

UNIVERSITE KASDI MERBAH, OUARGLA

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Biologique



Mémoire En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences de la nature et de la vie

Filière : Biologie

Spécialité : Biochimie appliquée

Présenté par : Boulifa Rahma Anfal

Djoughri Leila

Thème

**Intérêt diététique de sirop de dattes de sud Est
Algérien**

Soutenu publiquement

Le : 29/06/2021

Devant le jury

M ^{me} ANNOU G.	M.C.B	Président	UNIV. Ouargla
M ^{me} MYMOUNI Y.	M.C.A	Encadreur	UNIV. Ouargla
M ^{rs} KEDDAR N.	M.C.B	Examineur	UNIV. Ouargla

Année universitaire 2020/2021

Remerciements

Avant tout, nous remercions ALLAH, le tout puissant de nous avoir accordé la force, le courage et la volonté pour mener à terme ce travail.

Nous remercions notre promotrice Mme MIMOUNI Yamina, Maître de conférences A à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Université KASDI MERBAH Ouargla, pour sa précieuse aide et ses conseils.

Nous remercions Mme ANNOU Ghania, Maître de conférences B à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Université KASDI MERBAH Ouargla, d'avoir accepté la présidence du jury de soutenance de ce mémoire.

Nous remercions Mrs KEDDAR Nadir, Maître de conférences B à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Université KASDI MERBAH Ouargla, pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous remercions également les personnels de la bibliothèque de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie.

Nous remercions les personnels de laboratoire pédagogique de département des Sciences de la Nature et de la Vie, nous remercions également le responsable de laboratoire Microbiologie de l'hôpital Mohemad Boudiaf Ouargla. Nos remerciements aussi sont adressés à Mme KATEB Lamia pour son aide.

Nous remercions tous nos amis en particulier les étudiants de Master II Biochimie appliquée.

Enfin, nous remercions tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je Dédie ce mémoire

A ma promotrice madame Mimouni Yamina

A ma famille, mes Grand-père et Grand-mère,

mes parents,

mes frères,

A mes sœurs

et a tous ceux qui m'ont aidé a la réalisation de

ce mémoire.

Et finalement à mon binôme Leila

promotion 2020-2021

Boulifa Rahma Anfal.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail:

A mes très chère parent

Pour leur encouragement

A ma famille

a tous mes amies

aux étudiant de la promotion

2020-2021

*A tous ceux qui m'ont aidé à la réalisation de ce
mémoire*

Et finalement à mon binôme Rahma Anfal

Djoughri Leila .

Liste des abréviations

Numéro	Abréviation	Nom
01	AA	Activité antioxydante
02	Abs	Absorbance
03	AlCl ₃	Chlorure d'aluminium
04	ATM	Aztréonam
05	ATP _{ase}	Adénosine triphosphate enzyme
06	CCM	Chromatographie sur couche mince
07	C°	Degré Celsius
08	CCD	Condensation par Chauffage Direct
09	CEV	Condensation par Évaporation a bain marie
10	Cm	Centimètre
11	CPT	Composé Phénolique Total
12	CTX	Cefotaxine
13	CTP ₃₀	Citalopram
14	C30	Chloramphénicol
15	DMSO	Diméthyle Soulfoxyde
16	DPPH	1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl
17	Dcd	Distance entre centre de tache et depote

18	Dfd	Distance entre front et dépote
19	<i>E. coli</i>	<i>Escherichia coli</i>
20	F.A.O	Food and Agriculture Organisation
21	FeCl ₃	Chlorure ferrique
22	g	gramme
23	GAE	Equivalent d'acide gallique
24	Ha65	Hamraya 65 °C
25	Ha105	Hamraya105 °C
26	HCl	Acide Chlorhydrique
27	H ₂ SO ₄	Acide sulfurique concentré .
28	IC50	Inhibitory concentration 50%.
29	K ⁺	Potassium
30	KOH	Hydroxyde de potassium
31	Li65	Litime 65 °C
32	Li105	Litime 105
33	M	Masse
34	Me OH	Méthanol
35	ml	millilitre
36	Mm	millimètre
37	MS	Matière Sèche
38	n°	numéro
39	Na	Sodium
40	NaOH	Hydroxyde de Sodium
41	NH ₄ OH	L'ammoniaqué (hydroxyde d'ammonium)

42	Nm	nanomètre
43	P	Poids
44	PRL ₃₀	Pipéracilline
45	R	Rendement
46	RD	Rifampicin
47	Rf	Rapport frontal
48	<i>S. aureus</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
49	TSS	Taux Solide Soluble
50	μl	microlitre
51	UV	Ultrat violet
52	V	Volume

Liste de figures

Numéro	Titre	Page
01	Cultivar Hamraya , A : Palmier ; B : Dattes	05
02	Cultivar Litima , A : Palmier ; B : Dattes	06
03	Procédé expérimental adopté dans la présente étude	09
04	Structure du DPPH avant et après la réaction avec un antioxydant	17
05	Sirop de datte variété ; (a) Litime 105 °C , (b) Hamraya	22
06	Degré Brix des sirops de dattes obtenus à deux températures	23
07	Rendement moyen en sirop de dattes des cultivars étudiés par CEV et CCD	24
08	Rendement en sirop de dattes des cultivars étudiés par CEV et CCD	24
09	Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par chlorure d'aluminium 5%)	34
10	Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par trichlorur d'aluminium AlCl ₃ , (5%) suivie par révélation sous un lompe UV)	34
11	Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes(Révélation par chlorure de fer 10%)	36
12	Activité Antioxydante des sirops de dattes estimée .mg équivalent de l'acide ascorbique /100 de sirop de dattes étudiés	39
13	Activité anti-radicalaire de l'acide ascorbique	41
14	Activité anti-radicalaire des sirops de dattes	41

Liste de tableaux

Numéro	Titre	Page
01	Screening photochimique des sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime	25
02	CCM des sirops de dattes des cultivars étudiés (Révélation avec le trichlorure d'aluminium (5%); Phase mobile n-butanol/Acide acétique/Eau (6/1.5/2.5).	32
03	CCM des sirops de dattes des cultivars étudiés (Révélation avec le chlorure de fer 10%); Phase mobile n-butanol/Acide acétique/Eau (6/1.5/2.5).	35
04	Teneur en composés phytochimiques des sirops de dattes	36
05	Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Ha 65	42
06	Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Ha 105	43
07	Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Li 65	43
08	Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Li 105	44
09	Diamètres des zones d'inhibition des antibiotiques (Antibiogramme)	46

Liste des annexes

Numéro	Titre
01	Caractéristique générale et morphologique de fruit ,graine, Spadice et palme de deux cultivar de datte Hamraya et Litime
02	Préparation d'échantillon
03	Détermination du taux solide soluble (TSS ou°Brix)
04	Analyse qualitative des sirops de dattes
05	Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (CCM)
06	Analyses quantitatives des sirops de dattes
07	Activité biologique des sirops de dattes
08	Dosage des compose phénolique
09	Activité antimicrobienne de sirop de datte

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste de figures	
Liste de tableaux	
Liste des annexes	
Sommaire	
Introduction	01

Partie II- matériel et méthodes

2. Matériel et méthodes.....	03
2.1. Matériel	04
2.1.1. Matériel végétal.....	04
2.1.1.1. Hamraya	04
2.1.1.2. Litima.....	05
2.1.1.3. Sirop.....	06
2.1.2. Souches bactériennes	07
2.1.2.1. Définition et classification des souches bactériennes.....	07
2.2. Méthodes.....	11
2.2.1. Préparation des échantillons.....	11
2.2.1.1. Extraction.....	11
2.2.1.2. Concentration de jus de dattes.....	11
2.2.1.3. Détermination du taux solide soluble (TSS ou °Brix)	12
2.2.1.4. Rendement d'extraction.....	12
2.2.2. Analyse qualitative des sirops de dattes.....	12
2.2.2.1. Tests phytochimiques	13
2.2.2.1.1. Test des flavonoïdes	13

2.2.2.1.2. Test des tanins.....	13
2.2.2.1.3. Test des coumarines.....	13
2.2.2.1.4. Test des anthocyanes.....	14
2.2.2.1.5. Test des alcaloïdes.....	14
2.2.2.1.6. Test des terpenoïdes.....	14
2.2.2.1.7. Test des saponosides	14
2.2.2.1.8. Test des anthraquinones.....	14
2.2.2.1.9. Test des glycosides cardiotoniques.....	14
2.2.2.1.10. Test des stéroïdes.....	15
2.2.2.1.11. Test des stérols et terpènes.....	15
2.2.2.1.12. Test des huiles essentielles.....	15
2.2.2.2. Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (CCM)	15
2.2.3. Analyses quantitatives des sirops de dattes	16
2.2.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux (CPT)	16
2.2.3.2. Dosage des flavonoïdes.....	17
2.2.3.3. Dosage des tanins condensés.....	17
2.2.3.4. Activité biologique des sirops de dattes.....	17
2.2.3.4.1. Activité antioxydante.....	18
2.2.3.4.1.1. Test de phosphomolybdate.....	18
2.2.3.4.1.2. Activité anti-radicalaire par le test de DPPH.....	18
2.2.3.4.2. Activité antibactérienne.....	20
2.2.3.4.2.1. Préparation de milieu de culture.....	20
2.2.3.4.2.2. Préparation des extraits.....	20
2.2.3.4.2.3. Préparation de l'inoculum.....	20
2.2.3.4.2.4. Dépôt des disques.....	21

Partie III: résultats et discussion

3.1. Propriétés des sirops de dattes.....	23
3.1.1. Aspect des sirops.....	23
3.1.2. Degré Brix.....	23
3.1.3. Rendement d'extraction.....	24
3.2. Caractérisation qualitative.....	25
3.2.1. Tests phytochimiques.....	25
3.2.2. Caractérisation par chromatographie sur couche mince (CCM).....	33
3.3. Caractérisation quantitative.....	37
3.3.1.1. Teneur en polyphénols.....	38
3.3.1.2. Teneur en flavonoïdes.....	39
3.3.1.3. Teneur en tanins condensés.....	40
3.3.2. Activité antioxydante	40
3.3.3. Evaluation de l'activité anti-radicalaire.....	42
3.3.4. Evaluation de l'activité antibactérienne des sirops de dattes.....	44
Conclusion	50
Références bibliographiques	55
Annexe	

Partie I

Introduction

Introduction générale

L'agriculture oasienne qui est pratiquée intensivement dans un milieu désertique ou fortement marqué par l'aridité, repose sur la culture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), à laquelle sont associées d'autres cultures : maraîchères, arboricoles ou fourragères pour former ce qu'on appelle l'écosystème oasien (Chniti, 2015).

L'Algérie dispose d'un potentiel phoenicicole important avec un millier de cultivars inventoriés, la production dattiers algérienne est appréciable. Elle peut atteindre 516000 tonnes par année (Seddiki, 2019), elle est classée la cinquième au monde dans la production de dattes avec environ 710 000 tonnes occupant une superficie de 170 000 hectares (FAO, 2013) cité par (Belkacemi & Rahmani, 2019).

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est considéré comme l'arbre des régions désertiques du globe connues pour leur climat chaud et sec. En raison de ses vertus alimentaires, écologiques, sociales et économiques, le palmier dattier est l'arbre fruitier le plus apprécié par les populations des oasis (Trichine, 2010). Ces fruits (dattes) sont plus consommés. Ils sont très nombreux, seulement quelques-unes ont une importance commerciale et d'autres sont de faible valeur marchande. Les dattes se différencient par la saveur, la consistance, la forme, la couleur, le poids et les dimensions (Djerbi, 1994 ; Buelguedj, 2001 ; Gheraissa & Hamidani, 2018). Elles constituent une source énergétique très importante (plus de 60% de sucre), en plus, des autres éléments nutritifs essentiels pour le corps humain tel que : les acides aminés, les antioxydants et quelques éléments minéraux. Pour ces raisons les dattes sont très appréciées par la population saharienne. Les dattes généralement riches en fibres, facilitent le transit intestinal et exercent un rôle préventif des cancers colorectaux, des appendicites, de la diverticulose et des varices. Elles ont également un effet hypocholestérolémiant (Albert, 1998 ; Jaccot et Campillo, 2003).

Ce fruit permet de lutter contre l'anémie et les déminéralisations, il est donc recommandé aux femmes allaitantes. Les dattes pilées dans l'eau soignent les hémorroïdes, les constipations et aussi l'ictère (jaunisse). Quant aux diarrhées, elles sont traitées par les dattes vertes tonifiantes. Ou bien on utilise comme un calmant sous forme de sirop très concentré, le robb, cette préparation apaise et endort les enfants. Elle est aussi utilisée pour les maladies nerveuses et dans les affections broncho-pulmonaires. En décoction ou en infusion, les dattes traitent les rhumes. En gargarisme, elles soignent les maux de gorge (Benchelah et Maka, 2008 ; Ben abbas, 2011).

Beaucoup de cultivars de dattiers restent mal exploités, voire marginalisés. Dans le but de contribuer à la sauvegarde du patrimoine phoenicicole (plus de 1000 cultivars) menacé par l'érosion génétique, il est important de trouver de sérieux débouchés à ce fruit (dattes communes), par des essais d'élaboration des nouveaux produits, dont un sirop de dattes par voie technologique. Le sirop de dattes est très recommandé (enfants, convalescents, femmes enceintes...). Il est exceptionnellement utilisé pour sucrer certains plats notamment le couscous, donc il confère des propriétés importantes sur le plan apport nutritif. Sur le plan diététique, ce sirop est élaboré à base de dattes qui renferme des métabolites secondaires dits composés phénoliques. L'analyse qualitative des composés phénoliques de la datte a révélée la présence des acides cinnamiques, des flavones, des flavanones et des flavonols, les polyphénols jouent un rôle important dans le corps : ils ont des effets anti-inflammatoires, antioxydants, abaissent la tension artérielle et renforcent le système immunitaire. Ils constituent un des groupes les plus abondants dans le royaume végétal avec plus de 8000 structures résultant biogénitiquement de deux voies de synthèses principales : la voie shikimate et acétate (Lugasi et *al.*, 2003).

Dans ce contexte, nous sommes proposé d'élaborer des sirops de dattes à base des cultivars de faible valeur marchande (Litima et Hamraya) dans le cadre de contribuer à la valorisation de ce patrimoine phoenicicole d'un part et d'innovation d'un produit diététique d'autre part par une méthode technologique simple, en caractérisant ses composés phytochimiques transférés des fruits dans ils sont issus. La méthode adoptée réside sur la diffusion de solides solubles dans l'eau à deux températures de concentration différentes 65°C (baisse température) et 100°C (haute température).

Dans la présente étude, nous avons traité ce travail dans trois parties principales :

- ✓ La première partie est consacrée sur une introduction générale ;
- ✓ La deuxième partie est basée sur les méthodes d'analyses adoptées ;
- ✓ La troisième partie expose les résultats et discussion.

Partie II

Matériel et méthode

2. Matériel et méthodes

2.1. Matériel

Le matériel utilisé dans cette étude repose sur le matériel végétal et les souches bactériennes.

2.1.1. Matériel végétal

Le choix du cultivar est justifié par leur abondance relative sur le territoire national, leur faible valeur marchande, leur qualité gustative, leur classement parmi les cultivars soumis à l'érosion génétique et leur valeur nutritionnelle (source d'énergie). Pour la présente étude, nous avons recruté deux cultivars plus abondants dans la région de Sud-est d'Algérie. Les dattes de cultivar Litime sont récoltées d'une palmeraie de Hassi ben Abdellah à Ouargla au moins de septembre 2020 au stade de maturation complète. Les dattes de cultivar Hamraya ont été achetées de marché d'El Oued dans la même période.

En général, ces cultivars peuvent être consommés en état ou destinés à la transformation technologique en plusieurs produits : vinaigre, farine, sirop... etc.

2.1.1.1. Hamraya

Nommée comme telle, à cause de sa couleur rouge durant sa maturation. Elles sont fréquentes dans les palmeraies du Sud-est et surtout Oued-souf. Elles sont bien charnues, de couleur noir avec reflets rouges, leur maturation commence en fin Septembre jusqu'à fin Octobre. Elles ont une forte aptitude à la conservation dans certaines conditions de température pour des périodes de 6 à 12 mois. Ce cultivar est classé parmi les cultivars de faible valeur commerciale, elles sont destinées à consommation directe en état (Oulebsir, 2019) (**Fig.1**).

* Nom vernaculaire : Hamraya ou hamraye selon les localités.

* Origine de nom : sa couleur rouge au cours de sa maturation.

* Couleur au stade maturité totale : noire avec reflets rouge vifs.

* Importance et abondance : fréquent dans toutes les palmeraies du Sud-est et plus abondant dans le Bassin de El Oued.

* Date de maturation : fin Septembre à fin Octobre selon terroir.

* Taille moyenne de la datte : 4./1,6 (cm).

* Poids moyen de la datte : 8g.

*Chaire : Dattes charnues conviennent à la fabrication de la pâte de dattes (Belguedj, 2002) cité par El barnaoui 2014.



A : Palmier de cultivar Hamraya



B ; Dattes de cultivar Hamraya

Fig 01 : Cultivar Hamraya , A : Palmier ; B : Dattes

2.1.1.2. Litima

Les dattes de cultivar Litime sont très fréquentes dans les palmeraies du Sud-est d'Algérie. Elles ont une texture très fibreuse et mielleuse, leur chair (mésocarpe) est charnue ce qui la rend molle, elles sont très parfumées et d'excellent goût, leur maturation commence à la fin d'Aout jusqu'à mai-octobre. Elles ont une bonne aptitude à être conservées sous forme entassée. Elles sont très appréciées par la population locale et leur commercialisation est faible (Oulebsir, 2019) (Fig. 2).

* Nom vernaculaire : Itima (orpheline), Litim

* Importance et abondance : moyennement fréquente dans les palmeraies du Sud-est d' Algérie et notamment dans les Ziban.

* Date de maturation : fin Aout à mi- Octobre.

* Forme: cylindrique, légèrement bombée.

*Taille moyenne de la dattes : L = 3.6 cm ; l = 2.2 cm.

* Poids moyen la dattes : 11g.

* Poids moyen de la pulpe: 8.6g.

* rapport (pulpe/dattes): 0.78.

* Poids moyen du noyau: 0.9g.

* Rapport (poids noyau/ poids datte) : 0 081 (Belguedj, 2002) cité par El barnaoui O.2014



A : Palmier du cultivar Litima



B ; Dattes du cultivar Litima

Fig 02 : Cultivar Litima , A : Palmier ; B : Dattes

2.1.1.3. Sirop

Le sirop de dattes est un produit de haute valeur nutritionnelle, il est riche en constituants des dattes tel que les glucides, les sels minéraux, les vitamines...etc. Le sirop de dattes est un produit sucré, brun épais - foncé de couleur marron extrait à partir des dattes, son goût est plus doux que celui du sirop de saccharose. Il a une bonne saveur (Alanazi, 2010) in (Gheraissa et Hamidani, 2018).

Il peut élaborer par plusieurs méthodes à savoir : procédé par pressurage, ce procédé est basé sur le principe de tassement. Cette opération représente un moyen de conservation des dattes molles, a pour avantage de récupérer un liquide sirupeux. Ce sous- produit présente l'aspect du miel d'abeilles. Il se caractérise par l'absence de trouble et ne nécessite donc pas de clarification chimique ou enzymatique. Le tassement des dattes s'effectue généralement dans des sacs en toile (Btana). Le principal inconvénient de cette technique est son faible rendement, variant de 10 à 15% du poids des dattes. Cependant, la présente étude repose la méthode d'extraction par diffusion.

2.1.2. Souches bactériennes

Dans le but d'évaluer l'activité antibactérienne des différents sirops de dattes issus des cultivars hamraya et Litime, nous avons ramené quatre 04 souches bactériennes (*Staphylococcus*

aureus , *Echerichia Coli*, *Pasturella sp*, *Psodomonas*) de laboratoire central de l'hôpital Mohamed Boudiaf Ouargla. Ces souches sont préservées dans des boîtes pétri dans milieu solide (Muller Hinten) à la température 4 °C.

2.1.2.1. Définition et classification des souches bactériennes

- ***Escherichia coli*** : est un bacille à Gram négatif aérobie-anaérobie facultatif qui colonisent le tube digestif de l'homme et des animaux. la plupart des *E. coli* sont des commensaux du tube digestif qui nous protègent de l'implantation de bactéries pathogènes (flore de barrière), certaines souches (pathogènes) sont capables de provoquer chez l'hôte des infections que l'on classe en deux catégories : infections intestinales (diarrhées) et infections extra-intestinales (infections urinaires, bactériémies, méningites néonatales). Cette diversité des interactions avec l'hôte est liée à des différences génétiques (**Bidet et Bonacorsi 2009**).

-Famille : *Enterobacteriaceae* (entérobactéries)

- Genres : *Escherichia*,

- Espèces : *Escherichia coli*

- ***Pasteurella spp*** : Les Pasteurelles (genre *Pasteurella*) sont des petits bacilles Gram négatif ,les Pasteurelles sont bien isolées chez l'animal que chez l'Homme, commensales ou pathogènes opportunistes, elles sont également responsables d'infections graves.

Ce sont des bactéries commensales des muqueuses du tractus respiratoire supérieur et du tube digestif des mammifères et des oiseaux, ils sont responsables de zoonoses (maladies causées par des agents pathogènes associés aux animaux) (**Carbonnelle, 2009**)

-Famille : *Pasteurellaceae*.

- Genres : *Pasteurella*.

- Espèces: *Pasteurella spp* .

- ***Pseudomonas aeruginosa*** : Bactérie pathogène majeure de l'Homme à Gram négatif (couleur vert de gris) Bacille pyocyanique a été découvert par Gessard en 1882, l'agent du "pus bleu" est à l'origine de la surinfection de plaies chez les soldats. (**Jeannot et Guillard 2009**).

-Famille : *Pseudomonadaceae*

-Genre : *Pseudomonas*

-Espece : du groupe *aeruginosa*

- ***Staphylococcus aureus***: c'est une Cocci à Gram positif en amas, le site de colonisation préférentiel de *S. aureus* chez l'homme est la muqueuse nasale 20 à 30% des adultes sont porteurs de *S. aureus* au niveau des fosses antérieures du nez 20% le sont également au niveau digestif et entre 8 et 15% au niveau vaginal. A partir des sites de portage, *S. aureus* colonise les territoires cutanés, en particulier les zones humides (aisselles, périnée) et les mains. *S. aureus* possède de nombreux facteurs de virulence : des protéines de surface ; des cytotoxines ; des enzymes ; des super antigènes. Les protéines de surface sont principalement synthétisées pendant la phase exponentielle de croissance alors que les exo protéines sont synthétisées pendant la phase stationnaire (**Tristan et Rasigade 2009.**)

Phylum : Firmicutes.

Famille : *Staphylococcaceae*.

Genre : *Staphylococcus* .

Espece: *Staphylococcus aureus*.

