

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Biologiques



Mémoire de Master Académique

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Biochimie Appliquée

THEME

**Etude des Polyphénols Extraits des Dattes Prématurées :
Investigation de leurs Propriétés Biologiques et
Application Cosmétologiques**

Présenté par :

Mr. KHEDAICHE Akram Takieedin

Melle. KADDOURI Sadja

Soutenu publiquement :

Le 16 /06/ 2025

Devant le jury :

Melle. HADJADJ Soumia	Présidente	Prof. UKM Ouargla
Mr. BOUAL Zakaria	Promoteur	Prof. UKM Ouargla
Melle. TELLI Alia	Co Promoteur	MCA UKM Ouargla
Mme. MIMOUNI Yamina	Examineur	MCA UKM Ouargla

Année Universitaire : 2024/2025

Remerciement

Le grand merci est destiné à « Dieu » le tout puissant qui m'a donné le courage, la force, la volonté nécessaire pour ce modeste travail.



J'adresse mes sincères remerciements à notre encadreur BOUAL Zakaria, Professeur au Département des Sciences biologiques à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Kasdi Merbah-Ouargla et Co-Encadreur TELLI Alia Maître de conférences au Département des Sciences Biologiques à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Kasdi Merbah-Ouargla, pour leurs précieux conseils et leurs aides, leurs encouragements ainsi que leurs orientations.

Nous exprimons nos profondes reconnaissances à Madame HADJADJ Soumia, Professeure au Département des Sciences biologiques à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Kasdi Merbah-Ouargla, qui nous fait l'honneur de présider ce jury.

Nous présentons nos remerciements les plus sincères à Madame MIMOUNI Yamina, Maître de Conférences au Département des sciences Biologiques à la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Kasdi Merbah-Ouargla, d'avoir accepté d'examiner ce 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.

Dédicace

C'est avec très grand honneur que je dédie ce modeste travail à

*A mes très chers parents en témoignage de ma reconnaissance
pour leur patience, leurs sacrifices et leur soutien tout au long de
mes études*

Qu'Allah leurs prête santé

*A mon frère et mes sœurs
Ainsi que mes neveux et nièces*

*A mes amies
A mes enseignants*

«Merci, ce mémoire est la vôtre»

Khedaiche Akram Takieddin

Dédicace

*A mes chers parents, mon père et ma mère qui n'ont jamais cessé
de me Soutenir et de m'encourager non seulement dans la
réalisation de ce travail
Mais dans toute ma vie*

A mes sœurs et mes frères

A toute ma famille

A mes amis

A tous ceux qui adorent la science et participent à son évolution

KADDOURI SADJA

Liste des abréviations

TPT : Teneur en Polyphénols Totaux
CPT : Composé Phénolique Total
IC50 : Inhibitory Concentration 50%
MS : Matière Sèche
ERO : Espèces Réactives de l'Oxygène
DPPH : 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl
FRAP : Ferric Reducing Antioxidant Power
TPTZ : 2,4,6-tris (2-pyridyl)-s-triazine
ABTS : 2,2'-Azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)
Abs : Absorbance
HPLC : High Performance Liquid Chromatography
ET : Équivalent Trolox
EAG : Équivalent Acide Gallique
EAC : Équivalent Acide Caféique
ER : Équivalent Rutine
PH : Potentiel d'Hydrogène
mm : millimètre

Liste des figures

Figure 1 : Cycle de vie du palmier dattier	6
Figure 2 : Structure de base des flavonoïdes	11
Figure 3 : Structure de base des tanins	14
Figure 4 : Situation géographique de Ghardaïa	21
Figure 5 : Dattes prématurées de la variété Bent Kbala (région de Ghardaïa)	23
Figure 6 : Procédé expérimental d'extraction	26
Figure 7 : Procédé expérimental d'analyses	28
Figure 8 : Réaction du test DPPH (2,2 Diphenyl 1 picrylhydrazyl	33
Figure 9 : Structure de l'ABTS	34
Figure 10 : Structure 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine ferrique et ferrux	35
Figure 11 : Les organes d'une chaîne HPLC 16 (Dgraeve et Berthou, 1986).	37
Figure 12 : pompe alternative pour HPLC	38
Figure 13 : Gamme d'étalonnage d'acide gallique.	44
Figure 14 : Gamme d'étalonnage de rutine	45
Figure 15 : Gamme d'étalonnage de catéchine	46
Figure 16 : Gamme d'étalonnage d'acide caféique	47
Figure 17 : Gamme d'étalonnage de trolox	49
Figure 18 : Profil chromatographique HPLC des composés phénoliques extraits de la pulpe de dattes prématurées	52

Liste des tableaux

Tableau 1 : Concentration de divers minéraux dans les stades Kimri et Khlale	7
Tableau 2 : Classèfication des flavonoides	13
Tableau 3 : Les suches bactériennes utilisées dans cette étude	23
Tableau 4 : Criblage phytochimique des extraits	43
Tableau 5 : Effet de l'extrie étudié sur les souches bactériennes	50
Tableau 6 : Résultats de l'analyse HPLC : identification et quantification des composés phénoliques dans l'extrait aqueux de pulpe de dattes	53

Table des matières

Liste des abréviations.....	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Table des matières.....	
Introduction	2
Chapitre I: Synthèse Bibliographique	
I.1. Préambule.....	5
I.2. Stades de maturation des dattes.....	5
I.3.Composition biochimique	6
I.3.1. L'eau	6
I.3.2. Sucres	6
I.3.3. Fibres.....	7
I.3.4. Minéraux	7
I.3.5. Vitamines	7
I.3.6. Protéines.....	8
I.3.7. Lipides.....	8
I.3.8. Enzymes	8
I.3.9. Polyphénols	9
I.4. Applications des polyphénols.....	14
I.4.1. Activités anti-cancéreuses	14
I.4.2. Effets cardiovasculaires bénéfiques	14
I.4.3. Activités neuroprotectrices	14
I.4.4. Effets anti-âge	15
I.4.5. Protection contre les dommages solaires	15
I.4.6. Traitement des problèmes de peau	15
I.4.7. Applications des polyphénols dans les produits cosmétiques	15
I.4.8. Autres applications des polyphénols	16
I.5. Intéres biologiques de polyphénols	16
I.5.1. Rôle physiologique.....	16
I.5.2. Rôle technologique.....	16
I.5.3. Rôle nutritionnel et thérapeutique	16
I.5.4. Activité antioxydante	17
I.5.5. Activité antimicrobienne	18

Chapitre II: Matériel et Méthodes

II.1. Présentation de la zone d'étude.....	21
II.2. Principe d'étude	21
II.3. Choix du stade.....	22
II.4. Récolte du matériel végétal.....	23
II.5. Matériel d'étude	23
II.5.1. Matériel biologique	23
II.5.2. Matériel non biologique	23
II.6. Macération	26
II.8. Détermination de la teneur en matière sèche	27
II.9. Analyses qualitatives.....	28
II.9.1. Phénols et tanins.....	27
II.9.2. Flavonoïdes	27
II.9.3. Saponines	27
II.9.4. Stéroïdes.....	28
II.9.5. Terpénoïdes	29
II.9.6. Alcaloïdes	29
II.9.7. Composés réducteurs	29
II.9.8. Caroténoïdes	29
II.9.9. Quinones libres	29
II.10. Analyses quantitatives.....	29
II.10.1. Dosage des polyphénols totaux.....	29
II.10.2. Dosage des tanins.....	30
II.10.3. Dosage des flavonoïdes.....	30
II.10.4. Dosage des acides-phénols	31
II.11. Activités biologiques.....	32
II.11.1. Activité antioxydante	32
II.11.2. Activité antimicrobienne	34
II.11.3. Activités anti-inflammatoire	35
II.12. Caractérisation par HPLC	35
II.12.1. Principe	35
II.12.2. Appareillage	36

Chapitre III: Résultats et Discussions

III.1. Rendement d'extraction.....	42
III.2. Teneur en matière sèche	42
III.3. Criblage phytochimique.....	43
III.4. Teneur de polyphénols totaux	44
III.5. Teneur des flavonoides totaux.....	45
III.6. Teneur des tanins	46
III.7. Teneur des acides phénoliques	46
III.8. Activités biologiques.....	47
III.8.1 Activité antioxydante.....	47
III.8.2. Activité antimicrobienne	49
III.8.3. Activité anti-inflammatoire	50
III.9. Analyse chromatographique	51
III.9.1. Conditions expérimentales.....	51
III.9.2. Résumé des résultats : Composés phénoliques détectés dans l'échantillon.....	52
III.10. Analyses statistiques	53
III.10.1. Profil phytochimique et antioxydant	53
III.10.2. activités biologiques	53
III.10.3. Corrélations entre composés et activités.....	54
III.10.4. Activité antimicrobienne.....	54
III.10.5. Applications cosmétiques envisagées.....	55
Conclusion.....	Erreur ! Signet non défini.
Références bibliographiques.....	60
Annexes	Erreur ! Signet non défini.

Introduction

Introduction

Introduction

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est le plus important arbre fruitier dans le monde arabe (Ahmed et al., 1995). Il joue à la fois un rôle économique, à travers la production de dattes, et un rôle écologique, en structurant l'écosystème oasien (Zaher et Baaziz, 2006).

Le palmier dattier constitue également l'un des piliers de l'agriculture dans les pays arabes, en particulier en Algérie, qui occupe la quatrième place mondiale dans la production de dattes, avec une production estimée à plus de 1,1 million de tonnes par an, selon les statistiques de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO, 2022). Les dattes représentent un produit stratégique, dont l'importance dépasse le simple apport nutritionnel pour englober des dimensions économiques, sociales et culturelles profondes. Toutefois, l'exploitation industrielle et scientifique de la datte, notamment dans ses stades précoces de maturation, demeure relativement limitée, l'attention étant généralement portée sur les dattes mûres destinées à la consommation directe ou au séchage.

Le fruit du palmier dattier passe par plusieurs stades de maturation : Kimri (immature), Khalal (maturation précoce), Rutab (semi-mûr) et enfin Tamar (mûr). Le stade "Khalal" se distingue par une richesse notable en composés phénoliques. Plusieurs études ont démontré que la teneur en polyphénols des dattes précoces est significativement plus élevée que celle des dattes pleinement mûres (Al-Farsi et al., 2005 ; Chaira et al., 2007), ce qui s'explique par la diminution progressive de l'activité enzymatique oxydative au cours du mûrissement, entraînant ainsi une réduction du contenu en composés phénoliques.

Selon certaines estimations, une grande partie des dattes précoces est négligée ou utilisée de manière non valorisée, notamment comme fourrage animal ou simplement jetée, représentant ainsi une perte considérable d'une ressource naturelle riche en molécules bioactives. Les analyses chimiques ont montré que ces dattes contiennent des niveaux élevés de flavonoïdes, tanins, acides phénoliques et catéchines, des composés réputés pour leurs propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires (Habib & Ibrahim, 2009). Ces caractéristiques leur confèrent une importance stratégique croissante dans les industries modernes, en particulier dans les domaines pharmaceutique et cosmétique.

Dans un contexte mondial marqué par une demande accrue en produits naturels et durables, les polyphénols d'origine végétale suscitent un intérêt considérable, notamment dans la formulation de produits cosmétiques. Actuellement, ces composés sont largement utilisés dans la fabrication de crèmes anti-âge, écrans solaires, produits hydratants et régénérateurs de la peau (Sies et al., 2005). Des recherches ont confirmé que les polyphénols jouent un rôle clé dans la neutralisation des espèces réactives de l'oxygène (ROS) responsables du vieillissement cutané et de l'apparition des rides, en plus de leur capacité à inhiber certaines enzymes telles que la collagénase et l'élastase, associées à la dégradation du tissu cutané (Nguyen et al., 2012).

Dans ce contexte, les dattes précoces apparaissent comme une source alternative prometteuse de composés cosmétiques naturels. Elles sont abondamment disponibles, localement accessibles, et représentent une matière première moins coûteuse que d'autres sources importées comme le thé vert, les baies ou le raisin. Leur valorisation dans le secteur

Introduction

cosmétique offre ainsi des opportunités de développement de nouveaux produits innovants destinés tant au marché local qu'international, en particulier dans un secteur de la cosmétique bio qui connaît une croissance annuelle estimée entre 8 et 10 % au niveau mondial (Statista, 2023).

L'éclaircissage des dattes est une méthode agricole répandue qui a pour but d'optimiser la qualité et la taille du produit final. Cependant, cette procédure produit un grand nombre de fruits non mûrs (à la phase khalal), généralement délaissés dans le milieu environnant ou exploités comme simple aliment pour bétail, sans considérer leur empreinte écologique ou leur potentiel de valorisation (Zohra et al., 2018). Sur le plan de l'écologie, un amoncellement incontrôlé de ces résidus peut provoquer une fermentation à l'échelle locale, encourager la multiplication d'insectes indésirables et altérer l'alimentation de certaines espèces animales, en particulier lorsqu'ils sont ingérés en grande quantité. D'un point de vue biochimique et économique, ces fruits précoces constituent une source importante en composés phénoliques (comme les flavonoïdes, tanins et acides phénoliques), qui sont connus pour leurs vertus antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires (Allaith, 2008 ; Biglari et al., 2009). Selon plusieurs recherches récentes, il serait possible de valoriser ces résidus dans les secteurs pharmaceutique, cosmétique et agroalimentaire (Mohamed & Awad, 2020). Par conséquent, la réutilisation de ces dérivés dans un cadre de bioéconomie circulaire offrirait non seulement un moyen de réduire la pollution agricole, mais aussi de créer des perspectives économiques locales (El Hadrami et al., 2011).

Ce travail vise à étudier les composés phénoliques des dattes prématurées provenant de l'éclaircissage, ainsi que d'évaluer leur potentiel antioxydant en perspective de leur valorisation dans les secteurs cosmétique, pharmaceutique et agroalimentaire. Cette recherche s'inscrit dans une approche de bioéconomie circulaire, ayant pour objectif de diminuer les effets environnementaux des résidus agricoles tout en générant de nouvelles opportunités économiques.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres principaux :

Le premier chapitre constitue une synthèse bibliographique sur les compositions biochimique et phénoliques, en mettant en évidence leur classification, leurs propriétés biologiques, ainsi que leur potentiel d'application dans le domaine cosmétique.

Le deuxième chapitre présente les matériaux utilisés et les méthodes expérimentales adoptées, notamment les techniques d'extraction, les dosages biochimiques (polyphénols, flavonoïdes et tannis), ainsi que les tests d'évaluation des activités biologiques.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation, l'analyse et la discussion des résultats obtenus. Il met en relation la composition phénolique des dattes prématurées avec leurs activités antioxydante, antimicrobienne et anti-inflammatoire, tout en explorant les perspectives d'utilisation cosmétologique.

Chapitre I

Synthèse Bibliographique

I.1. Préambule

Les dattes prématurées désignent les fruits du palmier dattier récoltés avant leur pleine maturité, notamment aux stades Kimri (immature) et Khalal (début de maturation). À ces stades, le fruit présente une texture ferme, une teneur élevée en eau, une faible concentration en sucres simples, mais une richesse en composés phénoliques bioactifs comme les flavonoïdes, les tanins et les acides phénoliques (Al-Farsi et al., 2005 ; Biglari et al., 2009). Traditionnellement considérées comme sous-produits agricoles ou utilisées comme fourrage, ces dattes prématurées sont pourtant une source précieuse de molécules naturelles dotées de propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires (Habib & Ibrahim, 2009 ; Allaith, 2008). Leur valorisation s'inscrit dans une logique de bioéconomie circulaire et d'innovation durable, répondant à la demande croissante de l'industrie cosmétique et pharmaceutique pour des ingrédients naturels d'origine végétale (Sies et al., 2005 ; Nguyen et al., 2012). Ainsi, une bonne compréhension des stades de maturation des dattes constitue une étape essentielle pour identifier le moment optimal de récolte et d'extraction de ces composés bioactifs.

