

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA
FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT DES SCIENCES BIOLOGIQUES



Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Spécialité : Qualité des produits et sécurité alimentaire

Présenté par: Mme SEGHIRI Yasmine

Thème

**Caractérisation phytochimique et biologique
des sirops de dattes**

Soutenu publiquement le : 28-06-2021

Devant le jury :

Mme Siboukeur A .	(MCB)	Présidente	UKM Ouargla
Mme Mimouni Y.	(MCA)	Encadreur	UKM Ouargla
Mme Chethouna F.	(MCB)	Examinatrice	UKM Ouargla

Année universitaire : 2020/2021



Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A mes chers parents Yazid et Badra pour leur
Soutien, leur patience et leur encouragement*

Durant mon parcours scolaire.

*A mes sœurs et mon frère et mon marie ainsi a
toute ma famille*

A tous mes amies,

*Et à l'ensemble des étudiants de la promotion
Master II 2020-2021*

Remerciements

En préambule à ce mémoire, nous tenons tout d'abord à remercier ALLAH le tout puissant et miséricordieux, qui nous aide et qui nous a donné la force, le courage et la patience d'accomplir ce Modeste travail. mes vifs remerciements vont aux membres du jury ; Mme la présidente Dr.Siboukeur Amina et Mme l'examinatrice Dr. Chethouna Fatima, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie Université Kasdi Merbah Ouargla, pour l'intérêt qu'il est porté à ma recherche en acceptant de scruter mon travail Et de l'enrichir par leur propositions. Mes sincères remerciements je tiens à remercier mon encadreur Mme Dr. Mimouni Yamina, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie Université Kasdi Merbah Ouargla, pour son précieux conseil et son aide durant toute la période du travail. Je remercie mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi. Enfin, je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Merci à tous et à toutes

Liste des abréviations

abréviations	
CCM	Chromatographie sur couche mince
DPPH	1,1-diphényl-2-picrylhrazyl
MeOH	Méthanol
Rf	Rapport frontal
C°	Degré selsuis
G	Ghars
T	Takermoust
UV	Ultra-violet

Liste des Photos

- Photo 1:** Cultivars, A, Ghars ; B, Takermoust.....5.
- Photo 2:** Sirop de dattes Cultivars ; (A) Ghars, (B) Takermoust.....19.
- Photo 3:**Chromatographie sur couche mince (Révélation par trichlorure d'aluminium $AlCl_3$, (5%) suivie par révélation sous un lompe UV) 1 :acide gallique, 2 : Rutine, 3: catéchine,....27.
- Photo 4:** Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par chlorure d'aluminium 5%) G-G' : Ghars 65°C,105°C, T-T':Takermoust 65°C,105°C.....27.
- Photo 5:Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par chlorure de fer 10%) G-G'= 65°C,105°C, T- T'= 65°C,105°C.....29.
- Photo 6:**Effet des sirops de dattes étudiés sur les souches bactériennes.....36.

Liste des figures

- Figure 1:** Structure du DPPH avant et après la réaction avec un antioxydant15.
- Figure 2:** Evolution de l'activité anti-radicalaire des sirops de dattes étudiés35.
- Figure 3:** Evolution de l'activité anti-radicalaire de l'acide ascorbique35.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Degrè Brix des sirops de dattes obtenus à deux températures.....	19.
Tableau 2 : Rendement en sirop de dattes des cultivars étudiés par CEB et CCD.....	20.
Tableau 3 :Screening photochimique des sirops de dattes des cultivars Ghars et Takermoust	21.
Tableau 4 : 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).....	26.
Tableau 5 : 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).....	28.
Tableau 6 : Teneur en composés phytochimiques des sirops de dattes.....	30.
Tableau 7 .: Activité Antioxydant des sirops de dattes estimée mg équivalent de l'acide ascorbique /100 de sirop de dattes étudiés.....	34.

Sommaire

Liste des abréviations.....	
Liste des photos	
Liste des figures	
Liste des tableaux.....	
Sommaire	

Partie I : Introduction

1. Introduction	1.
-----------------------	----

Partie II : matériels et méthodes

2.1. Matériel.....	4.
2.1.1. Matériel végétal	4.
2.1.1.1. Ghars	4.
2.1.1.2. Takemoust.....	5.
2.1.1.3. Sirop.....	5.
2.1.2. Souches bactériennes	6.
2.1.2.1. Définition et classification des souches bactériennes.....	7.
2.2. Méthodes	7.
2.2.1. Préparation des échantillons	7.
2.2.1.1. Extraction.....	8.
2.2.1.2. Concentration de jus de dattes.....	8.
2.2.1.3. Détermination du taux solide soluble (TSS ou°Brix)	8.
2.2.1.4. Rendement d'extraction.....	9.
2.2.2. Analyse qualitative des sirops de dattes.....	9.
2.2.2.1. Tests phytochimiques.....	9.
2.2.2.1.1. Test des flavonoïdes.....	10.
2.2.2.1.2. Test des tanins.....	10.
2.2.2.1.3. Test des coumarines.....	10.

2.2.2.1.4. Test des anthocyanes	10.
2.2.2.1.5. Test des alcaloïdes	10.
2.2.2.1.6. Test des terpenoïdes.....	11.
2.2.2.1.7. Test des saponosides.....	11.
2.2.2.1.8. Test des anthraquinones.....	11.
2.2.2.1.9. Test des glycosides cardiotoniques.....	11.
2.2.2.1.10. Test des stéroïdes.....	11.
2.2.2.1.11. Test des stérols et terpènes.....	12.
2.2.2.1.12. Test des huiles essentielles.....	12.
2.2.2.2. Analyse qualitative par chromatographie sur couche mince (CCM).....	12.
2.2.3. Analyses quantitatives des sirops de dattes.....	13.
2.2.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux (CPT).....	13.
2.2.3.2. Dosage des flavonoïdes.....	14.
2.2.3.3. Activité biologique des sirops de dattes.....	14.
2.2.3.3.1. Activité antioxydant	14.
2.2.3.3.1.1. Test de phosphomolybdate.....	14.
2.2.3.3.1.2. Activité anti-radicalaire par le test de DPPH.....	15.
2.2.3.3.2. Activité antibactérienne.....	16.
2.2.3.3.2.1. Préparation de milieu de culture.....	17.
2.2.3.3.2.2. Préparation des extraits.....	17.
2.2.3.3.2.3. Préparation de l'inoculum.....	17.
2.2.3.3.2.4. Dépôt des disques.....	17.

Partie III : Résultats et discussions

3.1. Propriétés des sirops de dattes.....	19.
3.1.1. Aspect des sirops.....	19.

3.1.2. Degré Brix.....	19.
3.1.3. Rendement d'extraction.....	20.
3.2. Caractérisation qualitative	20.
3.2.1. Tests phytochimiques	21.
3.2.2. Caractérisation par chromatographie sur couche mince (CCM).....	25
3.3. Caractérisation quantitative	29.
3.3.1. Composés phénoliques	29.
3.3.1.1. Teneur en polyphénols.....	30.
3.3.1.2. Teneur en flavonoïdes.....	31.
3.3.2. Activité antioxydant.....	32.
3.3.3. Evaluation de l'activité anti-radicalaire	33.
3. 3.4. Evaluation de l'activité antibactérienne des sirops de dattes.	35.
Conclusion générale.....	38.
Référence bibliographiques	40.
Annexes	47.

Partie I :

Introduction

Introduction

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est la plus importante culture des zones arides et semi-arides. Il joue un rôle important dans la vie économique et sociale des populations de ces régions (Taouda et *al.*, 2014). Il 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.

Les fruits du palmier dattier (dattes) sont très consommés par la population de la région. 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).

Elles constituent une source énergétique très importante (plus de 60% de sucre), en plus, des autres éléments nutritif essentiels pour le corps humain tel que : les acides aminés, les antioxydants et quelque éléments minéraux (Chafi et *al.*, 2015). Pour ces raisons les dattes sont très appréciées par la population saharienne. Les dattes généralement sont riches en fibres, facilitent le transit intestinal et exercent un rôle préventif des cancers colorectaux, des appendicites, de la diverticulose, des varices et des hémorroïdes. Elles ont également un effet hypocholestérolémiant (Albert, 1998 citer par Ben abbas, 2011). Ces fruits permettent de lutter contre l'anémie et les déminéralisations, ils sont donc recommandés 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 les 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 cité par Ben abbas, 2011).

L'Algérie ne dispose d'aucune technologie de transformation, à l'exception du conditionnement et de la production de pâte "Ghars" à partir des dattes molles. 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 révélé 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 citer par Ben abbas 2011).

Dans ce contexte, nous nous sommes proposé d'élaborer des sirops à base de dattes par une méthode technologique à partir d'un cultivar de faible valeur marchande (Takemoust) et un cultivar d'une valeur commerciale importante (Ghars) comme témoin, 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 la caractérisation de ses composés phytochimiques transférés par sa matière première dans ils est issu. 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 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 Algérie. Les dattes de cultivar Takermoust sont récoltées d'une palmeraie de El Kser à Ouargla et les dattes du cultivar Ghars (témoin) sont récoltées d'une palmeraie de Hassi ben abdellah à Ouargla, au moins de septembre 2020 au stade de maturation complète. En général, ces cultivars peuvent être consommés en état ou destinés à la transformation technologique en plusieurs produits dont le sirop de dattes.

2.1.1.1. Ghars

Ces dattes sont fréquentes dans les palmeraies du Sud-est. Elles sont bien charnues, de couleur rouges, leur maturation au mois de Octobre. Elles ont une forte aptitude à la conservation dans certaines conditions de température pour des périodes de 6 à 12 mois par la méthode de tassement. Les dattes de ce cultivar sont très consommées par la population locale et elles sont classées parmi les cultivars de large commercialisation, elles sont destinées à consommation directe en état ou bien sous forme tassée. Le fruit mûr est à consistance molle de forme irrégulière, la chair est peu éparse avec une peau résistante qui se décale de la chair. Le rendement varie entre 60 et 70 kg/arbre (Amrani, 2002 cite par Gheraissa et Hamidani 2018).

Nom vernaculaire : Ghars

Sens du mot : pâteux et collant

Forme : cylindrique

Taille moyenne de la datte : L = 4.36 cm, l = 1.79 cm

Diamètre intérieur de la datte : 1.3 cm

Poids moyen de la datte : 9.75 g

Poids moyen de la pulpe : 8.6 g

Poids moyen du noyau : 1.11 g (El bernaoui, 2014)

Dans la présente étude nous avons les utilisé comme référence (témoin) (Photo.01A).

2.1.1.2. Takemoust

Les dattes de cultivar Takermoust sont très fréquentes dans les palmeraies du Sud-est d'Algérie. Elles ont une couleur rouge noirâtre, 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 de mois de Juillet jusqu'à Septembre. Elles ont une bonne aptitude à être conservées sous forme entassée. Elles sont très appréciées par la population locale et leur commercialisation est faible (Photo.01B).