Les méthodes adoptées dans la présente étude sont résumées dans la procédure expérimentale ci-dessous fig 03:

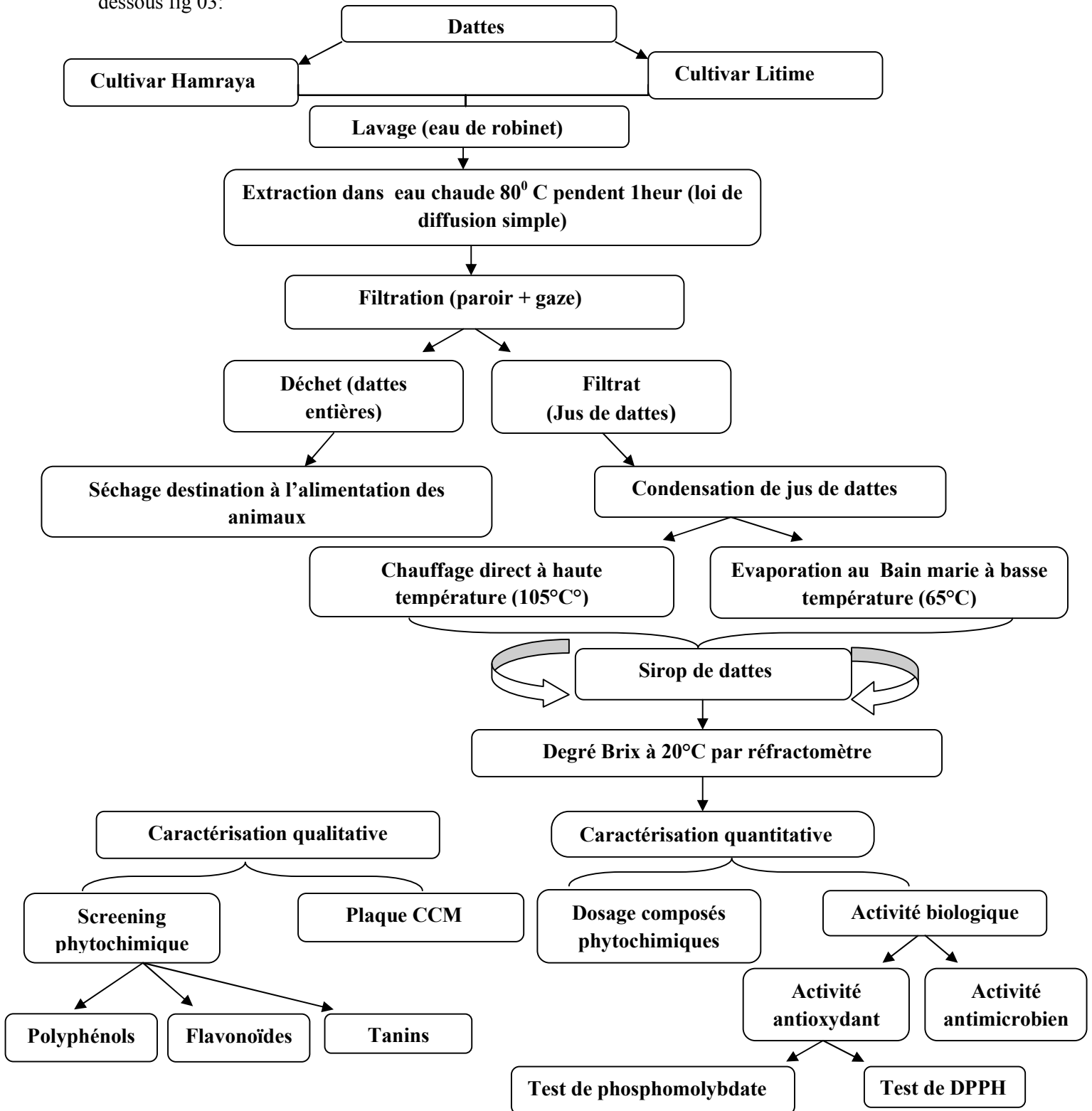


Fig 03 : Procédé expérimental adopté dans la présente étude

2.2. Méthodes**2.2.1. Préparation des échantillons**

Pour avoir un produit de bonne qualité, il est important de partir d'une matière première de bonne qualité. Le lavage des dattes permet d'éliminer les particules et éventuellement et les restes de pesticides. Il est effectué par de l'eau .

2.2.1.1. Extraction

La méthode d'extraction adoptée dans cette présente étude est basée sur lois de diffusion simple. Cette méthode autorise le passage par transport passif, des matières solides solubles des cellules végétales des dattes vers la solution (de eau chaude ou jus) à travers de la membrane cellulosique.

L'extraction se fait à chaud, à 80 °C par l'addition de trois (3) volumes d'eau distillée à raison un poids de dattes (p/v)

(1Kg de chaque cultivar de datte (cultivar Litime et de Hamraya) est introduit dans 3300 ml d'eau distillée). Le mélange est placé sous une chaudière à feu doux durant 1heure. Après filtration, on sépare les dattes de filtrat à l'aide d'un gaze superpose une passoire. Un volume de 4300 ml de couleur claire d'extrait est obtenu. Ensuite, les dattes séparées ont été soumis à une deuxième extraction (double extraction ou poussée), à raison : un poids de dattes dans deux (2) volumes d'eau distillée. Cette étape est effectuée pour aspirer le maximum des solides solubles.

2.2.1.2. Concentration de jus de dattes

Il est très important de prémunir le jus obtenu, de toute altération (réactions de Maillard, brunissement enzymatique, fermentation...etc.). Habituellement, par l'évaporation, on élimine environ 50 à 65% d'humidité contenue dans le jus. Dans ce cas, on n'observe pas de grandes variations dans la composition du jus puisque l'eau liée n'est pas éliminée. La concentration du jus, s'effectue par évaporation de l'eau libre, à 65 °C au bain marié et par chauffage direct à 105°C. L'évaporation a pour but d'obtenir un sirop saturé avec un degré Brix compris entre 72 - 75 °Brix.

2.2.1. 3. Détermination du taux solide soluble (TSS ou°Brix)

Le taux de solides solubles (T.S.S%) exprimé également en degré Brix, est déterminé à l'aide du réfractomètre d'Abbé (Annexes), thermostaté. L'indice de réfraction de l'eau par rapport à l'air est égale à 1,33 à la température de 20°C. Si l'on dissout une substance dans l'eau, l'indice de réfraction augmente. Il varie dans le même sens que la concentration de la substance dissoute (Audigie et *al*, 1984). Cette méthode est rapide et donne de bons résultats pour les solutions de concentration élevée. Le Brix (%) exprime le pourcentage de la concentration des solides solubles contenus. Le contenu des solides solubles représente le total de tous les solides dissous dans l'eau, incluant les sucres, alcools, sels, protéines, acides, etc. la mesure lue est leur somme totale. Le Brix (%) est calibré en fonction du nombre de grammes de sucre de canne contenus dans une solution de 100 grammes. Donc, lors de la mesure d'une solution de sucre, le Brix (%) devrait parfaitement correspondre à la concentration réelle. Dans le cas des solutions contenant d'autres composants, en particulier lorsqu'il s'agit de connaître la concentration exacte, une table de conversion est nécessaire. La mesure effectuée à la température de 20°C, de l'indice de réfraction de l'échantillon préparé, et conversion de cet indice en résidus secs solubles (Djoudi. 2013).

2.2.1.4. Rendement d'extraction

Le rendement d'extraction c'est la masse de sirop obtenu après l'évaporation du solvant. Il est exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale des dattes soumises à l'extraction. Le rendement d'extraction est calculé par la formule suivante:

$$R (\%) = \frac{M \text{ extrait}}{M \text{ échantillon}} \times 100$$

M extrait : la masse finale du sirop.

M échantillon : la masse initiale de dattes

2.2.2. Analyse qualitative des sirops de dattes

L'analyse qualitative permet de mettre en évidence la présence de quelques composés chimiques transférés des dattes. L'analyse est réalisée par des tests phytochimiques des réactions colorées (Screening phytochimique) et la chromatographie sur couche mince (CCM).

Le screening phytochimique est le moyen indispensable pour mettre en évidence la présence des groupes de familles chimiques présentes dans un échantillon donné.

Donc, l'analyse qualitative des groupe phytochimiques telle que les alcaloïdes, les polyphénols (flavonoïdes, anthocyanes, tannins), les saponines, stéroïdes, les coumarines, les stérols, les terpènes, les hétérosides cardiotoniques, les huiles essentielles, les sucres réducteurs (oses-holosides et mucilages) est réalisée par ces tests (Laouini, 2014).

2.2.2.1. Tests phytochimiques

Le principe de ces tests est basé soit sur la formation des complexes insolubles en utilisant les réactions des précipitations, soit sur la formation de complexes colorés en utilisant des réactions de coloration (conjugaison ou instauration dans une molécule).

2.2.2.1.1. Test des flavonoïdes

Ce test est révélé par la préparation d'un 1ml de sirop de dattes dilue 1:5 avec 1ml de chlorure d'aluminium à 1% ($AlCl_3$). L'apparition d'une couleur jaune, indique la présence des flavonoïdes (flavonols, flavones et chalcones) (Khan *et al.*, 2011). En outre, ce test est révélé par l'addition d'un 1ml d'hydroxyde de potassium (KOH) avec 1ml d'extrait. La coloration jaune foncée indique la présence des flavonoïdes (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.2. Test des tanins

Ce test est mis en évidence par l'introduction d'un 1 ml de sirop dilué 1:5 et quelques gouttes (1 à 2) de solution de chlorure ferrique $FeCl_3$ (1%). Après agitation, l'apparition d'un couleur bleu-noirâtre indique la présence de tanins galliques ou bleu-vert indique la présence de tanins catéchiqes (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.3. Test des coumarines

La révélation des coumarines est mise en évidence à partir d'un mélange de 1ml de sirop dilué 1:5 et de 1ml NaOH à 10%. La formation d'une couche jaune indique la présence des coumarines(Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.4. Test des anthocyanes

L'identification des anthocyanes est possible d'après l'addition d'acide sulfurique à 10% (H₂SO₄) au sirop dilué 1:5. Après agitation, le mélange est ajouté à 1 ml de l'ammoniaque (NH₄OH) à 10%. La présence d'anthocyanes est affirmée par une coloration bleue (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.5. Test des alcaloïdes

Ce test est révélé d'après l'addition de 1ml de sirop dilué 1:5 et 1ml d'acide chlorhydrique (HCl 2N). Après agitation, le mélange est traité par le réactif de Wagner (un mélange de Iodure de potassium-2g et iode 1.27g dans 100 ml de eau distillée). L'apparition d'un précipité blanc jaune indique la présence d'alcaloïdes(KHAN *et al.*, 2011).

2.2.2.1.6. Test des terpenoïdes

La réaction est mise en évidence à partir un mélange de 1ml de sirop dilué 1 : 5 et le chloroforme (CHCl₃) et d'acide sulfurique concentré (H₂SO₄). L'apparition d'une couche de couleur brun-rougeâtre à l'interphase indique la présence des terpenoïdes (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.7. Test des saponosides

Les saponosides sont recherchés par la préparation d'un mélange de 1ml de sirop dilué 1 : 5 et 1ml d'eau distillée. L'apparition d'une mousse persistante supérieure à 1 cm après agitation pendant 15 secondes indique la présence de saponosides (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.8. Test des anthraquinones

La réaction est révélée à partir d'un mélange de 1ml de sirop dilué 1 : 5 et 1ml de l'ammoniaque (NH₄OH) à 10%. L'apparition d'une couleur rose ou violet indique la présence des anthraquinones (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.9. Test des glycosides cardiotoniques

Les glycosides cardiotoniques sont recherchés à partir d'un mélange de 1ml de chloroforme et de 1ml de sirop dilué 1 : 5. La formation d'une couche rougeâtre foncée après l'addition de 1ml de l'acide sulfurique concentré (H₂SO₄) avec précaution (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.10. Test des stéroïdes

Ce test est révélé à partir d'un mélange de 5 ml de l'acide acétique anhydride, 5 ml de sirop dilué 1 : 5 et 0,5 ml l'acide sulfurique concentré (H₂SO₄). Le changement de la couleur au violet qui vire au bleu puis au vert indique la présence des stéroïdes (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.11. Test des stérols et terpènes

Les stérols et les terpènes ont été révélés par un mélange 1ml d'acide acétique anhydride, 1ml de sirop dilué 1 : 5 et 1ml de chloroforme. Après l'addition de 1ml de l'acide sulfurique concentré (H₂SO₄) au mélange, la formation d'un anneau rouge-brunâtre indique la présence des stérols ou rose (violette) indique la présence des terpènes ou des triterpènes (Khan *et al.*, 2011).

2.2.2.1.12. Test des huiles essentielles

Ce test a été réalisé par un mélange de 1ml de sirop dilué 1 : 5, 1ml d'hydroxyde de sodium (10%) (Na OH) et de quelques gouttes de l'acide chlorhydrique (HCl 10%). La formation d'un précipité blanc indique la présence des huiles essentielles.

2.2.2.2. Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (CCM)

La technique de chromatographie sur couche mince est un moyen de caractériser le contenu en métabolites secondaires des sirops de dattes. Elle complète les tests phytochimiques.

La chromatographie sur couche mince (CCM) repose principalement sur des phénomènes d'adsorption, la phase mobile est un solvant ou un mélange de solvants, qui progresse le long d'une phase stationnaire fixée sur une plaque de verre ou sur une feuille semi-rigide de matière plastique ou d'aluminium. Après que l'échantillon ait été déposé sur la phase stationnaire, les substances migrent à une vitesse qui dépend de leur nature et de celle du solvant. En CCM, les adsorbants les plus employés sont le gel de silice, l'alumine et la cellulose. L'éluant peut être composé d'un solvant unique ou d'un mélange de solvants. Les solvants sont caractérisés par leur différence de polarité et leur non miscibilité (Saadi, 2018).

Pour la présente étude, nous avons réalisé cette analyse sur les plaques de gel de silice (60 F254, support en aluminium, 20× 20, Merck).

La phase mobile est constituée par le système de solvants suivant : 6 ml de Butanol, 1.5 ml de l'acide acétique et 2.5 ml d'eau distillée (6 /1.5/2.5). Trois révélateurs ont été utilisés à savoir :

Chlorure d'aluminium (5%) dans Ethanol, lompe UV à 254 nm et une solution de Chlorure de fer (10%) dissous dans éthanol (Saci et Tliba, 2019).

A l'aide d'une micropipette ou d'un tube capillaire, on dépose une goutte d'échantillon de sirop dilué 1/20 et les témoins sur la plaque de silice, les gouttes sont séparées entre elles d'environ 2 cm. Le solvant qui aura entraîné le soluté à une distance proche de la moitié de la plaque de 1cm au dessus de le fond de cuve c'est le linge de dépote de la plaque (Saadi, 2018). Les plaques sont introduites dans la cuve préalablement saturée par la vapeur de système de solvant. Après migration du solvant, les plaques sont séchées a l aide d un plaque chauffante (Mendham *et al.*, 2006). Les chromatogrammes sont révélés par un lompe UV avec ou sans révélations.

Le rapport frontal ou rétention frontale (Rf) de chaque composé est défini par le rapport :

$R_f = D_{cd} / D_{fd}$, sa valeur entre 0 et 1.

Dcd : Distance entre Centre de tache et le linge de Dépote (distance parcourue par la tache).

Dfd : Distance entre Front du solvant et le linge de Dépote (distance parcourue par le solvant).

2.2.3. Analyses quantitatives des sirops de dattes

L'analyse quantitative consiste le dosage des composés phénoliques, les flavonoïdes, les tanins condensés par la méthode spectrale (colorimétrique).

2.2.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux (CPT)

Ce dosage est réalisé en présence de réactif Folin-Ciocalteu. Ce réactif est un mélange de complexes des acides phosphotungstène ($H_3PW_{12}O_{40}$) et phosphomolybdène ($H_3PMo_{12}O_{40}$) de couleur jaune. Le principe de cette méthode est basé sur l'oxydation des composés phénoliques par ce réactif, elle entraîne la formation d'un nouveau complexe molybdène-tungstène de couleur bleu qui absorbe à 760 nm, à l'aide de spectrophotomètre UV-visible modèle UVmini-1240 La concentration en composés phénoliques est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage de l'acide gallique et exprimée en milligramme d'équivalent de l'acide gallique /100g de sirop de dattes (Laouini, 2014)(Annexe).

Un volume de 100 µl de sirop de dattes dilué est ajouté à 500 µl du réactif de Folin-Ciocalteu dilué 10 fois (1:10) et 2 ml de la solution da carbonate de sodium (20%). Après

incubation à l'obscurité pendant 30 minutes, l'absorbance est mesurée à 760 nm à l'aide du spectrophotomètre UV-visible.

2.2.3.2. Dosage des flavonoïdes

La méthode colorimétrique utilisée pour l'estimation la concentration en de flavonoïdes des sirops de dattes est celle décrite par Lamaison et Carnat, (1991). La coloration jaunâtre observée est due à la formation d'un complexe entre le chlorure d'aluminium et les atomes d'oxygène présent sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes (Lagnika, 2005 ; Gourchala, 2015).

Un (1) ml de sirop dilué est ajouté à 1 ml de la solution de trichlorure d'aluminium à 2%. Après 10 minutes d'incubation, l'absorbance est lue à 410 nm (Ouchemoukh *et al.*, 2012). La concentration en flavonoïdes est déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage de la rutine. Les résultats sont exprimés en milligramme d'équivalent de la rutine/100g de sirop dattes)(Annexe)..

2.2.3.3. Dosage des tanins condensés

Le dosage des tanins condensés est réalisé par la méthode de butanol-HCl. La méthode est basée sur la transformation des proanthocyanidines en anthocyanidines par la rupture des liaisons interflavoniques en milieu acide (HCl) suivie d'une oxydation en présence de Fe^{+3} (Collin et Crouzet, 2011).

Le dosage des tanins est réalisé par l'incorporation de 0,5 ml de sirop de dattes dans 3 ml de la solution de butanol-HCl (95:5) (V/V) et 0,1 ml de la solution de sulfate de fer à 2%, le mélange est incubé à 90 °C pendant une heure.

L'absorbance est lue à 530 nm. Les concentrations sont déterminées par référence d'une courbe d'étalonnage de la catéchine et sont exprimées en milligramme d'équivalent de catéchine /100g de sirop de dattes)(Annexe).

2.2. 3.4. Activité biologique des sirops de dattes

L'activité biologique des sirops de dattes se manifeste par l'étude de leur activité antioxydant et leur activité antibactérienne.

2.2.3.4.1. Activité antioxydante

L'activité antioxydante des sirops de dattes est testée par le test de phosphomolybdate et le test DPPH.

2.2.3.4.1.1. Test de phosphomolybdate

Le test de l'acide phosphomolybdique permet d'évaluer l'activité antioxydante totale des sirops de dattes. Le test repose sur la réduction de phosphate-Mo (VI) en phosphate-Mo (V) par les antioxydants et la formation d'un complexe de phosphate/Mo (V) de couleur vert bleuâtre à pH acide (Phatak et Hendre, 2014).

Un volume de 4 ml de réactif de phosphomolybdate est composé d'un mélange d'acide sulfurique (0,6 M), de phosphate de sodium (de concentration de 6.10 g/ml préparation de 1g/100ml) et de molybdate d'ammonium (C= 8.59g/ml, préparation de 1g/100ml)) sont ajoutés à 400µl de sirops de dattes a différent concentration (dilution de 1/100, 1/200, 1/300, 1/400, 1/500, 1/600mg/ml). Après l'incubation dans un bain marie à 90 °C pendant 60 minutes, l'absorbance est mesurée à 695 nm. L'acide ascorbique est utilisé comme étalon et les résultats sont exprimés en milligramme d'équivalent d'acide ascorbique par 100g de sirop de dattes (Annexe).

2.2.3.4.1.2. Activité anti-radicalaire par le test de DPPH

L'activité antioxydante in vitro a été évaluée par la mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH (1,1- Diphenyl-2-picrylhydrazyl) selon la méthode décrite par Burits et Bucar (Burits et Bucar, 2000). Le test est basé sur la réduction du radical violet (picrylhydrazyl) par les antioxydants, en hydrazine (picrylhydrazine) de couleur jaune pâle. Le changement de la couleur indique l'activité anti-radicalaire (l'activité de piégeage du radical libre de l'échantillon) (Fig 04).

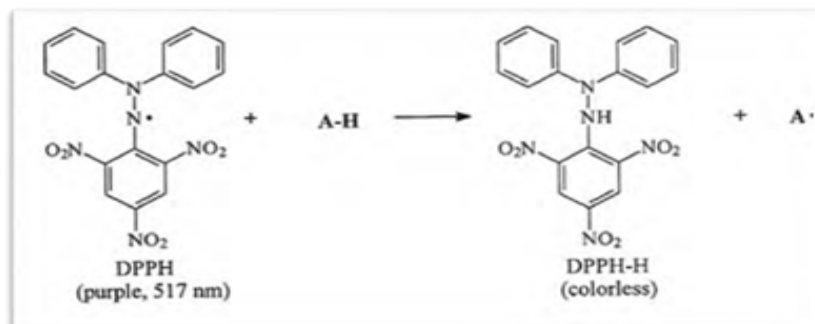


Fig 04: Structure du DPPH avant et après la réaction avec un antioxydant

Le DPPH est un radical libre stable qui agit en se combinant avec d'autres radicaux libres. Ces radicaux libres utilisés pour étudier la relation structure-activité des composés phénoliques. Le radical possède un électron libre sur un atome du pont d'azote. La délocalisation de cet électron se traduit par la coloration bleue-violette caractéristique du réactif, cette délocalisation permet également au DPPH de rester sous forme de monomères et d'être stable à température ambiante (Guillouty, 2016).

Le DPPH réagit avec un antioxydant, un atome d'hydrogène vient se fixer sur le radical, ce qui entraîne une perte de couleur, ce qui permet le suivi de l'efficacité d'un antioxydant par spectrophotométrie (Guillouty, 2016).

Il existe deux mécanismes de piégeage des radicaux libres : la libération de l'atome d'hydrogène du groupement hydroxyle (cinétique rapide de certains acides et dérivés phénoliques) et la libération d'un électron (cinétique lente des dérivés glycosylés et des anthocyanes) (Guillouty, 2016).

L'évaluation de l'activité antioxydante exprimée ensuite par la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire 50% de DPPH (IC50). C'est, les mesures de la cinétique de la réduction du radical DPPH (diminution de l'absorbance DPPH) permettent d'évaluer la vitesse de transfert de l'hydrogène de l'antioxydant vers le radical DPPH et de le neutraliser (Brand- (Guillouty, 2016). La capacité antioxydant est rapportée par rapport à un antioxydant de référence comme l'acide ascorbique. Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition en utilisant la formule suivant : $IC50\% = [Abs\ contrôle - Abs\ échantillon / Abs\ contrôle] \times 100$.