I.2. Stades de maturation des dattes

Pendant sa formation et sa maturation, le fruit passe par un certain nombre de phases, qui se résument en quatre stades appelés par leur dénomination arabe : Kimri, Khalal, Routabet Tamr (BOOIJ, 1992). En Algérie, se sont : Loulou, Khlal, Bser, Martouba et Tmer ; cependant, la majorité des auteurs ont adapté la terminologie utilisée en Irak et de nombreux pays arabes (AL-SHAHIB et al. 2002). Les différents stades peuvent être définis comme suit (DJERBI, 1994):

Hababouk : Ce stade vient juste après la pollinisation et dure environ 4 à 5 semaines. A ce stade le fruit prend une forme ronde et est entièrement recouvert par le périanthe et se caractérise par une croissance lente (AL-SHAHIB et MARSHALL, 2002 ; ABAKHTI, 2008).

Kimiri : Le fruit des dattes prend une couleur verte et une texture dure. Ily'a lieu à une augmentation du poids et du taux des sucres ainsi que la teneur en tanins Les dattes. (THOMPSON, 2003) ; le taux de l'humidité atteint son maximum 85% (BARREVELD, 1993). Ce stade dure 9 à 14 semaines : à la fin de ce stade, tous les facteurs se stabilisent quand le fruit commence à changer sa couleur au jaune (ou rouge, selon les variétés) (BARREVELD, 1993). Les dattes à ce stade peuvent être utilisées pour la préparation de vinaigre et d'épice (JIWAN, 2006).

Khalal : Au cours de ce stade, la couleur du fruit passe du vert au jaune clair, puis vire au jaune, au rose ou rouge selon les variétés. La chair de dattes devient ferme. Cette phase est marquée par une augmentation rapide de la teneur en sucres totaux, de l'acidité, par contre la teneur en eau diminue. Elle dure 3 à 5 semaines ou plus. Le fruit à ce stade est largement consommé immature ou peut être utilisé pour la fabrication de confiture. Ce stade continue 3 à 5 semaines ou plus dans certaines variétés (JIWAN, 2006).

Routab : La couleur passe au foncée ou au noir avec apparition du « doré » et du goutsucré. Certaines variétés deviennent verdâtres comme la khadraoui Ce stade dure 2 à 4 semaines (JIWAN, 2006).

Tamr : C'est le stade final de la maturation des dattes. Le fruit perd beaucoup d'eau, ce qui donne un rapport sucre/eau élevé. A ce stade les dattes acquièrent leurs dernières caractéristiques à savoir, le goût, la couleur et la consistance, ainsi les dattes sèches présentent une couleur lumineuse et une chaire dure, alors que les dattes molles prennent une couleur noire foncée et une chair molle (ABEKHTI, 2008).



Figure 1 : Stades de maturation de la datte.

I.3.Compositions biochimique

I.3.1. L'eau

La teneur en eau des dattes prématurées est plus élevée que celle des dattes mûres, ce qui influence leur consistance. En fonction du stade de maturation et de la variété, la teneur en eau des dattes prématurées varie entre 20 % et 45 %. Elle dépend également du climat et du type de datte. En moyenne, les dattes prématurées contiennent environ 10 à 20 % d'eau en plus par rapport aux dattes mûres.

I.3.2. Sucres

Les dattes prématurées contiennent une quantité de sucres plus faible que les dattes mûres, car la conversion de l'amidon en sucres simples (glucose et fructose) est encore en cours. En moyenne, les sucres totaux sont réduits de 20 à 40 % par rapport aux dattes mûres. L'analyse quantitative des sucres montre que les dattes prématurées molles (ex. Ghars) ont des niveaux plus faibles de glucose et de fructose, mais une proportion plus importante de saccharose en raison de la transition incomplète vers les sucres réducteurs. Les dattes prématurées sèches (ex. Mech-Degla) ont une teneur en saccharose plus faible que lorsqu'elles sont mûres, mais leur proportion relative de saccharose reste plus élevée que celle du glucose et du fructose. La teneur en saccharose est plus importante dans les dattes prématurées par rapport aux sucres réducteurs, car la dégradation enzymatique en glucose et fructose n'est pas encore complète. Il a été rapporté que la concentration totale en sucre au stade kimri variait de 3,4 à 7,7 % tandis que la concentration totale en sucre au stade tamer variait de 44,3 à 64,1 %.(Al-Shahib et Marshall, 2003).

I.3.3. Fibres

Les dattes prématurées contiennent une teneur plus élevée en fibres par rapport aux dattes mûres, car la maturation entraîne la dégradation progressive des composants fibreux (pectine, cellulose, hémicellulose et lignine). La teneur en fibres totales peut atteindre 13,6 % au premier stade de maturation, contre 8,1 à 12,7 % pour les dattes mûres (Al-Shahib et Marshall, 2003). En fonction de la variété, les dattes prématurées peuvent conserver jusqu'à 10 % de fibres dans les variétés communes les plus fibreuses. Les variétés comme la Deglet-Nour, qui sont généralement peu riches en fibres à maturité, présentent une proportion plus élevée à un stade prématuré, avant la dégradation des composants fibre. (Munier, 1973).

I.3.4. Minéraux

Les dattes prématurées sont particulièrement riches en minéraux et oligoéléments, car leur concentration est plus élevée avant la dilution progressive causée par l'accumulation des sucres et la perte d'eau au fil de la maturation. Elles contiennent des proportions accrues de calcium, potassium, magnésium et fer, surpassant celles des dattes mûres (Benchelah et Maka, 2008). En raison de cette richesse en minéraux, les dattes prématurées pourraient représenter une meilleure source de micronutriments, notamment pour une consommation ciblée dans les régimes alimentaires spécifiques nécessitant un apport élevé en minéraux. La concentration minérale dans les dattes est influencée par la fertilité du sol, le cultivar de dattes et les stades de maturation. (Amira et al.). Ont constaté que la concentration minérale dans cinq cultivars de dattes tunisiens augmentait avec les stades de maturation des dattes (Amira et al, 2011). La concentration minérale dans la variété Deglet Nour au stade kimri est passée de 1,06 % au stade rutab et de 3,25 % au stade tamer, respectivement. Cependant, dans d'autres rapports, de nombreux chercheurs ont constaté que la concentration minérale diminuait avec la maturation des dattes. (Hui, 2006) (Mohammadzai et al, 2010).

Tableau 1 : Concentration de divers minéraux dans les stades Kimri et Khlale

	stades	K (kg)	Ca (kg)	Mg (kg)	Na (kg)	Mn (kg)	Zn (kg)
Shahani	Kimri	2720	440	330	120	3.6	3.5
Shahani	Khalal	2330	300	240	132	1.3	2.3
Piarom	Kimri	2440	360	275	124	1.3	2.5
Piarom	Khalal	1940	230	156	129	1.1	1.7
Deiry	Kimri	2630	490	340	133	1.3	2.1

I.3.5. Vitamines

Les dattes prématurées contiennent des vitamines en quantités moindres par rapport aux dattes mûres. La teneur en caroténoïdes et en vitamines du groupe B est plus faible, et la présence de vitamine C est encore plus réduite.

I.3.6. Protéines

Les dattes prématurées ont une teneur en protéines plus faible que les dattes mûres. La plupart des protéines des dattes dont le poids moléculaire est compris entre 12 000 et 72 000 daltons sont de l'albumine soluble. La concentration en protéines des dattes est d'environ 1,5 à $3,2 \times 10^{-3}$ g kg⁻¹. La concentration en protéines des dattes varie selon les cultivars et les stades de maturation. (Ismail et al, 2006 al ; Farsi et al, 2005). La concentration en protéines des dattes au stade kimri est de 5,5 à 6,4 %. Après le stade kimri, la concentration en protéines commence à diminuer progressivement et diminue à 2,0 à 2,5 % au stade de la manipulation. (Habib et Ibrahim, 2011 ; Hasnaoui et al, 2011). La diminution de la concentration en protéines au cours des stades de maturation est attribuée à des réactions de brunissement non enzymatiques (Maillard) et à la précipitation des tanins. Vingt-trois types d'acides aminés ont été identifiés dans les dattes, dont la plupart ne se trouvent pas dans d'autres fruits populaires tels que les oranges, les pommes et les bananes(Al-Shahib et Marshall, 2003) . La concentration et la composition en acides aminés varient selon le stade de maturation. La concentration élevée en acide glutamique, acide aspartique, lysine, léusine, alanine et sérine se trouve dans les dattes au stade kimri.(Tang et al., 2013).

I.3.7. Lipides

La concentration en matières grasses dans les dattes est très faible, elle est généralement comprise entre 0,1 et 0,9 %. (Saffi et al., 2008 ; Amira et al, 2011 ; Hui, 2006). La matière grasse des dattes est concentrée dans la peau. Le rôle de la matière grasse dans les dattes est de protéger le fruit. Les principaux acides gras des dattes comprennent les acides laurique, myristique, palmitique et oléique, etc. (Al-Shahib et Marshall, 2003 ;Biglari, 2009). Ont rapporté que la concentration en matières grasses était comprise entre 1 et 4,76 g kg⁻¹. 20L'analyse de la variance de la concentration en matières grasses a montré qu'il y avait une différence significative entre les différents cultivars. (C) Vitamines : Les dattes contiennent des quantités raisonnables de vitamines, notamment de vitamines A, B1, B2, de niacine (acide nicotinique), de C et d'acide folique.(Al-Shahib et Marshall,2003 ;Biglari, 2009). La concentration en vitamines des dattes diminue avec le développement du stade de maturité en raison du séchage et des facteurs environnementaux.(Al-Shahib et Marshall, 2003 ;Al-Qurashi, 2010 ; Mrabet et al., 2008).

I .3.8. Enzymes

L'activité enzymatique est moins développée dans les dattes prématurées. Le processus de conversion enzymatique étant encore en cours, les enzymes sont présentes en quantités inférieures et leur activité est réduite par rapport aux dattes mûres. Les enzymes présentes dans les dattes, à savoir l'invertase, la β -galactosidase, l'endo-1, 4- β -D-glucanase, la pectine méthyl estérase, la cellulase et la polyphénol oxydase, jouent un rôle important dans le ramollissement et la maturation des fruits.38-40 Les activités enzymatiques changent avec les stades de maturation responsable de l'hydrolyse du saccharose en glucose et fructose.

L'activité de l'invertase augmente fortement à partir du stade kimri et atteint son maximum au stade tamer.(Rastegar et al., 2012) . La pectine méthyl estérase peut convertir la protopectine en pectine soluble. L'activité de la pectine méthyl estérase augmente du stade khalal au stade rutab, puis diminue fortement au stade de Tamer .(Al-ShahibetMarshall, 2003 ; Biglari, 2009 ;Rastegar et al., 2012) Le rôle de la cellulase dans le ramollissement des dattes est incertain. y Ont montré que l'activité de la cellulase était relativement faible au stade kimri, puis augmentait fortement jusqu'à son maximum au stade khalal, puis était suivie d'une légère diminution au stade rutab.(Awad et al., 2011) Des résultats similaires ont été rapportés par(Rastegar et al.2012) .

L'activité β -galactosidase était très faible au stade vert, puis augmentait progressivement jusqu'à sa valeur maximale au stade dompteur. (Rastegar et al., 2012 ; Mustafa et al.2006). Le ramollissement des dattes pendant la maturation peut être, au moins en partie, dû à l'action de la β -galactosidase. (Farahnaky etAfshari-Jouybari, 2011) Une perte de résidus galactosyle des fractions de pectine pendant la maturation, probablement causée par la β -galactosidase, a été rapportée. (Cheng et al., 2011 ; Goulao et al., 2007)L'endo-1,4- β -D-glucanase impliquée dans le processus de ramollissement des dattes a été rapportée par (Rastegar et al.2012).

L'activité de l'endo-1,4- β -D-glucanase augmentait significativement avec la croissance des fruits, et atteint un niveau maximal au stade le plus apprivoisé (à l'exception du cultivar Shahani), suivi d'une légère diminution au stade le plus apprivoisé. La polyphénol oxydase est principalement impliquée dans le métabolisme des tanins. L'activité de la polyphénol oxydase diminue du stade kimri au stade le plus apprivoisé.(Hui, 2006 ; Al-Qurashi, 2010). La relation entre l'activité de la polyphénol oxydase et l'intensité de la couleur des dattes pendant la maturation a été étudiée.Grâce au métabolisme des tanins, la couleur des dattes passe du jaune au brun.(Al-Qarni, 2005).

I.3.9. Polyphénols

La teneur en composés phénoliques totaux est significativement plus élevée au stade précoce de maturation des dattes, notamment au stade Khalal. Cette concentration diminue progressivement au fur et à mesure de l'avancement de la maturation, en raison de la dégradation enzymatique naturelle des polyphénols (Biglari et al, 2009).

I. 3.9.1. Définition

On appelle métabolites secondaires des composés bio-synthétisés naturellement par les végétaux mais qui ne participent pas directement au métabolisme végétal (Guillaume et Charrouf, 2005). Ces métabolites secondaires interviennent dans la structure des plantes (lignines et tannins) mais également, elles exercent une action déterminante sur l'adaptation des plantes à leur environnement (Mansour, 2009). Ils interviennent ainsi, dans la défense de la plante contre les herbivores, les pathogènes ou les compétiteurs. Certains assurent une protection contre les radiations solaires et d'autres encore facilitent la dispersion du pollen et des graines (RAVEN et al., 2007). Les métabolites secondaires sont reconnus par leurs activités biologiques nombreuses qui comprennent des activités antibactériennes, anticancéreuses,

antifongiques, analgésiques, antiinflammatoires, diurétiques gastro-intestinales et antioxydantes (HARBONE, 1998; BRUNETON, 1999).

I.3.9.2. Classification

Les métabolites secondaires sont produits en très faible quantité, dont plus de 200000 molécules ont été identifiées. Classés selon leurs appartenances chimiques en composés phénoliques, les alcaloïdes et les terpènes (CUENDET, 1999; VERMERRIS, 2006). D'après Al Farsi et Lee (2008), la pulpe de fruit de datte est riche en composés phytochimiques comme des composés phénoliques, flavonoïdes, acides phénoliques et tanins.

Les polyphénols représentent un groupe de métabolites secondaires complexes, synthétisés dans le règne végétal (COLLIN et CROUZET, 2011). Les Composés phénoliques sont des constituants naturels responsables de la qualité organoleptique des fruits (gout et couleur). Ils constituent pour la datte un des critères de qualité les plus importants à maîtriser depuis la récolte jusqu'à la commercialisation (HARRAK et BOUJNAH, 2012). Représente du composé phytochimiques le plus important des dattes. Les dattes sont riches en polyphénols en particulier pendant la première étape de maturation comme les acides phénoliques, anthocyanines, procyanidines, tanins et flavonoïdes (BENMEDDOUR et al., 2013; HONG et al., 2006; MANSOURI et al., 2005 cité par MARTIN SANCHEZ 2014). MANSOURI et al. (2005) estiment que la teneur en polyphénol de la variété DegletNour est de 6.73 mg/100g de poids frais. La teneur en polyphénols est de 1.547% pour la variété Begla-Beida (AMELLAL, 2008). Les dattes (ou dattes en phase immature, comme le stade « Kimri ») contiennent différents types de composés phénoliques, dont les acides phénoliques, qui sont des antioxydants naturels importants.

I.3.9.2.1. Acides phénoliques

Les acides phénoliques regroupent les acides benzoïques (C6-C1) et les acides cinnamiques (C6-C3) (Cheynier, 2005).

I.3.9.2.1.1. Acides benzoïques

Les acides benzoïques ont une structure générale C6-C1. Les variations de structure entre les différents acides benzoïques résident dans l'hydroxylation et la méthylation du noyau aromatique, comme acide gallique, acide protocatéchique, acide vanillique, acide syringique (Häkkinen, 2000).