Forme : Rond

Taille moyenne de la datte : 2.46 cm

Diamètre intérieur de la datte : 3.14 cm

Poids moyen de la datte : 9.63 g

Poids moyen de la pulpe : 8.66 g

Poids moyen du noyau : 0.98g (Saci et Tliba, 2019 . Hannachi et al, 1998)



(A)



(B)

Photo 1: Cultivars, A, Ghars ; B, Takermoust

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 (Mimouni, 2015). Il est riche en fibres, en composés phénoliques, en flavonoïdes...etc. Ces antioxydants diminuent le risque des maladies dégénératives et certains types de cancers par réduction du stress oxydatif et l'inhibition de l'oxydation des macromolécules (Abbes et *al.*, 2013).

Ce produit permet de lutter contre l'anémie et les déminéralisations, il est donc recommandé aux femmes allaitantes. Ces fruits pilés 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 l'utilise comme un calmant sous forme de sirop très concentré, le robb, 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 cité par Ben abbas, 2011).

Le sirop de dattes peut être élaboré 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 sur 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 Ghars et Takermoust, nous avons ramené trois (03) souches bactériennes (*Staphylococcus aureus*, *Echerichia Coli*, *Pasturella sp*) de laboratoire central de l'hôpital Mohamed Boudiaf Ouargla. Ces souches sont préservées dans des boîtes pétries 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 aérobic-anaérobic facultatif appartenant à la famille des entérobactéries (*Enterobacteriaceae*) qui colonisent le tube digestif de l'homme et des animaux.

Famille : *Enterobacteriaceae*

Genre : *Escherichia*

Espèce : *Escherichia coli* (Bidert, 2009).

- ***Pasteurella spp*** : Les Pasteurelles (genre *Pasteurella*) sont des petits bacilles Gram négatif de la famille des *Pasteurellaceae*, Les Pasteurelles sont aussi bien isolées chez l'animal que chez l'Homme, elles sont également responsables d'infections graves. Transmission à l'homme se produit généralement par contact avec la salive des animaux colonisés, les plus communs les sources d'infection étant les sources d'infection étant les morsures, griffures et léchage par les chats ou les chiens.

-famille : *Pasteurellaceae*

Genre : *Actinobacillus, et Avibacterium*.

Espèce : *Pasteurelles spp.* (Kristinsson, 2007).

- ***Staphylococcus aureus***: c'est une Cocci à Gram positif en amas, catalase positive, coagulase positive. 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.

- Famille : *Staphylococcaceae*

- Genre : *Staphylococcus*

-Espèce : *Staphylococcus aureus* (Tristan et Rasigade, 2009)

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 les restes de pesticides. Il est effectué par de l'eau de robinet.

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 (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) (500 g de dattes de cultivar Ghars et de Takermoust est introduit dans 1500 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 gaz superpose une passoire. 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(Mimouni, 2015).

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. Pour la présente étude la concentration du jus, s'effectue par évaporation de l'eau libre, à 65 °C au bain marié (basse température) et 105°C sous une chaudière (haute température). 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, thermostaté. L'indice de réfraction de l'eau par rapport à l'air est égal 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*, 1995). 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 dans un échantillon. 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. 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 (Doukani et Tabak, 2014)

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:

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

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 (Abbès et *al.*, 2013 cité par Atrich et Bourekoua, 2019).

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 1:10 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 1:10 et quelques gouttes (3 à 4) 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 catéchiques (Hussain *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 1:10 et de 1ml NaOH à 10%. La formation d'une couche jaune indique la présence des coumarines (Bruneton, 1999).

2.2.2.1.4. Test des anthocyanes

L'identification des anthocyanes est possible d'après l'addition d'acide sulfurique à 10% (H_2SO_4) au sirop dilué 1:10. Après agitation, le mélange est ajouté à 1 ml de l'ammoniaque (NH_4OH) à 10%. La présence d'anthocyanes est affirmée par une coloration bleue (Dialla, 2000).

2.2.2.1.5. Test des alcaloïdes

Ce test est révélé d'après l'addition de 1ml de sirop dilué 1:10 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 (Benzahi, 2001 et Chaouch, 2001).

2.2.2.1.6. Test des terpenoïdes

La réaction est mise en évidence à partir un mélange de 1ml de sirop dilué 1 : 10 et le chloroforme (CHCl_3) et d'acide sulfurique concentré (H_2SO_4). 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 :10 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 : 10 et 1ml de l'ammoniaque (NH_4OH) 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 : 10. La formation d'une couche rougeâtre foncée après l'addition de 1ml de l'acide sulfurique concentré (H_2SO_4) avec précaution (Harbone, 1973).

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 : 10 et 0,5 ml l'acide sulfurique concentré (H_2SO_4). Le changement de la couleur au violet qui vire au bleu puis au vert indique la présence des stéroïdes (Chitravadiva et al, 2009, 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 : 10 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 à été réalisé par un mélange de 1ml de sirop dilué 1 : 10 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 (Mojab *et al.*, 2003).

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 (Naczki et Shahidi, 2006 cité par Souilah, 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 : 12 ml de Butanol, 3 ml de l'acide acétique et 5 ml d'eau distillée (12 /3/5). Trois révélateurs ont été utilisés à savoir : Chlorure d'aluminium (5%) dans Ethanol, lampe UV à 254 nm et une solution de Chlorure de fer (10%) dissous dans éthanol.

A l'aide d'une micropipette ou d'un tube capillaire, on dépose une goutte d'échantillon de sirop dilué 1/10 et les témoins sur la plaque de silice, les gouttes sont séparées entre elles d'environ 1.5 cm. Le solvant qui aura entraîné le soluté à une distance proche de la moitié de la plaque c'est le linge de dépote de la plaque. 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'une 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 et phosphomolybdène 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 (UV mini-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).

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 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 (Ouchemoukh *et al.*, 2012).

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).

2.2.3.3. 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.

2.2.3.3.1. Activité antioxydante

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

2.2.3.3.1.1. 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. 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.

2.2.3.3.1.2. Activité anti-radicalaire par le test de DPPH

L'activité anti-radicalaire in vitro a été évaluée par la mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH (1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl). 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) (Figure 1.).

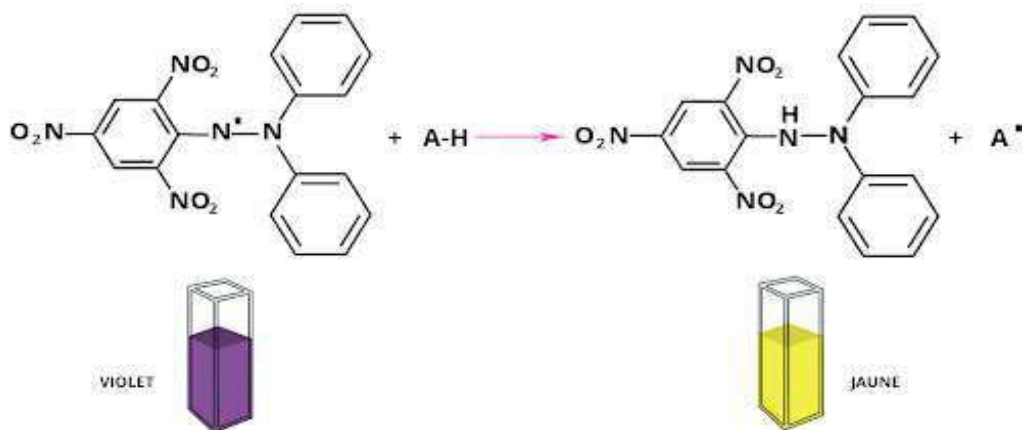


Figure 1: Structure du DPPH avant et après la réaction avec un antioxydant

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 anti-radicalaire est 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) (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 : $IC_{50\%} = [Abs\ contrôle - Abs\ échantillon / Abs\ contrôle] \times 100$.

Cent (100) µl de l'extrait à différent concentration 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).

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 Ghars et Takemoust ou de l'acide ascorbique a différent concentration 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 a 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.

2.2.3.3.2. Activité antibactérienne

L'activité antimicrobienne des sirops de dattes est évaluée par la technique d'écouvillonnage en milieu gélosé.

2.2.3.3.2.1. 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 inexistantes.

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.

2.2.3.3.2.2. Préparation des extraits

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

2.2.3.3.2.3. Préparation de l'inoculum

Devant la flamme du bec ben zen, 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 à 37°C sur une gélose nutritive et déposées dans 5 ml d'eau physiologique stérile. L'ensemencement se fait par l'écouvillonnage de façon à couvrir la surface gélosée (Daas amior *et al.*, 2014).

2.2.3.3.2.4. 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 sans disque (Daas amior *et al.*, 2014).

Partie III :

Résultats et discussions

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 coloration ambrée plus au moins foncée à savoir : le sirop issu de cultivar Ghars est de couleur rouge foncée, alors que celui issu de cultivar Takermoust est de couleur noir foncée. Ils ont pris la couleur des dattes dans ils sont issus. Ces sirops sont limpides, ce qui permet d'éviter d'avoir recours aux procédés de clarification (Photo.02 A ; B).

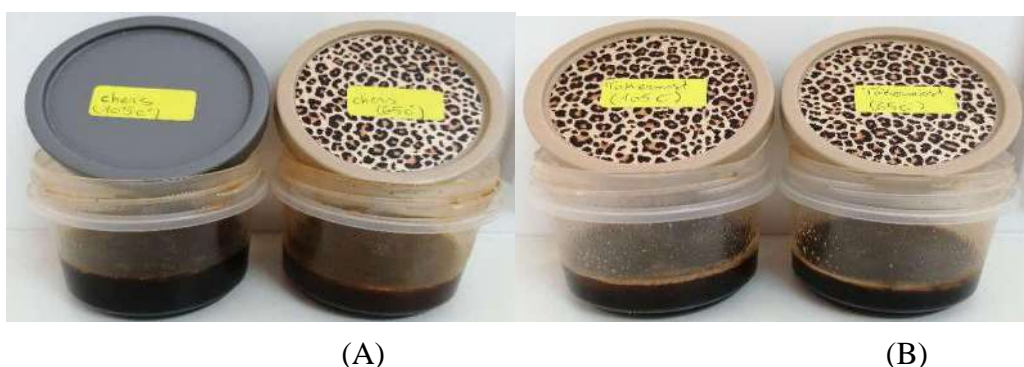


Photo 2: Sirop de dattes Cultivars ; (A) Ghars, (B) Takermoust

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 tableau 01. Globalement, ces valeurs varient entre 73 – 74°Brix. Ces valeurs sont plus proches de 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.

Tableau 1 : Degré Brix des sirops de dattes obtenus à deux températures.

Température / Cultivars	T 65°C	T 105°C
Ghars	74	73
Takermoust	72	74

3.1.3. Rendement d'extraction

Le tableau 02 montre les valeurs de rendement en sirops de dattes à deux températures de concentration, c'est-à-dire Concentration par Chauffage Direct (CCD) (105°C) et par Evaporation au Bain marie (CEB)(65°C), à savoir G105°C (31.2%), G 65°C(29%), T105°C (27.8%) et T 65°C (25.8%). Le sirop de dattes G 105°C présente la valeur la plus élevée. Ceci probablement est dû à la différence entre les cultivars (richesse en solides solubles) et/ou la température d'extraction (extraction poussée à haute température).

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 même cultivar Ghars (47.5 %) par une triple extraction. Cependant, ces rendements semblent intéressants que ceux obtenus par le même auteur président pour le cultivar Degla Beida(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 demi-molles nécessitent un temps assez long pour s'humidifier et permettre aux solides solubles de diffuser dans l'eau.