Cent (100) µl de l'extrait à différentes concentrations (de 0.05, 0.04, 0.03, 0.02, 5×10^{-3} , 2×10^{-3} mg/ml) avec 3.9 ml de solution DPPH méthanolique (2,5mg /100ml de méthanol).

Le mélange est incubé à l'obscurité pendant 30 minutes et l'absorbance est lue à 517 nm) (Annexe).

Abs contrôle : L'absorbance de contrôle (la solution de DPPH méthanolique testé en absence d'extrait étudié : 3.9ml de solution DPPH dans 2ml d'eau distillée).

Abs échantillon : L'absorbance de l'échantillon (sirop de dattes de cultivar hamraya et litime ou de l'acide ascorbique à différentes concentrations avec le réactif de DPPH méthanolique).

IC₅₀ : est défini comme la concentration d'antioxydant requise pour diminuer la concentration initiale de 50%, il est lié à la capacité antioxydant.

Donc, plus la capacité antioxydant est faible plus le IC₅₀ est grande et l'inverse plus la capacité antioxydant est élevée le rapport IC₅₀ est petite.

2.2 3.4.2. Activité antibactérienne

L'activité antibactérienne des sirops de dattes a été déterminée selon la méthode décrite par Baydar *et al.*, (2004). Les souches sont distribuées dans un bouillon nutritif pour des utilisations ultérieures (de 18 h à 24 h après repiquage).

2.2 3.4.2.1. Préparation de milieu de culture

Le bouillon nutritif est un milieu à usage général, il est utilisé pour la culture d'une grande variété de microorganismes dont les besoins nutritionnels sont inexistant. La peptone et l'extrait de levure fournissent des composés azotés, le complexe de vitamine B, des acides aminés et d'autres nutriments essentiels à la croissance. Le chlorure de sodium est utilisé pour maintenir l'équilibre osmotique et le glucose est la source de glucides fermentables du milieu.

Le milieu de culture utilisé est Müller Hinton. Il est fondu dans un bain marie à 95 °C puis coulé dans des boîtes de pétri de 90 mm de diamètre à raison de 15 ml par boîte.

2.2 3.4.2.2. Préparation des extraits

Les sirops de dattes sont dissous dans le diméthyle sulfoxyde (DMSO) de concentration de 1 mg/ml (solution mère). Des dilutions des extraits sont préparées pour obtenir des concentrations de 0.05, 0.062, 0.125, 0.25, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 et 0.5 mg/ml à partir de la solution mère de DMSO (Ghedadba *et al.*, 2015).

2.2 3.4.2.3. Préparation de l'inoculum

Deux à trois colonies pures et bien isolées de chacune des souches bactériennes à tester sont prélevées à partir d'une culture jeune à 24 heures sur une gélose nutritive et déposées dans 5 ml d'eau physiologique stérile. L'ensemencement se fait par inondation de façon à couvrir la surface gélosée. Les boîtes ensemencées sont séchées à 35 °C pendant 15 minutes (Daas Amour *et al.*, 2014).

2.2.3.4.2.4. Dépôt des disques

Des disques de papier Wattman n° 3 de 6 mm de diamètre sont imprégnés des extraits à tester avec différentes concentrations puis déposés à la surface de gélose inoculée, à l'aide d'une pince stérile. Des disques imprégnés de DMSO (témoins négatif) et d'antibiotiques (témoins positif) sont déposés à la surface de la gélose inoculée. Les boîtes de pétri sont incubées à 37 °C pendant 24 heures. Les zones d'inhibition sont mesurées à l'aide d'un pied à coulisse. Un extrait est considéré actif si le diamètre de la zone d'inhibition est supérieur à 6 mm (Daas amiour *et al.*, 2014).

Partie III

Résultats et discussion

3.1. Propriétés des sirops de dattes

3.1.1. Aspect des sirops

Les sirops de dattes faisant objet de la présente étude, sont obtenus par la méthode d'extraction par diffusion. Ils présentent une couleur ambrée plus au moins foncée à savoir : le sirop issu de cultivar Litime est de couleur jaune, alors que celui issu de cultivar Hamraya est de couleur rouge foncée. Ces sirops sont limpides. (Fig.05).



Fig 05 : Sirop de dattes cultivar ; (a) Litime , (b) Hamraya

3.1.2. Degré Brix

Le degré Brix enregistré, après la concentration des filtrats de deux cultivars à 65°C et 105°C sont mentionnés dans le **fig 06**. Globalement, ces valeurs varient entre 72 – 74°Brix. Ces valeurs sont dans la fourchette citée par Mimouni, (2015) (72 – 73°Brix). La concentration de jus, s'effectue par évaporation de l'eau libre, afin de les rendre stables contre les altérations microbiennes.

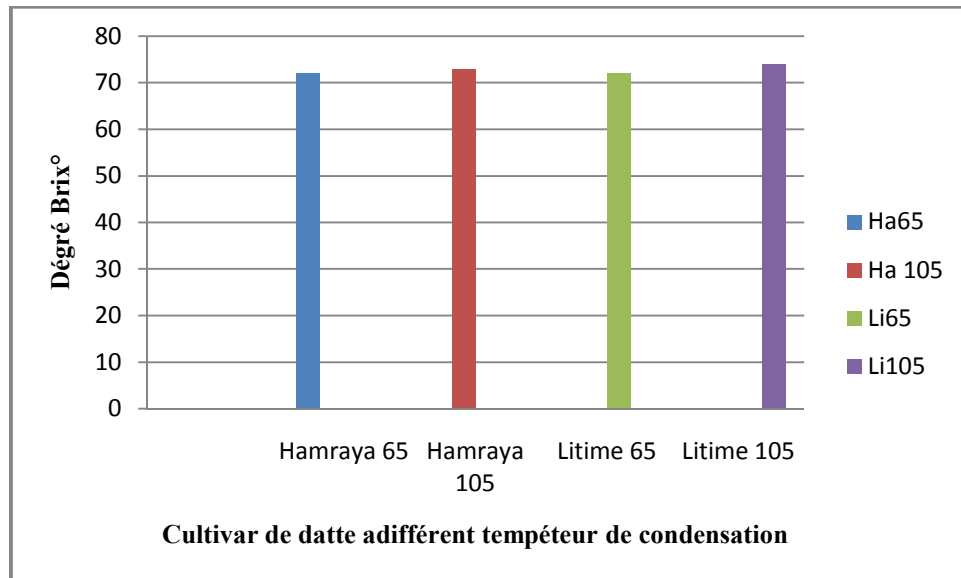


Fig06 : Degré Brix des sirops de dattes obtenus à deux températures.

3.1.3. Rendement d'extraction

La figure 07 montre que la moyenne de rendement en sirops de dattes à deux températures est plus importante pour le cultivar Hamraya (26%) par rapport à celui obtenu avec le cultivar Litime (21.3%).

Le rendement d'extraction des sirops de dattes à deux températures de Concentration, autrement dit par Chauffage Direct (CCD) (105° C) et par Evaporation au bain marie (CEV) (65°C) sont comparable ; à savoir Ha 105, Ha 65 et Li 65 est égale à 12.5% , 13.5% et 12.5% respectivement., sauf celui obtenu par Li 105 (8.5%) paraît légèrement faible par rapport à ceux précédents (Fig. 08). Madani et Seddiki (2019), ont signalé des rendements importants pour les dattes des cultivars molles Ghars et Litime (46 - 66.5%), par rapport à ceux enregistrés pour les dattes des cultivars demi molles Tafézwain et Takarmus (57- 56.31). La classe du cultivar pourrait affecter le rendement en sirop de dattes.

Une double extraction de sirops de dattes par l'eau maintenue à 80 °C, donne un rendement relativement faible par rapport à celui cité par Mimouni, (2015) pour le cultivar Ghars (47.5 %) par une triple extraction. Cependant, ces rendements semblent intéressants que ceux obtenus par mémé auteur président pour le cultivar Degla Beida, qui est égale 18.82%. Le faible rendement en sirops de dattes serait probablement dû à la faible teneur en eau de la datte

s'opposant, voire empêche la diffusion des sucres. Les dattes sèches ou de mi-molles nécessitent un temps assez long pour s'humidifier et permettre aux solides solubles de diffuser dans l'eau.

Les rendements d'extraction du sirop de dattes est en relation directe avec la méthode d'extraction utilisée. Le rendement d'extraction du sirop de dattes par les procédés traditionnels (tassement) oscille entre 10 à 15 % (Siboukeur, 1998).

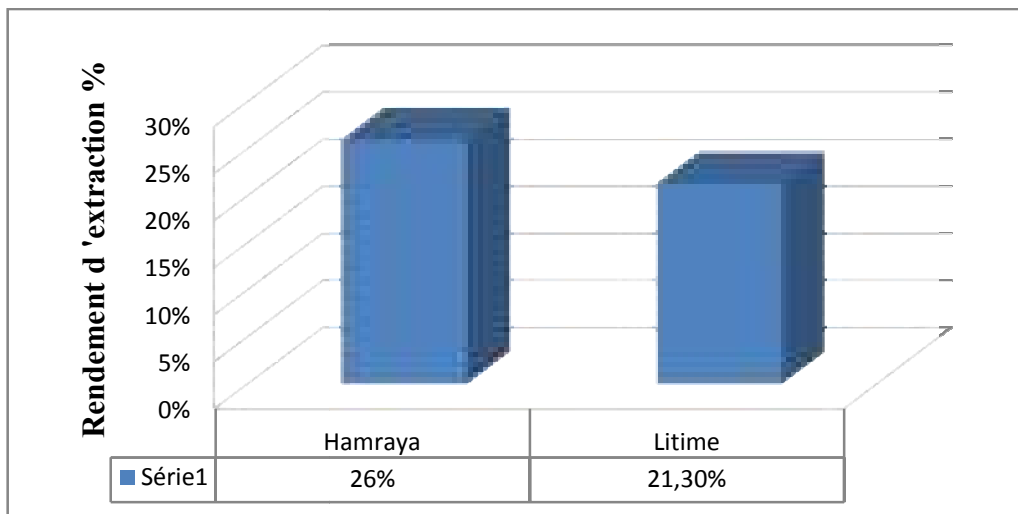


Fig 07 : Rendement moyen en sirop de dattes des cultivars étudiés par CEV et CCD

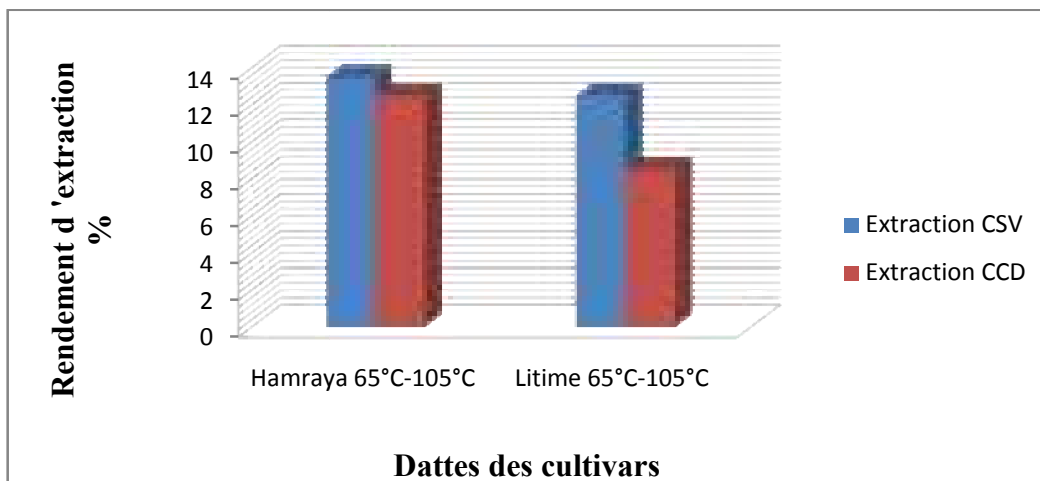


Fig 08 : Rendement en sirop de dattes des cultivars étudiés par CEV et CCD

3.2. Caractérisation qualitative

Les résultats de la caractérisation qualitative sont mentionnés ci-dessous :

3.2.1. Tests phytochimiques

Le tableau 01 signale les résultats des tests phytochimiques. D'après, ce tableau on note la présence des flavonoïdes, des tanins (tanins catéchiques), des coumarines, des alcaloïdes, des anthocyanes, terpénoïdes, des glycosides cardiotoniques, des huile essentielle et l'absence, des stéroïdes, des anthraquinones dans les sirops des cultivars Hamraya et Litima.

Tableau 01 : Screening photochimique des sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime

Sirop de datte	Sirops de dattes cultivar Hamraya		Sirops de dattes cultivar Litime	
	Ha 65°C	Ha 105°C	Li 65°C	Li 105°C
Métabolite secondaire				
Flavonoïdes	+++	+++	+	+
Tanins (tanins catéchiques)	+++	+++	+	+
Alcaloïdes	+	+	+	+
Coumarines	++	++	+	+
Anthocyanes	++	++	+	+
Terpénoïdes	+	+	+	+
Saponosides	+	+	+	+
Glycoside cardiotonique	++	++	+	+
Stéroïdes	-	-	-	-
Anthraquinones	-	-	-	-
Stérols et terpènes	-	-	-	-
Les huile essentielle	+	+	+	+

+ présence ; +++ présence en excès ; - absence

Les flavonoïdes sont signalés dans le cultivar Hamraya et Litime avec une concentration de couleur plus ou moins différente, la couleur jaune dans le sirop de cultivar Hamraya est très importante par rapport à celle observée dans le sirop de cultivar Litime avec le chlorure d'aluminium ($AlCl_3$) (Annexe). Ces résultats se concordent avec ceux cités par Saici et Tliba, (2019) pour les extraits bruts des dattes des cultivars Tamjoughret et Takrmoust, et Sayah, (2018) pour les cultivars Ghars, Degla Nour, Degla Beida.

Les flavonoïdes ont été mis en évidence par Albert Szent-Györgyi. Les flavonoïdes participent à renforcer l'élasticité, l'étanchéité des vaisseaux sanguins, autrement dit assure leur résistance. Ils contribuent également à améliorer l'irrigation et la dilatation des artères et réguleraient ainsi la tension artérielle. Ils participeraient également à lutter contre l'altération des fibres de collagène, indispensable au maintien de la santé cellulaire (Athmena 2009.).

En outre, ils participent dans la réduction de la fragilité et la perméabilité des capillaires. Ils sont des protecteurs contre les différentes affections chroniques (maladies cardiovasculaires, cancers) et sont utilisés dans le traitement de la crise hémorroïdaire ou des jambes lourdes. Les flavonoïdes améliorent aussi l'action de la vitamine C sur l'organisme en augmentant son absorption et en retardant son élimination (Zagane 2011).

La coloration jaune indique la présence des tanins dans les deux sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime, après l'addition de quelques gouttes de chlorure d'aluminium (Annexe). Sayah, (2018) note la présence des tanins dans les extraits des cultivars Ghars, Degla Nour, Degla Beida.

Les tanins constituent un groupe chimique hétérogène, avec des structures moléculaires variables, en général, ils sont subdivisés en deux groupes distincts en fonction du type de l'acide phénolique et du type de liaisons qui déterminent la taille et la réactivité chimique de la molécule, et ce sont les tanins hydrosoluble et les tanins condensé (Khababae et Van Ree, 2001) cité par (Rira, 2006).

Ils constituent plus de 3% du poids de la datte ; l'un des principaux effets de ces derniers intervient lors du processus de maturation par la variation de leur solubilité (texture) : ils passent de la forme soluble (astringente) à la forme insoluble (insipide), résultant probablement de leur combinaison avec les protéines (variation du goût) (Djoudi, 2013)

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

Les tanins condensés : ce sont des polymères flavaniques constitués d'unités flavan-3-ols. Ces molécules vont être liées entre elles par des liaisons C-C (type B) ou C-O (type A) (Desmier, 2016).

L'effet biologique des tanins est plus large, le principal est l'effet astringent, c'est-à-dire la capacité à précipiter les glycoprotéines. Notons des propriétés anti-diarrhéiques, veinotoniques, antiseptiques, antioxydantes ou encore cicatrisantes. Ils ont un pouvoir chélater les métaux mais également inhiber des systèmes enzymatiques, de plus, les cathécols vont avoir une activité cardioprotectrice, anti-inflammatoire mais également anti-thrombotique (Desmier, 2016).

Le précipité jaune après la réaction avec le réactif de Wagner indique la présence des alcaloïdes dans les deux cultivars Hamraya et Litime (Annexe). Nos résultats se concordent avec ceux trouvés par Sayah, (2018), dans les extraits bruts des cultivars de dattes Ghars, Degla Nour, Degla Beida. Cependant, leur absence est signalé dans les extraits des cultivars Tamjoughret et Takrmoust chez Saici et Tliba (2019).

Les alcaloïdes sont des composés azotés, basiques qui s'extraient soit dans l'eau acide soit dans des solvants comme le chloroforme après alcalinisation. Ils précipitent généralement avec des réactifs iodométriques (réactif de Wagner) et sont très souvent biologiquement actifs. On retrouve en effet des molécules comme la quinine (anti-malaria), des drogues (cocaïne), des anticancéreux (la vincristine et le taxol), des molécules utilisées comme poisons (strychnine) et des stimulants (caféine). La plupart des alcaloïdes naturels sont d'origine végétale (Gavot, 2009).

Leurs actions biologiques les place également au cours de phénomènes d'interactions de défense face aux pressions biotiques (herbivores, microorganismes). Indépendamment du rôle biologique des métabolites secondaires, un certain nombre de fonctions ont été proposés plus particulièrement pour les alcaloïdes. Ils pourraient être des produits d'excrétion du métabolisme azoté, les alcaloïdes jouant chez les plantes le rôle de l'urée ou de l'acide urique chez les animaux. Ils pourraient également servir de réserves d'azote (Merghem, 2009).

Nous détectons la présence de coumarines dans les sirops des cultivars Hamraya et Litime (Annexe). Saici et Tliba (2019), signalent leur absence dans les extraits bruts des cultivars de Tamjoughret et Takrmoust, même remarque est observée dans les extraits bruts des cultivars Ghars et Degla Beida dans les résultats évoqués par Sayah (2018). Néanmoins, leur présence caractérise l'extrait brut de cultivar Degla Nour pour le même auteur précédent.

Les coumarines sont des substances naturelles dont la structure comporte le noyau benzopyrone (coumarine) résultant de la lactonisation de l'acide ortho-hydroxy- cis cinnamique. Les coumarines tirent leur nom de (coumarou) nom vernaculaire de la fève tonka (*Dipteryx odorata* Willd., Fabaceae) d'où fut isolée la coumarine. en 1820.

On distingue deux groupes de coumarines :

Celles dérivant de la 1,2-benzopyrone par substitution d'un ou plusieurs hydrogènes portés par les carbones 6,7 ou 8 par des groupes hydroxy (OH) ou méthoxy (OCH₃), ou bien des hétérosides de ces composés comme par exemple l'esculine qui est un hétéroside dont la partie aglycone est l'esculétine (Rezine et Fedache 2017).

Les furocoumarines ou furanocoumarines, formées d'un noyau furane, accolé au noyau 1,2-benzopyrone substitué ou non :

Les coumarines sont utilisées comme agents de saveur ou dans les parfums, on les utilise aussi dans l'industrie pharmaceutique, la coumarine a des propriétés anti-inflammatoires, l'esculétine ou l'esculine sont des agents vitaminiques P à l'action marquée sur la perméabilité capillaire.

Les résultats obtenus montrent la présence des anthocyanes dans les sirops des cultivars Litime et Hamraya, après l'addition d'acide sulfurique et l'apparition d'une couleur bleue (Annexe). Par contre, les résultats enregistrés par Sayah (2018) ; Sasi et Tliba (2019), signalent leur absence dans les extraits bruts des cultivars Ghars, Degla Nour, Degla Beida et Tamjoughret et Takrmoust respectivement.

Les anthocyanes donnent des couleurs très variées : bleu, rouge, mauve, rose ou rouge. Ces molécules ont un squelette de base en C15 formé de deux cycles A et B, et d'un hétérocycle (cycle C) ; mais leur caractéristique principale est que ce dernier est chargé positivement. Cette charge est due à leur structure de base commune : le cation flavylum ou 2 phenyl 1-benzopyrilium (Heller et Forkmann, 1993) cité par (Akrom, 2010)

Les trois anthocyanes principaux sont :

La pélargonidine : qui a un OH en 4' et donne une couleur rouge-orange

La cyanidine : qui a deux OH en 3', 4' ou en 4', 5'. Elle donne une couleur rouge magenta ;

La delphinidine : qui a trois OH en 3', 4', 5'. Elle donne une couleur mauve (Akrom, 2010).

Cependant, la capacité des anthocyanines à neutraliser les radicaux libres est différente d'un type à l'autre et dépend entièrement de la structure chimique de chaque composé. Chaque type d'anthocyanine peut réagir différemment à un type de radicaux libres précis, ce qui conduit à des résultats distincts.

Donc, il est possible que des concentrations très faibles d'anthocyanines puissent moduler la signalisation cellulaire et d'autres processus biologiques par des mécanismes non antioxydants. Ce qui peut expliquer la difficulté d'observer les dits effets antioxydants avec les essais humains. Les anthocyanines peuvent jouer un rôle anti-inflammatoire par l'intermédiaire d'un certain nombre de mécanismes cellulaires. Les anthocyanes empêchent l'activité biologique de certaines protéines pro-inflammatoires appelées cytokines en supprimant les voies spécifiques de signalisation cellulaires.

Le tableau 01 montre la présence de terpenoïde dans les sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime (Annexe). Ces résultats sont comparables à ceux mentionnés par Sayah, (2018) et Saici et Tliba (2019), pour les mêmes cultivars présidents.

Les terpènes ont été nommés par Friedrich Kekulé von Stradonitz (médaille Copley en 1885) (Stradonitz, 1865). Il propose le terme terpène en référence à la térébenthine qui, en plus des acides résiniques, contient aussi des hydrocarbures. Ces terpènes ont été également étudiés par Otto Wallach (Wallach, 1910) collaborateur de Kekulé et de Lavoslav Ružička (Ruzicka, 1945). Ils sont le groupe le plus important et le plus diversifié de composés secondaires végétaux, (Gershenzon et Croteau, 1991). Ils sont généralement constitués d'unités de cinq carbones, de structures C5, C10, C15, C20, C25, C30 et C40, qui sont généralement libres, mais peuvent être modifiées ou transformées en esters et glycosides (Bell et Charlwood, 1980 ; Poulter et Rilling, 1981). Les terpènes ont été largement utilisés dans les aliments, les cosmétiques, les produits pharmaceutiques et dans diverses applications biotechnologiques.

L'addition d'eau distillée, a permis l'apparition d'une mousse persistante supérieure à 1 cm, ceci signifie la présence de saponide dans les sirops des cultivars Hamraya et Litime

(Annexe), leur absence a été remarquée dans les extraits bruts des cultivars étudiés par Sayah, (2018) et Saci et Tliba, (2019).