I.3.9.2.1.2. Acides cinnamiques

Les acides cinnamiques sont une classe d'acides phénoliques dérivés de la cinnamique, avec un groupement hydroxyle (-OH) sur le cycle aromatique. Ils sont largement présents dans les plantes, notamment dans les fruits, légumes, céréales et dattes. Comme l'acide caféique, Acide férulique, Acide coumarique (p-coumarique, o-coumarique), Acide sinapique (Biglari et al., 2009).

I. 3.9.2.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont une catégorie de plus de 6 000 composés naturels présents dans le règne végétal, définis par la présence d'une structure phénolique dans leurs molécules, et souvent d'une structure flavone, qui les distingue des autres polyphénols (Ghedira, 2005 ; Toufektsian et al., 2008). Actuellement, de nombreux flavonoïdes ont été répertoriés, et beaucoup d'autres attendent d'être découverts, car le squelette flavonoïde (figure 2) peut accueillir divers substituants, notamment des groupes hydroxy, méthoxy, méthyle, benzyle et isoprényle (Beecher, 2003 ; Williams et al., 2004 ; Kueny-Stotz, 2008) . Les flavonoïdes sont caractérisés par une structure fondamentale à 15 carbones qui comporte deux cycles phényles, appelés cycles A et C, interconnectés par une chaîne à trois carbones (structure C6-C3-C6). Fréquemment, la chaîne C3 qui relie les cycles A et C subit une cyclisation pour créer le cycle B (Bruneton, 1999).

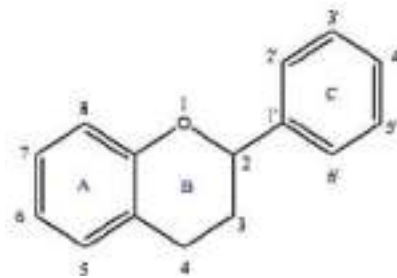


Figure 2 : Structure de base des flavonoïdes

Les flavonoïdes sont formés d'un squelette à 15 atomes de carbone (C6-C3-C6) (COLLIN et CROUZET, 2011). Ce sont des pigments (le jaune « flavones », le rouge ou le bleu « anthocyanes ») (MARTIN SANCHEZ., 2014). L'analyse qualitative par HPLC des composés phénoliques des dattes révèle la présence de certains flavonoïdes tels que, les flavones, les flavanones et les flavonols (MANSOURI et al., 2005). Selon DAAS AMIOUR (2009), la teneur en flavonoïdes de la variété Deglet-Nour est de 0.136 ± 0.01 , pour la variété Ghars est de 0.143 ± 0.01 en mg d'équivalent de quercétine/100g de poids frais. Les flavonoïdes sont classés en plusieurs classes moléculaires (Harbone, 1988), les plus importantes étant les flavones, les flavonols, les flavanones, les isoflavones et les anthocyanidines. Ces composés existent soit sous leur forme libre (génine) soit sous forme de glycosides (glycosylés en C ou en O). Présents dans toutes les plantes vasculaires, ils peuvent être retrouvés dans différents organes, notamment les racines, les tiges, les feuilles et les fruits (Bruneton, 1999) (tableau n° : 2).

Tableau 2 : Classification des flavonoïdes (Bruneton, 1999)

Classes	Structures chimiques	R3'	R4'	R5'	Exemples
Flavones		H	OH	H	Apigénine
		OH	OH	H	Lutéoline
		OH	OCH ₃	H	Diosmétine
Flavonols		H	OH	H	Kaempférol
		OH	OH	H	Quercétine
		OH	OH	OH	Myricétine
Flavanols		OH	OH	H	Catéchine
Flavanones		H	OH	H	Naringénine
		OH	OH	H	Eriodictyol
Anthocyanidines		H	OH	H	Pelargonidine
		OH	OH	H	Cyanidine
		OH	OH	OH	Delphénidine
Isoflavones		R5	R7	R4'	
		OH	OH	OH	Genistéine
		H	O-Glu	OH	Daidzéine

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques importants, notamment les proanthocyanidines, les glycosides flavonoïdes et les anthocyanes.11, 47, 49, 50Hong et al. ont identifié treize glycosides flavonoïdes de lutéoline, de quercétine et d'apigénine dans les dattes au stade khalal

I. 3.9.2.3. Tanins

Les tanins sont le plus souvent des polymères d'acides phénoliques, hydrosolubles ou non, de poids moléculaire compris entre 500 et 3000 kD (polymères), qui possèdent des

propriétés de bronzage de la peau, c'est-à-dire de la rendre antiseptique (évitant la carie), propriété liée à leur capacité à se lier à des macromolécules (protéines). Ils peuvent également être combinés avec d'autres polymères tels que la cellulose ou la pectine pour produire des polymères hautement astringents utilisés en thérapeutique comme pansements gastriques et intestinaux (Ribereau, 1968 ; Nongonirma, 1990). Selon la structure des molécules on distingue les tanins hydrolysables et les tanins condensés .

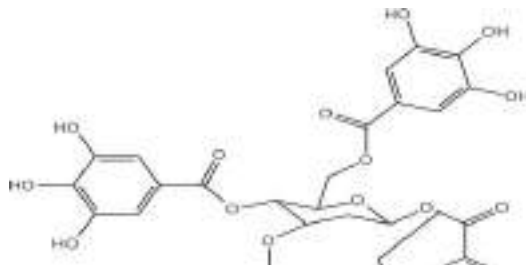


Figure 3 : Structures des tanins

Les tanins hydrolysables sont des molécules complexes dont la structure de base est constituée d'un glucide, habituellement le glucose, elles font intervenir des liaisons de type ester, et donnent, par hydrolyse, une fraction glucidique et une fraction phénoliques constituée elle-même, soit par l'acide gallique, soit par l'acide ellagique, dimère du précédent (Ribereaugayoin, 1968; Hopkins, 2003).

Les tanins condensés sont des polymères d'unités flavonoïdes reliées par de liaisons fortes carbone-carbone (Hopkins, 2003). La teneur en tanins est élevée au stade de Kimri, elle varié entre 1.8% et 2.5%. Elle se diminué avec la maturation de la datte jusqu'au stade Tamr avec 0.4% (Al-Orf et al., 2012).

I. 3.9.3. Propriétés des composés phénoliques

Les activités biologiques des polyphénols varient considérablement en fonction de leur composition chimique. Ils représentent un groupe essentiel d'antioxydants présents dans le règne végétal. Contrairement aux antioxydants synthétiques comme le butylhydroxyanisole (BHA) et le butylhydroxytoluène (BHT), les polyphénols ne présentent aucun risque pour la santé humaine (Bounatirou et al., 2007). De plus, les polyphénols contribuent à la régulation de la croissance et du développement des plantes grâce à leurs interactions avec différentes hormones de croissance végétales. Ils permettent aux plantes de se protéger des rayons ultraviolets. Certains polyphénols, comme les isoflavonols, servent de phytoalexines, aidant à combattre les infections causées par des champignons ou des bactéries (Makoi et al., 2007). Le processus de pollinisation fait appel à des pigments non azotés qui attirent les insectes pollinisateurs ou, au contraire, créent des formes pour dissuader les prédateurs. De plus, certains de ces pigments agissent comme des inhibiteurs d'enzymes, jouant un rôle dans la protection des humains contre certaines maladies (Bruneton, 1999).

Dans l'industrie alimentaire, les polyphénols servent à diverses fins comme additifs, colorants, arômes ou conservateurs (Bruneton, 1999). Les flavonoïdes suscitent un intérêt scientifique, principalement en raison de leur importance dans la physiologie végétale et de leur

contribution à la pigmentation, ainsi que de leur implication dans la croissance et la reproduction (Manach et al., 2004). De plus, les flavonoïdes jouent un rôle protecteur pour les plantes contre les agents pathogènes, qu'ils soient viraux ou bactériens, et contre les prédateurs comme les insectes (Bravo, 1998). Les flavonoïdes jouent un rôle crucial dans le processus de transport des électrons au cours de la photosynthèse des plantes, tout en offrant une protection contre les effets néfastes des rayons ultraviolets en agissant comme antioxydants (Havsteen, 2002). Ils capturent efficacement les espèces réactives de l'oxygène liées au stress oxydatif, évitant ainsi d'éventuels dommages cellulaires. Effet, grâce à leurs groupes hydroxyles très réactifs, ils sont capables d'inactiver et de stabiliser les radicaux libres. Ils inhibent également l'oxydation des lipoprotéines de basse densité, prévenant ainsi l'athérosclérose et réduisant le risque de maladies cardiovasculaires (Tu et al. 2007). En plus de leurs propriétés antioxydantes, les flavonoïdes exercent des propriétés anti-inflammatoires, anti-allergiques et anti-ulcéreuses (Di Carlo et al., 1999). Certains flavonoïdes présentent également un potentiel vasodilatateur (Woodman et Chan, 2004). Ils sont connus comme « modulateurs naturels des réponses biologiques » (Middleton et al., 2000). D'autres études *in vitro* ont ensuite démontré que les flavonoïdes modulent l'activité de plusieurs enzymes impliquées dans des voies importantes régulant la division et la prolifération cellulaire, l'agrégation plaquettaire, la détoxification, l'inflammation et les réponses immunitaires. (Middleton et al. 2000).

I.4. Applications des polyphénols

I.4.1. Activités anti-cancéreuses

De nombreuses études ont montré que certains polyphénols comme les flavonoïdes et les acides phénoliques possèdent des propriétés anti-cancéreuses (Nutrients, 2019). Ils peuvent inhiber la prolifération des cellules cancéreuses, induire l'apoptose et réduire la formation de métastases (Grosso et al., 2018). Ces propriétés font des polyphénols des composés d'intérêt pour le développement de nouveaux agents thérapeutiques anti-cancéreux (Singh et al., 2017).

I.4.2. Effets cardiovasculaires bénéfiques

De nombreuses études ont montré que les polyphénols améliorent la fonction endothéliale, réduisent l'inflammation et ont des effets antioxydants bénéfiques pour la santé cardiovasculaire (Nutrients, 2019). Certains polyphénols comme le resvératrol ont également des propriétés anti-thrombotiques et hypotensives (Grosso et al., 2018). Ces résultats font des polyphénols des ingrédients prometteurs pour les compléments alimentaires et les produits nutraceutiques visant à prévenir les maladies cardiovasculaires (Cory et al., 2018).

I.4.3. Activités neuroprotectrices

Des recherches ont démontré que certains polyphénols comme les flavonoïdes protègent les neurones contre les dommages oxydatifs et réduisent l'inflammation dans le cerveau (Antioxydants, 2019). Ils possèdent également des propriétés anti-apoptotiques et stimulent la neurogenèse, ce qui en fait des composés intéressants pour le traitement des maladies

neurodégénératives (Törrönen et al., 2018). De plus, les polyphénols améliorent les fonctions cognitives et la mémoire, ce qui les rend bénéfiques pour la santé cérébrale (Nutrients, 2019).

I.4.4. Effets anti-âge

Les polyphénols comme les flavonoïdes et les acides phénoliques stimulent la production de collagène et d'élastine, améliorant ainsi l'élasticité et la fermeté de la peau (Zillich et al., 2019). Ils réduisent également l'apparition des rides et des signes de vieillissement cutané grâce à leurs propriétés antioxydantes (Farris, 2017). Des études ont montré que les polyphénols favorisent la régénération cellulaire et améliorent la cicatrisation (Madrigal-Santillán et al., 2018).

I.4.5. Protection contre les dommages solaires

Les polyphénols possèdent des propriétés photoprotectrices en absorbant les rayons UV et en limitant les dommages oxydatifs induits par le soleil (Molecules, 2019). Ils réduisent l'inflammation et préviennent le vieillissement prématuré de la peau causé par les UV (Stevanović et al., 2018). Certaines études ont démontré que les polyphénols augmentent la résistance de la peau aux rayons UV et améliorent la réparation des dommages cutanés (Katiyar, 2015).

I.4.6. Traitement des problèmes de peau

Les polyphénols possèdent des propriétés anti-inflammatoires qui en font des ingrédients intéressants pour les soins de la peau sensible ou atopique (Antioxydants, 2019). Certains polyphénols comme les catéchines du thé vert ont montré leur efficacité contre l'acné grâce à leurs activités antimicrobiennes et anti-inflammatoires (Elsaie, 2009). Des études ont également révélé que les polyphénols améliorent les symptômes de l'eczéma et réduisent l'irritation cutanée (Yamamoto et al., 2015).

I.4.7. Applications des polyphénols dans les produits cosmétiques

Les polyphénols sont largement utilisés dans une grande variété de produits cosmétiques tels que les crèmes anti-âge, les sérums raffermissants, les lotions solaires, les déodorants, les produits capillaires et les soins de la peau sensible (Cosmetics, 2019). Grâce à leurs propriétés multifonctionnelles (antioxydantes, anti-inflammatoires, antimicrobiennes, photoprotectrices), les polyphénols constituent des ingrédients cosmétiques très recherchés pour leurs bénéfices pour la santé et la beauté de la peau (Pandel et al., 2017). De nombreuses études cliniques ont démontré l'efficacité et la sécurité d'utilisation des polyphénols dans les produits cosmétiques (Farris, 2018).

I.4.8. Autres applications des polyphénols

En plus des utilisations cosmétiques, les polyphénols trouvent également des applications dans l'industrie alimentaire en tant qu'agents antioxydants naturels et conservateurs (Shahidi et Ambigaipalan, 2015). Certains polyphénols comme le tanin sont également utilisés dans l'industrie du cuir pour leurs propriétés tannantes (Heidemann, 2017). Des recherches sont également en cours pour explorer le potentiel des polyphénols dans le domaine de l'environnement, notamment pour le traitement des eaux usées et la dépollution des sols (Ali et al., 2018).

I.5. Interes biologiques de polyphénols

I.5.1. Rôle physiologique

Des travaux plus anciens ont montré que les composés phénoliques seraient associés à de nombreux processus physiologiques chez les plantes, tels que la croissance cellulaire, la différenciation, l'organogenèse, la dormance des bourgeons, la floraison et la tubérisation (Alibert et al., 1977). Les flavonoïdes, en particulier, sont des pigments responsables de la coloration des fleurs, des fruits et des feuilles. Ils sont présents dans la cuticule foliaire et les cellules épidermiques des feuilles, où ils assurent la protection des tissus contre les effets nocifs des rayonnements UV (Hadi, 2004).

I.5.2. Rôle technologique

Les polyphénols jouent un rôle important dans la qualité alimentaire des fruits. Les anthocyanes et certains flavonoïdes contribuent à la coloration des fruits mûrs, leur donnant leurs teintes rouges ou bleutées. Ils sont également responsables des qualités sensorielles et alimentaires des aliments végétaux, comme l'astringence et l'amertume (Lugasi et al., 2003).

I.5.3. Rôle nutritionnel et thérapeutique

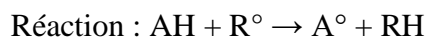
L'apport journalier en antioxydants non nutritifs varie en fonction du type d'alimentation. Certains auteurs estiment que l'apport alimentaire journalier en composés phénoliques chez l'homme se situe entre 100 et 1 000 mg (Roberfroid, 2002 ; Scalbert et al., 2000). Les polyphénols jouent un rôle important dans la qualité nutritive et hygiénique des aliments. Certains d'entre eux ont des propriétés vitaminiques utilisées par l'industrie pharmaceutique. Ils interviennent également dans la digestibilité des aliments et dans l'utilisation physiologique des protéines (avec lesquelles les tanins se combinent). Des études ont montré qu'une consommation importante d'antioxydants phénoliques, tels que la vitamine E et la quercétine, pouvait être corrélée avec une baisse significative des décès par athérosclérose, en diminuant l'oxydation des LDL (Low Density Lipoproteins) (Frankel et al., 1995)

I.5.4. Activité antioxydante

Les antioxydants sont des molécules capables de réduire les effets de l'oxygène, retardant ou empêchant de manière significative l'oxydation (Defraigne et Pincemail.2008). Ils agissent en piégeant les radicaux libres, des molécules instables qui peuvent endommager les cellules. Les antioxydants capturent l'électron célibataire de ces radicaux libres, les transformant en molécules ou ions stables (Favier, 2003). L'organisme possède des systèmes endogènes pour se protéger contre les radicaux libres. Cependant, ces défenses naturelles peuvent être dépassées. C'est pourquoi de nombreux antioxydants exogènes, présents dans notre alimentation, sont essentiels pour renforcer la lutte antioxydante. On trouve ces antioxydants dans les fruits (pommes, poires, fruits rouges, etc.), les légumes (brocolis, oignons, etc.), les boissons (café, thé, etc.), ainsi que dans les épices, le cacao et les céréales. Ces antioxydants sont surtout connus pour leur capacité à réagir directement avec les radicaux libres, en les neutralisant par une réaction de réduction (Thomas Demier, 2016). On distingue deux grandes catégories d'antioxydants :

I.5.4.1. Les antioxydants primaires (ou radicalaires, ou vrais)

Ils permettent d'interrompre la chaîne de réactions d'oxydation en cours. Leur mécanisme d'action consiste à réagir avec les radicaux libres pour les neutraliser.