Le rendement de l'extraction dépend de plusieurs paramètres à savoir, le matériel végétal étudié (caractéristiques morphologiques et physicochimiques) (Ali haimoude, 2017). Il dépend aussi aux conditions et la durée de stockage des dattes, période de récolte et la méthode d'extraction appliquée (Benmeddour et *al.*, 2003).

Tableau 2 : Rendement en sirop de dattes des cultivars étudiés par CEB et CCD .

Sirop des dattes(°C)	Rendement (%)
Ghars 65	29
Gars 105	31.2
Takermoust 65	27.8
Takermoust 105	25.8

3.2. Caractérisation qualitative

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

3.2.1. Tests phytochimiques

Les tests phytochimiques ont été effectués pour mettre en évidence la présence ou l'absence de certains groupements phytochimiques : flavonoïdes, tanins, coumarines, anthocyanes, alcaloïdes, terpénoïdes, saponosides, anthraquinones, stérols et terpènes, glycosides cardiotoniques, stéroïdes et les huiles essentielles qui peuvent être responsables des activités biologiques étudiées.

Les résultats sont enregistrés dans le tableau 03. D'après, ce tableau on note la présence des flavonoïdes, des tanins, des coumarines, des terpénoïdes, des glycosides cardiotoniques, des stérols et terpènes et anthraquinones (seulement dans sirop Ghars) et l'absence des anthocyanes, des alcaloïdes, des saponosides, des stéroïdes et Huiles essentielles dans les sirops des cultivars Ghars et Takeurmoust.

Tableau 3: Screening photochimique des sirops de dattes des cultivars Ghars et Takeurmoust

	Sirops de Ghars	dattes cultivar	Sirops de Takermoust	dattes cultivar
Métabolite secondaire	G 65°C	G 105°C	T 65°C	T 105°C
Flavonoïdes	+	+	+	+
Tanins (tanins catéchiques)	+	+	+	+
Coumarines	+	+	+	+
Anthocyanes	-	-	-	-
Alcaloïdes	-	-	-	-
Terpénoïdes	+	+	+	+
Saponosides	-	-	-	-
Glycoside cardiotonique	+	+	+	+

Stéroïdes	-	-	-	-
Anthraquinones	+	+	-	-
Stérols et terpènes	+	+	+	+
Les huiles essentielles	-	-	-	-

+ Présence;- Absence

Les flavonoïdes sont signalés dans les sirops de cultivar Ghars et Takermoust et à deux température (65°C et 105°C) avec une couleur jaune, en présence de chlorure d'aluminium (Al Cl₃) (Annexe). Ces résultats se concordent avec ceux cités par Sayah, (2018) signale la présence des flavonoïdes dans les cultivars Ghars, DeglaNour, Degla B. En outre Saici et Tliba, (2019) pour les extraits bruts des dattes des cultivars Tamjoughret et Takermoust eida.

Les flavonoïdes ont une activité anti-oxydante, ils sont capables de piéger les radicaux libres dans un système biologique Collin et Crouzet, (2011). Ils confèrent une activité anti-inflammatoire, anti-allergique, hépatoprotecteur, antispasmodiques, hypocholestérolémiant, diurétiques, antibactériens et antiviraux. Ils peuvent aussi prévenir le développement du diabète en inhibant l'enzyme aldose réductase. De plus, ils inhibent l'aldolase-réductase qui est impliquée dans la pathogénie de la cataracte. L'activité antiplaquettaire des flavonoïdes est attribuée par l'inhibition de la phosphodiesterase de l'AMPc (Bruneton, 1999).

La coloration jaune indique la présence des tanins dans les deux sirops de dattes des cultivars Ghars et Takermoust, après l'addition de quelques gouttes de chlorure d'aluminium (Annexe). Gourchala *et al*, (2013), Ils ont signalé leur présence dans deux cultivars d'Algérie (Ghars et Tamesrit). Ainsi, Daasamiour, (2009) rapporte la présence des tanins dans les dattes. Sayah, (2018) note la présence des tanins dans les extraits des cultivars Ghars, DeglaNour, Degla Beida. De même. Saci et Tliba, (2019) ont signalé leur présence dans les extraits Takermoust et Tamjoughret.,.

Les tanins imperméabilisent les couches les plus externes de la peau et des muqueuses. Ils ont un effet vasoconstricteur sur les petits vaisseaux superficiels, ce qui limite les pertes en fluides et empêche les agressions extérieures, Les tanins favorisent la régénération des tissus en cas de blessure superficielle ou de brûlure, ils ont un effet

antidiarrhéique, antiseptique, antibactérien et antifongique, ces propriétés sont par ailleurs ajoutées à leur effet antioxydant dû à leur noyau phénol (Bruneton, 1999).

L'existence des coumarines dans les sirops de dattes de deux cultivars est confirmée par la l'apparition de la couleur jaune après l'addition de l'ammoniaque (NH₄OH) (Annexe). L'étude évoquée par Gourchala, (2015) confirme la présence des coumarines dans les sirops de dattes. Ainsi, Sayah, (2018) a révélé la présence des coumarines dans les dattes.

Les coumarines possèdent des propriétés anti-œdémateuses, immunostimulantes et vasodilatatrices coronariennes Bruneton, (1999).

L'absence des anthocyanes dans les deux cultivars de dattes est confirmée par l'absence de couleur bleu après l'addition de l'ammoniaque (NH₄OH) (Annexe). De même, les résultats enregistrés par Sayah, (2018) ; Sasi et Tliba (2019), signalent également leur absence dans les extraits bruts des cultivars Ghars, DeglaNour, Degla Beida et Tamjoughret et Takrmoust respectivement.

Les alcaloïdes se sont absentes dans les sirops de dattes de deux cultivars (Annexe). Leur absence est confirmée par l'absence de précipité blanc jaune après l'addition de réactif de Wagner. Ainsi, l'absence des alcaloïdes dans les dattes a été évoquée par Daasamiour, (2009).

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). Ils 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).

Nous détectons la présence des terpenoïdes dans les sirops de dattes des cultivars étudiés(Annexe). Ainsi, Sasi et Tliba, (2019) signalent la présence des terpenoïdes dans les extraits de dattes Tamjoughret et Takermoust.

Les terpenoïdes ont été largement utilisés dans les aliments, les cosmétiques, les produits pharmaceutiques et dans diverses applications biotechnologiques. Ce sont des

substances anticancérigènes, antipaludiques, anti-ulcer hépatique, antimicrobiennes, diurétiques, antipaludiques antituberculeuses (Saxena *et al.*, 2013).

L'addition d'eau distillée, a permis l'apparition d'une mousse persistante supérieure à 1 cm, ceci signifie la présence de saponoside dans les sirops des cultivars Ghars et Takermoust (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).

La formation d'une couche rougeâtre après l'addition de l'acide sulfurique indique la présence des glycosides cardiotoniques dans les sirops de dattes de deux cultivars étudiés (Annexe). Les mêmes résultats ont été signalés par Sayah, (2018) et Saci et Tliba, (2019), dans les extraits bruts des cultivars Ghars, DeglaNour, Degla Beida et Tamjoughret et Takermoust respectivement.

Les glycosides cardiotoniques ont une action directe sur le cœur. Ils aident à maintenir le rythme cardiaque en cas d'affaiblissement. Ces glucosides sont également diurétiques (Bruneton, 1999).

L'absence des stéroïdes caractérise les sirops de deux cultivars de dattes étudiés. Leur absence est confirmée par la stabilité de la couleur initiale. Ainsi, l'absence des stéroïdes a été rapportée par Saci et Tliba, (2019) dans les extraits de dattes Takermoust et Timjoughert.

L'absence des anthraquinones est observée dans les sirops de dattes des cultivars Takermoust, leur absence est confirmée par les résultats de test négatif après l'addition de l'ammoniaque. Néanmoins, leur présence est signalée dans les sirops de dattes des cultivars Ghars, ceci est confirmé par l'apparition d'une couleur rose (Annexe). Saci et Tliba, (2019) signalent l'absence des anthraquinones dans le cultivar Takermoust.

La présence des stérols caractérise les sirops de dattes de deux cultivars étudiés (Annexe). (Daas amiour, 2009) confirme la présence des stérols dans les cultivars Ghars, Mech-Degla et Deglet-Nour. Ainsi, la présence des stérols a été signalée par (Masmoudi- allouche *et al.*, 2016) dans les cultivars Ruchdi, DegletNour, Kentichi et Ftimi de Tunisie.

Les résultats de tableau 03, indiquent l'absence des huiles essentielles dans les sirops de dattes des cultivars Ghars et Takermoust, après l'addition de d'hydroxyde de sodium

(10%) (Na OH) et quelques gouttes de l'acide chlorhydrique. L'absence de précipité blanc dans les sirops de dattes des cultivars étudiés, justifie leur pauvreté en huiles essentielles (Annexe). En outre, (Sayah, 2018) et ces étudiantes (Saci et Tliba, 2019), signalent l'absence des huiles essentielles dans les extraits de dattes des cultivars étudiés précédemment.

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 (Ghars et Takermoust) à deux températures différentes de concentration (65°C et 105°C) sont comparables excepté le cas des anthraquinones, 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)

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.

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.

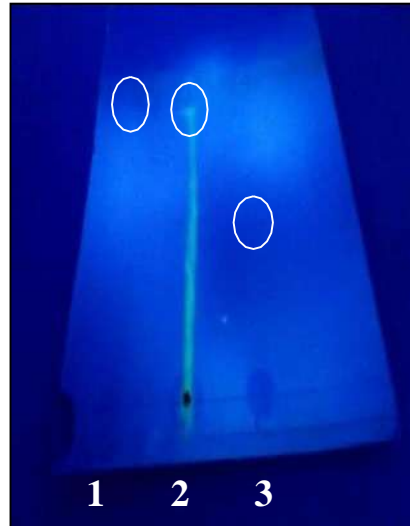
Après révélation par le trichlorure d'aluminium, on note la présence des taches de couleur Brun, gris (Tableau.04). Elles représentent l'acide gallique (Rf : 0.88), le catéchine (Rf : 0.65) et la rutine (Rf : 0.89) avec une tache de couleur jaune. Quatre (4) taches de couleur jaune, Brun évoquent les sirops des cultivars Ghars Rf : G₆₅0.52, G₁₀₅0.56) et Takermoust (Rf : T_{65°C} 0.55, T_{105°C} 0.55) (Figure. 05). Les Rf des sirops de dattes des cultivars étudiés semblent comparables.

Le trichlorure d'aluminium utilisé pour révéler les flavonoïdes par l'apparition de la couleur jaune (Khan *et al.* 2011). De même, (Sayah, 2018) a montré la présence des taches de couleur jaune pour le cultivar Degla-Beida (Rf= 0,46), le cultivar Deglet-Nour (Rf= 0,44) et le cultivar Ghars (Rf=0,41) après révélation par le trichlorure d'aluminium. D'après, N'gaman *et al.*, (2009) et Brou kouassi *et al.*, (2010) cite par (Sayah, 2018), le trichlorure d'aluminium

Révèle des taches de couleur jaune sous UV/366 nm, ceci probablement confirme la présence des flavonoïdes dans les sirops de dattes de cultivars étudiés.