Les saponosides ou saponines sont un groupe de métabolites secondaires fréquemment rencontrés chez les végétaux. Ils tirent leur nom du latin *sapo* signifiant savon en raison de leur propriété à former des solutions moussantes en présence d'eau (Bruneton, 1999).

L'activité biologique des saponines a souvent été mise en relation avec leur capacité à s'attaquer aux érythrocytes présents dans le plasma sanguin. Cette activité hémolytique est généralement expliquée par l'interaction des saponines avec les stérols de la membrane cellulaire des érythrocytes. Les dommages causés sont irréversibles : la perméabilité de la membrane est modifiée ce qui entraîne une perte de l'hémoglobine sanguin. Cette propriété a amené la mise en place de tests hémolytiques permettant la détection des saponines dans les drogues ou extraits de plantes (Sparg *et al.*, 2004).

Les résultats trouvés, indiquent l'absence des stérols et terpène dans les cultivars de Hamraya et Litime (Annexe). Néanmoins, la présence de ces métabolites secondaires domine les extraits bruts des cultivars étudiés (Ghars, Degla Nour, Degla Beida et par Sayah, (2018) et Tamjoughret et Takrmoust) par Saci et Tliba, (2019).

Le tableau 01 montre l'absence des anthraquinones dans les sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime (Annexe). L'absence des anthraquinones est remarquable, également dans les mêmes extraits bruts des cultivars étudiés par Sayah (2018) et Sasi et Tliba (2019).

La présence des glucides cardiotoniques dans les sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime (Annexe). Les mêmes résultats ont été signalés par Sayah, (2018) et Saci et Tliba, (2019), dans les extraits bruts des cultivars Ghars, Degla Nour, Degla Beida et Tamjoughret et Takrmoust respectivement.

Ces glycosides cardiaques ou les digitaliques ont été découverts par William Withering, médecin et botaniste britannique du XVIIIème siècle, ils sont des substances possèdent un noyau stéroïde commun substitué par un ou plusieurs résidus glycosides en C3, d'où leur autre dénomination (glycosides cardiaques ou glycosides digitaliques), donc ils sont des substances d'origine végétale, issues de la digitale pourpre (*Digitalis purpurea* : la digitoxine (Digitaline) ou

de la digitale laineuse (*Digitalis lanata* : la digoxine (Digoxine);le lanatoside C (cédilanide). La digoxine est le seul digitalique actuellement utilisée dans le contrôle du rythme cardiaque de la fibrillation auriculaire.

Généralement, l'action spécifique des glycosides cardiotoniques s'exerce sur l'inhibition de l'ATPase Na⁺/K⁺ dépendante ce qui permet la libération des ions calcium intracellulaire, ceux-ci seront remplacés par les ions K⁺. Cette action renforce la contraction cytosolique du muscle cardiaque (Pengelly, 2004).

Les résultats du tableau 01, indiquent la présence des huiles essentielles dans les sirops de dattes des cultivars Hamraya et Litime, après l'addition de d'hydroxyde de sodium (10%) (Na OH) et de quelques gouttes de l'acide chlorhydrique et l'apparition d'un précipité blanc (Annexe). Sayah, (2018) et ces étudiantes Saci et Tliba, (2019), montrent l'absence des huiles essentielles dans leurs extraits de dattes des cultivars étudiés précédemment.

Selon les études évoqués par Barreveld, (1993) ; Abdel Nabey, (1999) ; Besbes *et al.*, (2005), ont montré que le pourcentage en matière grasse de l'huile de dattes varie de 7 à 13 % (datte entière). Les huiles volatiles, ou essences aromatiques végétales nommées huiles essentielles car elles renferment la "Quinta essentia", la fragrance de la plante (Lamarti *et al.*, 1994), sont des substances odorantes, volatiles, huileuses donc de nature hydrophobe, totalement solubles dans les alcools, l'éther et dans les huiles végétales et minérales. Lorsqu'elles sont pures et naturelles, elles ne contiennent aucun corps gras : elles sont uniquement constituées de molécules aromatiques volatiles (Coraline *et al.*, 2006 ; Belkhiri, 2017). Les majeures parties des composés des huiles essentielles sont : le groupe des terpénoïdes d'une part, et le groupe des composés aromatiques dérivés du phényle propane d'autre part. Les huiles essentielles ont un champ d'activité très large, elles inhibent la croissance des bactéries, et des levures et également des moisissures, de plus elles sont très efficaces sur les microorganismes résistants aux antibiotiques. Ils sont utilisées par les vétérinaires pratiquant l'aromathérapie, ces huiles essentielles sont donc considérées comme des médicaments vétérinaires et donc doivent disposer d'une Autorisation de Mise sur le Marché (AMM) avec ou sans délai d'attente (Fabre .2017).

Aussi les huiles essentielles peuvent aussi être préparées sous forme de préparation magistrale par le vétérinaire ou un pharmacien qui définit le délai d'attente éventuel. Dans les

deux cas, pour s'en procurer, les éleveurs doivent avoir d'une prescription vétérinaire (Fabre N.2017).

Les huiles essentielles appliquées sur la peau ne sont pas des aliments et sont donc considérés comme des médicaments vétérinaires et soumises à la réglementation présentée ci-dessus (Fabre 2017).

En conclusion, le screening phytochimique des métabolites secondaires recherchés, montre que les résultats de l'ensemble des sirops de dattes élaborés par les deux cultivars (Hamraya et Litime) à deux températures différentes de concentration (65°C et 105°C) sont comparables, ceci nous amène à dire que la température de concentration n'a pas influencé sur la composition phytochimique des sirops de dattes.

3.2.2. Caractérisation par chromatographie sur couche mince (CCM)

En vue d'étudier la composition phytochimique des sirops de dattes, nous avons utilisé le système solvant butanol/Acide acétique/eau à raison : 6/1.5/2.5. Les échantillons à analyser sont dilués 1/20 mg/ml, l'acide gallique est utilisé comme un acide phénolique, la Rutine et catéchine sont des flavonoïdes.

Tableau 02 : CCM des sirops de dattes des cultivars étudiés (Révélation avec le trichlorure d'aluminium (5%); Phase mobile n-butanol/Acide acétique/Eau (6/1.5/2.5)).

Echantillons et Témoins	Après révélation Par AlCl ₃ .	Après révélation par UV.
Acide gallique	Rf :0.88 Couleur : Brun ,gris	Couleur : Vert radiant
Rutine	Rf : 0.83 Couleur :jaune	Couleur : jaune radiant
Catéchine	Rf :0.65 Couleur : Brun ,gris	Couleur : Vert radiant
Litime 65	Rf :0.56 Couleur : jaune, Brun	Couleur : Vert radiant
Litime 105	Rf :0.55 Couleur : jaune, Brun	Couleur : Vert radiant

Hamraya 65	Rf :0.55 Couleur : jaune, Brun	Couleur : Vert radiant
Hamraya 105	Rf :0.55 Couleur : jaune, Brun	Couleur : Vert radiant

Après 8h d'incubation dans la cuve préalablement saturée par la vapeur de système de solvant, la migration du solvant se fait perpendiculairement sur la plaque de silice, les plaques sont séchées à l'aide d'une plaque chauffante. La révélation a été faite par un lompe UV, le chlorure d'aluminium et le chlorure de fer. Après révélation par le trichlorure d'aluminium, on note la présence des taches de couleur Brun, gris (Tab.02). Elles représentent l'acide gallique (Rf: 0.88), le catéchine (Rf: 0.65) et la rutine (Rf: 0.83) avec une tache de couleur jaune. Quatre (4) taches de couleur jaune, Brun évoquent les sirops des cultivars Hamraya (Rf:Ha₆₅ 0.55, Ha₁₀₅0.55) et Litime (Rf:Li₆₅ 0.56, Li₁₀₅ 0.55) (Fig .08). Pour le même système solvant, Sayah, (2018) a montré la présence de d'une seule tache pour les cultivars Deglet-Nour (Rf= 0,91) et Ghars (Rf= 0,78) de couleur marron après révélation avec AlCl₃. Parallèlement, Sasi et Tliba, (2019), signalent la présence de deux taches de couleur grise, après révélation sous UV à 254 nm suivie la révélation par AlCl₃ pour les cultivars Takermoust (Rf =0.19) et Tamjouhert (Rf =0.23). Les mêmes cultivars (Takermoust et Tamjouhert) présentes deux taches de couleur violette sous UV à 254 nm de (Rf= 0.19, 0.81) et (Rf= 0.23, 0.81) respectivement. Lagnika, (2005) rapporte que les flavonoïdes sont fluorescents en bleu ou brun avec le trichlorure d'aluminium à 365 nm, pour les extraits hexaniques, par le système de solvant n-butanol/acétone/eau (4/1/4). Pour la présente étude, les taches identifiées dans les sirops de deux cultivars et à deux température de concentration (Ha₆₅, Ha₁₀₅, Li₆₅, Li₁₀₅) semblent caractériser les flavonoïdes de type de Rutine de couleur jaune après la révélation par le trichlorure d'aluminium AlCl₃.

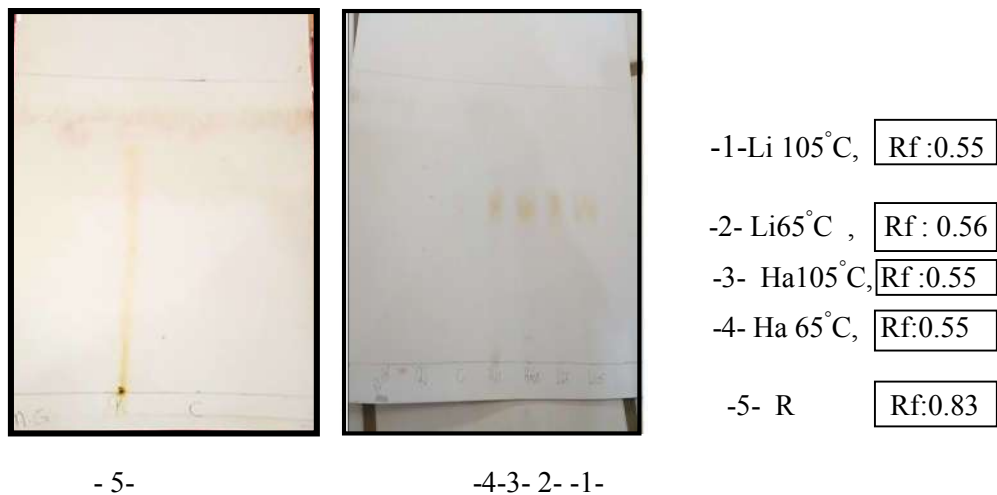


Figure 09: Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par chlorure d'aluminium 5%), A :acide gallique, R : Rutine, C : catéchine, Li-Li':Litime 65,105 ,Ha- Ha': Hamraya 65,105).

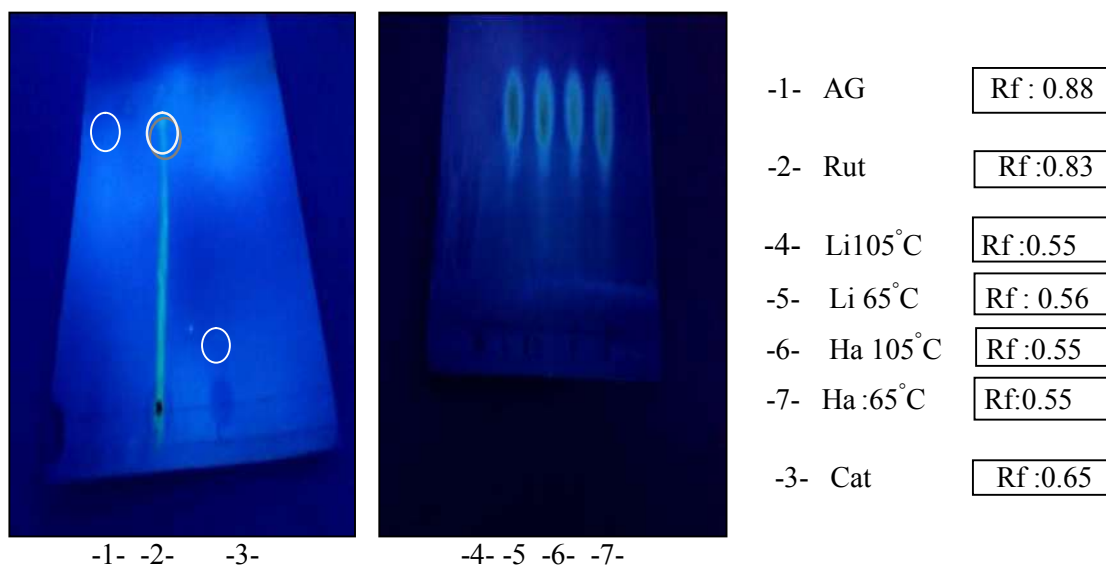


Fig 10 : Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par trichlorur d'aluminium $AlCl_3$, (5%) suivie par révélation sous un lompe UV) A :acide gallique, R : Rutine, C : catéchine, Li-Li':Litime (65,105), Ha- Ha' : Hamraya (65,105).

Tableau 03 : CCM des sirops de dattes des cultivars étudiés (Révélation avec le chlorure de fer 10%); Phase mobile n-butanol/Acide acétique/Eau (6/1.5/2.5).

Echantillons et Témoins	Après révélation Par le chlorure de fer (10%).	Après la révélation par UV
Acide gallique	Rf :0.88 Couleur : Brun ,gris	Couleur : Opaque
Catéchine	Rf :0.65 Couleur : Brun ,gris	Couleur : Opaque
Litime 65	Rf :0.58 Couleur : bleu-noirâtre	Couleur : Opaque
Litime 105	Rf :0.56 Couleur : bleu-noirâtre	Couleur : Opaque
Hamraya 65	Rf :0.53 Couleur : bleu-noirâtre	Couleur : Opaque
Hamraya 105	Rf :0.55 Couleur : bleu-noirâtre	Couleur : Opaque

La révélation des plaques CCM par le chlorure de fer (10%), montre l'apparition des taches de couleur Brun, gris qui représentent l'acide gallique (Rf : 0.88) et le catéchine (Rf : 0.65) (Tab.03). Quatre (4) taches de couleur bleu-noirâtre évoquent les sirops des cultivars Hamraya (Rf :Ha₆₅ 0.53, Ha₁₀₅ 0.55) et Litime (Rf :Li₆₅ 0.58, Li₁₀₅ :0.56) (Fig.11). La littérature rappelle que chlorure de fer permet de révéler la présence des tanins, la couleur bleu-noirâtre indique la présence de tanins galliques ou bleu-vert indique la présence de tanins catéchiques (Hussain *et al.*, 2011) cité par (Sayah, 2018).

Les quatre (4) taches révélées dans le chromatogramme des sirops de dattes de deux cultivars (Hamraya, Litime) et à 65°C et 105°C manifestent une couleur bleu-noirâtre, ceci nous amène probablement de caractériser la présence des tanins, la couleur bleu-noirâtre indique la présence de tanins galliques (HUSSAIN *et al.*, 2011) cité par (Sayah, 2018).

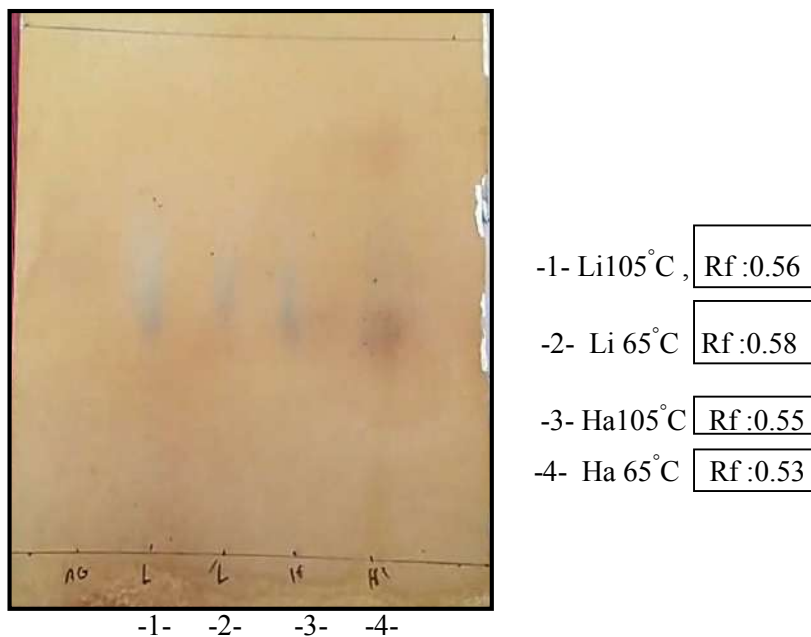


Fig11 :Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes(Révélation par chlorure de fer 10%)A : acide gallique, R : Rutine, C : catéchine, Li -Li'=Litime 65,105 ,Ha - Ha'=Hamraya 65,105).

3.3. Caractérisation quantitative

3.3.1. Composés phénoliques

Les résultats de dosage des composés phénoliques, les flavonoïdes et les tanins des sirops de dattes Hamraya et Litime à deux températures (65°C, 105°C) sont présentés dans le tableau 04.

Tableau 04 : Teneur en composés phytochimiques des sirops de dattes.

Echantillon	Ha 65	Ha105	Li 65	Li 105
composés phytochimiques				
^a .Composés phénoliques	11.54	9.19	13.10	9.38
^b . Flavonoïdes	0.94	1.18	2.10	1.65
^c . Tanins condensés	1.45	0.75	1.02	1.57

^amg équivalent de l'acide gallique /100g de sirop de dattes

^bmg équivalent de la rutine/100g de sirop de dattes

^cmg équivalent de catéchine /100g de sirop dattes

3.3.1.1. Teneur en polyphénols

Les polyphénols totaux ont été déterminés par la méthode de Méthode de Folin-Ciocalteu. La teneur en composé phénolique et exprimée en milligramme d'équivalent de l'acide gallique/100 g de sirops de dattes. La teneur en polyphénols des sirops de dattes des cultivars étudiés est égale 11.54, 9.19 , 13.10 et 9.38 mg équivalente d'acide gallique/100g de sirop de dattes pour Ha65, Ha105, Li65 et Li105 respectivement (Tableau 04). Les valeurs obtenues à 65°C pour les sirops de deux cultivars sont élevées par rapport à celles trouvées à 105°C pour les sirops de deux cultivars, excepté les flavonoïdes dans les sirops Litime.

D'après Drid et Baidari, (2015) la teneur en polyphénol pour les extraits bruts des Ghars, Deglet-Nour et Degla-Beida varie entre $2,91 \pm 2,26$ et $5,89 \pm 6,61$ mg équivalente d'acide gallique/100g de dattes. Les valeurs enregistrées lors de la présente étude sont dans la fourchette citée cet auteur. En outre, Saci et Tliba (2019) signalent des teneurs en composés phénoliques sont égales à 6.94 ± 0.30 et 4.84 ± 0.14 mg équivalent de l'acide gallique/100g de dattes pour le cultivar Tamjouhert et Takermoust respectivement. Ces valeurs semblent supérieures à celles enregistrées lors de la présente étude, ceci probablement peut être dû à la température d'extraction qui pourrait affecter la teneur des polyphénols.

De même Sayah, (2018) a montré que les dattes au stade Routab présentent des teneurs plus élevées en composés phénoliques que le stade Tmar, pour le cultivar Ghars, ces valeurs allant de $8,6 \pm 2,68$ à $93,53 \pm 8,86$ mg équivalent de l'acide gallique/100g de dattes. On constate d'après ce qui précède, que l'état de produit et le stade de maturation des dattes pourraient influencer sur la teneur en polyphénols. En général, la différence des teneurs en composés phénoliques peut être expliquée par l'influence de certains facteurs à savoir, le cultivar de dattes, la maturité, les conditions de stockage, l'utilisation des engrais, le type de sol, la saison, l'origine géographique et la quantité de lumière reçue (Al-farsi *et al.*, 2007).

Des teneurs importantes en polyphénol trouvées chez les différentes cultivars montrent que les dattes sont une source considérable d'antioxydant naturelle et pourraient être considérées comme aliment fonctionnel (Al-Farsi *et al.*, 2005).

3.3.1.2. Teneur en flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes obtenues pour les sirops de dattes de deux cultivars étudiés Ha65 (0.94), Ha105 (1.18), Li65 (2.10) et Li105 (1.65) en mg équivalente de rutine/100g, (Tableau 04) . Les valeurs obtenues à 65°C pour les sirops de deux cultivars sont élevées par rapport à celles trouvées à 105°C pour les sirops de deux cultivars, ceci peut être dû probablement à la haute température de concentration qui pourrait affecter la composition phytochimique des sirops de dattes.

Les résultats obtenus par Ben Abbes, (2011) évoquent des teneurs en flavonoïdes de l'ordre de 41.8 mg équivalente de rutine/100g de matière fraîche des extraits éthanolique (dattes) suivie de celles des extraits éthanolique, acétate d'éthyle et chloroformique (*robb*) à savoir : 33.37, 0.66 et 0.45 mg équivalente de rutine/100g. En outre, Sayah, (2018) a enregistré des teneurs en flavonoïdes de cultivar Ghars au stade Routab (partie immature) varient de $0,20 \pm 0,05$ à $19,86 \pm 9,99$ mg équivalent de la rutine/100g de dattes, l'auteur a constaté que la partie immature au stade Routab est plus riches en flavonoïdes. De même, Gourchala, (2014) signale des teneurs en flavonoïdes dans le cultivar Ghars (5.2) et Tinissine (6.7) mg équivalent de la rutine/100g. Les résultats enregistrés lors de présente étude semblent comparables à ceux signalés par Saci et Tliba, (2019) à savoir : Takermoust (1.17 mg équivalent rutine/100g) et Tamjouhert (1.03 mg équivalent rutine/100g). Globalement, la teneur en flavonoïdes des dattes citées dans la littérature ou bien celle évoque dans la présente étude reste non négligeable par rapport à celle mentionnée pour quelques aliments, à savoir : 1.98, 3.22, 7.12, 2.10 et 17.53 mg/100g du poids frais respectivement pour la tomate, la mandarine, le pamplemousse, la pomme et la farine (Haddadi, 2005).

3.3.1.3. Teneur en tanins condensés

Le tableau 04 illustre la teneur en tanins condensés pour les dattes des cultivars étudiés à savoir : Ha65 (1.45), Ha105 (0.75), Li65 (1.02) et Li105 (1.57) en mg d'équivalent de l'acide de catéchine/100g de sirop de dattes. La même remarque a été observée pour les tanins ; les valeurs obtenues à 65°C pour les sirops de deux cultivars sont élevées par rapport à celles trouvées à 105°C les même sirops.

Les teneurs en tanins condensés des sirops de dattes des cultivars étudiés sont faibles par rapport à celles estimées par Sayah, (2018) pour les dattes de cultivar Ghars au stade Routab (partie immature)(45,91 mg équivalent de catéchine/100g de dattes). Alors que, Biglari et *al.* (2008) estiment que la teneur en tanins condensés des dattes iraniennes varie entre 1.62 et 81.79 mg d'équivalents de catéchine /100 g MS.