AH représente l'antioxydant primaire.

R[°] représente un radical libre.

A[°] représente le radical formé après la réaction avec l'antioxydant.

RH représente la molécule stable formée après la réaction.

Pour que la molécule AH soit un antioxydant efficace, il faut que le radical A[°] formé après la réaction soit stable. Cette stabilité peut être expliquée par sa capacité à se transformer en composés non radicalaires, soit en réagissant avec un autre radical (A[°] + A[°] → A-A ou A[°] + R[°] → A-R), soit par d'autres mécanismes.

I.5.4.2. Les antioxydants secondaires (ou préventifs)

Ils agissent en amont en inhibant la production de radicaux libres. Ils regroupent différentes substances aux mécanismes d'action variés :

- Substances décomposant les hydroperoxydes : Ils transforment les hydroperoxydes, des molécules instables qui peuvent générer des radicaux libres, en alcools stables.
- Thiols (glutathion, acides aminés soufrés) et disulfures : Ils agissent en réduisant les radicaux libres ou en prévenant leur formation.

- Protecteurs vis-à-vis des UV (carotènes) : Ils absorbent les rayons UV, qui peuvent être à l'origine de la formation de radicaux libres.
- Chélateurs de métaux pro-oxydants (acide citrique, lécithines) : Ils se lient aux métaux tels que le fer et le cuivre, qui peuvent catalyser les réactions d'oxydation et favoriser la formation de radicaux libres.
- Séquestrants d'oxygène (acide ascorbique) : Ils réduisent la disponibilité de l'oxygène, qui est nécessaire aux réactions d'oxydation.

I.5.5. Activité antimicrobienne

Les bactéries sont des micro-organismes unicellulaires classés parmi les procaryotes, car elles ne possèdent pas de membrane nucléaire. Ce caractère les distingue des autres organismes unicellulaires classés parmi les eucaryotes (champignons, algues, protozoaires). Elles sont divisées en deux groupes : les bactéries proprement dites (Bacteria) et les bactéries primitives (Archaea). Toutes les bactéries rencontrées en pathologie appartiennent au groupe Bacteria (Nauciel et Vildé, 2005). L'utilisation d'antibiotiques a conduit dans la plupart des cas à la sélection de populations microbiennes résistantes. Cette résistance est due à des mutations chromosomiques ou à l'acquisition de gènes de résistance portés par des éléments génétiques mobiles (plasmides, phages, transposons, intégrons). Ces résistances ont conduit à la recherche de nouveaux agents antimicrobiens possédant une efficacité plus importante que les drogues synthétiques, d'une part, et bien acceptés par l'organisme d'autre part (sans exercer d'effets délétères sur la santé humaine) (García-Ruiz et al., 2008 ; Kempf et Zeitouni, 2009). D'où l'importance d'orienter les recherches vers la découverte de nouvelles voies qui constituent une source d'inspiration pour de nouveaux médicaments à base de plantes et de produits végétaux, sous forme de métabolites secondaires. Parmi ces derniers, les composés phénoliques sont toujours les plus utilisés comme agents antimicrobiens en médecine populaire (Touafek, 2010 in Ait baziz et Chemali, 2017).

Plusieurs études *in vitro* et *in vivo* sont focalisées sur l'évaluation des propriétés antimicrobiennes des molécules bioactives extraites de dattes ou de sirop de dattes. Ces composés jouent un rôle inhibiteur ; ils n'agissent pas sur la paroi bactérienne, mais plutôt sur un mécanisme interne. Ces composés sont supposés agir sur l'ADN, l'ARN et la synthèse protéique (Ulanowska et al., 2008). Ils possèdent la capacité de supprimer un nombre de facteurs de virulence microbienne, tels que l'inhibition de la formation de biofilms, la réduction de l'adhésion aux ligands de l'hôte et la neutralisation des toxines bactériennes, ainsi que leur capacité à établir une synergie avec certains antibiotiques (Daglia, 2011).

Chapitre II

Matériel et Méthodes

II.1. Présentation de la zone d'étude

La région de Ghardaïa s'étend sur une superficie de 86.105 km². Elle se situe au centre du Sahara Septentrional. Le chef lieu de la wilaya représenté par la localité de Ghardaïa, à 600 km d'Alger. Elle s'étend entre 3° 49' de longitude Est et 32° 23' de latitude Nord sur une altitude d'environ 450 m (D.P.A.T, 2007).

La région saharienne du Mzab est un ensemble de vallées organisées autour de l'oued Mzab qui sinue à travers un plateau élevé. C'est une terre inhospitalière, couverte de roches calcinées, à première vue sèche, stérile, bosselée de collines élevées ocre rose. Celles-ci sont très régulièrement séparées par des oueds qui ne reçoivent presque jamais d'eau, si bien qu'on appelle aussi cette région Chebka (le réseau). Le climat y est peu clémente, parfois froid en hiver (de 1 °C la nuit à 25 °C le jour) souvent très chaud en été (jusqu'à 48 °C), souvent écrasé par le sirocco, ce vent brûlant venu du sud (Auzias et Labourdette, 2011).

Le couvert végétal est pauvre. La structure et la nature du sol ne sont pas favorables à l'existence d'une flore naturelle riche. Cependant la région n'est pas dépourvue de végétation naturelle ; qui se trouve dans les lits des oueds (Bousdira, 2007).

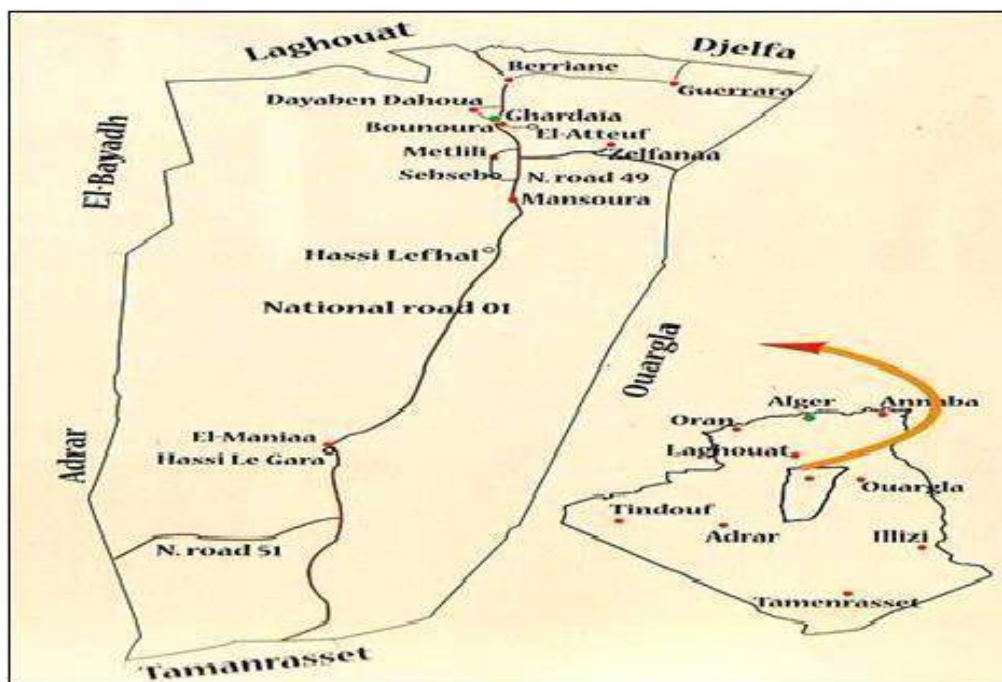


Figure 4 : Situation géographique de Ghardaïa (D.P.A.T, 2002)

II.2. Principe d'étude

Au-delà de leur utilisation traditionnelle dans la nutrition, les dattes, en particulier à un stade prématuré de maturation, suscitent un intérêt croissant en raison de leur richesse en composés bioactifs aux multiples effets biologiques potentiels (AL-FARSI et al., 2005). Parmi ces composés, les polyphénols, les flavonoïdes, les tanins et les acides phénoliques jouent un rôle majeur dans la prévention de nombreuses pathologies liées au stress oxydatif et à l'inflammation (BALASUNDRAM et al., 2006).

Le présent travail s'inscrit dans une démarche de valorisation d'un produit naturel local, à savoir les dattes prématurées de la variété Bent Qbala récoltées dans la région de Ghardaïa (Sahara septentrional Est Algérien). L'étude porte sur l'extraction des polyphénols, une fraction riche en composés phénoliques, suivie de la caractérisation partielle de cet extrait à travers des analyses colorimétriques : dosage des polyphénols totaux, des flavonoïdes, des tanins condensés ainsi que des acides phénoliques qui sont identifiés et analysés avec précision à l'aide de techniques analytiques avancées telles que la HPLC.

Parallèlement à cette caractérisation chimique, l'étude explore les propriétés biologiques de l'extrait à travers l'évaluation de son activité antioxydante par les méthodes DPPH, FRAP et APTS, ainsi que son potentiel anti-inflammatoire *in vitro*. L'évaluation de l'activité antimicrobienne complète cette investigation, dans le but d'explorer de potentielles applications cosmétologiques, notamment en tant qu'agent naturel protecteur ou conservateur dans les formulations topiques

II.3. Le choix du stade

Maturité khalal est crucial pour l'extraction des polyphénols. Traditionnellement, les fruits non mûrs issus de l'éclaircissage des régimes de dattes sont délaissés ou éliminés dans le milieu agricole, sans aucune valorisation. Cependant, au lieu d'être simplement déchetés, ces sous-produits peuvent être réorientés vers des utilisations biochimiques de grande valeur. Effectivement, ces fruits au stade Khalal sont particulièrement chargés en composés phénoliques tels que les flavonoïdes, les tanins et les acides phénoliques. Ils possèdent un grand potentiel antioxydant, anti-inflammatoire et antimicrobien (Biglari et al., 2009 ; Mohamed et Awad, 2020). L'utilisation de ces produits permet donc la création de produits bioactifs naturels destinés à divers secteurs, comme la cosmétique, la pharmacie, l'agroalimentaire fonctionnel ou encore la nutraceutique. Cette méthode aide non seulement à minimiser l'empreinte écologique des activités agricoles, mais également à exploiter une biomasse jusqu'à présent sous-utilisée, s'alignant parfaitement avec les concepts de bioéconomie circulaire et de développement durable.

Teneur élevée en polyphénols : Les dattes au stade Khalal présentent la plus forte concentration en composés phénoliques. En effet, ces composés diminuent progressivement au fur et à mesure de la maturation du fruit.

Faible teneur en sucres : Ce qui limite les interférences avec les solvants d'extraction et facilite l'analyse des extraits.

Moindre activité enzymatique : Les enzymes oxydatives, responsables de la dégradation des polyphénols, sont moins actives à ce stade, ce qui permet une meilleure conservation des composés extraits.

Texture ferme : Facilite le broyage et la manipulation du fruit lors des étapes d'extraction.

II.4. Récolte du matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est constitué de dattes prématurées de la variété Bent Kbala, Réunis au stade Khalal dans la région de Ghardaïa (Algérie). La récolte a été effectuée manuellement au cours du mois de juin, en veillant à sélectionner des fruits sains, exempts de toute altération ou contamination visible.



Figure 5 : Dattes prématurées de la variété Bent Kbala de la région de Ghardaïa

II.5. Matériel d'étude

Le matériel d'étude est composé de matériel non biologique et de matériel biologique:

II.5.1. Matériel biologique

Matériel végétal : les dattes prématures de variétés bent kbala est très répandue dans les palmeraies du Sud-Est de l'Algérie et plus exactement à Ghardaïa.

Souches bactériennes : Les trois souches bactériennes utilisées dans cette étude ont été procurées du laboratoire de recherche par Dr BOURICHA M'hamed enseignant à l'université de Kasdi Merbah Ouargla. Ces souches sont testées pour évaluer l'activité antimicrobienne de polyphénols extrait par des dattes prématures. Les souches de références testées sont codées ci-dessous :

Tableau 3 : Les souches bactériennes utilisées dans cette étude

Espèces	Types de GRAM	Référence
<i>Candida albicans</i>	Levure	ATCC10237
<i>Pseudomonase aeruginosa</i>	GRAM(-)	ATCC9027
<i>Bacillus subtilis</i>	GRAM(+)	ATCC6633

II.5.2. Matériel non biologique

Appareils utilisés : Les différents appareils utilisés dans cette étude est : Spectrophotomètre UV-Visible; Bain marie; Balance; Etuve ;centerfiguse; lyophilisate

Chapitre II

Matériel et Méthodes

Solvants et réactifs : La nature, l'origine et les caractéristiques physicochimiques des solvants et des réactifs utilisés au cours de ce travail sont indiquées dans le tableau

Produit	Fournisseur	Caractéristiques				
		Forme	Formule chimique	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité (g.cm ⁻³)	Pureté (%)
butanol-1	PROLABO	Liquide	C ₄ H ₁₀ O	74,12	0,812-0,807	99,5
ABTS	SIGMA	Poudre	C ₁₈ H ₂₄ N ₆ O ₆ S ₄	548,0	/	98,0
Acétate d'éthyle	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Liquide	C ₄ H ₈ O ₂	88,11	/	/
Acétate de sodium	VWR PROLABO	Poudre	CH ₃ COONa	82,03	/	/
Acétone	SIGMA-ALDRICH	Liquide	C ₃ H ₆ O ₂	58,08	0,792-0,790	99
Acide acétique	BIOCHEM	Liquide	CH ₃ COOH	60,04	1,048-1,051	99,5
Acide chlorhydrique	BIOCHEM	Liquide	HCl	36,5	1,178	35-37
Bicarbonate de sodium	BIOCHEM	Poudre	NaHCO ₃	84,01	/	99,5
Carbonate de sodium anhydre	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Solide	Na ₂ CO ₃	105,99	/	99,9
Chloroforme	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Liquide	CHCl ₃	119,38	1,47	99,0
Chlorure de calcium dihydraté	BIOCHEM	Poudre	CaCl ₂ .2H ₂ O	147,02	/	96,0
Chlorure de potassium	EDEN LABO	Poudre	KCl	74,55	1,98	99,0
Chlorure de sodium	VWR PROLABO	Poudre	NaCl	58,44	2,16	100

Chapitre II

Matériel et Méthodes

Diéthyl éther	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Liquide	C ₄ H ₁₀ O	74,12	/	98,0
Diphénylamine	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Solide	C ₁₂ H ₁₁ N	169,23	54,5-52,5	99,0
DPPH	ALDRICH	Poudre	C ₁₈ H ₁₂ N ₅ O ₆	394,0	/	/
Ethanol	SIGMA-ALDRICH	Liquide	C ₂ H ₆ O	46,07	0,811-0,805	99,5
Ether de pétrole	SIGMA-ALDRICH	Liquide	/	/	/	95,0
Chlorure de fer ferrique hexahydraté	VWR PROLABO	Poudre	Cl ₃ Fe.6H ₂ O	270,30	/	/
Isopropanol	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Liquide	C ₄ H ₈ O	60,10	0,805-0,803	99,5
Méthanol	SIGMA-ALDRICH	Liquide	CH ₄ O	32,04	0,793-0,791	99,7
II) pentahydraté) Sulfate de cuivre	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Solide	H ₂ O ₅ CuSO ₄ ,	249,68	/	/
persulfate de potassium	BIOCHEM	Poudre	K ₂ S ₂ O ₈	270,31	/	/
Phénol	FLUKA CHEMIK	Liquide	C ₆ H ₆ O	94,11	/	90,0
Phosphate de potassium dibasique	BIOCHEM	Poudre	KH ₂ PO ₄	136,09	2,338	99,5
Phosphate disodique dihydraté	BIOCHEM	Poudre	Na ₂ HPO ₄ .2H ₂ O	177,99	1,63	99,5
Tartrate de sodium et de potassium tétrahydraté	BIOCHEM CHEMOPHARMA	Solide	H ₂ O ₄ KNaC ₄ H ₄ O ₆ .	282,22	/	98,0
TPTZ	SIGMA-ALDRICH	Poudre	C ₁₉ H ₁₂ N ₆	312,33	/	99,0

II.6. Macération

Les métabolites secondaires des dattes ont été isolés par extraction avec des solvants organiques. La méthode utilisée est l'extraction par macération. Elle consiste à laisser le matériel végétal en contact prolongé avec un solvant à la température ambiante.