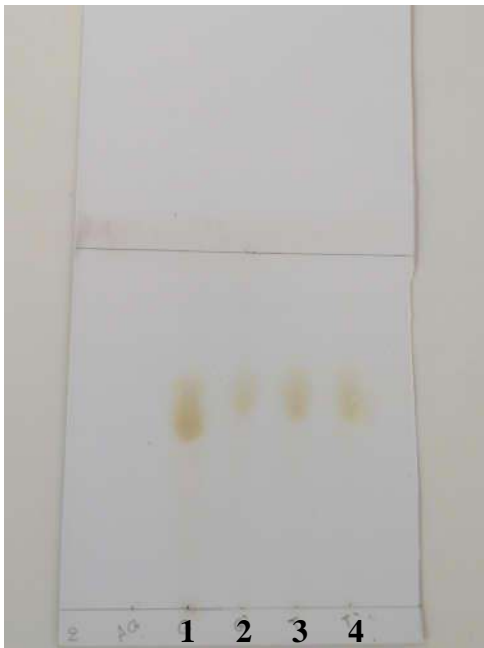
Tableau 4 : CCM des sirops de dattes des cultivars étudiés (Révélation avec le trichlorure d'aluminium (5%) ; Phase mobile n-butanol/Acide acétique/Eau (6/1.5/2.5).

Echantillons et Témoins	Après révélation Par AlCl ₃ .	Après révélation, sous 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
G 65	Rf = 0.52 Couleur : Jaune	Couleur : Vert radiant
G' 105	Rf = 0.56 Couleur : Jaune	Couleur : Vert radiant
T 65	Rf = 0.55 Couleur : Jaune	Couleur : Vert radiant
T'105	Rf = 0.55 Couleur : Jaune	Couleur : Vert radiant



-1- AG	Rf : 0.88
-2- Rut	Rf : 0.83
-3- Cat	Rf : 0.65

Photo 3 : Chromatographie sur couche mince (Révélation par trichlorure d'aluminium $AlCl_3$, (5%) suivie par révélation sous un lampe UV) 1 : acide gallique, 2 : Rutine, 3 : catéchine,



-1- G 65°C	Rf:0.52
-2- G'105°C	Rf :0.56
-3- T65°C	Rf : 0.55
-4- T'105°C	Rf :0.55

Photo 4: Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par chlorure d'aluminium 5%) G-G' : Ghars 65°C, 105°C, T- T' :Takermoust 65°C,105°C.

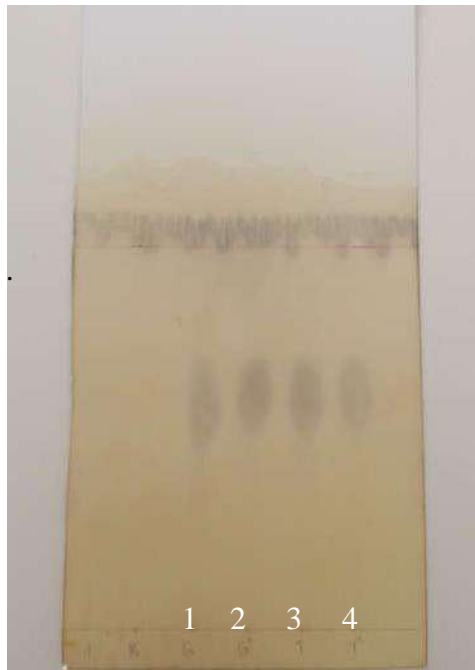
La révélation des plaques CCM par le chlorure de fer (10%), montre l'apparition des taches de couleur Brun, gris qui représentent l'acide gallique (Rf : 0.88) et le catéchine (Rf : 0.65) et une tache de couleur jaune symbolise la rutine (Rf : 0.83) (Tableau.05). Quatre (4) taches de couleur bleu-noirâtre évoquent les sirops des cultivars G (Rf : G: 0.57, G': 0.57) et T (Rf : T: 0.55, T': 0.54) (Figure.06). 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 (Hussainet *al.*, 2011).

Les quatre (4) taches révélées dans le chromatogramme des sirops de dattes de deux cultivars (Ghars, Takermoust) 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 (Hussainet *al.*, 2011).

Tableau 5 : 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, sous UV
Acide gallique	Rf :0.88 Couleur : Brun ,gris	Couleur : Opaque
Rutine	Rf : 0.83 Couleur :jaune	Couleur : Opaque
Le catéchine	Rf :0.65 Couleur : Brun ,gris	Couleur : Opaque
G 65	Rf =0.57 Couleur : Bleu noirâtre	Couleur : Opaque
G'105	Rf = 0.57 Couleur : Bleu noirâtre	Couleur : Opaque
T 65	Rf = 0.55 Couleur : Bleu noirâtre	Couleur : Opaque
T'105	Rf = 0.54 Couleur : Bleu noirâtre	Couleur : Opaque



-1-G 65°C Rf :0.57

-2-G'105°C Rf :0.57

-3-T65°C Rf :0.55

-4- T'105°C Rf :0.54

Photo 5 : Chromatographie sur couche mince des sirops de dattes (Révélation par chlorure de fer 10%) G-G'=Ghars 65°C,105, °C T- T'=Takermoust 65°C,105°C

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 Ghars et Takermoust à deux températures (65°C, 105°C) sont présentés dans le tableau 06.

Tableau 6 : Teneur en composés phytochimiques des sirops de dattes.

composés phytochimiques	Echantillon			
	G 65	G'105	T 65	T'105
^a .Composés phénoliques	0.94	0.82	0.94	0.86
^b .Flavonoïdes	0.61	0.64	0.39	0.38

^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 de 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 0.94, 0.82, 0.94 et 0.86mg équivalente d'acide gallique/100g de sirop de dattes pour les sirops G65, G'105, T65 et T'105 respectivement (Tableau06). Les valeurs obtenues pour les sirops de deux cultivars semblent comparables pour la même température de concentration, néanmoins, ces valeurs sont légèrement élevées à la température 65°C, ceci peut être dû à l'effet de la haute température de concentration, celle-ci probablement affecte la composition phénolique (modification).

D'après, Drid et Baidari, (2015) citer par (Ben abbas 2011). 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 hors la fourchette citée cet auteur. En outre, Sayah, (2018) a montré quelles 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.

De même, 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 également supérieures à celles enregistrées lors de la présente étude, ceci probablement est dû à la température d'extraction qui pourrait affecter la teneur des polyphénols. On constate, que la basse température de concentration (65°C) paraît meilleure pour extraire les 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 différents 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

Tableau 06 montre les teneurs en flavonoïdes obtenues pour les sirops de dattes de deux cultivars étudiés à savoir : G 65 (0.61), G'105 (0.64), T65 (0.38) et T'105 (0.39) en mg équivalente de rutine/100g de sirop de dattes. Les valeurs obtenues avec les sirops de cultivar Ghars sont élevées par rapport à celles trouvées avec les sirops de cultivar Takermoust, ceci probablement est dû à la différence des cultivars.

Les résultats obtenus par Ben Abbes, (2011) évoquent des teneurs en flavonoïdes de la matière fraîche des extraits éthanolique (dattes) suivie de celles des extraits éthanolique, acétate d'éthyle et chloroformique (*robb*) à savoir : 0.33, 0.37, 0.66 et 0.45 mg équivalente de rutine/100g. 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. 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. Saci et Tliba,(2019) ont enregistré des teneurs en flavonoïdes pour le cultivar 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 cite par Ben Abbes, 2011).

3.3.2. Activité antioxydante

L'activité antioxydante manifeste en deux parties : test de phosphomolydate et l'activité antiradicalaire. L'activité antioxydant 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.

Le tableau07 représente les résultats de l'activité antioxydant des sirops de dattes de deux cultivars étudiés à savoir : 130, 115, 165 et 150 mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop de dattes pour G65, G'105, T65 et T'105 respectivement. Le sirop de dattes issu de cultivar T65 manifeste avec une activité importante comparativement aux trois autres échantillons étudiés, ces résultats peuvent être expliqués par sa richesse en d'autres composés phénoliques non identifiés.

Tableau 7 : Activité Antioxydante des sirops de dattes estimée mg équivalent de l'acide ascorbique /100 de sirop de dattes étudiés

Sirops de dattes (°C)	Activité Antioxydante mg équivalent de l'acide ascorbique /100g de sirop de dattes
G 65	130
G' 105	115
T 65	165
T'105	150

Les résultats mentionnés par Kchaou et *al*, (2013), l'activité antioxydante totale de six cultivars de dattes de Tunisie est comprise entre $17,49 \pm 3,19$ et $109,67 \pm 2,04$ mg équivalent de l'acide ascorbique/g du poids frais. . Parallèlement, Gourchala, (2015) signale une activité antiaxydante importante pour le cultivar Tinissine, DegletNouret 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 Saci et Tliba, (2019), illustrent une activité antioxydante le cultivar Takermoust (20.74) et Tamjoughert (17.47) mg équivalent de l'acide ascorbique/100g de dattes. Ces valeurs semblent faibles comparativement à celles évoqués dans la présente étude. Ceci peut être justifié par la concentration de produit élaboré, autrement dit, c'est un sirop concentré riche en solides solubles

L'activité antioxydante 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 Ghars, Tkermost et l'acide ascorbique comme un témoin de référence.

Le tableau 08 montre les résultats de l'activité anti-radicalaire des sirops des cultivars étudiés Ghas et Takermoust à 65°C et 105°C et celle de l'acide ascorbique. L'évolution de l'activité anti-radicalaire paraît intéressante pour l'ensemble des sirops des cultivars confondus excepté le sirop de dattes de cultivars Ghars 105°C (46.39%), à savoir le pourcentage d'inhibition est égale 58.50%, 46.39%, 63.55% et 68.81% pour G65°C, G105°C, T65°C et T105°C respectivement contre 92.62 pour l'acide ascorbique.

Tableau 8 : montre l'activité anti radicalaire de sirop de datte Ghars et Takharmoust.

Cultivars (°C)	Pourcentage inhibitrice (%)	IC50 (g/ml)
Ghars 65	58.50±18.29	0.0385
Ghars 105	46.39±7.98	/
Takermoust 65	63.65±5.67	0.0285
Takermoust 105	68.81±8.50	0.0280
Acide ascorbique	92.62±88.14	/

Les sirops de dattes de cultivar Takermoust à deux températures manifeste une activité anti-radicalaire intéressante vu leur pourcentage d'inhibition le plus élevé (Figure.02), comparativement aux trois autres échantillons. Concernant, la concentration inhibitrice (IC50) est égale 0.038, 0.028 et 0.028 mg/ml pour G 65°C , T65°C et T105°C respectivement. Une exception est notée pour G 105°C (IC50 indéterminable à cause de son faible pourcentage d'inhibition). En outre, celle de l'acide ascorbique, nous n'avons pas pu la déterminer car elle était supérieure de 50% (AC : 88 - 92%) ceci nous a empêché de estimer cette concentration inhibitrice (IC50) (Figure.03). Ces résultats peuvent être justifiés par le manque de réactif (DPPH) pour poursuivre le test.

