Schisano, Mostapha Bachir Bey, Gian Carlo Tenore. *Phoenix dactylifera* L. seeds: a by-product as source of bioactive compounds with antioxidant and enzyme inhibitory properties. *Food Funct.*, 2019.

P.Munier : Le palmier dattier (1973) 221p.

Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e ed.)

Renu Mishra and Rabiya Ahmed. 2016. Phytochemical Analyais of Seeds of *Phonenix dactylifera*. International Journal of Theoretical & Applied Sciences, Special Issue-NCRTAST 8(1): 156-160.

Ricardo Salomón-Torres, Noé Ortiz-Uribe, Benjamín Valdez-Salas,et al., 2019. Nutritional assessment, phytochemical composition and antioxidant analysis of the pulp and seed of medjool date grown in Mexico, *PeerJ*.

Rocha-Guzma'n N.E; Herzog A, Gonza'lez-Laredo R.F; Ibarra-Pérez F.J; Zambrano-Galvan G; Gallegos-Infante J.A. 2007. Antioxidant and antimutagenic activity of phenolic compounds in three different color groups of common bean cultivars (*Phaseolus Vulgaris*). Food chemistry. Vol 103, N°2, p 521-527.

S. Benamara, A. Djouab, A. Boukhiar, N. Iguergaziz, Dj. Benamara. 2017. Fruit du dattier (*Phoenix dactylifera* L.) : fruit ordinaire ou alimentsanté ? Synthèse bibliographique Date (*Phoenix dactylifera* L.) Fruit: Ordinary Fruit or Health Food? Phytothérapie, Lavoisier SAS.

Sabeur Iman et Saidi sabrina. Contribution à l'étude de l'activité anti-inflammatoire de noyaux des dattes (*Phoenix dactylifera*) variété « Deglet Nour », 2019. Mémoire Master en biologie, Université de Mostaganem.

Sahi A.A and Al-Anber L.J. 2006. Functional properties of protein concentrate produced from date seed of some local date varieties. Basrah journal for Date palm reaserch, 5(1-2): 56-70.

Salomon-Torres R, Ortiz-Uribe N, Villa-Angulo R, Villa-Angulo C, Norzagaray- Plasencia S, Garcia-Verdugo C. 2017. Effect of Pollenizers on production and fruit characteristics of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) cultivar Medjool en Mexico. Turkish Journal of Agriculture and Forestry 41:338_347.

Sanchez-Moreno, C. (2002). Review: Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in food and biological systems. Food Sci Tech Int, 8(3): 121-137.

Sari Pihlasalo. (2011). Quantification of Proteins and Cells. SARJA - SER. D OSA - TOM. 952 (MEDICA – ODONTOLOGICA). Turun Yliopiston Julkaisuja -Annales Universitatis Turkuensis.

Sarni- manchado P et cheynier V. 2006. Les polyphénols en agroalimentaire. Ed Tec et Doc Lavoisier.

Shokrollahi F. and Taghizadeh M. 2016. Date seed as a new source of dietary fiber: physicochemical and baking properties. International Food Research Journal 23(6): 2419-2425.

Sirisena S., Ng K., and Ajlouni S. 2015. The emerging Australian date palm industry: date fruit nutritional and bioactive compounds and valuable processing byproducts.

Sirisena S., Ng K and Ajlouni S. 2016. Antioxidant activities and inhibitory effects of free and bound polyphenols from date *Phoenix dactylifera* L.) Seeds on starch digestive enzymes”, International Journal of Food Studies, Vol 5 p. 212-223.

Soong Y. Y. and Barlow P. J. 2004. Antioxidant activity and phenolic content of selected fruit seeds. Food Chemistry 88 (3): 411-417.

Spigno G., Tramelli L. et De Faveri D. M.(2007) Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics; Journal of Food Engineering, Vol. 81, pp 200-208,.

Sundar RDV, Segaran G, Shankar S, Ravi L. 2017. Bioactivity of *Phoenix dactylifera* seed and its phytochemical analysis. International Journal of Green Pharmacy 11:1_6.

Tabart J., Kevers C., Pincemail J., Defraigne J., Dommes J. 2009. Comparative antioxidant capacities of phenolic compounds measured by various tests. *Food Chemistry*, 113, 1226-1233.

Telli A., Mahboub N., Boudjeh S., Siboukeur O. E. K. Et Moulti-Mati. F.(2010). Optimisation des Conditions d'extraction des Polyphenols de Dattes Lyophilisées (Phoenix Dactylifera L) Variété Ghars. *Annales des Sciences et Technologie*, Vol. 2, N° 2.

Valko M., Izakovic M., Mazur M., Rhodes C. J., Telser J. 2004. Role of oxygen radicals in DNA damage and cancer incidence. *Mol. Cell. Biochem*, 266, p 37.

Vidhya Jaganathan, Shanmugavadivu M, Sandhya Ganesh. (2018). Preliminary phytochemical screening and antibacterial activity of date seed methanolic extract. *Int. J. Adv.Res. Biol. Sci.* 5(2): 209-215.

Vihakas M. 2014. Flavonoids and other phenolic compounds: characterization and interactions with lepidopteran and sawfly larvae. Department of Chemistry. *Annales Universitatis Turkuensis-sarja*, university of Turku.

Vishnu Balamurugan, Sheerin Fatima.M.A, Sreenithi Velurajan. 2019. A Guide to Phytochemical Analysis. *IJARIE-ISSN(O)*. Vol-5 Issue-1,2395-4396.

Watson, Ronald Ross. Polyphenols in plants: isolation, purification and extract preparation, 2nd Ed. Elsevier, 2019. Shmuel Galili, Ran Hovav, Determination of Polyphénols, Flavonoids, and Antioxidant Capacity in Dry Seeds chapter 16 Agricultural Research Organization, The Volcani Center, Bet Dagan, Israel.

Annexes

Appareils utilisés dans le laboratoire



Extraction Liquide-liquide par ampoule à décanté (Décontation) (Baafou–Salmi,2020).



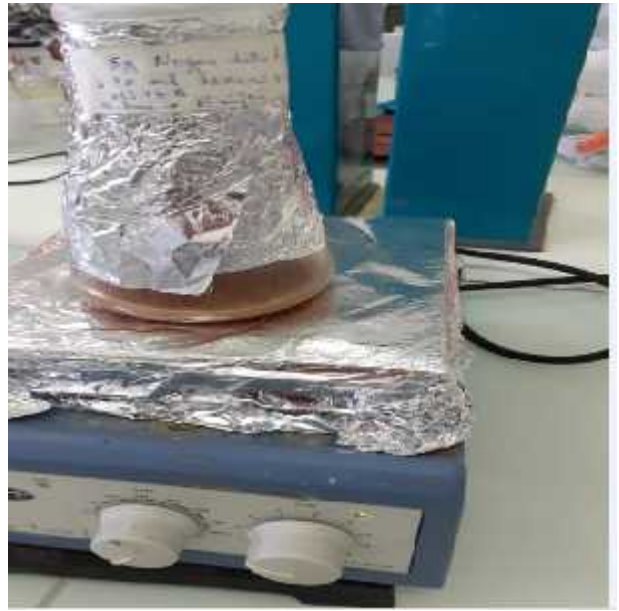
Balance sensible



Agitateur



**Mélange d'Hexane et la poudre de noyaux
Datte**



Délipidation de poudre de noyau



Filtration des extraits



Poudre de noyau après délipidation



Evaporation d'Hexane



L'huile de noyaux

(Baafou –Salmi,2020).



**Poudre + (solvant /eau)
à l'agitation**



Filtration



Quelque produits à base de noyaux de datte.