100 g de pulpe de dattes coupées en petits morceaux sont macérés dans 1l d'un mélange méthanol/eau dans les proportions (800/200) (V/V) pendant 24 heures. Après centrifugeuse, le solvant est évaporé sous pression réduite à 40°C à l'aide de l'évaporateur rotatif, L'extraction est répétée deux fois pour épuiser le matériel végétal. . L'extrait obtenu est conservé dans un flacon sombre à +4°

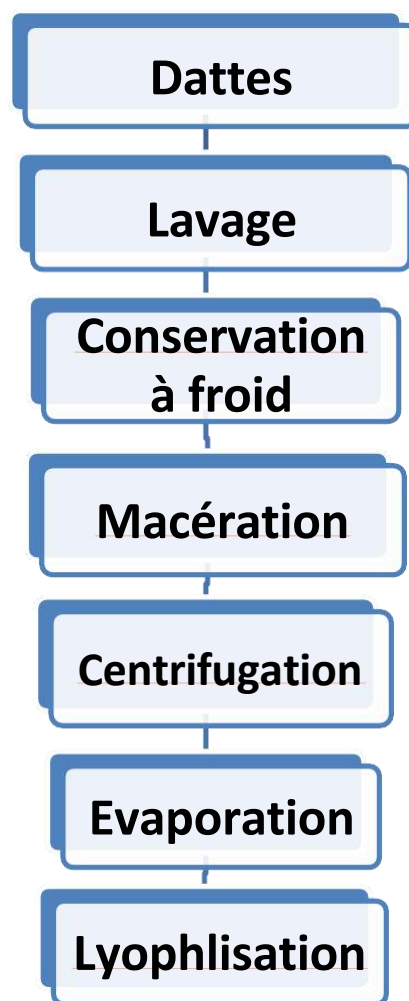


Figure 6 : Procédé expérimental d'extraction

II.7. Rendement d'extraction

Le rendement d'extraction est la masse de l'extrait obtenue après évaporation du solvant. Elle est exprimée en pourcentage de la masse initiale par rapport des dattes d'extraites. Le rendement d'extraction est calculé par la formule suivante :

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

M extrait : la masse finale de l'extrait.

M échantillon : la masse initiale de dattes

II.8. Détermination de la teneur en matière sèche

La teneur en matière sèche d'un échantillon, consiste à le sécher dans une étuve dont la température de 105°C et jusqu'à un poids constant (AOAC, 1996; 1995 ; 1999). L'échantillon est ainsi placé dans des plateaux identifiés et préalablement tarés pour être pesé et séché à l'étuve jusqu'à poids constant. Les plateaux contenant l'échantillon sec seront pesés après quelques minutes de dessiccateur. La teneur en matière sèche de l'échantillon est calculée comme suit

$$\%MS = (P2 - P0) / (P1 - P2) \times 100$$

P0 : poids du plateau vide

P1 : poids du plateau avec la matière fraîche

P2 : poids du plateau avec la matière sèche

II.9. Analyses qualitatives

II.9.1. Phénols et tanins

Pour mettre en évidence des phénols et des tanins, l'extrait est mélangé avec 2 ml d'une solution de FeCl₃ (2%). Une coloration bleu noirâtre ou verte plus ou moins foncée indique la présence des phénols et des tanins (Bidie *et al.*, 2011 ; Yadav et Agarwala, 2011).

II.9.2. Flavonoïdes

Le test de Shinoda est réalisé afin de mettre en évidence les flavonoïdes. L'extrait est mélangé avec une quantité de tournures de magnésium et quelques gouttes d'HCl concentré sont additionnées. La couleur rose orangée ou violacée, apparue quelques minutes après, indique la présence des flavonoïdes (Farnsworth, 1966 ; Bidie *et al.*, 2011; Yadav et Agarwala, 2011).

II.9.3. Saponines

L'extrait est mélangé avec 5 ml de l'eau distillée dans un tube à essai. Le tube est agité vigoureusement. La formation d'une mousse persistante après 15 min confirme la présence des saponosides (Farnsworth, 1966 ; Bidie *et al.*, 2011; Yadav et Agarwala, 2011).

II.9.4. Stéroïdes

La présence des stéroïdes ou des phytostérols dans les différents extraits des espèces étudiées est réalisée selon la réaction de Liebermann-Burchard (Kenny, 1952). L'extrait est mélangé avec 2 ml de chloroforme puis ce mélange est filtré. Quelques gouttes d'acide acétique

anhydre sont ajoutées au filtrat obtenu. Ce mélange est bouilli puis refroidi. Ensuite, un volume d'acide sulfurique concentré est ajouté. L'anneau brun produit à la jonction des deux phases prouve la présence des stéroïdes (Tiwari *et al.*, 2011).

II.9.5. Terpénoïdes

La mise en évidence des terpénoïdes est effectuée selon la méthode décrite par Yadav et Agarwala (2011). L'extrait sec est dissout dans 2 ml de chloroforme et évaporé jusqu'à l'obtention des résidus secs. A ces résidus 2 ml d'acide sulfurique concentré sont additionnés et chauffé pendant 2 min. La couleur grisâtre confirme la présence des terpénoïdes

II.9.6. Alcaloïdes

Les alcaloïdes sont mis en évidence par les tests de Mayer et de Wagner. L'extrait est mélangé avec 2 ml d'HCl (1%) et chauffé doucement. Les réactifs de Mayer et de Wagner ont été ensuite additionnés à ce mélange. La turbidité du précipité résultant est considérée comme une évidence de la présence des alcaloïdes (Farnsworth, 1966 ; Yadav et Agarwala, 2011).

II.9.7. Composés réducteurs

Leur détection consiste à traiter 1 ml de l'extrait avec 2 ml d'eau distillée et 2 ml de la liqueur de Fehling puis les tubes sont chauffés au bain marie à 40°C. un test positif est révélé par la formation d'un Précipité rouge-brique.

II.9.8. Caroténoïdes

Les caroténoïdes, pigments terpéniques utiles à la photosynthèse, sont mis en évidence par le Trichlorure d'antimoine (SbCl₃). On ajoute 2 à 3 gouttes de solution saturée de SbCl₃ dans du Chloroforme pour reprendre le résidu de 5 ml d'extrait aqueux évaporé à sec. Le développement d'une Coloration bleue devenant rouge indique la présence des caroténoïdes (Mamadou, 2012).

II.9.9. Quinones libres

5 ml d'extrait plus quelques gouttes de NaOH (1%) développent une couleur qui vire au jaune, rouge ou violet, révèle la présence des quinones libres (Dohou, 2004).

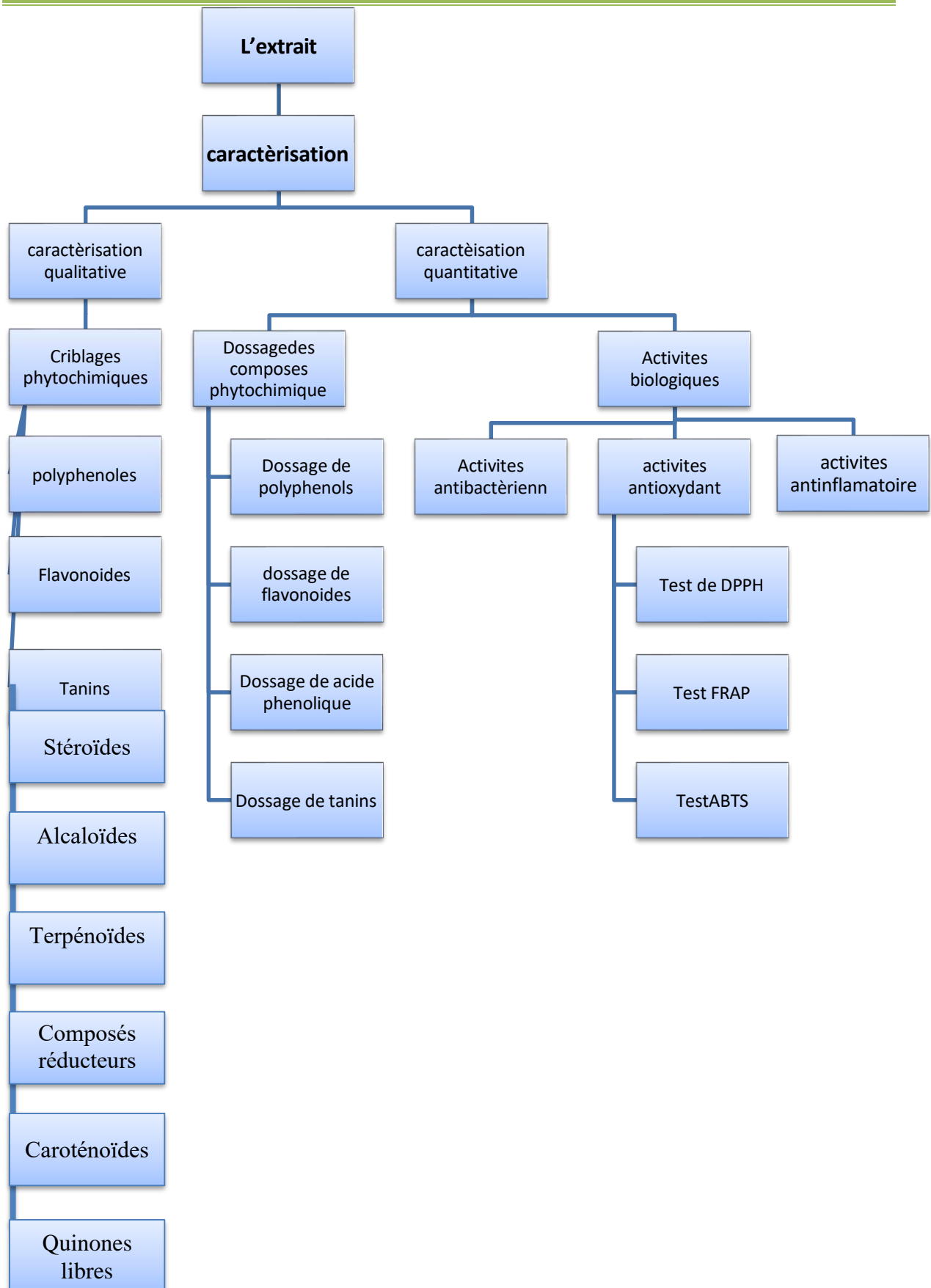
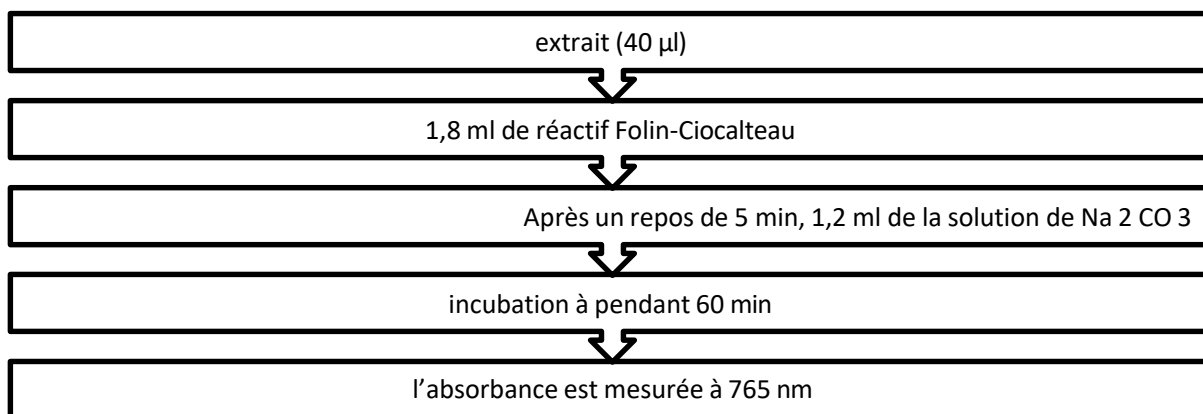


Figure 7 : Procédé expérimental d'analyses

II.10. Analyses quantitatives

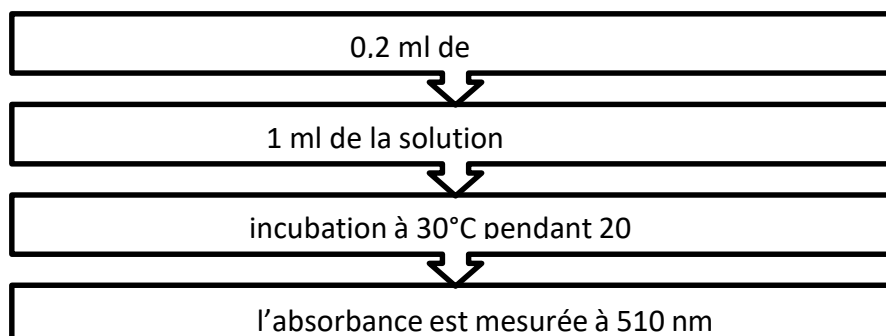
II.10. 1. Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux a été fait par la méthode de Folin-Ciocalteu décrite par Singleton et Rossi (1965). Chaque extrait (40 μ l) ou l'acide gallique (0-800 μ g/ml) est mélangé avec 1,8 ml de réactif Folin-Ciocalteu (dilué 10 fois avec de l'eau distillée). Après un repos de 5 min, 1,2 ml de la solution de Na₂CO₃ (7,5 %) est ajouté au mélange. Après une homogénéisation vigoureuse puis un repos de 60 min à l'obscurité, à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 765 nm par un spectrophotomètre UV-Visible. Les résultats sont exprimés en mg en équivalent d'acide gallique EAG/g de poids sec (PS) de matériel végétal (Shui et Leong, 2006).