Sayah, (2018) signale que l'extrait éthylacétatique des dattes du cultivar Ghars au stade Routab (partie immature) manifeste la plus grande capacité anti-radicalaire avec un pourcentage d'inhibition de 74,21% à 10 mg/ml due à sa teneur élevée en polyphénols. De même, Saci et Tliba, (2019) , montrent que l'extrait brut des dattes du cultivar Tamjoughert manifeste la grande capacité anti-radicalaire avec un pourcentage d'inhibition de 57,76% à 10 mg/ml et celui de cultivar Takermoust présent une capacité anti-radicalaire de 53.9 % à 10 mg/ml.

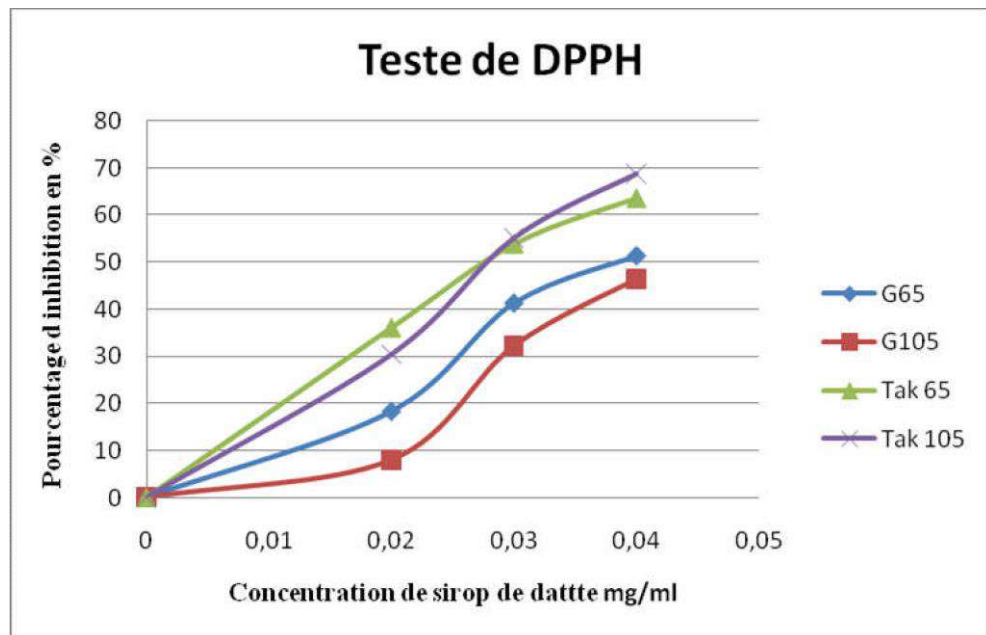


Figure 2 : Evolution de l'activité anti-radicalaire des sirops de dattes étudiés

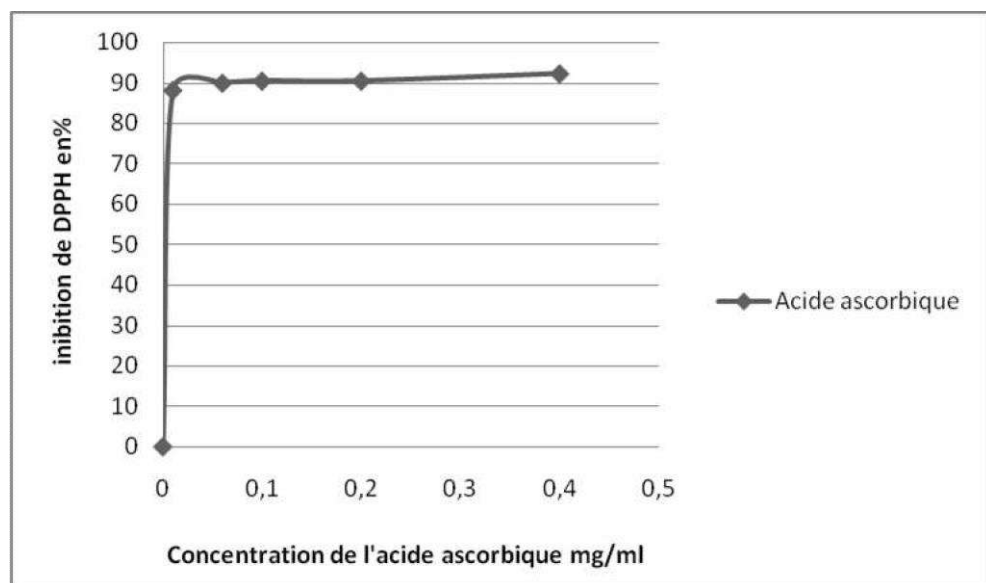


Figure 3 : Evolution de l'activité anti-radicalaire de l'acide ascorbique

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

Notre étude repose sur la recherche de l'activité antibactérienne de sirop de datte de deux cultivar Ghars et Takermoust vis à vis des souches bactériennes.

Les résultats du test de sensibilité microbienne au sirop de dattes (de différents concentration), des cultivars de dattes da la cuvette de Ouargla Ghars et Takermoust contre quatre souches bacteriennes (*Escherichia coli*, *Pasteurella spp*, *Staphylococcus aureus*) sont

négatifs pour l'ensemble des sirops de dattes étudiés. Les sirops de dattes ne manifestent aucune activité contre toutes les souches bactériennes testées. La résistance des souches aux sirops étudiés, probablement est due aux faibles concentrations choisies ; ces concentrations sont inférieures à la concentration inhibitrice pour ces souches (Photo.06).



Photo 6 : Effet des sirops de dattes étudiés sur les souches bactériennes

Les résultats trouvés par Saci et Tliba, (2019) montrent que *E.coli* c'est une souche 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.cereuse* est la bactérie plus résistante parmi les autres bactéries à gram positif pour ces extraits. En outre, ces auteurs ont noté 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.

La méthode d'évaluation de l'activité antibactérienne, l'effet de la matrice biologique, le type et la structure moléculaire des composants actifs, la dose ajoutée, le type des microorganismes ciblés sont des facteurs pouvant largement influencer l'activité antibactérienne (Cowan, 1999).

Conclusion générale

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°C et 105°C) ont un degré Brix oscille entre 72 – 73°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) oscillent entre 25 – 31%.

L'analyse qualitative par le screening phytochimiques note la présence des flavonoïdes, des tanins, des coumarines, des terpénoïdes, des glycosides cardiotoniques, des stérols et terpènes et anthraquinones (seulement dans sirop Ghars) et l'absence des anthocyanes, des alcaloïdes, des saponosides, des stéroïdes et Huiles essentielles dans les sirops des cultivars Ghars et Takermoust.

. La CCM révèle quatre (4) taches de couleur jaune, Brun pour les sirops des cultivars Ghars (Rf :G₆₅ 0.52, G'₁₀₅0.56) et Takermoust (Rf :L₆₅ 0.55, L₁₀₅ 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 pour les sirops des cultivars Ghars (Rf : G 0.57, G'0.57) et Takermoust (Rf :T 0.55, T' :0.54), ceci indique probablement la présence des tanins galliques.

L'analyse quantitative repose sur le dosage des composés phénoliques et les flavonoïdes. Pour l'ensemble des sirops de dattes, la teneur en les polyphénols varie entre 0.82 – 0.94 mg équivalente d'acide gallique/100g de sirop de dattes et la teneur en flavonoides fluctue entre 0.38- 0.64 mg équivalente de rutine/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 T65 (165 mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop de dattes) manifeste avec une activité importante comparativement aux trois autres échantillons des sirops étudiés à savoir : Ghars 65 (130),

Ghars 105°C (115) et Takermoust 105°C (150) mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop. Ces résultats probablement sont dus à leur teneur élevée en composés phytochimiques non identifiés dans cette étude. La courbe d'inhibition en pourcentage montre nettement la cinétique d'évolution de l'activité anti-radicalaire. L'évolution de l'activité anti-radicalaire paraît intéressante pour l'ensemble des sirops des cultivars confondus, excepté le sirop de dattes de cultivars Ghars 105°C (46.39%), à savoir le pourcentage d'inhibition est égale 58.50%, 63.55% et 68.81% pour G65°C, T65°C et T105°C respectivement contre 92.62 pour l'acide ascorbique. Concernant, la concentration inhibitrice (IC50) est égale 0.038, 0.028 et 0.028 mg/ml pour G 65°C, T65 et T105°C respectivement.

Les résultats du test de sensibilité microbienne au sirop de dattes à différentes concentrations), contre quatre souches bactériennes (*Escherichia coli*, *Pasteurella spp*, *Staphylococcus aureus*) sont négatifs pour l'ensemble des sirops de dattes étudiés. La résistance des souches aux sirops étudiés, probablement est due aux faibles concentrations choisies ; ces concentrations sont inférieures à la concentration inhibitrice pour ces souches.

La caractérisation phytochimique des sirops des cultivars de dattes étudiés de faible valeur marchande Takermoust et le témoin Ghars, montre que la de concentration à basse température par évaporation paraît meilleur. La méthode adoptée paraît simple et moins couteuse, 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.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Abbes F., Kchaou W., Blecker C., Ongena M., Lognay G., Attia H. et Besbes S., 2013. Effect of processing conditions on phenolic compounds and antioxidant properties of date syrup. *Industrial crops and products*, vol. 44:634-642 p.

Al-farsi M., Alasalvar C., Al-abid M., Al-shoaily K., Al-amry M. et Alrawahy F. 2007. Compositional and functional characteristics of dates, syrups and their by products. *Food chemistry*, vol 104: 943-947 p.

Al-farsi M., Alasalvar C., Morris A., Baron M. et Shahidi F. 2005. Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, caroténoids, and phenolics of three native fresh and sundried date (*Phoenix dactylifera* L.) Varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and food chemistry*, vol. 53: 7592- 7599 p.

Ali haimoud S. 2017. Etude phytochimique et rôles biologiques des variétés de *Phoenix dactylifera* (datte) de l'Algérie. Thèse de doctorat en sciences des aliments et Nutrition humaine, Université de Hassiba Benbouali, Chlef.

Atriche R. et Bourekoua S. 2019. Valorisation des dattes sèche par la fabrication d'un sirop et leur caractérisation physico-chimiques et microbiologiques. Mémoire de Master en Sciences Alimentaires, Université Mohamed Al seddik ben yahia, Djijel. 51 p.

Audugie C.L, Dupont G. et Zonszain F. 1995. Principes des méthodes d'analyse biochimie. Tome 1. Ed doin, Paris.

Ben Abbes F. 2011. Etude de quelques propriétés chimiques et biologiques d'extraits de dattes « *Phoenix dactylifera* L. ». Thèse Magister en Génie des procédés pharmaceutiques, Université Ferhat Abbas-Setif. 79 p.

Benmeddour Z., Mehinagic E., Lemeurly D. et Louaileche H. 2013. Phenolic composition and antioxidant capacities of ten Algerian date (*Phoenix dactylifera* L.) cultivars: a comparative study. *Journal of Functional Foods*, vol : 5(1), 346-354 p.

Benzahi K. 2001. Contribution à l'étude des flavonoïdes dans la plante *Cynodndactylon* L(chindent). Thèse de Magister en chimie. Université de Ouargla, Ouargla, 15-17 p.

Bidet P et Bonacorsi S. 2009. *Escherichia coli* –Shigelle, l'ECN.

Bruneton J. 1999. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Ed (3). tec et doc, paris, 1120 p.

Chafi A., Benabbes R., Bouakka M., Hakkou A., Kouddane N. et Berrichi A. 2015. Pomological study of some date palm varieties cultivated in figuig oasis. *JMES*, 5, 1266- 1275 p.