3.3.2. Activité antioxydante

L'activité antioxydante est illustrée dans la figure 12. Elle se manifeste en deux parties : test de phosphomolydate et l'activité antiradicalaire. L'activité antioxydante est exprimée par la capacité des antioxydants à piéger les radicaux libres qui se trouvent dans les systèmes biologiques et de mettre à la fin de la réaction en chaîne avant que les molécules vitales ne soient endommagées. Elle est exprimée en milligramme d'équivalent d'acide ascorbique par 100g de sirop dattes.

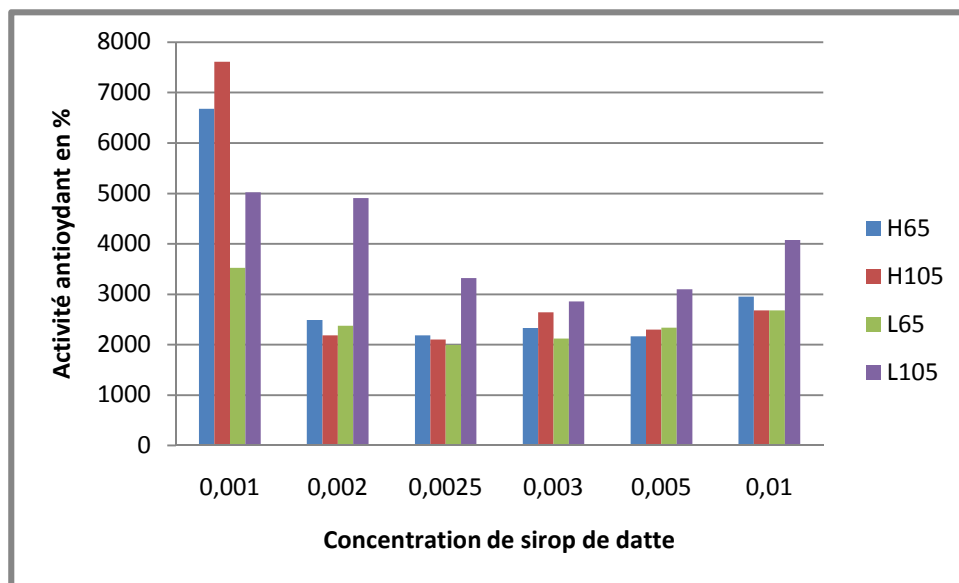


Fig.12 : Activité Antioxydante des sirops de dattes estimée mg équivalent de l'acide ascorbique /100 de sirop de dattes étudiés, en fonction de la concentration

La figure 12 représente les résultats de l'activité antioxydant des sirops de dattes de deux cultivars étudiés. Le sirop de dattes issu de cultivar Litime 105 manifeste avec une activité importante (50.22 ± 31.00 équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop) comparativement aux trois

autres échantillons étudiés à savoir : Hamraya 65 (66.81 ± 21.68), Hamraya 105 (76.13 ± 21.00) et Litime 65 (35.22 ± 19.90) en mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop. Ces résultats peuvent être expliqués par sa teneur élevée en tanins condensés (0.23 mg/ml) par rapport aux échantillons.

Les résultats mentionnés par Saci et Tliba, (2019), illustrent une activité antioxydante élevée pour le cultivar Takermoust (20.74) et Tamjouhert (17.47) mg équivalent de l'acide ascorbique/100g de dattes. Ces résultats semblent élevés comparativement à ceux évoqués dans la présente étude. Gourchala, (2015) signale une activité antiaxydante importante pour le cultivar Tinissine, Deglet Nour et Tamesrit à savoir 1005, 960, 900 mg équivalent acide ascorbique /100 g extrait pour réduire le fer. Toutefois, Sayah (2018) a signalé une activité antioxydante totale par d'extrait d'acétate d'éthyle du cultivar Ghars au stade Routab avec 38.75 mg équivalent de l'acide ascorbique/100g de dattes, suivie par l'extrait de n-butanol de la partie immature des dattes de même cultivar au stade Routab avec 23.73 mg équivalent de l'acide ascorbique/100g de dattes. D'après, les résultats évoqués par Kchaou *et al.* (2013), l'activité antioxydante totale de six variétés de dattes Tunisie est comprise entre 17.49 ± 3.19 mg équivalent de l'acide ascorbique/g du poids frais.

L'activité antioxydant des dattes et ses produits pourrait apporter de ses composés phytochimiques dont les polyphénols, les flavonoides, les tanins, caroténoïdes, les anticyanes....etc. (Al-farsi et al., 2005). Il est important de noter également que certains sucres présents dans les dattes sont doués de propriétés antioxydantes (Hung et al., 2006 ; Phillips et al., 2009) cité par (Gourchala, 2015).

3.3.3. Evaluation de l'activité anti-radicalaire

Les propriétés anti-radicalaires sont mesurées et mises en évidence par la Concentration Efficace (CE50), celle-ci correspond à la réduction de 50% de la concentration du DPPH dans le milieu réactionnel (Guillouty, 2016). Le radical libre DPPH est utilisé pour déterminer l'activité anti-radicalaire des sirops de dattes issus des cultivars Hamraya, Litime et l'acide ascorbique comme un témoin de référence.

Les figures 13 14 montrent les courbes d'évolution de l'activité anti-radicalaire des sirops des cultivars étudiés Hamraya et Litime à 65°C et 105°C et celle de l'acide ascorbique. L'évolution de l'activité anti-radicalaire parait nettement claire pour l'ensemble des sirops des

cultivars confondus. Néanmoins, ce comportement a enregistré des valeurs de pourcentage d'inhibition inférieur à 50% (excepté Li105 54% et Li65 de 52%), et celui de l'acide ascorbique est supérieur à 50% (73 – 92%), ceci nous a empêché de estimer la concentration inhibitrice IC50. Ces résultats peuvent être expliqués par deux raisons ; la première cause est due à des faibles concentrations choisies pour ces échantillons et la seconde est due au manque de réactif (DPPH) pour poursuivre le test.

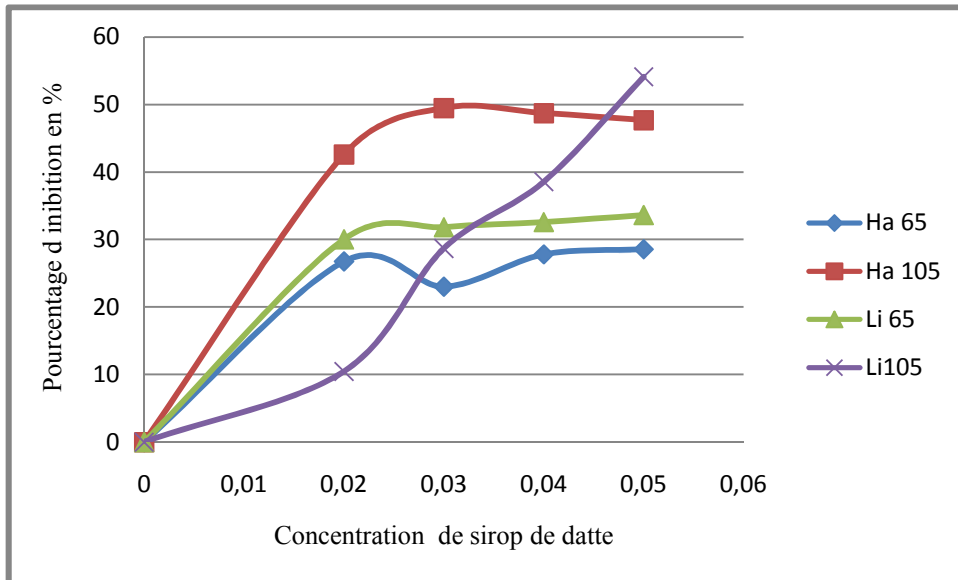


Fig 13 : Evolution de l'activité anti-radicalaire des sirops de dattes étudiés.

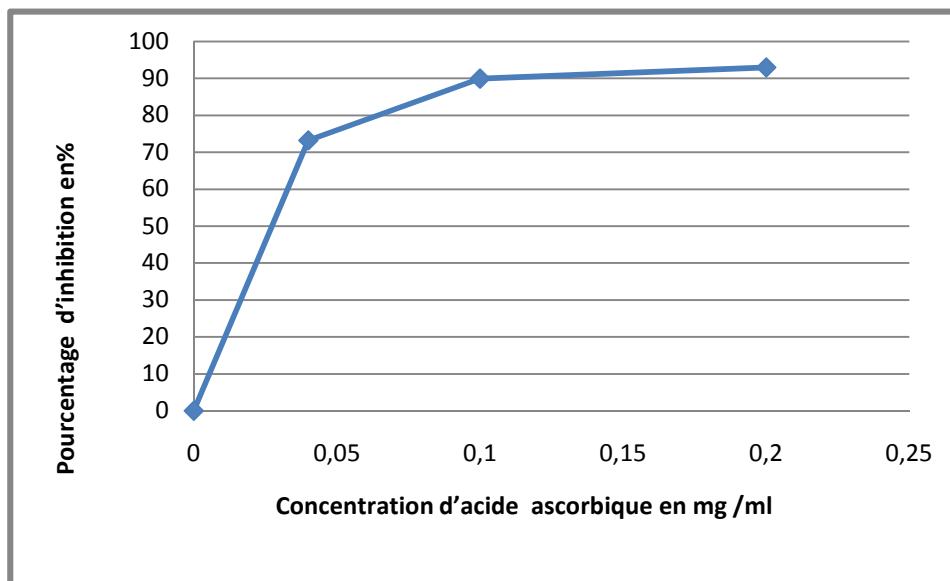


Figure 14 : Evolution de l'activité anti-radicalaire de l'acide ascorbique.

3. 3.4. Evaluation de l'activité antibactérienne des sirops de dattes

Dans le but d'étudier l'activité antibactérienne des sirops de dattes de cultivar de Hamraya et Litime, on a utilisé la technique des disques en papier (méthode de diffusion simple), contre quatre souches bactériennes, *Staphylococcus aureus*, *Echerichia Coli*, *Pasturella sp*, et *Psodomonas*. Les résultats obtenus sont mentionnés dans les tableaux suivant :

Tableau 05 : Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Ha 65

Concentration de sirop de datte	Hamraya 65								
	Concentrations du sirop de dattes cultivar Hamraya 65 (mg /ml)								
	0.05	0.06	0.125	0.25	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Les souche Bactérienne									
<i>Echerichia Coli</i>	-	-	-	-	-	+ 2	+ 4	+2	+ 3
<i>Staphylococcus aureus</i>	-	-	-	-	+ 1	+ 3	+ 2	+4	+ 5
<i>Pseudomonas</i>	+ 5	-	-	-	+ 1	+ 3	+ 2	+5	+ 7
<i>pasturella</i>	+ 2	-	-	-	+ 0.5	+ 6	+ 10	+ 4	+ 8

Tableau 06 : Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Ha 105

Concentration de sirop de datte	Hamraya 105								
	Concentrations du sirop de dattes cultivar Hamraya 105 (mg/ml)								
	0.05	0.06	0.125	0.25	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Souches Bactériennes									
<i>Echerichia Coli</i>	-	-	-	-	-	+ 3	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i>	-	-	-	-	+ 4	+ 6	+ 5	+ 5	+ 2
<i>Psodomonas</i>	+ 2	-	-	-	+ 4	+ 5	+ 2	+ 1	+ 4
<i>Pasturella sp</i>	-	-	-	-	+ 2	+ 5	+ 4	+ 5	+ 7

Tableau 07 : Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Li 65

Concentration de sirop de datte	Litime 65								
	Concentrations du sirop de dattes cultivar Litime 65 (mg/ml)								
	0.05	0.06	0.125	0.25	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Souche Bactériennes									
<i>Echerichia Coli</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i>	+ 4	-	+ 2	+ 5	+ 2	+ 5	+ 2	+ 4	+ 3
<i>Psodomonas</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>Pasturella sp</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tableau 08 : Activité antibactérienne (zones d'inhibition en mm) des sirops de dattes Li 105

Concentration de sirop de datte	Litime 105								
	Concentrations du sirop de dattes cultivar Litime 105 (mg /ml)								
	0.05	0.06	0.125	0.25	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Souche Bactériennes									
<i>Echerichia Coli</i>	+ 1	-	-	-	-	+ 2	+ 1	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i>	+ 1	-	-	-	+ 4	+ 3	+ 2	+ 4	+ 10
<i>Psodomonas</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>Pasturella sp</i>	-	-	-	-	+ 2	+ 5	+ 4	+ 5	+ 7

Les résultats enregistrés lors de la présente étude, montrent que les sirops de dattes de deux cultivars Hamraya et litime manifestent un effet antimicrobienne différent en fonction de la concentration des sirops et la pathologie des germes bactériens étudiés (la sensibilité ou la résistance aux quelques types des métabolites secondaires) et au type de bactérie (gram positive au bien gram négative). Un antibiotique dit efficace si la zone d'inhibition > 7mm de diamètre.

Les résultats enregistrés dans le tableau 05 et tableau 06, montrent que les sirops de dattes des cultivars à différentes températures et des fortes concentrations Hamraya et Litime ont une activité antimicrobienne contre les bactéries gram négative (*Pasteurella spp* , *Pseudomonas aeruginosa*), que les bactéries de gram positive (*Staphylococcus aureus*), excépté Litime 65. Ces résultats sont comparables à ceux trouvés par Saci et Tliba, (2019). Ces auteurs ont montré l'efficacité des extraits de dattes des cultivars Takermoust et Tamjouhert sur les bactéries de gram positif et négative (*Escherichia coli* ATCC 25992, *Bacillus cereus* ATCC 43300, *Staphylococcus aureus* ATCC 10663 et *streptococcus* Sp421), ils ont une activité

inhibitrice contre la croissance bactérienne. L'activité antibactérienne varie selon la souche. Les bactéries Gram négatif manifeste une activité importante par rapport aux bactéries Gram positif.

Nous résultats annoncés dans cette partie, mentionnent l'apparition d'une zone d'inhibition de 10 mm pour les bactéries gram négative (*pasturella*), avec le sirop de dattes Hamraya 65 de concentration de 0.3mg/ml et une zone de 8mm pour la concentration de 0.5mg/ml (Annexe). Ainsi, le sirop Hamraya 65 montre une zone de 7mm de diamètre pour les bactéries *pseudomonas* gram négative (Annexe). Parallèlement, le sirop de cultivar Hamraya 105 évoque une zone de 7mm de concentration 0.5mg/ml pour *pasturella* (bactérie de gram négative) (Annexe).

Dans le sirop de cultivar litime, on a détecté une croissance bactérienne des souche (*Echerichia coli*, *psodomonas*, et *pasturella*) importante, et le contraire avec la souche *staphylococcuse aureus* qui manifeste une zone d'inhibition de 5mm (efficacité faible pour le sirop de litime 65).

Une zone d'inhibition de 10mm de diamètre est observe aussi au niveau de la concentration de 0.5mg/ml concentration de sirop de cultivar de Litime 105 contre la bactérie gramme positif *Staphylococcus aureus*, et une zone d inhibition de 7mm dans la concentration de 0.5mg/ml au niveaux de *pasturella*.

Globalement, de ce qui précède, le germe bactérien le plus sensible c'est *staphylococcus aureus* contre Litime 105 à concentration de 0.5mg/ml et les bactéries *pasturella* contre le sirop Hamraya65 concentration de 0.3mg/ml avec une zone d inhibition de 10mm de décimètre. Ces résultats peuvent être justifiés probablement par les faibles concentrations choisies ou bien par la forte dilution des sirops (1/10). Les résultats trouvés par Saci et Tliba, (2019) montre aussi que *E.coli* c'est la souche la plus sensible aux extraits de dattes avec des zones d'inhibition de 08 et 11,5 mm par rapport aux bactéries à gram négatif. De même, *B.cereus* est la bactérie la plus résistante parmi les autres bactéries à gram positif.

D'après, les résultats obtenus a partir de la bactériogramme (Annexe) (l'antibiotique synthétique), la zone d'inhibition comptée de *Escherichia coli* entre 7 contre OAN à 18 mm contre le CTP5, et la zone d inhibition comptée de *pseudomonas* de 9 contre AMT à 12mm contre CTP5 et la zone coptée de *Staphylococcus aureus* de de7 contre C30 a 14 contre RD5.

Par comparaison avec les résultats de Sasi et Tliba, (2019), on note que les antibiotiques exercent un effet inhibiteur sur les bactéries testées avec des diamètres des zones d'inhibition allant de 26 à 34 mm, la grande zone d'inhibition a été constatée avec l'Amoxicilline contre *Bacillus cereus* ATCC 43300 avec un diamètre de 34 mm.

On peut dire que sur la base des résultats obtenus à partir des sirops de dattes de cultivars Hamraya et Litime que les antibiotiques ont un effet antibactérien plus important avec un grande efficacité par rapport aux sirops de dattes des cultivars étudiés à différentes concentrations.

Tableaux 09 : Diamètres des zones d'inhibition des antibiotiques (Antibiogramme Annexe)

Souches bactériennes	Antibiotiques	Diamètre des zones d'inhibition (mm)
<i>Escherichia coli</i>	CTP ₅	18mm
	CTX ₃₀	12mm
	C ₃₀	11mm
	OAN	7mm
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	CTP ₅	12mm
	PRL ₁₀₀	10mm
	ATM ₃₀	9mm
<i>Staphylococcus aureus</i>	EC ₁₀	9mm
	RD ₅	14mm
	C ₃₀	7mm

Conclusion

Conclusion générale

Les sirops de dattes faisant objet de la présente étude, montrent une coloration ambrée plus au moins foncée. La méthode de diffusion adoptée a permis d'obtenir des sirops clarifiés. L'ensemble des sirops obtenus à deux températures de concentration (65 et 105°C) ont un degré Brix oscille entre 72 – 74°Brix, cette opération a été effectuée pour but de préserver les sirops contre les altérations microbiennes. Les rendements d'extraction par Chauffage Direct (CCD) (105° C) et par Evaporation au bain marie (CEV) (65°C) sont comparables (12.5 – 13.5%).

L'analyse qualitative par le screening phytochimiques note la présence des flavonoïdes, des tanins (tanins catéchiques), des coumarines, des alcaloïdes, des anthocyanes, terpénoïdes, des glycosides cardiotoniques, des huile essentielle et l'absence, des stéroïdes, des anthraquinones dans les sirops des cultivars Hamraya et Litima. La CCM révèle quatre (4) taches de couleur jaune, Brun avec des Rf définies (Hamraya :Ha₆₅ 0.55, Ha₁₀₅0.55 et Litime :Li₆₅ 0.56, Li₁₀₅ 0.55). Les taches identifiées semblent caractériser les flavonoïdes de type de Rutine après la révélation par le trichlorure d'aluminium Al Cl₃. La révélation par chlorure de fer signale la présence de quatre taches de couleur bleu-noirâtre (Hamraya: Ha₆₅ 0.53, Ha₁₀₅0.55) et Litime:Li₆₅ 0.58, Li₁₀₅ :0.56), ceci indique probablement la présence des tanins galliques.

L'analyse quantitative repose sur le dosage des composés phénoliques, les flavonoïdes et les tanins. Pour l'ensemble des sirops de dattes, la teneur en les polyphénols varie entre 4 - 13.10 mg équivalente d'acide gallique/100g de sirop de dattes, la teneur en flavonoïdes varie entre 0.47 – 2.10 mg équivalente de rutine/100g et celle des tanins condensés oscille entre 0.05 – 1.57 mg d'équivalent de catéchine/100g de sirop de dattes. Ces composés manifestent une légère différence entre les cultivars et la température de concentration.

L'activité antioxydante se manifeste par le test de phosphomolydate et l'activité anti-radicalaire. Elle est exprimée par la capacité des antioxydants à piéger les radicaux libres qui se trouvent dans les systèmes biologiques. Le sirop de dattes issu de cultivar Litime105 manifeste une activité antioxydante importante (50.22±31 mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop) comparativement aux trois autres échantillons des sirops étudiés à savoir : Hamraya 65 (66.81±21.68), Hamraya 105 (76.13±21) et Litime 65 (35.22±19.90) en mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop. équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop. Ces résultats probablement sont dus à leur teneur élevée en tanins

condensés (0.23 mg/ml) par rapport aux autres échantillons. La courbe d'inhibition en pourcentage montre la cinétique d'évolution de l'activité anti-radicalaire. Néanmoins, ces pourcentages sont inférieurs à 50% à cause des faibles concentrations des échantillons choisies.

Les sirops de dattes des cultivars à différentes températures et des fortes concentrations Hamraya et Litime ont une activité antimicrobienne contre les bactéries gram négative (*Pasteurella spp*, *Pseudomonas aeruginosa*), que les bactéries de gram positive (*Staphylococcus aureus*). Globalement, de ce qui précède, le germe bactérien le plus sensible est *staphylococcus aureus* contre Litime 105 à concentration de 0.5mg/ml zone d inhibition de 10mm de décimètre et les bactéries *Pasteurella spp* contre le sirop Hamraya65 concentration de 0.3mg/ml avec une zone d inhibition de 10mm de décimètre. Ces résultats pourraient être justifiés par leur composition en polyphénols et en tanins.

La caractérisation des sirops des cultivars de dattes étudiés de faible valeur marchande Hamraya et Litime, montre que la de concentration à basse température par évaporation paraît meilleur. La méthode adoptée paraît simple et moins coûteuse, elle peut être appliquée même à l'échelle ménagée. La teneur en composés phytochimiques (solides solubles) transférés des dattes vers les sirops paraît non négligeable. Les sirops de dattes de tous cultivars confondus manifestent une composition phytochimiques et une activité biologique intéressante. Globalement, ces sirops élaborés peuvent intégrer dans l'alimentation de la population locale vue ces propriétés thérapeutiques qui les confèrent.

Référence

Bibliographique

01-Abaibia H., Rachedi H. 2018. Caractérisation nutritionnels et morphologiques de trois variétés de dattes (Deglet Nour- Mech Degla , -Ghars).Mémoire de master en science agronomique , contrôle de qualité des aliments. Mostaganem, 70p.

02-Adingra A.A. Kouadio, A.N.; Kouassi, A.M.. 2011, Les Escherichia coli enter hémorragiques (EHEC)0157:H7:un problem de santé publique. Journal contribution de aqua docs.22-27p.

03-Akroum S.2011. Etude analytique et biologique des flavonoïdes naturels.Thèse de doctorat en science physiologie –toxicologie.Constantine ,111p.

04-Allane T. 2009. Etude des pouvoirs antioxydant et antibactérien de quelques espèces végétales locales alimentaires et non alimentaire.Thèse de magister en technologie alimentaire, génie alimentaire . Boumerdes , 95p.