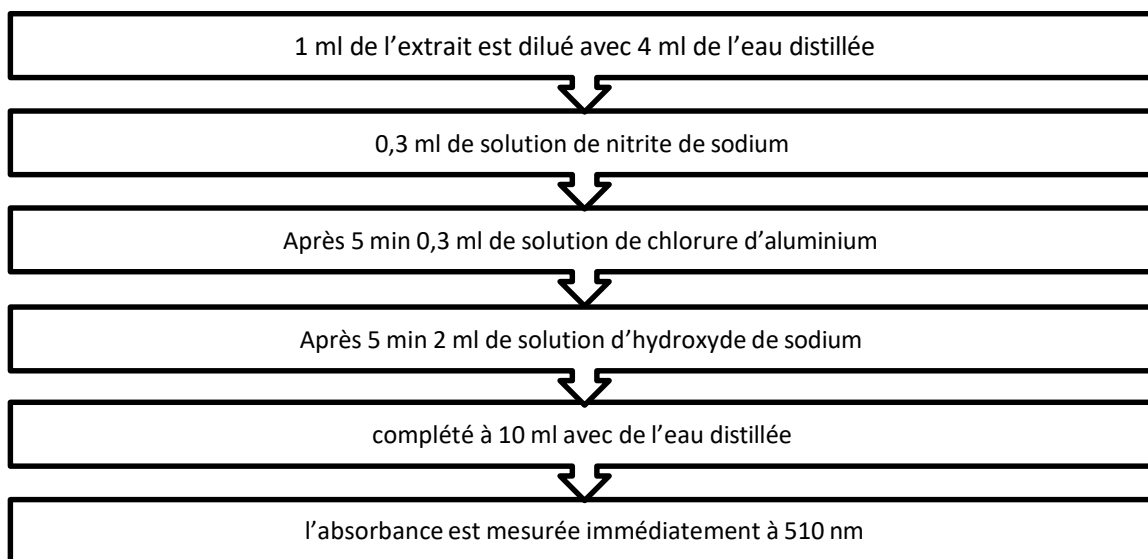
II.10.2. Dosage des tanins

La quantification des tanins condensés ou les proanthocyanidines est réalisée par méthode est celle décrite par Sun *et al.* (1998) utilisant la vanilline-HCl. A 0,2 ml de l'extrait, 1 ml de la solution fraîchement préparée de la vanilline 1% (p/v) en acide acétique glacial et HCl (98:2, v/v) est ajouté. Après incubation à 30°C pendant 20 min, l'absorbance est mesurée à 510 nm par un spectrophotomètre UV-Visible. L'étalonnage est réalisé avec de la catéchine (de 0 à 1 mg/ml) et le taux des tanins condensés est calculé en mg équivalent de catéchine EC/g de poids sec de matériel végétal.



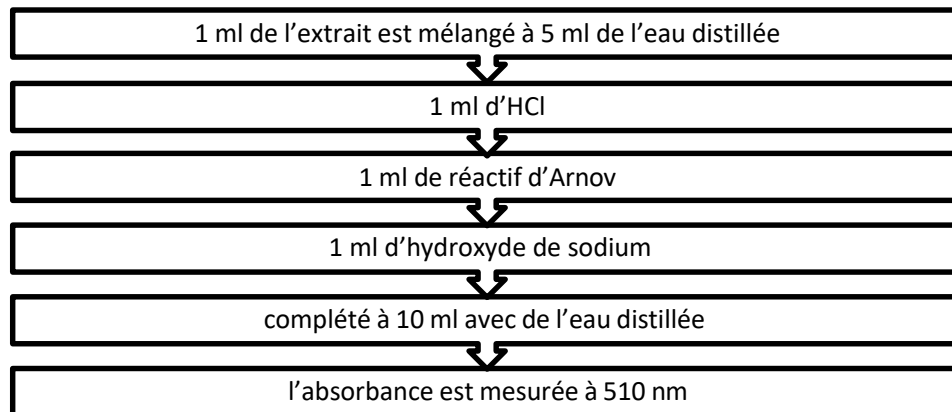
II.10.3. Dosage des flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes a été réalisé selon la méthode colorimétrique de Kim et al. (2003). Un volume de 1 ml de l'extrait est dilué avec 4 ml de l'eau distillée. Ensuite, 0,3 ml de solution de nitrite de sodium NaNO_2 (5%) est ajouté. Après 5 min, 0,3 ml de solution de chlorure d'aluminium AlCl_3 (10%) est ajouté. Le mélange est laissé au repos pendant 5 min, puis 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium NaOH (1 M) sont additionnés. Le volume de ce mélange est complété à 10 ml avec de l'eau distillée. Après agitation, l'absorbance est mesurée immédiatement à 510 nm un spectrophotomètre UV-Visible. La gamme étalon est préparée avec la rutine (0,05-0,5 mg/ml) et les résultats sont exprimés en mg équivalent de rutine ER/g de poids sec de matériel végétal.



II.10.4. Dosage des acides-phénols

L'estimation des acides-phénols est effectuée selon la méthode d'Arnov (Szauffer-Hadjrych, 2004). Un volume de 1 ml d'échantillon est mélangé à 5 ml de l'eau distillée, puis 1 ml d' HCl (0,5 M), 1 ml de réactif d'Arnov [solution aqueuse de molybdate de sodium 10 (p/v) et nitrite de sodium 10% (p/v)] et 1 ml d'hydroxyde de sodium (1 M) ont été additionnés. Le volume du mélange réactionnel est complété à 10 ml avec de l'eau distillée. La lecture de l'absorbance est faite à 490 nm par un spectrophotomètre UV-Visible. L'acide caféique a été utilisé comme référence pour la préparation de la courbe d'étalonnage avec des concentrations allant de 0 à 200 $\mu\text{g/ml}$. Les résultats sont exprimés en μg équivalent d'acide caféique EAC/g de poids sec de matériel végétal.



II.11. Activités biologiques

Afin de valoriser les composés bioactifs présents dans les dattes prématurées, notamment les extraits phénoliques riches en antioxydants, il est essentiel d'étudier leurs activités biologiques spécifiques. Cet extrait peut présenter un fort potentiel en cosmétique, notamment comme ingrédients actifs dans les formulations de déodorants naturels. En effet, pour être efficaces et bien tolérés, ces produits doivent conjuguer plusieurs propriétés : une activité antioxydante pour protéger la peau du stress oxydatif, une action antimicrobienne pour limiter la prolifération bactérienne responsable des mauvaises odeurs, et un effet anti-inflammatoire pour prévenir toute irritation ou réaction cutanée. Ainsi, l'évaluation des propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires de l'extrait phénolique constitue une étape clé dans la perspective de son application dermocosmétique.

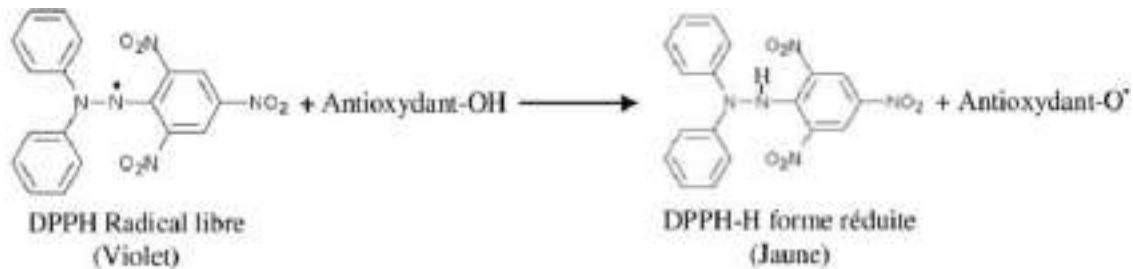
II.11.1. Activité antioxydante

L'activité antioxydante est réalisée par différents tests : DPPH ; ABTS ; FRAP

II.11.1.1. Le test DPPH (diphénylpicrylhydrazyl)

Une méthode largement utilisée pour analyser l'activité antioxydante. En fait, la caractéristique du DPPH est sa capacité à générer des radicaux libres stables. Cette stabilité est due à la délocalisation des électrons libres au sein de la molécule. La présence de ces radicaux DPPH* donne à la solution une couleur violet foncé (Figure 04). La réduction des radicaux DPPH* par les antioxydants entraîne une décoloration de la solution (Molyneux, 2004). Le potentiel antioxydant d'une substance ou d'un extrait de plante peut être déterminé en suivant le changement de couleur par spectrophotométrie à 517 nm (Popovici et al. 2010 ; Molyneux 2004)

Figure 8 : Réaction du test DPPH (2,2 Diphenyl 1 picrylhydrazyl) (Liang et Kitts, 2014).



Mode opératoire

Cent (100) μ l de l'extrait à différentes concentrations avec 3.9 ml de solution DPPH méthanolique (25 mg / 100 ml 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 testée en absence d'extrait étudié : 3.9 ml de solution DPPH dans 2 ml d'eau distillée).

Abs échantillon : L'absorbance de l'échantillon (extrait de dattes prématurées du cultivar Ghars ou de l'acide ascorbique à différentes concentrations avec le réactif de DPPH méthanolique). Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition en utilisant la formule suivante :

$$\text{IC50\%} = [(\text{Abs contrôle} - \text{Abs échantillon}) / \text{Abs contrôle}] \times 100$$

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

II.11.1.2. Teste de l'ABTS

La mesure de l'activité anti-oxydante est effectuée en utilisant la méthode dite à l'ABTS (acide 2,2'-azino-bis (3-éthylbenzothazoline-6-sulphonique)) décrite par Re *et al.* (1999). Cette méthode mesure la capacité d'un antioxydant à réagir avec des radicaux cations ABTS^{•+} produits par voie chimique (Fig. 7). Le radical cation ABTS^{•+} a une couleur vert-bleu caractéristique. Il devient incolore quand il est réduit par des substances donneuses des protons. Cette méthode quantifie la capacité d'une molécule ou d'un extrait à piéger les radicaux en mesurant l'absorbance du mélange réactionnel antioxydant/radical au spectrophotomètre à 734 nm. Les résultats sont exprimés par référence à un standard, qui est communément le Trolox (Moore et Yu, 2008).



Figure 9 : Structure de l'ABTS (Moore et Yu, 2008).

Mode opératoire

La solution du radical de l'ABTS^{•+} est préparée par la réaction entre une solution d'ABTS 7 mM et une solution de persulfate de potassium K₂S₂O₈ 2,45 mM incubées à 23 °C pendant 12 à 16 heures, à l'obscurité. La solution d'ABTS^{•+} est diluée avec l'éthanol (80%) jusqu'à l'obtention d'une absorbance égale à 0,700±0,020 à 734 nm (Cai *et al.*, 2004). Un volume de 3,9 ml de cette solution est mélangé avec 0,1 ml de l'échantillon testé, préparé à différentes concentrations (10, 25, 50, 75, 100, 200, 400, 800 µg/ml). Le mélange est agité vigoureusement. Après un repos de 6 min à 23 °C, l'absorbance est mesurée à 734 nm. La courbe d'étalonnage est obtenue en utilisant une solution éthanolique de Trolox (acide carboxylique 6-hydroxy-2,5,7,8-tetraméthylchroman) à différentes concentrations (0 à 500 µM). Les résultats sont exprimés en µM équivalent de Trolox ET/g de poids sec de matériel végétal.

II.11.1.3. Teste de FRAP

Le pouvoir réducteur du fer (Fe³⁺) est déterminé dans les différents extraits, selon la méthode de Benzie et Strain (1996) avec de légères modifications (Jaitak *et al.*, 2010). Le principe de cette méthode est basé sur la réduction de 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine ferrique (TPTZ- Fe³⁺) au 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine ferreux (TPTZ- Fe²⁺), une forme colorée obtenue en présence d'un agent antioxydant (Fig. 9). Le réactif FRAP est préparé à partir du tampon acétate (0,3 M, pH 3,6), du TPTZ 10 mM en solution dans de l'HCl 40 mM et d'une solution de FeCl₃ (20 mM) en proportion de 10 : 1 : 1 (v/v) respectivement. Une quantité de 1 mg de chaque extrait sec est dissout dans 5 ml d'éthanol aqueux (70%) puis cette solution est diluée pour obtenir différentes concentrations (10, 25, 50, 75, 100, 200, 400, 800 µg/ml). Un volume de 50 µl de chaque solution est ajouté à 1,5 ml de réactif FRAP. Après 4 min, l'absorbance du mélange réactionnel est mesurée à 593 nm par rapport au témoin constitué de l'éthanol aqueux à 70% (Jaitak *et al.*, 2010). Le Trolox est utilisé comme standard (0 à 800 µM) et les résultats sont exprimés en µM équivalent de Trolox.

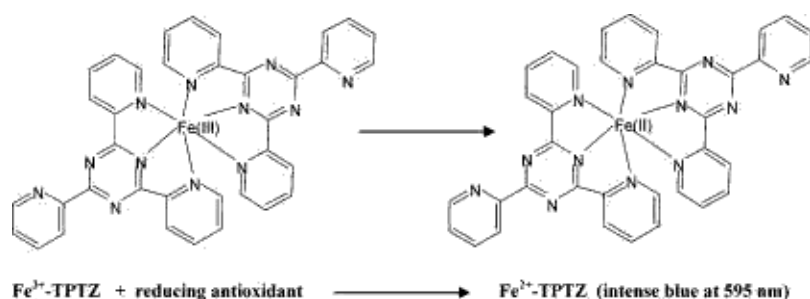


Figure 10 : Structure 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine ferrique et ferreux (Prior *et al.*, 2005).

II.11.2. Activité antimicrobienne

L'activité antimicrobienne des extraits de jujube à maturation précoce a été évaluée par la méthode de diffusion en gélose. Le milieu Müller Hinton utilisé dans notre étude a été décongelé dans un bain-marie à 95°C et versé dans des boîtes de Petri de 90 mm de diamètre à raison de 15 ml par boîte.

Préparation des extraits : Nous avons utilisé des extraits non dilués (solutions mères pour garantir l'efficacité des extraits précoces pour les souches utilisées) et les dilutions pour chaque échantillon étaient de 1/5, 1/10 et 1/15.

Préparation de l'inoculum : Deux à trois colonies pures bien isolées de la souche à tester ont été prélevées sur les juvéniles cultivés sur gélose nutritive pendant 24 h et placées dans 5 ml de solution saline stérile. L'inoculation a été réalisée par inondation pour recouvrir la surface de la gélose. Les boîtes inoculées ont été séchées à 35°C pendant 15 min (Daas amiour et al. 2014).

Dépôt des disques : Des disques de papier Waltman de diamètre de 6 mm chacun, sont préparés au niveau du laboratoire pédagogique, avant leur utilisation ils ont été stérilisés à 180 °C pendant 10 minutes. Avant de les placer sur la gélose, ils sont imbibés dans les extraits testés puis déposés à la surface de gélose à l'aide d'une pince stérile. Les boîtes de pétri sont incubées à 37 °C pendant 24 heures.

Les zones d'inhibition sont mesurées en mm, diamètre du disque compris, 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)

II.11.3. Activités anti-inflammatoire

Piégeage du NO la méthode d'essai est fondée sur l'idée que le nitroprussiate de sodium produit spontanément de l'oxyde nitrique dans une solution aqueuse à un pH physiologique, qui réagit avec l'oxygène pour former des ions nitrite qui peuvent être mesurés à l'aide du réactif de Griess. Les capteurs d'oxyde nitrique entrent en compétition avec l'oxygène, ce qui entraîne une formation moindre d'ions nitrite. Pour l'essai, différentes doses de chaque fraction d'EGAE dissoute dans du méthanol ont été combinées avec du nitroprussiate de sodium (10 mM) dans une solution saline tamponnée au phosphate, et incubées à température ambiante pendant 150 min. Comme témoin, le même mélange réactionnel a été utilisé, mais avec la même quantité de méthanol à la place de chaque fraction d'EGAE. Un volume de 0,5 ml du réactif de Griess [1 pour cent de sulfanilamide, 2 pour cent de H₃PO₄ et 0,1 pour cent de dichlorhydrate de N-(1-naphtyl)éthylènediamine] a été ajouté après la période d'incubation. À 546 nm, l'absorbance du chromophore a été mesurée [49]. L'acide gallique et la rutine ont été utilisés comme témoins positifs. Une courbe d'étalonnage basée sur des solutions de nitrite de sodium de concentrations connues a été utilisée pour quantifier la quantité de nitrite produite en présence ou en absence de l'extrait végétal (Sreejatan et Rao, 1997).