Chaouch N. 2001. Etude des alcaloïdes dans la coloquinte *Colocynthis vulgaris* (L) Schrad (Cucurbitacées) Région de Oued N' sa (Wilaya de Ouargla). Mémoire de Magister en Chimie organique appliquée, Université de Ouargla. 44 p.

Chitravadiva C., Manian S. et Kalaichelvi K. 2009. Qualitative analysis of selected medicinal plants, Tamilnadu, India. Middle-East. Qualitative analysis of selected medicinal plants, Tamilnadu, India. Middle-East journal of scientific research, vol.4 (53) : 144-146 p.

Collin S. et Crouzet J. 2011. Polyphenols et procédés. Ed. Tec et doc, Paris, 336 p.

Cowan M. M. 1999. Plant products as antimicrobial agents. Clinical microbiology reviews, vol. 12(4), 564-582 p.

Daas amiour 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 biochimie appliquée, Université El-Hadj Lakhdar-Batna, 159 p.

Daas amiour S., Alloui-lombarkia O., Bouhdila F., Ayachi A. et Hambaba L. 2014. Etude de l'implication des composés phénoliques des extraits de trois variétés de datte dans son activité antibactérienne. Phytothérapie, vol. 12: 135-142 p.

Dialla D. 2000. Ethno pharmacological survey of medicinal plant in Mali and phytochemical study of four of them: *Ghinusop positifolius* (Azoaceae), *Diospyrosa by ssinica* (Eblanceae), *entada africana* (Meliaceae). Thèse de doctorat en Science, université de Lausanne, Lausanne Suisse.

Djerbi M. 1994. Précis de phéniculture. Ed.FAO, Rome, Italie, 192 p.

Doukani k. et Tabak S. 2014. Article Profil Physicochimique du fruit "Lendj" (*Arbutusunedo* L.) Laboratoire d'Agro Biotechnologie et Nutrition en Zones Semi Arides Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Université de Tiaret, Algérie. Journal .Nature &Technology.

El bernaoui O. 2014. Quelques variétés de dattes algériennes ; atout économique ; social et nutritionnel. Document (Doc). Centre de recherche scientifique sur la région aride, Biskra, Algérie, 33 p.

Ghedadba N., Hambaba L., Ayachi A., Aberkane M. C., Bouselsala H. et Oued- mokhtar S.M., 2015. Polyphénols totaux, activités antioxydant etantibactérienne des feuilles de *Marrubium desrti* de Noé. Phytothérapie, vol.13 :118-129 p.

Gheraissa T. et Hamidani I. 2018. Etude de quelquecaractéristiques physico-chimique du sirop traditionnel des dattes de deux variétés (ghars et tinissine). Mémoire de master en biochimie appliquée, Université alchahid Hamma Lakhdar, Biskra, 78 P.

Gourchala F. 2015. Caractérisation physicochimique, phytochimique et biochimique de cinq variétés de dattes d'Algérie, *Phoenix dactylifera* L. (Degletnoor, Ghars, H'mira, Tamesrit et Tinissine). Effets de leur ingestion sur certains paramètres biologiques (Glycémie, profil lipidique, index glycémique et pression artérielle). Thèse de Doctorat en Biochimie appliquée, Université de Badji Mokhtar, Annaba 518 p.

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

Hannachi S., Khitri D., Benkhalifa A., Brac laperrière R. A. 1998. Inventaire varietal de la palmeraie Algérienne. Anep, Rouïba, Algérie, 225 p.

Harborne J. B. 1973. Phytochemical methods, London. Ed. Chapman and Hall, LTD. 49-188 p.

Hussain I., Khattak M., Ullah R., Muhammad Z., Khan N., Khan F., Ullah Z. et Haider S. 2011. Phytochemicals screening and antibacterial activities of selected medicinal plants of khyber pakhtunkhwa Pakistan. African Journal of pharmacy and Pharmacology, vol, 5 (6): 746-750 p.

Kchaou W., Abbes F., Blecker C., Attia H. et Besbes S. 2013. Effects of extraction solvents on phenolic contents and antioxidant activities of Tunisian date varieties (*Phoenixdactylifera* L.). Industrial crops and products, vol. 45: 262-269 p.

Khan A. M., Qureshi R.A., Ullah F., Syed A., Nosheen A., Sahreen S., Muhammad Khan laghari., Muhammad Y., Ur-rehman S., Hussain I. et Murad W. 2011. Phytochemical analysis of selected medicinal plants of Margalla Hills and surroundings. Journal of Medicinal Plants Research, vol. 5(25): 6055-6060 p.

Kristinsson G. 2007. Pasteurella multocida infections. Doc. In brief. Pediatrics in Review Vol. 28 n° 12. 472-473 p.

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, Université de Mohamed Khidar, Biskra. 141 p.

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

Mendham., Denney., Barnes., Thomas., 2006. Analyse chimique quantitative de Vogel. Ed. Boeck Supérieur, Bruxelles, 273 p.

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

Mojab F., Kamalinjad M., Ghaderi N. et Vanidipour H. R. 2003. Phytochemical screening of some species of Iranian plant. Iranian journal of pharmaceutical research, vol. 3 : 77-82 p.

Ouchemoukh S., Hachoud S., Boudraham H., Mokrani A. et Louaileche H. 2012. Antioxidant activities of some dried fruits consumed in Algeria. Food Science and Technologie, vol. 49 (2): 329-332 p.

Phatak R.S. et Hendre A.S. 2014. Total oxydant capacity (TAC) of fresh leaves of Kalanchoe pinnata. Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry, vol. 2 (5) : 32-35 p.

Saci M. et Tliba C. 2019. Composition chimique et activités biologiques des dattes de la cuvette de ouargla. Mémoire de master en Biochimie appliquée, Université KasdiMerbah, Ouargla, 68 p.

Saxena M., Saxena J., Nema R., Singh D. et Gupta A. 2013. Phytochemistry of Medicinal Plants. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, vol 1 (6): 168-182 p.

Souilah N., 2018. Etude de composition chimique et des propriétés thérapeutiques traditionnelles des huiles essentielles et composés phénoliques de quelque espèce du Nord-est algérien. Thèse de Doctorat en Chimie organique, Université Frères Mentouri, Constantine. 188 p.

Syah Z. 2018. Caractéristique physico-chimiques et biochimique et activités biologiques de quelques dattes sèches, molles et demi-molles de la cuvette de Ouargla au stade Routab et Tmar. Thèse de Doctorat en Biochimie et Analyse des Bioproduits, Université Kasdi Merbah, Ouargla, 140 p.

Touda H., Mrani A.M., Errachidi F., Chabir R. et Aarab L. 2014. Etude comparative des caractéristiques morpho-métrique et Biochimiques des dattes commercialisées dans la marche régionale de FES/MAROC. Article.

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

Annexes

Annexe .Analyse morphologique de la taille et le diamètre**Ghars****Fruit**

Taille du fruit	Moyenne
Poids de 20 fruit	94 à 340 g
Couleur	Marron ou ambrée
Aspect de l'épicarpe	Plissé
Consistance	Molle à demi-molle
Plasticité	Elastique
Texture	Fibreuse
Goût	Parfumé
Forme du calice	Proéminent

Graine

Forme	Droit
Taille	Moyenne
Poids de 20 graines	14 à 21g
Couleur	Marron
Surface	Lisse
Forme du sillon	Variable

Takermoust**Fruit**

Taille du fruit	Petite
Poids de 20 fruit	84 à 250 g
Couleur	Noire ou brune
Aspect de l'épicarpe	Lisse
Consistance	Molle à demi-molle
Plasticité	Tendre
Texture	Fibreuse
Goût	Parfumé
Forme du calice	Proéminent

Graine

Forme	Souvent ovoïde
Taille	Moyenne
Poids de 20 graines	12 à 21g
Couleur	Beige
Surface	Lisse ou ridée
Forme du sillon	Non prononcée