05-Allaoua N., Lamriben H.2017. Etude de l'activité antibactérienne des alcaloïdes d'un mélange de phoenix dactylifera L. et matricaria pubesens . Mémoire de master en science biologique , biotechnologie microbienne . Bejaia, 36p.

06- Amirat A., Ben saci I. 2017.Classification de quelques cultivars de datte molles algérienne selon leur index glycémiques mémoire de master en science biologique , biochimie fondamentale et appliquée . Ouargla , 47p.

07-Amor L.,2020, Métabolisme secondaires des plantes, biodiversité et physiologie végétale , Sétif,25p.

08-Ait mouhoub H., Oubouزيد T. 2017. L'étude de l'activité antioxydant des extraits phénoliques d'un mélange de (Matricaria pubescens)et une variété de datte (Phoenix dactylifera L.). Mémoire de master en science biologie, biochimie appliquée .Bejaia , 43p.

09-Athamena S.2009. Etude quantitative des flavonoïdes des graines *Cuminum cyminum* et les feuilles de *Rosmarinus officinalis* et l'évaluation de l'activité biologique .Thèse de magister en biologique biochimie appliquée .Batna.180p.

10-Audigie C.I., Dupont G., et Zonszain F. 1995. Principes des méthodes d'analyse biochimie. Tome 1. Edition Doin, Paris.

11-Bang L., Qurisson G.1989. Stérols et triterpènes poly oxygènes :une famille de produits à large spectre d'activités biologique. Médecine science.vol.5 n°.6,403-407p.

12-Bégin D., Gérin M.et Lavoué J. 2002. La substitution des solvants par le diméthyle sulfoxyde Bilans de connaissances. Université de montréal., 70p.

13-Belkacemi D., Rahman S.2019. Essai d'incorporation de la poudre de datte obtenue pour séchage dans une formulation alimentaire (Madeleine).Mémoire de master en science agronomique, agroalimentaire et contrôle de qualité .Bouira, 72p.

14-Ben abbas F.2011. Etude de quelques propriétés chimique et biologique d'extraite de datte (Phoenix dactylifera L.).Mémoire de master en génie procédé ,génie procédé pharmaceutiques .Sétif ,79p.

15-Ben abdallah H. 2016. Techniques d'extraction de purification et de conservation. Université ferhat abbas ,Sétif,77p.

16-Benahme D., Djilali A.2012. Analyse des aptitudes technologique de poudres de datte (Phoenix dactylifera L.) améliorées par la spiruline, étude des propriétés rhéologiques nutritionnelles et antibactériennes. Mémoire de doctorat en science de génie des procédés technologie alimentaire. Boumerdes, 139p.

17-Ben amar L., Zerroud B. 2016. Extraction du sucre alimentaire à partir de dattes algériennes. Mémoire de master en génie des procédés, génie chimique. EL oued , 50p.

18-Ben harzallah H., Bouhoureira S. 2014, Effet de trois produite a base de datte sur quelques germes de la flore intestinale. Mémoire d'ingénieur en science agronomique , technologie alimentaire .Ouargla, 95p.

19-Benzaida C., Bouchareb QMT., Mamoudi A. 2013. L'activité antibactérienne des polyphénole d'une variété de datte Algériennes .Mémoire de master en science biologique , qualité des produits et sécurité alimentaire .Guelma, 40p.

- 20- Ben zghouche S., Selatnia Y. 2013. Contribution à l'étude de quelque caractéristique physicochimique et organoleptiques de quelque variétés de datte algérienne .Mémoire de master en science biologique , qualité des produits et sécurité alimentaire .Guelma ,49p.
- 21-Berraghda A.,Gougui S. 2016.Analyse qualitatives et quantitatives des extraits bruts de dattes , mémoire de master en science biologique ,biochimie appliquée . Ouargla , 57p.
- 22-Berkem N., Mansoul A. 2019. Contribution à l'étude des caractéristique physicochimique et extraction des sucres de quelques variétés des datte Ziban.Mémoire de master en science biologique , biotechnologique et valorisation des plantes .Biskra,50p.
- 23-Bettayeb H.,Mefissel F.2015,Etude physicochimique des extraits bruts des dattes (Ghars , Deglet Nour ,Degla beida).Mémoire de master en science biologique , biochimie fondamentale et appliquée , Ouargla , 48p.
- 24-Bidet P., Bonacorsi S. 2009 , Escherichia coli -Shigelle , l'ECN. , 1-10p.
- 25-Belkhir F., Baghiani A. 2017.Plantes médicinales activités antioxydantes et antibactériennes, l'axe de recherche actuel :activité biologique des plantes médicinales. Sétif,128p.
- 26-Boily A., Bellegarde J.P.2000. Comment obtenir un sirop à la bonne densité, 1-3p.
- 27-Boizot N. Charpentier J.P.2006,Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier, technique de l'INRA. , amélioration génétique et physiologie forestières 79-82p.
- 28-Bezine F., Fedache M S.2017.Coumarine á l'intérêt thérapeutique :synthèse et contrôle analytique .Mémoire de doctorat en pharmacie .Tlemcen, 104p.
- 28-Carbonnelle E. 2009 , Pasteurella Spp. l'ECN.1-4p.
- 29-Cheikhi L.2018. Caractérisation physicochimique et biométrique de quelque variété des datte de la région d'Aoulef (Adrar), mémoire de master en science agronomique, système de production agro écologique , Adrar , 43p.

- 30- Chniti S. 2015. Optimisation de la bio production d'éthanol par volarisation de refus de l'industrie de conditionnement des dattes. Mémoire de doctorat en science de la matière , chimie . Bretagne ,204p.
- 31- Daas amtour S. 2009. Etude quantitative des composés phénoliques des extraits de trois variétés de dattes (Phoenix dactylifera L.) et évaluation in vitro de leur activité biologique . Mémoire de magister en biologie , biochimie appliquée .Batna , 115p.
- 32- Dailly H. 2008. Le réfractomètre un outil essentiel, abeilles & cie – CARI. vol.1 n.122, 30-32p.
- 33- Damiche A., Nettari S. 2018. Evaluation de la qualité des dattes du cultivar (Deglet Nour) produites dans la région de Ouargla .Mémoire de master agronomique , gestion des agro systèmes. Ouargla, 64p.
- 34- Djouab A. 2017. Etude du pouvoir antioxydant de deux variétés de dattes du nord et sud Algérien , possibilité d'incorporation dans une margarine allégée .Mémoire de doctorat en génie procédés , technologie alimentaire .Boumerdes, 80p.
- 35- Djoudi I. 2013. Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier datier (Phoenix dactylifera L.) dans la région de Biskra .Mémoire de magister en science agronomique , agriculture et environnement en régions aride .Biskra, 108p.
- 36- El barnaoui O. 2014. Quelques variétés de dattes algériennes, a tout économique ,social et nutritionnel, Doc. centre de recherche scientifique et technique sur les régions arides. Biskra, Algérie. 34p.
- 37- Fabre N. 2017. Conseils et utilisation des huiles essentielles les plus courantes en officine .Thèse de doctorat en pharmacie. Toulouse ,197p.
- 38- Fontanay S. 2012. Complexations de tri terpènes pentacycliques par des cyclodextrines caractérisation physicochimique et activités biologique .Mémoire de doctorat en sciences de la vie et de santé. France ,212p.

39-Gaeraissa T., Hamidani I. 2018. Etude de quelques caractéristique physicochimique du sirop traditionnel des datte de deux variétés (Ghars et Tinissine).Mémoire de master en science biologique, biochimie appliquée. El oued 56p.

40-Gourchala F. 2015.Caractérisation physicochimique phytochimique et biochimique de cinq variétés de datte d'Algérie, Phoenix dactylifera L.(Deglet Nour , Ghars ,H'mira ,Tamesrit et Tinissine) effets de leur ingestion sur certains paramètres biologique (Glycémie,profil lipidique, index glycémique et pression artérielle) .Mémoire de doctorat en science biologique , biochimie appliquées . Annaba , 127p.

41-Guillouty A. 2016.Plantes médicinales et antioxydant.Thèse de doctorat en pharmacie .Toulouse France ,91p.

42-Haleng J. 2007.Le stress oxydant. Revue Med. Lieg., biologie clinique, vol. 62 n°.10, Belgique,628-638p.

43-Harris L G., Foster S.J., and Richards. R.G. 2002. An introduction to staphylococcus aureus and techniques for identifying and quantifying S. aureus adhesins in relation to adhesion to biomaterials: review ,European cells and materials .vol.4, 39-60p.

44-Haroun M., Khesrani W.2016. Caractérisation physico chimique de fruits de variétés de datte de la vallée de M'zab et leurs potentiel antibactérien.Mémoire de master en science biologique , bioprocédés et technologie alimentaire. Bejaia , 50p.

45-Halouadji M., Limam Z. 2016.Caractéristiques physicochimique et organoleptiques de quelques variétés de datte consommées dans la région d'adrar (sud ouest d'Algérie).Mémoire de master en science biologique , biochimie appliquée . Ouargla , 63p.

46-Hamadouche L., Souami Z. 2012. L'activité antioxydante des deux tissus (blanc et pigmenté) de quelques variétés de datte communes , mémoire d'ingénieur en science alimentaire . Bejaia, 51p.

47-Idir A. 2016.Utilisation des noyaux de dattes pour l'élimination des ions Fe^{+2} en solution aqueuse .Mémoire de magister en chimie , chimie de l'environnement . Tizi ouzou , 79p.

- 48-Indice de folin ciocalteu.2009.Recueil international des méthode d'analyse, 1-2p.
- 49-Jacquinet S. 2017. Escherichia coli, producteur de shigatoxines, sciensano .AVIQ (Agence pour une vie de qualité, STEC. 1-20p.
- 50-Jeannot K.Guillard T. 2009. Pseudomonas aeruginosa .l'ECN.1-10p.
- 51-Kamagate A.2001.Etude comparative de différentes méthodes d'évaluation de la sensibilité aux antibiotique des bactéries anaérobies strictes de la flore sous-gingivale, odontostomatologie tropicale n.°95,1-12p.
- 52-Kristinsson G.2007.Pasteurella multocida infections. Doc.In brief , Pediatrics in Review Vol.28 n°.12, 472-473p.
- 53- KRÜSS A.2013. Réfractomètre - Mesure en degrés Brix pour l'industrie des boissons et des jus, Alster dorfer Strasse, Allemagne, 276-278p.
- 54-Labrecque O.2018.Comment utiliser l'antibiogramme afin de faire un meilleur usage des antibiotique, conférence avia ,18p.
- 55-Laouini S E.2014.Etude phytochimique et activité biologique d'extrait de des feuilles de phoenix dactylifera L. dans la région du sud d'Algérie (la région d'oued Souf).Thèse de doctorat en chimie industrielle génie chimique. Biskra.141p.
- 56-Luteraan J Ph.1946.La diffusion dans la gélose et ses applications a l'étude de la physiologie des microorganismes.Revue critique Parasitologie.vol.21 n.°5-6,356-375p.
- 57-Madani R., Seddiki R.2019. Comparaison des différents types d'extraction de sirop de datte.Mémoire de master de science et génie de l'environnement, génie procédé de l'environnement. Ouargla, 43p.

58-Mariani kurkdjian p., Bonacorsi S.2014. Diagnostic des infection à *Escherichia coli* entéro-hémorragiques. Feuillet de biologie, bactériologie EHEC./STEC.vol. LV. n.° 317, 41-47 p.

59-Massaux C. 2012. Polyphénols des alliés pour la santé . Abeilles & cie . vol.4. n.°141,4p.

60-Meche B., Gohmes H. 2018. Caractérisation physico chimique et biochimique d'une variété de datte locale de la cuvette de Ouargla .Mémoire de master en science biologique ,biochimie applique . Ouargla ,36p.

61- Mimouni Y . 2015. Développement de produits diététiques hypoglycémiant à base de dattes molles variété «Ghars», la plus répandue dans la cuvette de Ouargla. Thèse de Doctorat en Sciences Biologiques, Ouargla , 169p.

62-Mimouni Y., Sibouker O.2011.Etude des propriété nutritives et diététique des sirops de datte extraits par diffusion en comparaison avec les sirops a haute teneur en fructose (isoglucose) issus de l'industrie de l'amidon , annales des science et technologie . vol.3n.°1.Ouargla, 1-11p.

63-Otohinoyi D.A.2014. Effect of ambient temperature storage on 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl(DPPH) as a free radical for the evaluation of antioxidant activity, Int.J.bio.chem.,vol.8 n.°3,1262-1268p.

64-Rahmi O., Kara Z. 2015. Etude de quelques activités biologique d'extraits végétaux. Mémoire de master en science biologiques , biochimie appliquée . Tizi ousou, 47p.

65-Rahmouni K. 2019. Activité antimicrobienne des extraits de datte des trois variétés de palmier dattier Phoenix dactylifera L. de la région de Boussaâda. Mémoire de master en science biologique , biodiversités et physiologie végétale .M'sila , 31p.

66-Rira M.2006.Effet des polyphénols et des tanins sur l'activité métabolique de microbiote ruminal d'avins .Thèse de magister en biochimie et microbiologie appliquée .Constantine, 72p.

67-Saadi S.2018.Chromatographie sur couche mince .Université kasdi merbah Ouargla .Ouargla,15p.

68-Saci M.,Tliba C. 2019.Composition chimique et activité biologique des datte de la Ouargla. Mémoire de master en science biologique ,biochimie appliquée . Ouargla, 58p.

69-Sahraoui. 2019. Les tanins, laboratoire de pharmacognosie, 1-9p.

70-Sayah Z. 2018. Caractéristiques physicochimiques et biochimique et activités biologiques de quelques datte sèches , molles et demi-molles de cuvette de Ouargla au stade routab et tmar. Mémoire de doctorat en science biologie , biochimie et analyse des bioproduits . Ouargla, 117p.

71- SIBOUKEUR O. 1997. Qualité nutritionnelle, hygiénique et organoleptique du jus de dattes. Thèse Magister en Sciences Alimentaires, INA.

72-Tirichine S. 2010. Etude ethnobotanique activité antioxydante et analyse phytochimique de quelques cultivars de palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) du sud Est Algérien .Mémoire de magister en science biologie ,écophysiologie végétale. Oran, 77p.

73-Tristan A., Rasigade J.P.,2009. Staphylococcus Spp. l'ECN ,1-10p.

74-Wilson B.A., Mengfei H. 2013.Pasteurella multocida :from zoonosis to cellular microbiology, and host –microbe systems, institute for genomic biology . Urbana Illinois USA. vol. 26 n.°3,631-655p.

75-Zagane A.2011. Synthèse et propriétés biologique de nouveaux flavonoïdes à base saccharidique. Mémoire de magister en chimie, chimie moléculaire et biomoléculaire. Oran, 76p.

76-Zimmer N.,Cordesse R. 1996. Influence des tanins sur la valeur nutritive des aliments des ruminants . Inra. production animales . vol. 9 n.° 3 , 167-179p.

Annexe

Annexe :01

01- Caractéristique générale et morphologique de fruit ,graine, Spadice et palme de deux cultivar de datte Hamraya et Litime .

01-01- Caractéristiques générales de cultivar de datte

Caractéristiques générales	Cultivar de Hamraya	Cultivar de Litime
Distribution géographique	Abondent au tassili, peu fréquent dans la Saoura, El-Méniaa, Metlili, Ouargla , Oued-Righ, Ziban et Aurès, rare au Mzab et au Souf	Fréquent à Ouargla. peu fréquent au Ziban et Oued-Righ ,rare au Mzab et au Souf.
Date de maturité	Août-Septembre	Août-Septembre
Date de récolte	Septembre -Octobre	Septembre -Novembre
Utilisation de datte	Fraiche et conservée, parfois donnée aux animaux .	Fraiche et conservée
Mode de conservation	Ecrasé, pilé ou dans des sacs	Ecrasé et dans des sacs au Mzab.
Appréciation	Excellente dans la Saoura et à Metlili. Bonne ailleurs	Excellente au Mzab et à Ouargla .Bonne ailleurs
Digestibilité	Froide	Chaude
Commercialisation	Faible	Faible
Sensibilité à la fusariose	Sensible	Inconnue
Capacité à rejeter	Importante à El-Méniaa et Oued –Righ ;moyenne ailleurs.	Moyenne

01-02- Caractères morphologiques de cultivar de datte

Caractères morphologique Fruit-Graine –Palme-Spadice-	Cultivar de Hamraya	Cultivar de Litime
Forme du fruit	Droite ou ovoïde	Ovoïde
Taille du fruit	Moyenne à grande	Moyenne
Poids de 20 fruit	60 à 260 g	132 à 275g
Couleur ' Bser '	Rouge	Jaune
Couleur ' Tmar '	Marron ou Rouge	Ambrée ou rouge
Aspect de l'épicarpe	Variable	Plissé
Altération	Aucune	Aucun
Consistance	Molle à demi-sèche	Molle
Plasticité	Tendre ou élastique	Tendre ou élastique
Texture	Fibreuse	Fibreuse
Goût	Parfumé ou acidulé	Parfumé
Forme du calice	Proéminent	Proéminent
Forme	Ovoïde ou droite	Ovoïde , parfois droite
Taille	Moyenne à grande	Moyenne
Graine/Fruit	1/2 à 2/3 ou > 2/3	1/2 à 2/3
Poids de 20 graines	11 à 26 g.	18 à 29 g
Couleur	Beige	Beige ou marron
Surface	Lisse	Lisse
Forme du sillon	En forme de U ou V	Non prononcée
Pore germinatif	Central	Central
Protubérances	Jamais	Souvent en aillettes
Pédoncule	Court	Court
Tégument	Adhérent	Adhérent
Longueur de la palme	380 cm	330 à 125 cm
Largeur de la palme	60 cm	80 à 125cm
Densité des pennes sur 50cm	34	45 à 52
Densité des épines sur 50cm	20	16 à 23
Longueur des épines du milieu	4 cm	5 à 8 cm
Longueur	120 cm	150 à 170cm
Orientation	Oblique	Oblique
Couleur	Orange	Jaune-orangée

03-2- Extraction de jus de datte

03-2- Extraction a l'eau chaude a 80C°

03-2-1-La premier extraction



Extraction a l'eau chaude a 80C°Cultivar Hamraya et Litime

03-2-2-La premier filtration

03-2-3-La deuxième extraction



Le 2eme extraction a l'eau chaude a 80C°



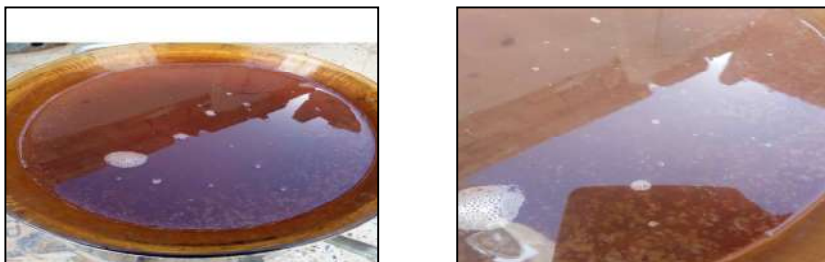
Volume final de filtrat avant la condensation



Jus de datte après la 1^{er} et le 2eme extraction

03-2-5-Condensation de jus de datte

03-2-5-1-Condensation par évaporation sous bain mari à 65C°



Condensation de jus de datte a 60C° a bain marie



Sirop de datte de 2 cultivar Hamraya et Litime
(a 65C° et 105C°)

Annexe 04

04-Détermination du taux solide soluble (TSS ou°Brix)

04-1-Le réfractomètre

- Le réfractomètre permet de mesurer l'indice de réfraction d'une solution en se basant sur l'échelle de Brix

Le degré ou pourcentage Brix d'une solution est proportionnelle à la concentration massique en sucre de cette solution, donc on utilise le réfractomètre **d'Abbe de laboratoire** pour la mesure de l'indice de réfraction des liquides, solides, semi-solides et poudres.

Système optique de lecture sur une double échelle : % Brix et indice de réfraction, avec une excellente ligne de partage lumineuse et contrastée.

Prismes avec de larges faces et correctement protégés de la lumière extérieure.

Oculaire ajustable.

Possibilité de thermostatisation externe.

Instrument recouvert époxy, résistant aux attaques chimiques.

Compensation de température manuelle de 0°C à 70°C.

Il est utilisé en contrôle qualité, étude de pureté de produits, analyse quantitative de mélanges binaires, concentration en sucre, matières grasses et pour les liquides et solides de type verre, plastique,etc.

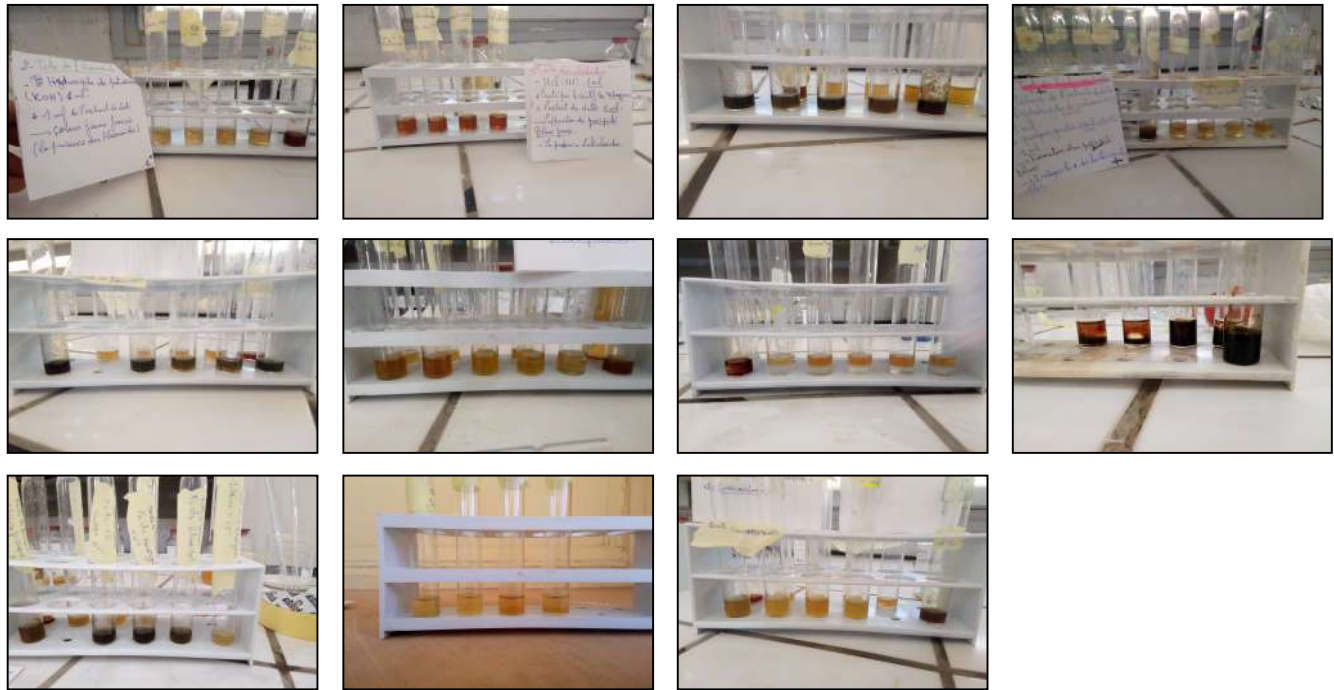


Réfractomètre d'Abbe de laboratoire

Annexe 05

05-Analyse qualitative des sirops de dattes

05-01-Test phytochimiques



Annexe 06

06- Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (CCM)



Déplacement des témoins et sirop de datte diluée (1/20) avec pipete pasteur

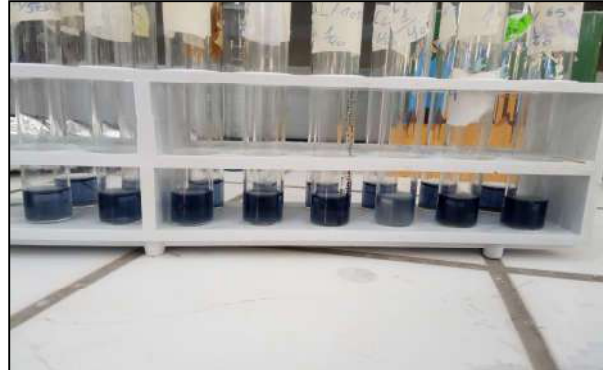


Plaque CCM immergée dans la cuve saturée, la phase mobile (Acide acétique - eau - butanol)

Annexe 07 :

07-Analyses quantitatives des sirops de dattes

07-01-Dosage des composés phénoliques totaux (CPT)



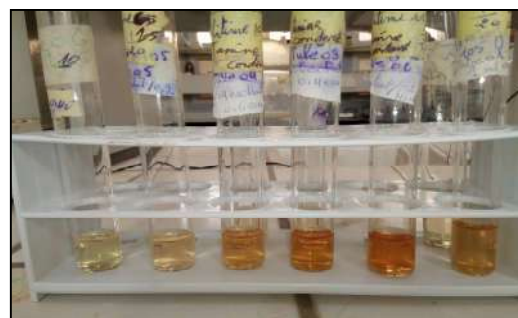
Gamme d'étalonnage d'acide gallique réactive de folin-ciaucaltue et tubes de déférent concentration de sirop de datte Litime 65 –Litime 105 dilution de (1/40) , (1/50),(1/60),(1/70),(1/80),(1/60),méthode de folin-Ciocalteu.