II.12. Caractérisation par HPLC

II.12.1. Principe

La chromatographie liquide à haute performance (HPLC) repose sur le principe de la séparation des composants d'un mélange en solution, en utilisant une colonne de chromatographie remplie de particules stationnaires hautement poreuses, comme la silice ou l'octadécylsilyl. Les composants se séparent en fonction de leur affinité relative pour la phase

mobile et la phase stationnaire, ce qui entraîne des différences de temps de rétention et de distribution des composants dans la colonne (Anderson *et al.*, 2015). Le processus de séparation est réalisé par l'écoulement continu de la phase mobile à travers la colonne, qui entraîne les composants du mélange à travers la phase stationnaire. Les composants se séparent en fonction de leur affinité relative pour la phase mobile et la phase stationnaire, ce qui entraîne des différences de temps de rétention et de distribution des composants dans la colonne. Les composants émergent de la colonne à des instants différents et sont détectés par un détecteur approprié (Meyer, 2010). L'échantillon est dissous dans la phase mobile et injecté dans la colonne de chromatographie. La phase mobile peut être composée d'un solvant simple ou d'un mélange de solvants qui est spécifiquement choisi en fonction de la nature du composé à séparer. Des paramètres tels que le pH, la concentration en sel et la température peuvent également être ajustés pour optimiser la séparation (Meyer, 2010). Le détecteur utilisé pour l'HPLC peut être un détecteur UV, un détecteur à fluorescence ou un détecteur de masse, en fonction de la nature des composés recherchés et de la sensibilité nécessaire pour leur détection (Anderson *et al.*, 2015).



Figure 11 : Les organes d'une chaîne HPLC 16 (Dgraeve et Berthou, 1986).

II.12.2. Appareillage

La constitution de l'appareillage d'un réservoir qui contient la phase mobile, un système de pompage, un injecteur, une colonne chromatographique, un détecteur et un système d'acquisition des données (Dgraeve et Berthou, 1986).

II.12.2.1. Les dispositifs de pompage

La partie du chromatographe permettant de prélever l'éluant c'est le système de pompage, et aussi de réguler le débit et de maintenir la pression de l'ensemble. Sur une chaîne

HPLC classique, le système de pompage peut refouler jusqu'à atteindre une pression de 400 bars, en exécution, on générale la pression de travail est comprise entre 100 et 250 bars (Nicaise, 2013). On utilise deux types de pompes mécaniques : une pompe alternative et une seringue commandée.

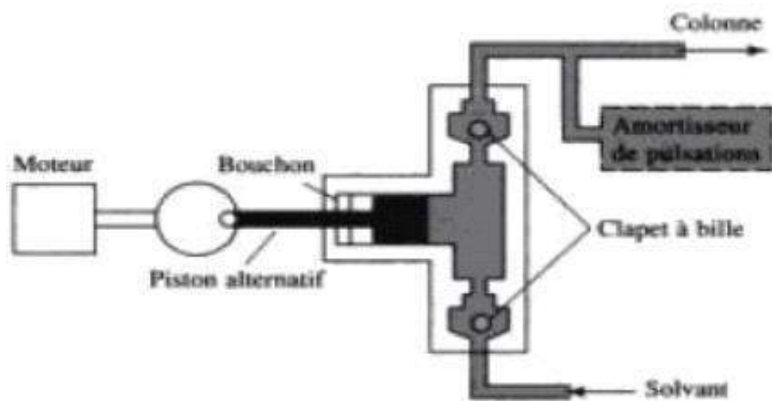


Figure 12 :
pour HPLC

2006)

Pompe alternative
(Skoog et al,

II.12.2.2. Les dispositifs d'injection de l'échantillon

L'introduction de l'échantillon dans le système chromatographique se fait généralement par injection à l'aide d'une seringue, à travers un septum en élastomère. Cependant, cette méthode n'est pas très rentable et son utilisation reste limitée aux pressions inférieures à environ 100 bars. Une autre technique consiste en l'injection à écoulement bloqué. Dans ce cas, on interrompt temporairement le flux de solvant, on ouvre un orifice situé au-dessus de la colonne, et on y injecte directement l'échantillon à l'aide d'une seringue. Ces dispositifs d'injection font désormais partie intégrante des appareils modernes de chromatographie liquide haute performance (HPLC). Ils sont équipés de boucles interchangeables permettant de sélectionner des volumes d'échantillon compris entre 5 et 500 microlitres (Skoog *et al.*, 2006).

Il existe deux principales méthodes pour injecter l'échantillon à analyser dans le système chromatographique :

L'injection manuelle : L'appareil est équipé d'une vanne multipistes installée sur le parcours de la phase mobile, juste avant la colonne. L'échantillon est introduit à l'aide d'une microsiringue dans un petit volume tubulaire appelé anneau d'injection. Il est ainsi injecté directement dans le flux de phase mobile.

L'injection automatique : Un injecteur automatique muni d'une vanne à boucle

d'injection de volume fixe permet d'introduire l'échantillon sans modifier la pression à l'intérieur de la colonne chromatographique (Thierry, B. 2001). Cette méthode automatisée garantit une meilleure reproductibilité des injections.

II.12.2.3. Les colonnes

L'élément central d'un système de chromatographie liquide haute performance (HPLC) est la colonne chromatographique. Le choix d'une colonne HPLC appropriée dépend des paramètres suivants :

- Le type de phase stationnaire constituant le remplissage de la colonne
- La longueur de la colonne
- Le débit auquel la phase mobile est acheminée
- Le diamètre des particules (d_p) composant le remplissage

Le choix judicieux de ces différents paramètres est crucial pour obtenir une séparation efficace des composés lors de l'analyse (Thierry, 2001).

En chromatographie liquide haute performance (HPLC), les colonnes sont généralement constituées d'acier inoxydable. Cependant, dans le cas de basses pressions, il est possible d'utiliser des colonnes en verre à paroi épaisse. Les dimensions courantes sont une longueur de 10 à 30 cm, et un diamètre intérieur de 4 à 10 mm. Le remplissage particulaire a typiquement une taille de 5 à 10 micromètres (Skoog *et al.*, 2006).

Pour la HPLC en phase inversée, où la phase mobile est légèrement polaire et la phase stationnaire apolaire, la qualité du gel de silice constituant la phase stationnaire influence grandement l'efficacité de la séparation. Les colonnes de type C18, comprenant des chaînes alkyles à 18 atomes de carbone greffées sur un support de silice, sont couramment utilisées, notamment pour l'analyse de produits pharmaceutiques. La haute qualité et l'homogénéité du greffage sont essentielles pour obtenir des performances optimales.

La phase stationnaire apolaire, est constituée d'un gel de silice dans lequel on a greffé des fonctions chimiques le plus souvent de chaînes alkyles à 18 atomes de carbone hydrophobes. Il existe deux types de phase stationnaire :

1) La phase stationnaire normale : Dite la phase normale est constituée de gel de silice, un matériau très polaire. Avec ce type de phase, il est nécessaire d'utiliser une phase mobile apolaire (éluant apolaire) afin d'obtenir une séparation efficace des composés (Coursimault, A. 1998).

La phase stationnaire : inversée Généralement la phase inverse est constituée de silice greffée avec des chaînes alkyles linéaires à 8 ou 18 atomes de carbone, lui conférant un caractère apolaire. Ce type de phase nécessite l'utilisation d'une phase mobile polaire comme l'acétonitrile, le méthanol ou l'eau. Avec cette configuration, les composés les plus polaires sont élués en premier. Contrairement à la phase normale, la phase inverse ne subit pas d'évolution dans le temps, ce qui permet de maintenir une qualité de séparation constante (Coursimault, A. 1998).

- Mode opératoire

- 1) L'analyse des composés phénoliques a été réalisée par chromatographie liquide haute performance (HPLC). Une colonne C18 a été utilisée et maintenue à 35°C. L'éluion s'est déroulée en mode isocratique, avec un débit constant de 1 ml/min et une phase mobile constituée d'un mélange acide acétique (solvant A) / acétonitrile (solvant B). La détection des composés a été assurée par un détecteur réfractométrique. Des standards de composé phénolique (acide gallique, catéchine, quercétine et rutin) dissous dans l'eau ultrapure ont été utilisés pour l'identification des composés phénoliques présents dans l'extrait. Cette identification a été réalisée par comparaison des temps de rétention des pics observés dans l'extrait avec ceux des standards.

Chapitre III

Résultats et Discussions

III.1. Rendement d'extraction

L'extraction des métabolites secondaires des dattes prématurées par macération dans un mélange méthanol/eau (80:20, v/v) a permis d'obtenir un rendement d'extraction de 19,12%. Ce rendement est considéré comme élevé, ce qui reflète l'efficacité du solvant utilisé ainsi que la richesse de la pulpe de datte en composés extractibles. Comparativement, une étude antérieure rapporté un rendement de 12,39% (Telli et al., 2010). Cette différence peut être attribuée à plusieurs facteurs tels que : La variété de dattes utilisée, la maturité physiologique au moment de la récolte, le rapport solvant/matière végétale, le temps de macération et les conditions expérimentales. Ce rendement supérieur suggère que les dattes prématurées utilisées dans cette étude constituent une matière première intéressante pour l'extraction de composés bioactifs, en particulier dans le cadre d'une valorisation cosmétique.

III.2. Teneur en matière sèche

L'objectif de la détermination de la teneur en matière sèche MS est de permettre la mesure de la teneur en polyphénols totaux (PPr) et en flavonoïdes totaux (Ft) de dattes en fonction de l'unité du poids sec de fruit (Telli et al., 2010).

L'analyse menée a révélé que la pulpe des dattes prématurées étudiées présentait une teneur en matière sèche de 46,73 %. Cela signifie qu'environ la moitié du poids total de l'échantillon est constituée de substances solides, traduisant ainsi un taux d'humidité relativement élevé – caractéristique typique des dattes en phase précoce de maturation.

À titre de comparaison, une étude antérieure a rapporté une teneur en matière sèche de 70,21 % (Telli et al., 2010), soit une valeur nettement plus élevée. Cette différence significative peut s'expliquer principalement par le stade de maturité des dattes : plus le fruit est avancé dans son développement, plus sa teneur en eau diminue naturellement. D'autres facteurs peuvent également intervenir, tels que les conditions de séchage ou de stockage avant l'analyse, ainsi que le type de datte ou son origine géographique.

Dans notre étude, la faible teneur en matière sèche observée reflète la nature immature des dattes analysées. Bien que cette faible concentration puisse théoriquement réduire le rendement en composés bioactifs, nos résultats ont mis en évidence un rendement d'extraction élevé. Cela témoigne non seulement de l'efficacité de la méthode d'extraction employée, mais aussi de la richesse de la matrice végétale en substances solubles, notamment en composés bioactifs.

III.3. Criblage phytochimique

L'analyse phytochimique effectuée sur l'extrait aqueux de dattes prèmatures (variété Bent Kbala, stade Khalal) a permis de détecter Le tableau 12 présente les résultats des tests phytochimiques. D'après ce tableau, on note la présence de certains composés chez l'extrait aqueux de dattes prèmatures (phenols, flavonoïdes, tanins, saponines et Coumarines) et absence des (Anthocyanes, Alcaloïdes, Stéroïdes, quinones libres, Composés réducteurs, Terpènoïdes). On connaît bien ces composés pour leurs vertus antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes. Plus particulièrement, les tanins produisent des effets astringents et antimicrobiens en précipitant les protéines microbiennes (Kaur et al., 2009).

Tableau 5 : Analyse phytochimique

Test	Extrait
Flavonoïde	+
Phenol et tanin	+
Saponosides	+
Coumarines	+
Anthocyanes	-
Alcaloïdes	-
Terpènoïdes	-
Composés réducteurs	-
quinones libres	-
Stéroïdes	-

Les flavonoïdes, bien représentés dans notre extrait, sont largement reconnus pour leur capacité à neutraliser les radicaux libres, à inhiber les enzymes pro-oxydantes et à moduler les processus inflammatoires, comme l'ont souligné Panche et al. (2016). La présence de saponosides, également détectée, renforce le potentiel bioactif de l'extrait. Ces composés amphiphiles sont souvent associés à des propriétés antifongiques, anti-inflammatoires, hémolytiques, ainsi qu'à une stimulation du système immunitaire. Leur capacité à interagir avec les membranes cellulaires peut conférer une activité biologique notable (Sparg et al., 2004). Par ailleurs, la détection de coumarines, bien que non précisée quant au mode d'extraction ou à leur

concentration exacte, suggère un potentiel pharmacologique intéressant. Selon Venugopala et al. (2013), ces composés aromatiques lactoniques sont connus pour leurs effets anticoagulants, leur capacité à absorber les rayons UV et leur action inhibitrice sur certaines enzymes bactériennes. Cependant, plusieurs classes de métabolites secondaires majeurs n'ont pas été mises en évidence dans l'extrait aqueux, notamment les alcaloïdes, les terpénoïdes, les stéroïdes, les quinones libres, les anthocyanes et les composés réducteurs. Cette absence peut être attribuée à la polarité élevée du solvant utilisé (l'eau), qui est moins efficace pour l'extraction de composés faiblement polaires. En effet, comme le souligne Harborne (1998), les alcaloïdes et les stéroïdes sont généralement mieux extraits à l'aide de solvants organiques à polarité modérée, tels que le méthanol ou le chloroforme. De même, les terpènes, en raison de leur nature lipophile, sont difficilement solubles dans l'eau.

Par conséquent, la composition phytochimique de l'extrait, principalement dominée par les composés phénoliques (comme les flavonoïdes et les tanins), semble correspondre aux résultats biologiques observés dans différents aspects de l'étude, particulièrement en termes d'activité antioxydante (tests DPPH, FRAP, ABTS) et d'action antimicrobienne. Cela indique que ces composés pourraient avoir une importance centrale dans les activités biologiques observées.

III.4. Teneur de polyphénols totaux

La quantification des polyphénols totaux a été effectuée en suivant la technique de colorimétrie de Folin-Ciocalteu proposée par Singleton et Rossi en 1965. Les résultats sont présentés en mg d'équivalent d'acide gallique par gramme de poids sec. (Figure 14)

La teneur en polyphénols totaux dans l'extrait de dattes prématurées a été évaluée à 546,98 mg EAG/g PS, ce qui traduit une concentration notable en composés phénoliques bioactifs.

Ce taux élevé reflète la richesse des dattes prématurées en substances antioxydantes naturelles. Toutefois, cette valeur est légèrement inférieure à celle rapportée dans une étude précédente 633,46 mg EAG/g PS (Telli et al, 2010). Cette variation peut s'expliquer par plusieurs facteurs, notamment le stade de maturité des fruits, la variété étudiée, les conditions agroclimatiques et les paramètres d'extraction (Balasundram et al., 2006).

Malgré une légère différence, la quantité obtenue reste très significative. Les polyphénols sont bien connus pour leurs propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires (Pandey et Rizvi, 2009 ; Scalbert et Saltmarsh, 2005). Ainsi, cette concentration justifie l'intérêt de cet extrait dans des formulations cosmétiques à visée antioxydante, en raison de sa capacité à neutraliser les radicaux libres et à protéger les cellules cutanées contre le stress oxydatif (Daglia, 2012).

III.5. Teneur des flavonoïdes totaux

La quantification des flavonoïdes totaux a été effectuée en suivant la méthode de Kim et al. (2003) a été utilisée pour déterminer la concentration en flavonoïdes. Les résultats sont présentés en équivalents de mg de rutine (ER) par gramme de poids sec (PS). (Figure 14)

La teneur en flavonoïdes totaux est de 182,87 mg EQ/g PS, révélant une bonne richesse en composés flavonoïdiques.

Cette concentration est légèrement inférieure à celle observée dans la littérature 212,57 mg EQ/g PS (Telli et al 2010), ce qui peut être attribué aux variations dans les conditions d'extraction, la nature du solvant, ou encore la variété de dattes utilisée (Amira et al., 2012 ; Hong et al., 2006).