Annexe .Méthode d'extraction de cultivar Ghars



Annexe Concentration de jus de dattes a 65°C et 105°C



Annexe .Méthode d'extraction de cultivar Takermoust

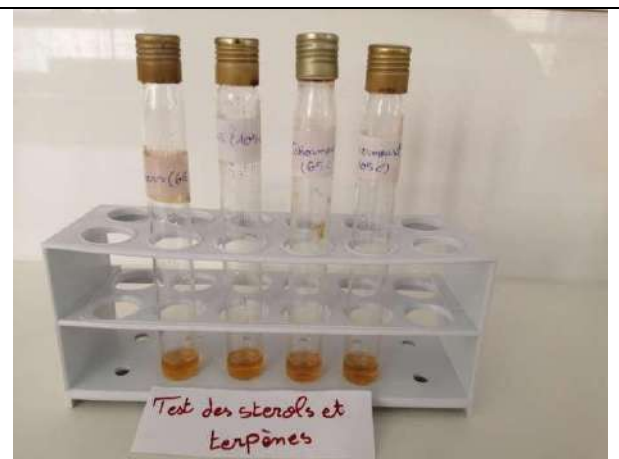


Annexe Concentration de jus de dattes de cultivar Takermoust a 65°C et 105°C

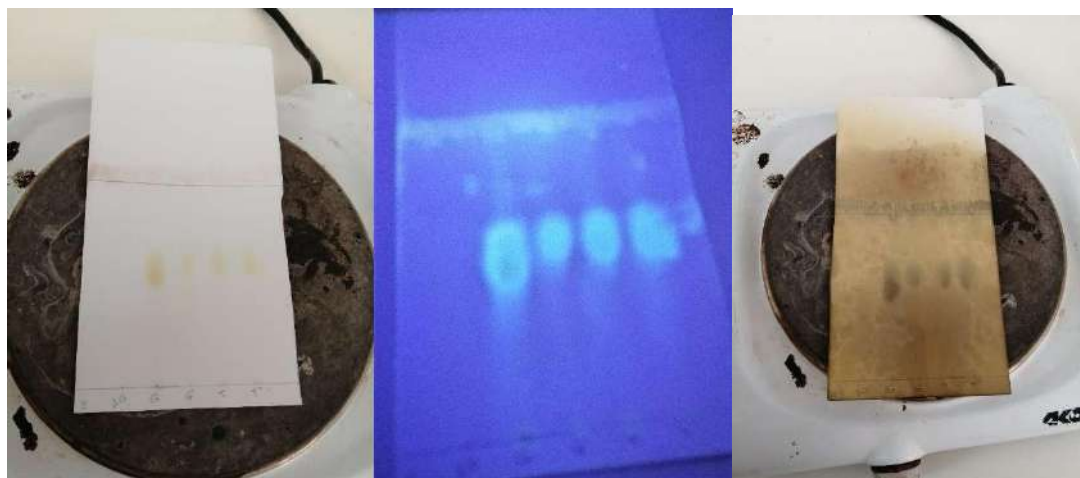


Annexe : Analyse qualitative des sirops de dattes





Annexe. CCM des extraits de dattes

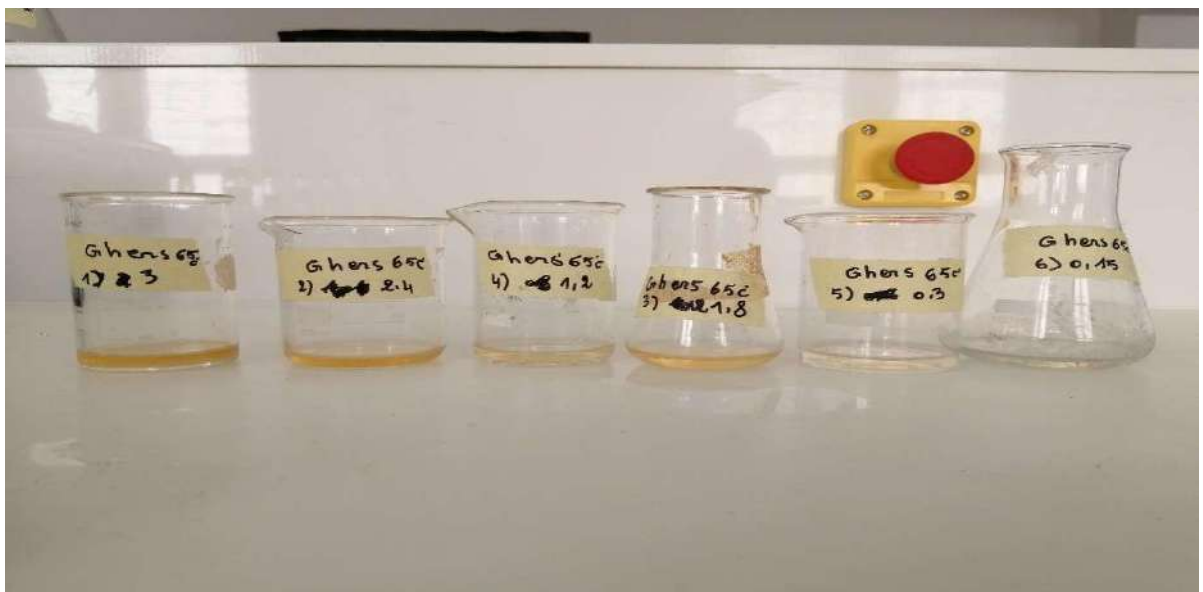
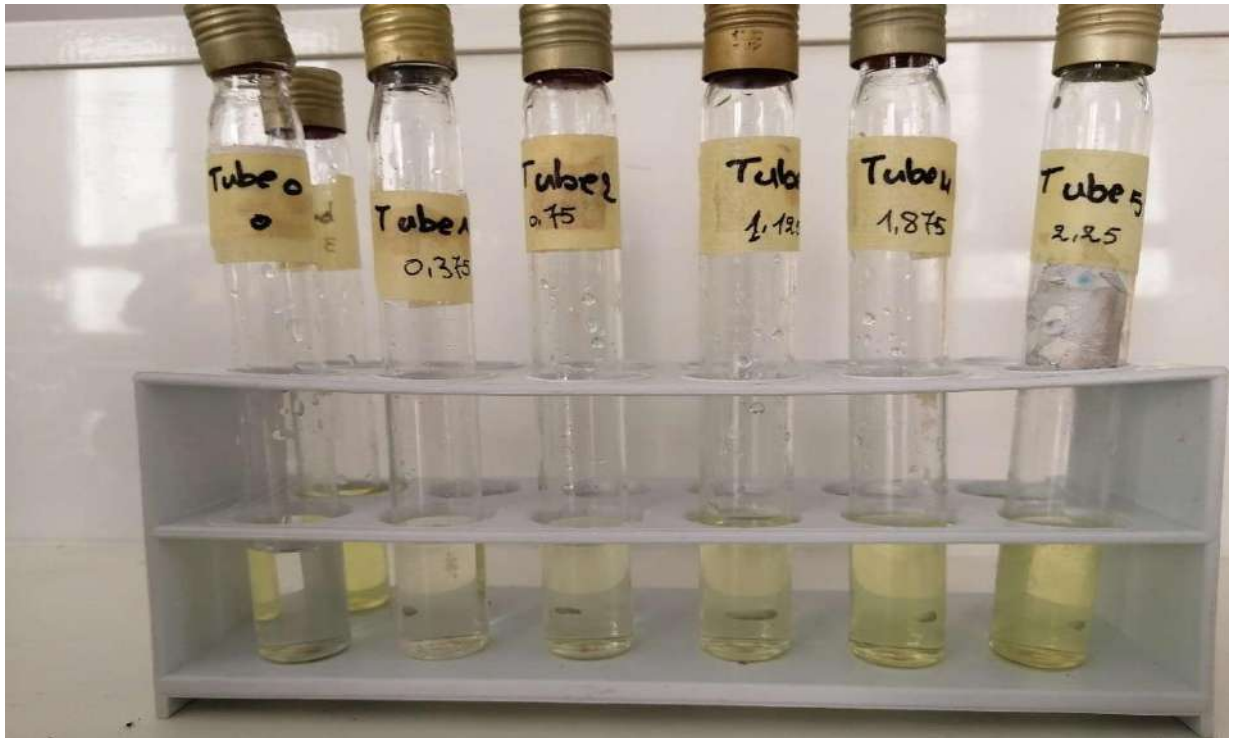


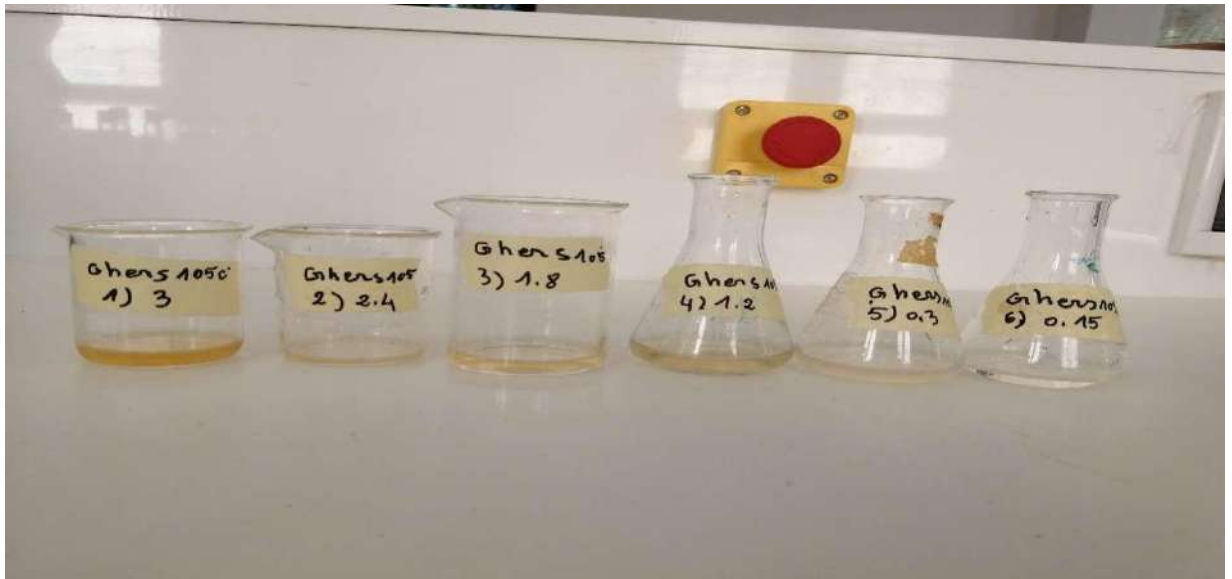
Analyses quantitatives des sirops de dattes