07-2-Dosage des flavonoïdes



Gamme d'étalonnage de rutine et tubes de déférent concentration de sirop de datte avec le réactif de trichlorure d'aluminium

07-3-Dosage des tanins condensé

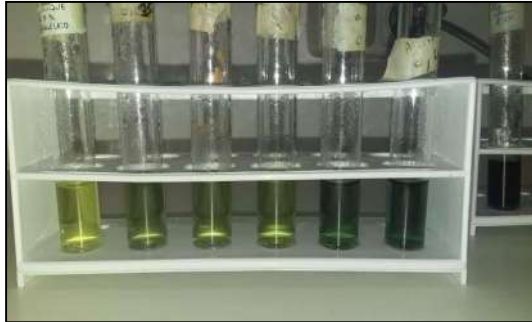


Gamme d'étalonnage de catéchine et tubes de déférent concentration de sirop de datte ,la méthode de butanol-HCl.

08- Activité biologique des sirops de dattes

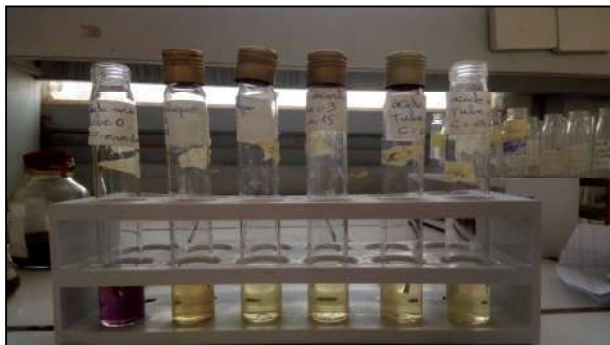
08-01-Activité antioxydant

Teste de phosphomolybdae



Gamme d'étalonnage d'acide ascorbique et tubes de différentes concentrations de sirop de dattes avec le réactif de phosphomolybdate

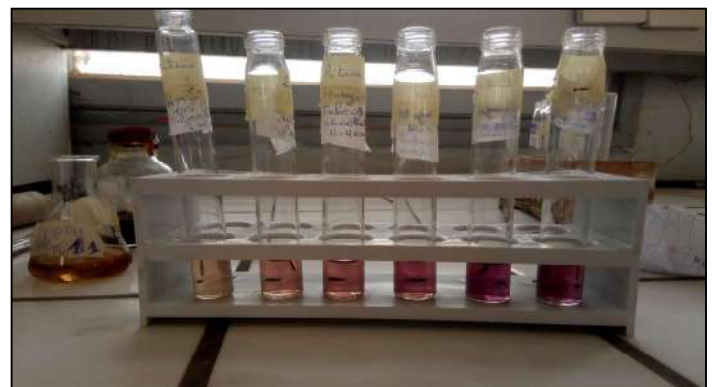
08-02-Activité anti radicalaire (teste de 1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH))



Gamme d'acide ascorbique avec le réactif de DPPH



Différentes concentrations de sirop de dattes avec le DPPH après 24h dans l'obscurité.



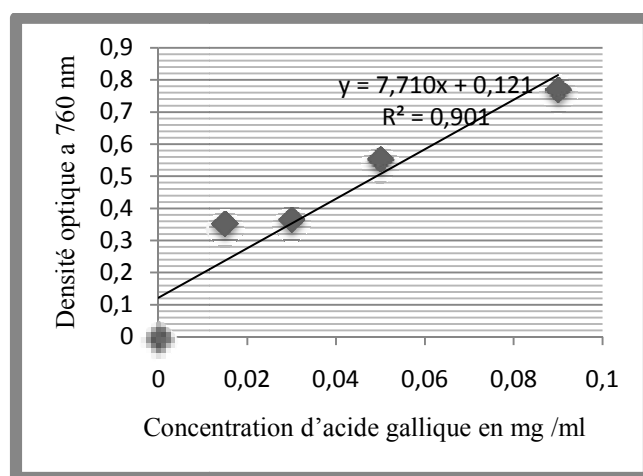
Différentes concentrations de sirop de dattes Litime 105C° avec le DPPH après l'incubation à l'obscurité pendant 30h

Annexe 09 :

Dosage des composé phénolique

Gamme d'étalonnage de l'acide gallique (solution mère 0.015g dans 100ml)
(spectrophotomètre UV visible a 760 nm).

Concentrations de gamme d'étalonnage	Tube 0 C=0	Tube 01 C=0.015	Tube 02 C=0.03	Tube 03 C=0.05	Tube 04 C=0.09	Tube 05 C=0.15
La densité optique a760nm	0	0.390 0.350	0.483 0.363	0.530 0.551	0.834 0.768	1.027 0.854



-La teneur en polyphénole d'acide gallique :

$$T=C \times V \times D / P \times 100$$

T : Teneur en poly phénols totaux (mg GAE /100g d'extrait) ;

C : Concentration en polyphénols en équivalent d'acide gallique .

V : Volume de la solution analysée (ml).

D : Facteur de dilution.

P : Poids de l'échantillon (g).

-Dosage des composé phénolique d'extraite de datte des cultivars Hamraya et Litime a différent concentration (dilution de 1/40-1/50-1/60-1/70-1/80-1/90) par la méthode de Folin-Ciocalteu, (spectrophotomètre UVvisible a 760nm).

Hamraya 65

Concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.025	Tube C=0.02	Tube 03 C=0.014	Tube 04 C=0.012	Tube 05 C=0.011	Tube 06 C=0.01
Densité optique a760nm	0.928 0.894 0.810 0.875	1.321 0.887 0.737 0.981	0.704	0.817	0.889	0.566

Teneur d'extraite en polyphénole

$$T = 0.05 \times A_{ext} \times D / C_{ext} \times A_{Gallique} \times 100$$

T : Teneur en polyphénole (mg /100g d'extrait)

D : Facteur de dilution

A_{ext}: Absorption de l'extrait

A_g: Absorption du Acide gallique

C_{ext}: Concentration de l'extrait en matériel végétal .

Cultivar Hamraya 105

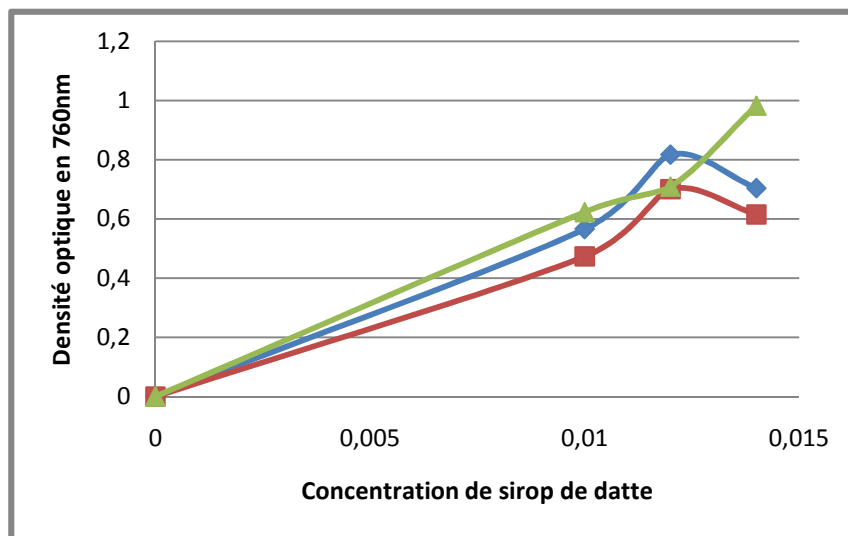
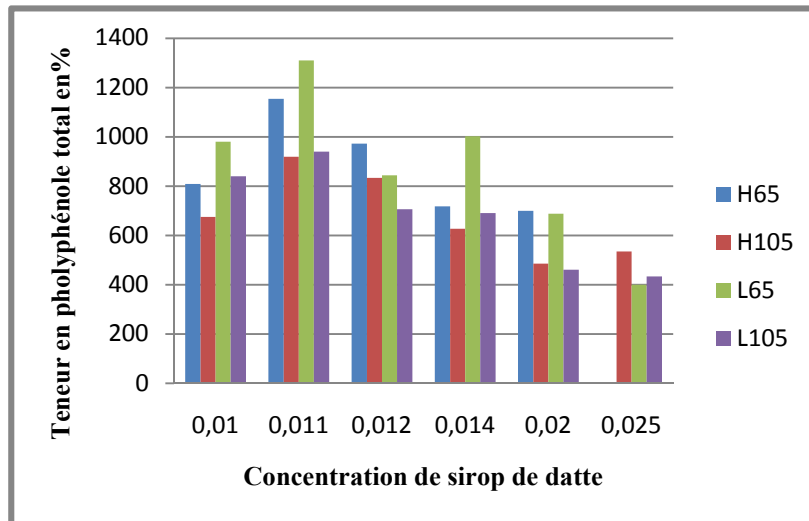
Concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.025	Tube C=0.02	Tube 03 C=0.014	Tube 04 C=0.012	Tube 05 C=0.011	Tube 06 C=0.01
Densité optique a760nm	1.230 1.013 0.936 0.875	0.724 0.688 0.680 0.660	0.615	0.700	0.708	0.473

Cultivar Litime 65

Concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.025	Tube C=0.02	Tube 03 C=0.014	Tube 04 C=0.012	Tube 05 C=0.011	Tube 06 C=0.01
Densité optique a760nm	0.750 0.740 0.701 0.615	1.228 0.963 0.869 0.794	0.982	0.709	1.009	0.623

Cultivar Litime 105

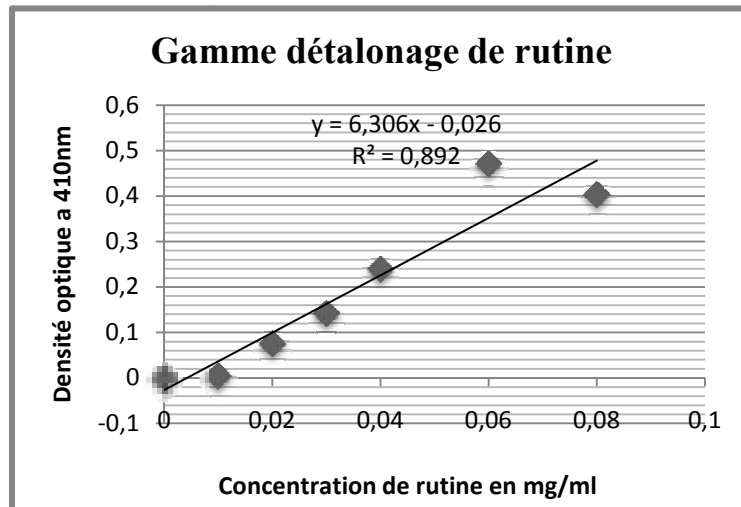
Concentration sirop de datte	Tube 01 C=0.025	Tube C=0.02	Tube 03 C=0.014	Tube 04 C=0.012	Tube 05 C=0.011	Tube 06 C=0.01
Densité optique a760nm	0.760 0.511 0.395 0.378	0.644 0.643 0.642	0.677	0.594	0.723	0.588



Dosage des Flavonoïde

-Gamme d'étalonnage de Rutine solution (mère 0.008g dans 100ml) (spectrophotomètre UV visible a 410nm) incubation pendant 10min .

concentration, de gamme détalonnage	Tube 0 C = 0	Tube 01 C = 0.01	Tube 02 C = 0.02	Tube 03 C = 0.03	Tube 04 C = 0.05	Tube 05 C = 0.06	Tube 06 C = 0.08
La densité optique (DO)	0	0.003	0.074	0.141	0.238	0.470	0.402



-Teneur en flavonoïdes :

$$T=C \times V \times D / P \times 100$$

T : Teneur en poly phénols totaux (mg Rutin /100g d'extrait) ;

C: Concentration en flavonoïde en équivalent de rutine .

V : Volume de la solution analysée (ml).

D : Facteur de dilution.

P : Poids de l'échantillon (g).

-Dosage des flavonoïdes de l'extrait de datte des cultivars Hamraya et Litime à différentes concentrations (à partir d'une dilution de 1/20) par la méthode de (spectrophotomètre UV visible à 410 nm).

Hamraya 65

concentration sirop de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube 03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	1.020	0.888	0.612	0.383	0.007	0.054

$$T= 0.05 \times A_{ext} \times D / C_{ext} \times A_{Rutine} \times 100$$

T : Teneur en Flavonoïdes (mg /100g d'extrait)

D : Facteur de dilution

A_{ext}: Absorption de l'extrait

A_{Rutine}: Absorption Rutine

C_{ext}: Concentration de l'extrait en matériel végétal .

Hamraya 105

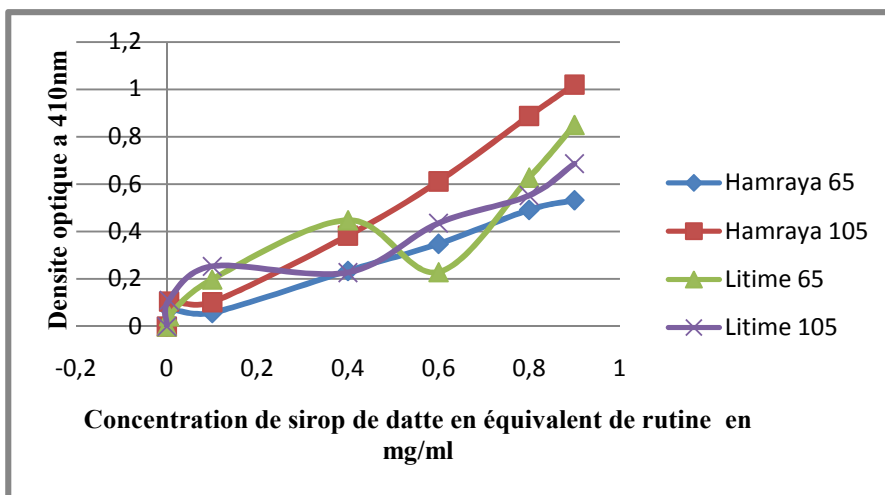
concentration d'extrait de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.532	0.491	0.348	0.234	0.057	0.071

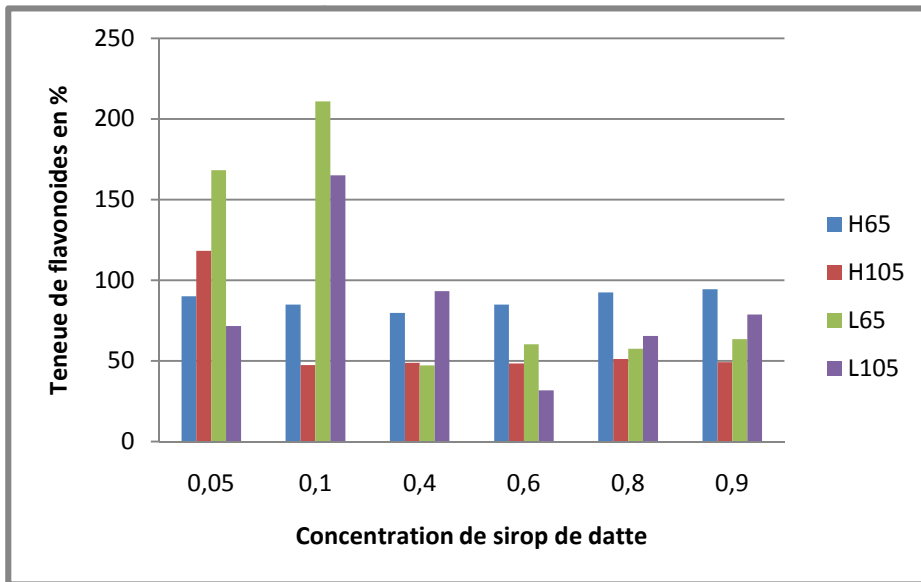
Litime 65

Concentration	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.686	0.552	0.435	0.227	0.253	0.101

Litime 105

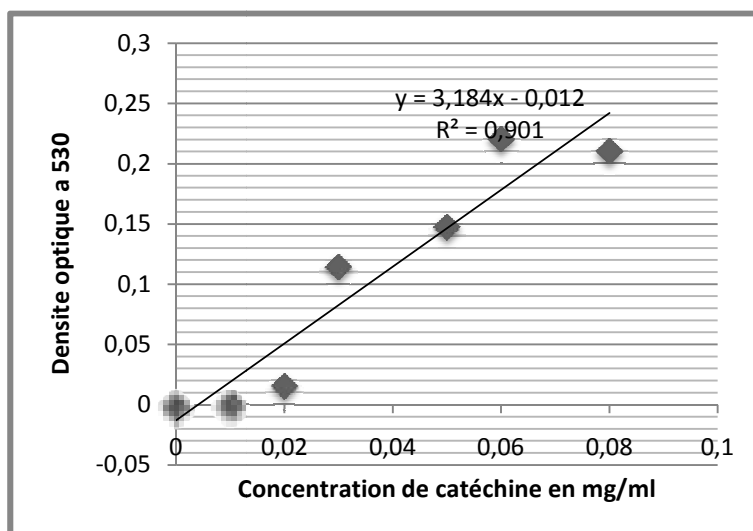
Concentration de d'extrait de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.850	0.628	0.229	0.448	0.198	0.043





-Gamme d'étalonnage de catéchine solution (mère 0.008g dans 100ml) (spectrophotomètre UV visible à 530nm) incubation à 90C ° pendant 1 heure.

Concentration	Tube 0 C=0	Tube 01 C=0.01	Tube 02 C=0.02	Tube 03 C=0.03	Tube 04 C = 0.05	Tube 05 C = 0.06	Tube 06 C = 0.08
La densité optique (DO)	0 0	0.004 0.001 0.043 0.009	0.015 0.003 0.015	-0.002 -0.025 0.114	-0.008 -0.024 0.147	0.010 0.017 0.220	-0.007 0.013 0.210



Hamraya 65

concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.251	0.143	0.135	0.112	0.058	0.012

$$T = 0.05 \times A_{ext} \times D / C_{ext} \times A_{Rutine} \times 100$$

T : Teneur en tanins (mg /100g d'extrait)

D : Facteur de dilution

A_{ext}: Absorption de l'extrait

A_{Rutine}: Absorption catéchine

C_{ext}: Concentration de l'extrait en matériel végétal .

-Hamraya 105

concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.197	0.195	0.132	0.120	0.026	0.009

$$T = 0.05 \times A_{ext} \times D / C_{ext} \times A_{Rutine} \times 100$$

T : Teneur en tanins (mg /100g d'extrait)

D : Facteur de dilution

A_{ext}: Absorption de l'extrait

A_{Rutine}: Absorption catéchine

C_{ext}: Concentration de l'extrait en matériel végétal .