Dosage des composés phénoliques

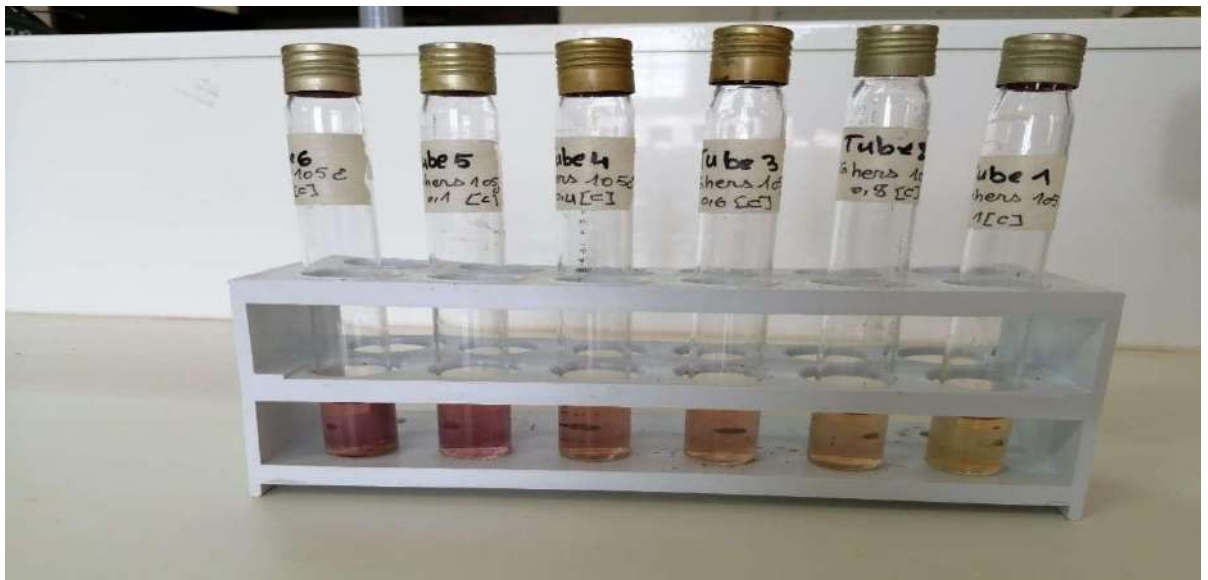






Dosage des flavonoïdes

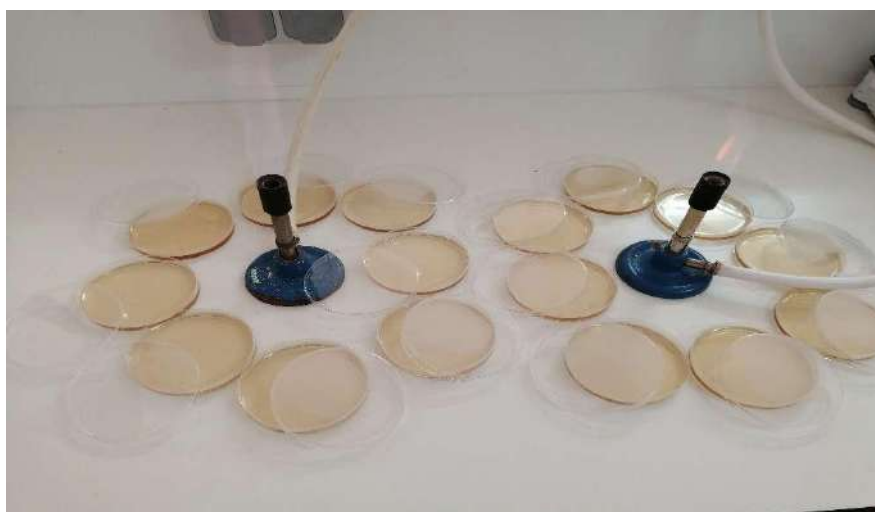






Activité anti-radicalaire par le test de DPPH

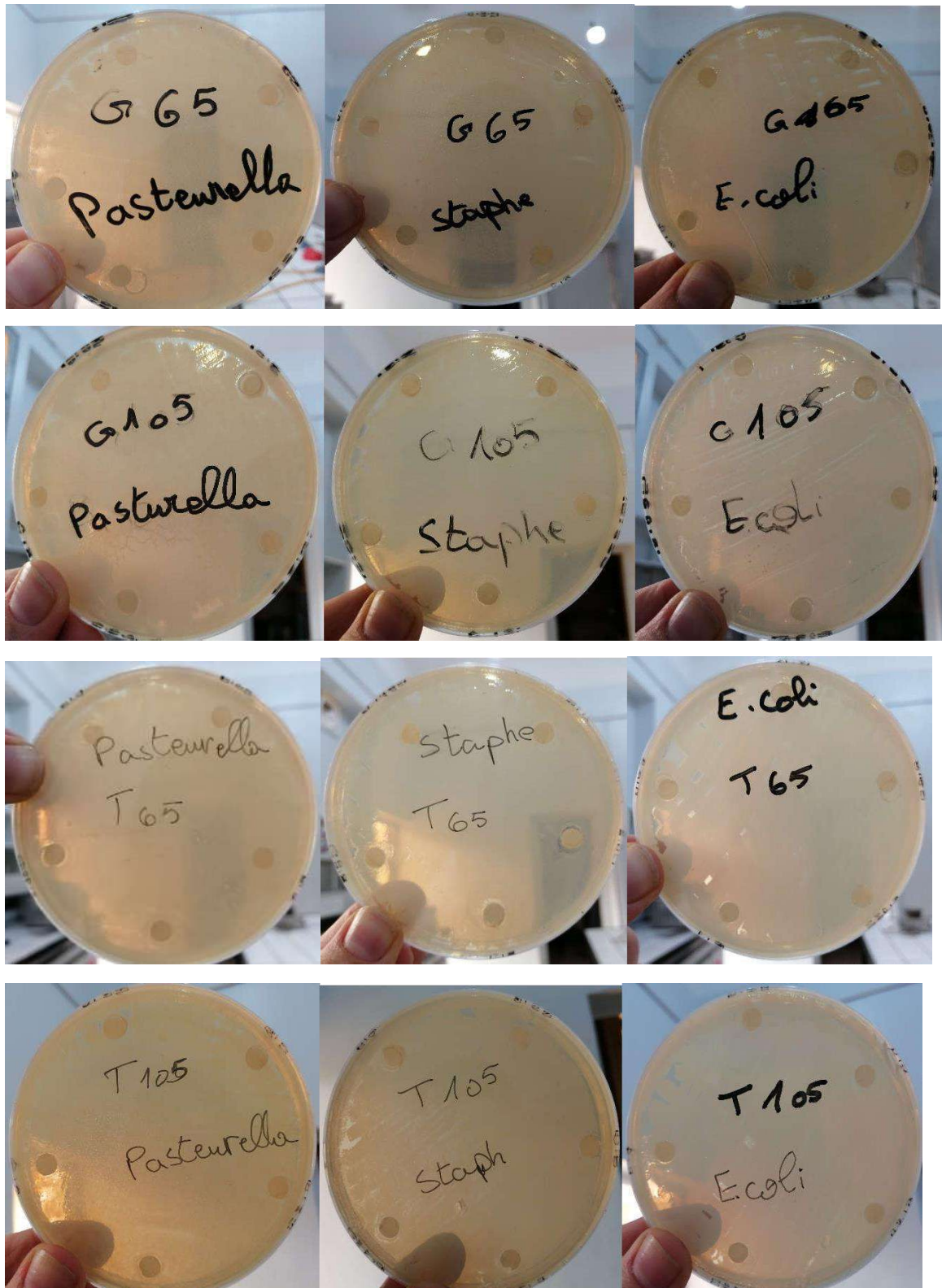
Annexe 8. Evaluation l'activité antimicrobienne



Collage le milieu de culture dans les boites de pétri



Fixation les disques à différent concentration



Annexe. Résultat de l'effet de l'extrait de Tamjouhert sur les souches bactériennes

Caractérisation phytochimique et biologique des sirops de dattes

Résumé

La présente étude vise à élaborer des sirops de dattes à base de cultivar de faible valeur marchande Takermoust (T) et le cultivar Ghars (G) (témoin), 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 (baisse température) et 105°C (haute température). En premier temps, la caractérisation qualitative a été ciblée par le screening phytochimiques et chromatographie sur couche mince. L'analyse quantitative à été réalisée par le dosage des composés phynoliques (polyhénols, flavonoïdes) et l'évaluation de l'activité biologique (antioxydante, anti-radicalaire, antibactérienne). Les résultats obtenus, notent la présence des flavonoïdes, des tanins, des coumarines, des terpénoïdes, des glycosides cardiotoniques, des stéroïdes et terpènes et anthraquinones et l'absence, des anthocyanes, des alcaloïdes, des saponosides, des stéroïdes et Huiles essentielles 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 0.82 - 0.94 mg équivalente d'acide gallique/100g de sirop, la teneur en flavonoïdes fluctue entre 0.38- 0.64 mg équivalente de rutine/100g de sirop. Le sirop de dattes issu de cultivar T65 manifeste une activité antioxydante importante (165 mg équivalent d'acide ascorbique/100g de sirop). L'évolution de l'activité anti-radicalaire parait intéressante pour l'ensemble des sirops des cultivars confondus, excepté G105, le sirop T 65 évoque une concentration inhibitrice importante 0.028 mg/ml avec un pourcentage d'inhibition 68.81%. Cependant, l'activité antibactérienne des souches testées (*Escherichia coli*, *Pasteurella spp*, *Staphylococcus aureus*) parait nulle. La baisse température de concentration (65°C) semble meilleure pour l'élaboration des sirops. Globalement, les sirops élaborés à base des dattes de cultivar de faible valeur commerciale (Takermoust) manifestent une composition phytochimiques et une activité biologique intéressante contre le cultivar témoin. 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.

تحديد الخصائص الفيتوكيميائية و البيولوجية لشراب التمر

المخلص

الغرض من هذه الدراسة هو تطوير شراب التمر استنادا على الصنف ذو القيمة السوقية المنخفضة تكرموست (ت) والصنف غرس (غ) (شاهد)، في إطار المساهمة في تعزيز هذه الثروة الوراثية من جهة وابتكار منتج غذائي من ناحية أخرى بطريقة تكنولوجية بسيطة. الطريقة المعتمد عليها هي طريقة انتشار المواد الصلبة القابلة للذوبان في الماء عند درجة حرارة التركيز 65 °م (درجة حرارة منخفضة)، والتركيز 105 °م (درجة حرارة مرتفعة). أولا تم استهداف الخصائص النوعية عن طريق الكشف الكيميائي النباتي وكروماتوغرافيا ذات الطبقة الرقيقة. وقد أجري التحليل الكمي بتحديد المركبات الفينولية (البوليفينول والفلافونويد) وتقييم النشاط البيولوجي (مضاد للأوكسدة -مضاد للجذور الحرة -مضاد للبكتيريا). تشير النتائج التي تم الحصول عليها إلى وجود مركبات الفلافونويد والتانين والكومارين والتربينويدات والجليكوسيدات القلبية وأنثراكينونات وتريان والستغول وأنثوسيانين والكالويدات وسابونوزيد والسترويدات وزيت أساسية في شراب كلا الصنفين. تكشف الكروماتوغرافيا عن أربع (4) بقع من اللون الأصفر البني. والتي يبدو أنها تميز مركبات الفلافونويد من نوع روتين وأربعة (4) بقع زرقاء داكنة من المرجح أن تشير إلى وجود التانين قاليك.

يختلف محتوى البوليفينول بين 0.82 - 0.94 مغ من حمض الغاليك / 100 غ من الشراب، ينقلب محتوى الفلافونويد بين 0.38 - 0.64 مغ من الروتين / 100 غ من الشراب. يظهر شراب التمر من الصنف ت 65 نشاطا كبيرا كمضاد للأوكسدة (165 مغ من حمض الأسكروبيك / 100 غ شراب). إن تطور النشاط المضاد للجذور الحرة مثيرا للاهتمام بالنسبة لجميع شراب الأصناف المدروسة، باستثناء غرس 105، يثير شراب تكرموست 65 تركيزا مثيرا كبيرا قدره 0.028 مغ / مل مع نسبة مئوية من التثبيط، 68.81 %، ومع ذلك فإن النشاط المضاد للبكتيريا للسلاطات التي تم اختيارها (*Escherichia coli* - *Pasteurella spp* - *Staphylococcus aureus*) يبدو معدوم، إذن فالتركيز في درجة الحرارة الأدنى (65 °م) يبدو أفضل بالنسبة لتثبيط هذا الشراب.

بشكل عام، الشراب المحضر من صنف التمر ذات قيمة تجارية منخفضة (تكرموست) يظهر تركيبة كيميائية نباتية ونشاط بيولوجي مثير للاهتمام مقابل الصنف الشاهد، وبالتالي فإنها تكمن في أنها تندمج في النظام الغذائي للسكان المحليين بسبب هذه الخصائص العلاجية

الكلمات الدالة: تمر - شراب - مركبات كيميائية نباتية - نشاط بيولوجي صحي - ورقلة.

Phytochemical and biological characterization of date syrup

Abstract

The present study aims to develop date syrups based on Cultivar of low market value Takermoust (T) and Cultivar Ghars (G) (witness), as part of contributing to the enhancement of this phoenicultural heritage on the one hand and innovation of a dietetic product 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 (lower temperature) and 105 °C (high temperature). First, the qualitative characterization was targeted by phytochemical screening and thin layer chromatography. Quantitative analysis was carried out by assaying phenolic compounds (polyphenols, flavonoids) and evaluating biological activity (antioxidant, anti-free radical, antibacterial). The results obtained note the presence of flavonoids, tannins, coumarins, terpenoids, cardiotonic glycosides, sterols and terpenes and anthraquinones and the absence of anthocyanins, alkaloids, saponins, steroids and essential oils in syrups. Of the two cultivars. The CCM reveals four (4) spots of yellow brown color, they seem to characterize the flavonoids of the Rutin type. Four (4) blue-black spots probably indicate the presence of tan gallic. The polyphenol content varies between 0.82 - 0.94 mg equivalent of gallic acid / 100g of syrup, the content of flavonoids fluctuates between 0.38 - 0.64 mg equivalent of rutin / 100g of syrup. Date syrup from cultivar T65 exhibits significant antioxidant activity (165 mg equivalent of ascorbic acid / 100g of syrup). The evolution of the anti-free radical activity appears interesting for all the syrups of the cultivars combined, except G105, the T 65 syrup evokes a significant inhibitory concentration of 0.028 mg / ml with a percentage of inhibition of 68.81%. However, the antibacterial activity of the strains tested (*Escherichia coli*, *Pasteurella spp*, *Staphylococcus aureus*) appears to be nil. The lower concentration temperature (65°C) seems better for the preparation of syrups. Overall, the syrups made from dates of a cultivar of low commercial value (Takermoust) exhibit an interesting phytochemical composition and biological activity against the witness cultivar. So they can incorporate these therapeutic properties into the diet of the local population.

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