3-Litime 65

concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.368	0.214	0.178	0.094	0.039	0.001

$$T = 0.05 \times A_{\text{ext}} \times D / C_{\text{ext}} \times A_{\text{Rutine}} \times 100$$

T : Teneur en tanins (mg /100g d'extrait)

D : Facteur de dilution

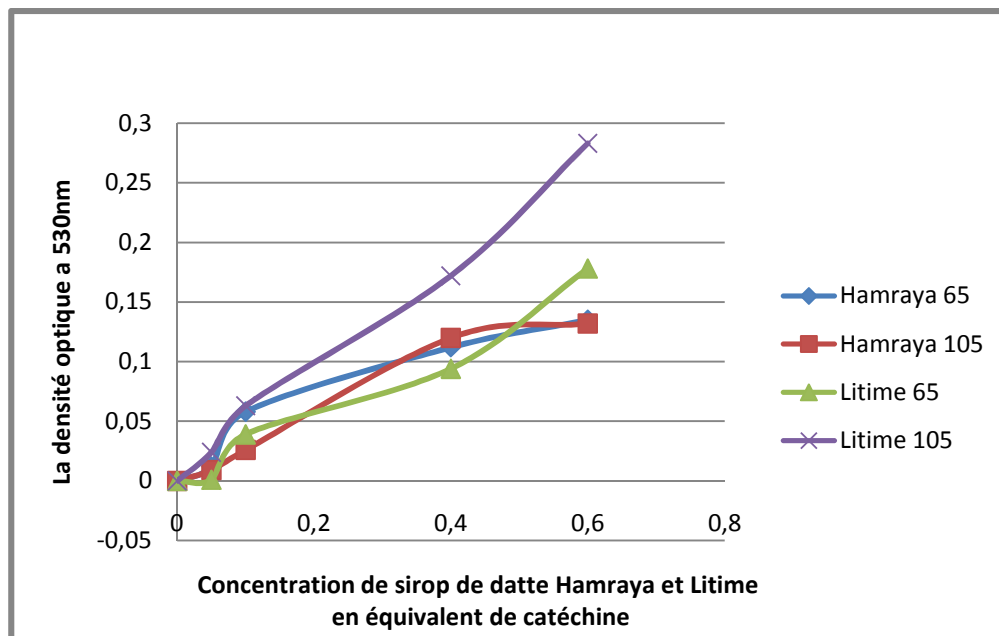
A_{ext}: Absorption de l'extrait

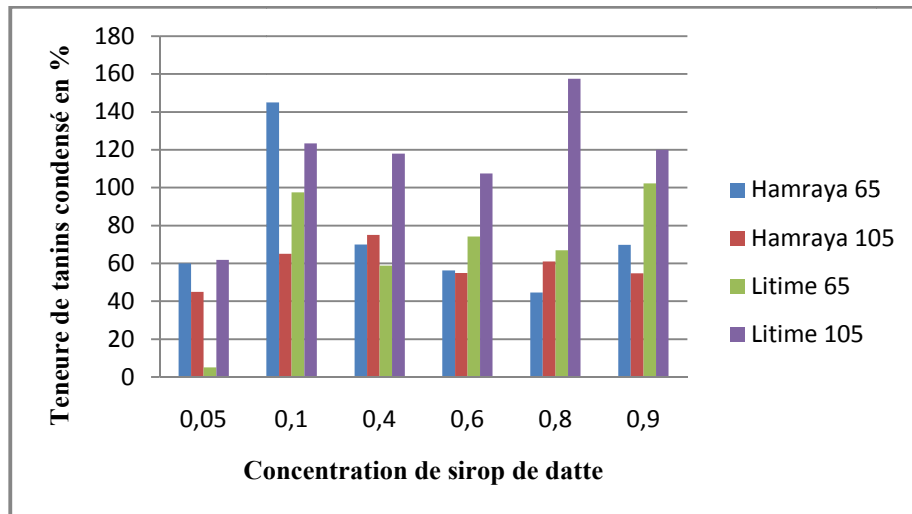
A_{Rutine}: Absorption catéchine

C_{ext}: Concentration de l'extrait en matériel végétal .

4-Litime 105

concentration de sirop de datte	Tube 01 C=0.9	Tube 02 C=0.8	Tube03 C=0.6	Tube 04 C=0.4	Tube 05 C=0.1	Tube 06 C=0.05
La densité optique (DO)	0.223	0.395	0.283	0.172	0.063	0.024

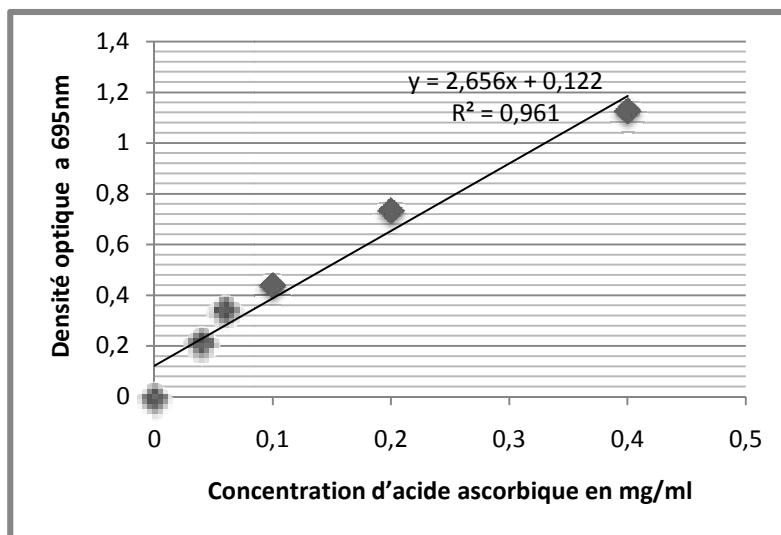




Activité anti oxydant (Test de phosohomolybdate)

- Gamme d'étalonnage de l'acide ascorbique solution (mère 0,04g dans 100ml)
(spectrophotomètre UV visible a 695nm)

Concentration d'acide ascorbique	Tube 0 C=0	Tube 01 C=0,04	Tube 02 C=0,06	Tube 03 C=0,10	Tube 04 d C=0,20	Tube05 C=0,40
La densité optique (DO)	0	0,225	0,177	0,155	0,616	0,998
	0	0,220	0,346	0,436	0,731	1,125



Teneur de l'activité antioxydant d'acide ascorbique

$$T = C \times V \times D / P \times 100$$

T : Teneur en activité anti oxydant (mg GAE /100g d'extrait) ;

C: Concentration en antioxydant en équivalent d'acide ascorbique .

V : Volume de la solution analysée (ml).

D : Facteur de dilution.

P : Poids de l'échantillon (g)

- Détermination de l'activité antioxydant total sirop de datte des cultivars Hamraya et Litime a concentration de (1/100-1/200-1/300-1/400-1/500-1/600) par le teste de phosphomolybdate , (spectrophotomètre UVvisible a 760nm)

-Hamraya 65

concentration de sirop de datte	Tube 01 C= 1/100	Tube 02 1/200	Tube 03 1/300	Tube 04 1/400	Tube 05 1/500	Tube 06 1/600
Densité optique (DO)	1.298	0.477	0.308	0.240	0.219	0.294

Teneur en activité biologique de sirop de datte (Test phosphomolybdate)

$$T = 0.05 \times A_{ext} \times D / C_{ext} \times A_{ascorbique} \times 100$$

T : Teneur en activité antioxydant (mg /100g d'extrait) ;

D : Facteur de dilution ;

A_{ext}: Absorption de l'extrait ;

A_{ascorbique}: Absorption du l'acide ascorbique ;

Hamraya 105

concentration de sirop de datte	Tube 01 C= 1/100	Tube 02 1/200	Tube 03 1/300	Tube 04 1/400	Tube 05 1/500	Tube 06 1/600
Densité optique (DO)	1.179	0.505	0.349	0.231	0.192	0.335

Litime 65

concentration de sirop de datte	Tube 01 C= 1/100	Tube 02 C=1/200	Tube 03 C=1/300	Tube 04 C=1/400	Tube 05 C=1/500	Tube 06 C=1/600
Densité optique (DO)	1.180	0.514	0.280	0.219	0.209	0.155

Litime 105

concentration de sirop de dattes	Tube 01 C= 1/100	Tube 02 1/200	Tube 03 1/300	Tube 04 1/400	Tube 05 1/500	Tube 06 1/600
Densité optique (DO)	1.794	0.682	0.377	0.365	0.432	0.221

Evaluation de l'activité anti-radicalaire (DPPH)

-Courbe d étalonnage de l acide ascorbique avec le réactif de DPPH

-A partir d un solution mère de l acide ascorbique de (0.04g/100ml) On préparé des différent concentration de (0 mg/ml, 0.04mg/ml, 0.06mg/ml, 0.10mg/ml, 0.20mg/ml,0.40mg/ml), on ajout dans chaque concentration (1ml d acide ascorbique)un quantité de 3.9ml de solution de DPPH ,la densité optique est mesuré après 30min de l incubation dans l obscurité

L acide ascorbique (Solution mère de 0,04mg/100ml)	Tube 0 C : 0 mg/ml	Tube 01 C : 0,04 g/ml	Tube 02 C :0,06 g/ml	Tube 03 C=0,10 g/ml	Tube 04 C :0,20 g/ml	Tube05 C :0,40 g/ml
La densité optique (DO)	0.669 _{Abs} contrôle	0.179	0.049	0.094	0.047	0.164

-le pourcentage d inhibition (%) IC₅₀

$$IC_{50\%} = [Ads_{contrôle} - Abs_{échantillon} / Abs_{contrôle}] \times 100$$

$$01-IC_{50} = [0.669 - 0.179 / 0.669] \times 100$$

$$IC_{50\%tube1(c=0.04mg/ml)} = 73.24\% ,$$

$$02- IC_{50} = [0.669 - 0.049 / 0.669] \times 100$$

$$IC_{50\%tube2(c=0.06mg/ml)} = 92.67\% ,$$

$$03- IC_{50} = [0.669 - 0.094 / 0.669] \times 100$$

$$IC_{50\%tube3(c=0.10mg/ml)} = 89.94\% ,$$

$$04- IC_{50} = [0.669 - 0.047 / 0.669] \times 100$$

$$IC_{50\%tube04(c=0.20mg/ml)} = 92.97\% ,$$

$$05- IC_{50} = [0.669 - 0.164 / 0.669] \times 100$$

$$IC_{50\%tube5(c=0.40mg/ml)} = 75.48\% ,$$

Courbe de les deux cultivar Hamraya (degré brix 105-65) et Litime (degré brix105-65) a déférent concentration

- A partir d'un solution mère de cultivar Hamraya (degré brix 105-65) et Litime (degré brix 105-65) à concentration de 0.05 g/ml (dilution de 1/20) pour une concentration initiale de 90%. On prépare des différentes concentrations de (0.05mg/ml - 0.04mg/ml - 0.03mg/ml - 0.02mg/ml 5×10^{-3} mg/ml - 2×10^{-3} mg/ml), on ajoute dans chaque extrait de cultivars une quantité de 3.9ml de solution de DPPH, la densité optique est mesurée après 30min de l'incubation dans l'obscurité.

01- Hamraya 65

Les tubes d'extrait de datte dilution de 1/20 à différentes concentrations	Tube 01 Hamraya 65 C=0.05	Tube 02 Hamraya 65 C=0.04	Tube 03 Hamraya 65 C=0.03	Tube 04 Hamraya 65 C=0.02	Tube 05 Hamraya 65 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Hamraya 65 $C=2 \times 10^{-3}$
La densité optique (DO)	0,478	0,483	0,515	0,490	0,531	0,533

Concentration de datte dilution de 1/20	Tube 01 Hamraya 65 C=0.05	Tube 02 Hamraya 65 C=0.04	Tube 03 Hamraya 65 C=0.03	Tube 04 Hamraya 65 C=0.02	Tube 05 Hamraya 65 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Hamraya 65 $C=2 \times 10^{-3}$
Pourcentage d'inhibition (%) IC50	28.55%	27.80%	23.01%	26.75%	20.62%	20.32%

02-Hamraya 105

Concentration de sirop de datte dilution de 1/20	Tube 01 Hamraya 105 C=0.05	Tube 02 Hamraya 105 C=0.04	Tube 03 Hamraya 105 C=0.03	Tube 04 Hamraya 105 C=0.02	Tube 05 Hamraya 105 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Hamraya 105 $C=2 \times 10^{-3}$
La densité optique (DO)	0,350	0,343	0,338	0,384	0,315	0,490

Concentration de sirop de datte dilution de 1/20	Tube 01 Hamraya 105 C=0.05	Tube 02 Hamraya 105 C=0.04	Tube 03 Hamraya 65 C=0.03	Tube 04 Hamraya 105 C=0.02	Tube 05 Hamraya 105 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Hamraya 105 $C=2 \times 10^{-3}$
Pourcentage d'inhibition (%) IC50	47.68%	48.72%	49.47%	42.60%	52.91%	43.34%

Litime 65

Concentration de sirop de datte dilution de 1/20	Tube 01 Litime 65 C=0.05	Tube 02 Litime 65 C=0.04	Tube03 Litime 65 C=0.03	Tube 04 Litime 65 C=0.02	Tube 05 Litime 65 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Litime 65 $C=2 \times 10^{-3}$
La densité optique (DO)	0,444	0,451	0,456	0,468	0,474	0,490

Concentration de datte dilution de 1/20	Tube 01 Litime 65 C=0.05	Tube 02 Litime 65 C=0.04	Tube03 Litime 65 C=0.03	Tube 04 Litime 65 C=0.02	Tube 05 Litime 65 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Litime 65 $C=2 \times 10^{-3}$
Pourcentage d inhibition (%) IC50	33.63%	32.58%	31.83%	30.04%	29.14%	26.75%

Litime 105

Concentration de datte dilution de 1/20	Tube 01 Litime 105 C=0.05	Tube 02 Litime 105 C=0.04	Tube03 Litime 105 C=0.03	Tube 04 Litime 105 C=0.02	Tube 05 Litime 105 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Litime 105 $C=2 \times 10^{-3}$
La densité optique (DO)	0,307	0,411	0,477	0,599	0,761	0,753

Concentration de datte dilution de 1/20	Tube 01 Litime 105 C=0.05	Tube 02 Litime 105 C=0.04	Tube03 Litime 105 C=0.03	Tube 04 Litime 105 C=0.02	Tube 05 Litime 105 $c=5 \times 10^{-3}$	Tube 06 Litime 105 $C=2 \times 10^{-3}$
Pourcentage d inhibition (%) IC50	54.11%	38.56%	28.69%	10.46%	-13.16%	-12.55%

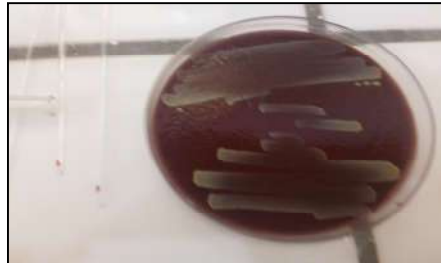
Annexe 10 :

10-Activité antimicrobienne de sirop de datte

10-01- Les souche bactérienne.



Staphylococcus aureus



Pseudomonas



Escherichia coli



Pasteurella smm



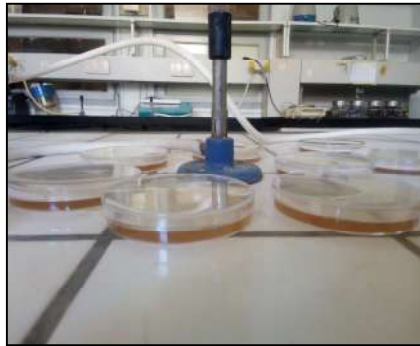
Repiquages de *Escherichia coli* et *pasteurella Spp*

10-02- Milieux de conservation.



Bouillon nutritive (lait écrème)

10-02- Préparation de milieu de culture (Müller Hinton)



10-04-Dépôt des disques



Déplacement de disque de papier wattman n 03 dans le gélose nutritive

10-05- Zone d'inhibition d'extraite de datte a différent concentration contre les souche bactérienne



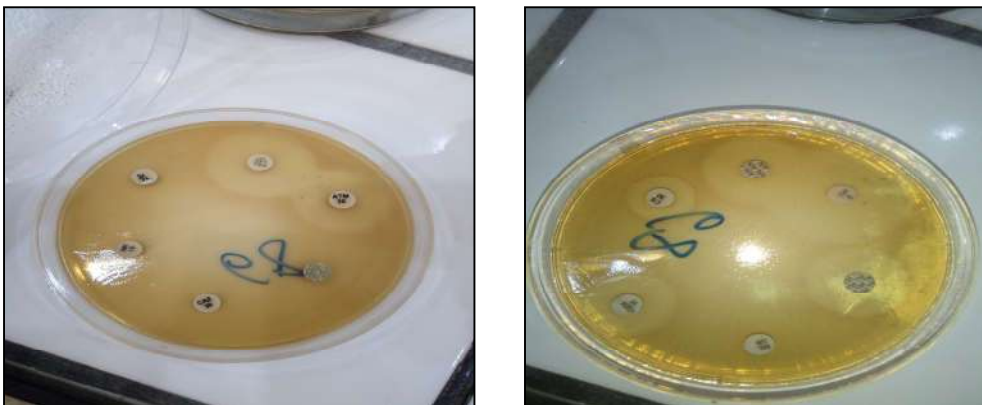
10-05-Bactériogramme de souche bactérienne



Bactériogramme de Staphylococcus



Bactériogramme de *Escherichia coli*



Bactériogramme de Psodomonas

Intérêt diététique des sirops de dattes

Résumé

La présente étude vise à élaborer des sirops de dattes à base des cultivars de faible valeur marchande (Litima et Hamraya), dans le cadre de contribuer à la valorisation de ce patrimoine phoenicicole d'un part et d'innovation d'un produit diététique d'autre part, par une méthode technologique simple. La méthode adoptée réside sur la diffusion de solides solubles dans l'eau à deux températures de concentration différentes 65°C (basse température) et 105°C (haute température). En premier temps, la caractérisation qualitative a été ciblée par le screening et chromatographie sur couche mince. L'analyse quantitative à été réalisée par le dosage des composés phénoliques, des flavonoïdes et des tanins condensés et l'évaluation de l'activité biologique (antioxydante, anti-radicalaire, antibactérienne). Les résultats obtenus, notent la présence des flavonoïdes, des tanins, des coumarines, des alcaloïdes, des anthocyanes, terpénoïdes, des glycosides cardiotoniques, des huiles essentielles et l'absence, des stéroïdes, des anthraquinones dans les sirops des deux cultivars. La CCM révèle quatre (4) taches de couleur jaune Brun, elles semblent caractériser les flavonoïdes de type de Rutine. Quatre (4) taches de couleur bleu-noirâtre indiquent probablement la présence des tanins galliques. La teneur en polyphénols varie entre 4 – 13.10 mg équivalente d'acide gallique/100g de sirop, la teneur en flavonoïdes fluctue entre 0.47- 2.10 mg équivalente de rutine/100g de sirop et celle des tanins oscille entre 0.05 – 1.57 mg d'équivalent de catéchine/100g de sirop. Le sirop de dattes issu de cultivar Litime105 manifeste une activité antioxydante importante (50.22±31 mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop). L'évolution de l'activité anti-radicalaire paraît nettement claire d'après la courbe d'inhibition en pourcentage. Cependant, l'activité antibactérienne montre que le germe *staphylococcus aureus* est le plus sensible contre le sirop Litime105 et *Pasteurella spp* contre le sirop Hamraya65 avec une zone d'inhibition de 10mm. Globalement, les sirops élaborés de tous cultivars confondus manifestent une composition phytochimiques non négligeable et une activité biologique intéressante. Donc, ils peuvent intégrer dans l'alimentation de la population locale vue ces propriétés thérapeutiques.

Mots clés : Dattes, Sirop, composés phytochimiques, activité biologique, Diététique, Ouargla.

Dietary benefit of date syrups

Abstract

The present study aims to develop date syrups based on cultivars of low market value (Litima and Hamraya), in the context of contributing to the enhancement of this phoenicultural heritage on the one hand and innovation of a dietary product of on the other hand, by a simple technological method. The method adopted is based on the diffusion of soluble solids in water at two different concentration temperatures 65 ° C (drop temperature) and 105 ° C (high temperature). First, the qualitative characterization was targeted by screening and thin layer chromatography. Quantitative analysis was performed by assaying phenolic compounds, flavonoids and condensed tannins and evaluating biological activity (antioxidant, anti-free radical, antibacterial). The results obtained note the presence of flavonoids, tannins, coumarins, alkaloids, anthocyanins, terpenoids, cardiotonic glycosides, essential oils and the absence, steroids, anthraquinones in the syrups of the two cultivars. The TLC reveals four (4) spots of yellow brown color, they seem to characterize the flavonoids of the Rutin type. Four (4) bluish-blackish spots probably indicate the presence of Gallic tannins. The content of polyphenols varies between 4 - 13.10 mg equivalent of gallic acid / 100g of syrup, the content of flavonoids fluctuates between 0.47 – 2.10 mg equivalent of rutin / 100g of syrup and that of tannins varies between 0.05 – 1.57 mg of equivalent of catechin / 100g of syrup. Date syrup from the Litime105 cultivar exhibits significant antioxidant activity (50.22±31 mg equivalent of ascorbic acid / 100g of syrup). The evolution of anti-free radical activity appears clearly clear from the percentage inhibition curve. However, the antibacterial activity shows that the *Staphylococcus aureus* germ is the most sensitive against Litime105 syrup and *Pasteurella spp* against Hamraya65 syrup with an inhibition zone of 10mm. Overall, the syrups produced from all cultivars together exhibit a non-negligible phytochemical composition and an interesting biological activity. So they can incorporate these therapeutic properties into the diet of the local population.

Keywords: Dates, Syrup, phytochemicals, biological activity, Diet, Ouargla.

الفوائد الغذائية الصحية لشراب التمر

ملخص

(Litima) و (Hamraya) تهدف الدراسة الحالية إلى تطوير شراب التمر على أساس أصناف منخفضة القيمة السوقية كجزء من المساهمة في تعزيز هذا التراث الوراثية من جهة وابتكار منتج غذائي صحي من جهة أخرى، من خلال طريقة تكنولوجية بسيطة. تعتمد الطريقة المعتمدة على انتشار المواد الصلبة الذائبة في الماء عند درجة حرارة تركيز مختلفة 65 درجة مئوية (درجة حرارة منخفضة) و 105 درجة مئوية (درجة حرارة عالية). أولاً، تم استهداف التوصيف النوعي عن طريق الغرلة وكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة. تم إجراء التحليل الكمي عن طريق فحص المركبات الفينولية والفلافونويد والعفص المكثف وتقييم النشاط البيولوجي (مضاد للأكسدة، مضاد للجذور الحرة، مضاد للجراثيم). النتائج التي تم الحصول عليها تشير إلى وجود مركبات الفلافونويد، العفص، الكومارين، الفلويبات، الأنثوسيانين، التربينويدات، الجليكوسيدات المقوية للقلب، الزيوت الأساسية وغياب المنشطات والأنتراكينون في شراب الصنفين. يكشف TLC عن أربع (4) بقع من اللون البني الأصفر، ويبدو أنها تميز مركبات الفلافونويد من نوع روتين. تشير أربعة (4) بقع مزرقة إلى الأسود على الأرجح إلى وجود الحمض الغاليك. يتراوح محتوى البوليفينول بين 4 - 13.10 مجم من حمض الغاليك / 100 جم من الشراب، ويتقلب محتوى الفلافونويد بين 0.47 - 2.10 مجم ما يعادل روتين / 100 جم من الشراب ومحتوى الحمض يتراوح بين 0.05 - 1.57 مجم من ما يعادل كاتشين / 100 جرام شراب. يُظهر شراب التمر من الصنف Litime105 نشاطاً مضاداً للأكسدة مهماً (50.22 ± 31 مجم ما يعادل حمض الأسكوربيك / 100 جرام من الشراب). يظهر تطور النشاط المضاد للجذور الحرة واضحاً من منحنى النسبة المئوية للتثبيط. ومع ذلك، فإن النشاط المضاد للبكتيريا يظهر أن جرثومة *Staphylococcus aureus* هي الأكثر حساسية ضد شراب Litime105 و *Pasteurella* ضد شراب Hamraya65 مع منطقة تثبيط تبلغ 10 مم. بشكل عام، تُظهر العصائر المنتجة من جميع الأصناف معاً تركيبة كيميائية نباتية غير مهملة ونشاطاً بيولوجياً مثيراً للاهتمام. حتى يتمكنوا من دمج هذه الخصائص العلاجية في النظام الغذائي للسكان المحليين..

الكلمات المفتاحية: تمر، شراب، كيمويات نباتية، نشاط بيولوجي، حماية، ورقة