Les flavonoïdes sont des antioxydants puissants qui contribuent à la neutralisation des radicaux libres et à la protection contre les processus oxydatifs. Leur présence importante dans l'extrait renforce son potentiel d'utilisation dans des produits de soins cutanés antioxydants (Pietta, 2000 ; Kumar et Pandey, 2013).

III.6. Teneur des tanins

Concentration en tanins Approche employée de La méthode de vanilline-HCl de Sun et al. (1998) a été utilisée pour déterminer la concentration en tanins condensés. Les résultats sont présentés en équivalence de milligrammes de catéchine (EC) par gramme de poids sec (PS). (Figure 15)

La concentration en tanins est évaluée à 32,92 mg EC/g PS, une valeur sensiblement inférieure à celle rapportée dans la littérature pour d'autres variétés 268,29 ± 3,91 mg EC/g PS (Bensasi et al., 2019).

Cette différence importante pourrait être due à la nature des tanins présents (hydrolysables vs. condensés), aux conditions agroécologiques, ou encore au procédé d'extraction utilisé (Barreira et al., 2009 ; Makkar et al., 1995).

III.7. Teneur des acides phénoliques

L'évaluation des acides phénoliques a été effectuée en suivant la méthode colorimétrique d'Arnov (Szafer-Hadjrych, 2004). La méthode se base sur la création d'un complexe coloré entre les acides phénoliques et le réactif d'Arnov. Les résultats sont exprimés en µg équivalent acide caféique (EAC) par gramme de poids sec (g PS). (Figure 16)

La teneur totale en acides phénoliques est de 209,36 $\mu\text{gEC/g}$ PS. Bien que l'on ne dispose pas de référence comparative directe pour cette variété de datte à ce stade de maturité, cette valeur confirme la présence de composés phénoliques libres, souvent associés à des effets protecteurs vis-à-vis des réactions inflammatoires et oxydatives (Manach et al., 2004 ; Dai et Mumper, 2010).

Les acides phénoliques comme l'acide férulique, caféique ou gallique sont largement étudiés pour leurs bienfaits dermatologiques. Leur présence soutient l'intérêt de cet extrait pour la formulation de soins réparateurs, apaisants et antioxydants (Balasundram et al., 2006 ; Crozier et al., 2009).

III.8. Activité biologiques

III.8.1 Activité antioxydante

III.8.1.1 Test DPPH

L'évaluation de l'activité antioxydante a été effectuée en utilisant le test de captage du radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle).

L'examen a déterminé une concentration inhibitrice médiane (IC_{50}) de 721,47 $\mu\text{g/ml}$, signalant une capacité antioxydante modérée de l'extrait méthanolique des dattes prématurées.

Comparativement à une étude précédente qui a rapporté une IC_{50} de 864,06 $\mu\text{g/ml}$ (Telli et al, 2010). le résultat obtenu dans cette étude indique une activité antioxydante plus marquée. Cette différence peut être attribuée à plusieurs facteurs, notamment : La richesse en composés phénoliques, flavonoïdes et tanins dans l'échantillon étudié, qui sont reconnus pour leur pouvoir antioxydant. Les conditions d'extraction (type de solvant, durée de macération) qui peuvent améliorer la récupération des antioxydants naturels. La variété des dattes et leur stade de

maturité, qui influencent fortement la composition biochimique. Cette efficacité est probablement liée à la synergie entre flavonoïdes et acides phénoliques présents dans l'extrait (Brand-Williams et al., 1995 ; Wojdyło et al., 2007). L'extrait présente un pouvoir antioxydant prometteur, pertinent dans des produits visant à protéger la peau contre les agressions oxydatives quotidiennes (Kähkönen et al., 1999 ; Rice-Evans et al., 1997).

III.8.1.2. Test ABTS

L'évaluation du pouvoir de piégeage des radicaux libres a été réalisée à l'aide du test ABTS•+, conformément au protocole de Cai et al. (2004). Les résultats sont présentés en équivalent Trolox μM (ET) par gramme de poids sec. (Figure 18)

L'évaluation de l'activité antioxydante de l'extrait méthanolique des dattes prématurées a révélé une valeur de 661,97 μM ET/g.

Comparée à une étude antérieure ayant rapporté une activité de $71,07 \pm 0,6 \mu\text{M}$ ET/g pour des dattes au stade Khalal (Bensasi et al., 2019). L'extrait étudié dans cette recherche montre une activité antioxydante près de 9 fois plus élevée. Ce résultat indique une forte capacité de neutralisation des radicaux ABTS•+, ce qui souligne la richesse de l'extrait en composés antioxydants hydrosolubles, notamment les polyphénols et flavonoïdes. Plusieurs facteurs peuvent expliquer cette supériorité. D'abord, la variété locale « Bent Kbala », peu étudiée jusqu'à présent, pourrait présenter un profil métabolique unique, caractérisé par une teneur élevée en polyphénols réducteurs, comme cela a été observé pour d'autres variétés spécifiques de dattes (Al-Farsi et al., 2005). Ensuite, la méthode d'extraction utilisée dans cette étude – une macération dans un mélange méthanol/eau – est reconnue pour son efficacité à extraire les composés phénoliques, en particulier ceux solubles dans des solvants polaires (Ignat et al., 2011). Enfin, les conditions agro-climatiques propres à la région de Ghardaïa, notamment l'ensoleillement intense et le stress hydrique fréquent, favorisent la biosynthèse de métabolites secondaires tels que les polyphénols, qui sont souvent produits par les plantes en réponse aux stress environnementaux (Ksouri et al., 2008).

Ainsi, ces observations confirment que l'extrait de dattes prématurées « Bent Kbala » présente une forte capacité de réduction, ce qui renforce son potentiel en tant qu'antioxydant naturel à intégrer dans des formulations cosmétiques ou pharmaceutiques destinées à combattre le stress oxydatif.

III.8.1.3. Test FRAP

Le test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power), basé sur la méthode de Benzie et Strain (1996) et modifié par Jaitak et ses collaborateurs en 2010, a également été utilisé pour évaluer l'activité antioxydante. Ce test est basé sur la transformation du complexe TPTZ- Fe^{3+} en TPTZ- Fe^{2+} par les antioxydants présents dans l'extrait, ce qui conduit à la création d'un complexe bleu. Les résultats ont été quantifiés en termes d'équivalent Trolox en μM . (Figure 18)

L'extrait méthanolique des dattes prématurées (variété Bent Kbala, stade Khalal) a montré un pouvoir antioxydant réducteur de 875,98 μM équivalent Trolox.

L'essai FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) évalue la faculté des antioxydants à transformer le complexe ferrique TPTZ- Fe^{3+} en fer ferreux TPTZ- Fe^{2+} , produisant une teinte bleue quantifiée à 593 nm (Benzie & Strain, 1996). Cette technique repose sur le transfert d'électrons, à l'opposé d'autres tests tels que DPPH qui font appel à des processus de transfert d'hydrogène. Le chiffre élevé enregistré indique que l'extrait est riche en composés antioxydants à même de diminuer les ions ferriques, notamment les polyphénols, flavonoïdes et autres métabolites secondaires réputés pour leur forte capacité réductrice (Prior, Wu et Schaich, 2005). Ces substances fonctionnent en capturant les radicaux libres et en bloquant les mécanismes de peroxydation lipidique, favorisant de ce fait la stabilité des cellules.

Ce constat souligne une notable capacité antioxydante de l'extrait via un processus de réduction, ce qui pourrait indiquer une protection potentielle contre le stress oxydatif. Dans le secteur cosmétique, cette activité revêt une importance capitale, en particulier pour la création de soins anti-âge et de produits protecteurs pour la peau. Effectivement, les extraits abondants en antioxydants naturels sont très prisés pour leur potentiel à maintenir l'intégrité de la peau, à retarder l'apparition des signes de vieillesse et à contrer les effets nuisibles des espèces réactives de l'oxygène (Kähkönen et al., 1999 ; Pandey et Rizvi, 2009).

III.8.2. Activité antimicrobienne

L'activité antimicrobienne de l'extrait brut des dattes prématurées a été évaluée par la méthode de diffusion en milieu gélosé. Cette méthode consiste à déposer différentes concentrations de l'extrait sur des disques placés sur un milieu gélosé ensemencé par la souche microbienne ciblée. Le témoin négatif utilisé était le DMSO, qui n'a montré aucune zone d'inhibition, confirmant que l'effet observé est dû exclusivement à l'extrait. Le résultat obtenu

Tableau 5 : Impact de l'extrait analysé sur les souches bactériennes

Espaces	Brute	1/5	1/10	1/15
<i>Candida albicans</i>	10mm	9mm	8mm	0
<i>Pseudomonase aeruginosa</i>	17mm	14mm	9mm	0
<i>Bacillus subtilis</i>	10mm	8mm	7mm	0

L'extrait a démontré une action modérée contre *C. albicans*, avec une zone d'inhibition maximale de 10 mm à la concentration initiale, qui s'amenuise progressivement en fonction de la dilution. La présence de composés phénoliques et flavonoïdiques qui modifient la perméabilité membranaire des levures est à l'origine de cette activité antifongique (Nabavi et al., 2015). Toutefois, la sensibilité modérée de cette souche pourrait être liée à la structure complexe de sa paroi cellulaire.

Pour le *Pseudomonas aeruginosa* ; À la concentration maximale, une zone d'inhibition de 10 mm a été notée. *P. aeruginosa* est une bactérie Gram-négative particulièrement résistante grâce à sa membrane externe et ses systèmes d'efflux. Néanmoins, l'extrait a été capable de freiner sa prolifération à des concentrations significatives, mettant en évidence une activité antimicrobienne encourageante (Rauf et al., 2021).

B. subtilis qui a démontré l'activité la plus importante, avec une zone d'inhibition atteignant jusqu'à 17 mm à la concentration maximale. Cette sensibilité accrue pourrait être due à la structure plus perméable des bactéries Gram-positives aux composés phénoliques, qui ont un effet perturbateur sur la synthèse des protéines ou provoquent des ruptures membranaires (Daglia, 2012).

Les effets constatés sont similaires à ceux rapportés dans d'autres recherches sur des extraits phénoliques issus de la nature. Par exemple, Bouhlali et al. (2017) ont enregistré une inhibition de *Staphylococcus aureus* et *Escherichia coli* due aux extraits de dattes, avec des zones variant entre 10 et 18 mm. Ces résultats corroborent l'hypothèse selon laquelle la richesse en polyphénols, flavonoïdes et tanins contribue de façon synergique à l'effet antimicrobien.

III.8.3. Activité anti-inflammatoire

L'extrait de dattes précoces a fait l'objet d'une évaluation de son activité anti-inflammatoire à l'aide du test de capture de l'oxyde nitrique (NO), en se basant sur la méthode décrite par Green et al. (1982), avec des ajustements. Le nitroprussiate de sodium ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$) produit naturellement du NO en solution aqueuse lorsque le pH est au niveau physiologique. Ce dernier entre en réaction avec l'oxygène pour produire des ions nitrite (NO_2^-) qui sont quantifiés à l'aide du réactif de Griess, qui est composé de sulfanilamide, d'acide phosphorique (H_3PO_4) et de NED (N-(1-naphtyl)éthylènediamine dichlorhydrate). Lorsqu'un antioxydant ou un inhibiteur est présent, la production de nitrites se réduit, ce qui dénote une action anti-inflammatoire. L'absorbance a été évaluée à 546 nm, les résultats étant exprimés en IC_{50} , qui représente la concentration de l'extrait requise pour inhiber 50 % de la production de nitrites. Résultat obtenu : L'analyse des dattes prématurées a révélé une IC_{50} de 81,83 $\mu\text{g/ml}$, démontrant une forte capacité à inhiber le NO et par conséquent un potentiel anti-inflammatoire notable.

L'activité observée pourrait être due à l'abondance de composés phénoliques dans l'extrait (polyphénols, flavonoïdes, tanins), qui sont reconnus pour leur aptitude à freiner les médiateurs pro-inflammatoires tels que l'oxyde nitrique (NO), les prostaglandines et les cytokines (Kumar et al., 2014 ; Amira et al., 2012). L'extrait, en atténuant partiellement la production de NO, démontre une activité comparable, quoique mesurée, par rapport à des molécules de référence comme l'acide gallique ou la rutine. Ces conclusions mettent en évidence le potentiel de cet extrait pour des applications thérapeutiques et cosmétiques, notamment dans le traitement des inflammations cutanées ou des troubles oxydatifs liés à une production excessive.

III.9. Analyse chromatographique

III.9.1. Conditions expérimentales

L'échantillon a été analysé par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) utilisant une colonne en phase inverse C18 et une détection UV à 254 nm. La phase mobile était constituée d'un gradient d'acétonitrile et d'acide acétique à 1% dans l'eau, optimisé pour la séparation des composés polyphénoliques. Le volume d'injection était de 20 μ L et le débit fixé à 1,0 mL/min. La détection à 254 nm cible spécifiquement les structures aromatiques conjuguées, typiques des phénols.

III.9.2. Résumé des résultats : Composés phénoliques détectés dans l'échantillon

Le profil chromatographique de l'échantillon révèle une composition polyphénolique riche et variée. comme l'acide gallique. Les pics moyens (17–27 min) incluent des flavanols (catéchine), des flavonols (quercétine, kaempférol) et leurs dérivés glycosylés (rutine).

Le composé majoritaire est la quercétine (25,4 min ; 16,37%), flavonol bien connu pour ses propriétés antioxydantes, suivie du kaempférol (26,0 min ; 11,76%). Ces composés sont réputés pour leur activité biologique, notamment leurs effets anti-inflammatoires, antioxydants et protecteurs contre les rayons UV, ce qui les rend intéressants pour les formulations cosmétiques.

Les pics tardifs (>30 min) indiquent la présence de composés plus volumineux et moins polaires, tels que les ellagitannins et les tanins condensés, responsables d'une activité antioxydante durable et d'une certaine astringence.

La détection à 254 nm confirme la nature aromatique de la majorité des composés détectés, les transitions $\pi \rightarrow \pi^*$ étant caractéristiques des structures phénoliques. Ce profil est en parfaite cohérence avec les données rapportées dans la littérature sur les dattes.

Tableau 6 : Résultats de l'analyse HPLC : identification et quantification des composés phénoliques dans l'extrait aqueux de pulpe de dattes

N° pic	Temps de rétention (min)	Pourcentage de surface	Identification probable	Classe chimique
1	2.255	0,18%	Acide gallique	Acide phénolique simple
2	17.317	0,98%	Catéchine / Épicatéchine	Flavanol
3	17.734	0,68%	Épicatéchine (probable)	Flavanol
4	20.852	0,55%	Acide vanillique / p-Coumarique	Acide phénolique
5	21.395	0,26%	Acide syringique	Acide phénolique
6	23.202	1,94%	Acide férulique	Acide phénolique
7	23.955	3,19%	Acide ellagique	Tanin hydrolysable
8	24.635	4,08%	Rutine	Flavanol glycoside
9	25.057	2,47%	Myricétine / Quercétine-glucoside	Flavanol glycoside
10	25.400	16,37%	Quercétine	Flavanol
11	26.005	11,76%	Kaempférol	Flavanol
12	27.723	0,47%	Lutéoline	Flavone
13	28.891	0,90%	Apigénine	Flavone
14	33.019	8,27%	Ellagitannins	Tanins hydrolysables
15	36.448	3,33%	Procyanidines	Tanins condensés

III.10. Analyses statistiques

III.10.1. Profil phytochimique et antioxydant

Polyphénols totaux : très élevés (565 mg/100g) avec une faible variation → excellent potentiel antioxydant et stabilité pour les soins cosmétiques.

Flavonoïdes : 183 mg/100g → propriétés apaisantes, anti-inflammatoires, idéales pour les déodorants naturels.

Tanins : 33 mg/100g → effet astringent, utile pour réduire la transpiration.

Acides phénoliques : 209 mg/100g → rôle antimicrobien et antioxydant.

III.10.2. Activités biologiques

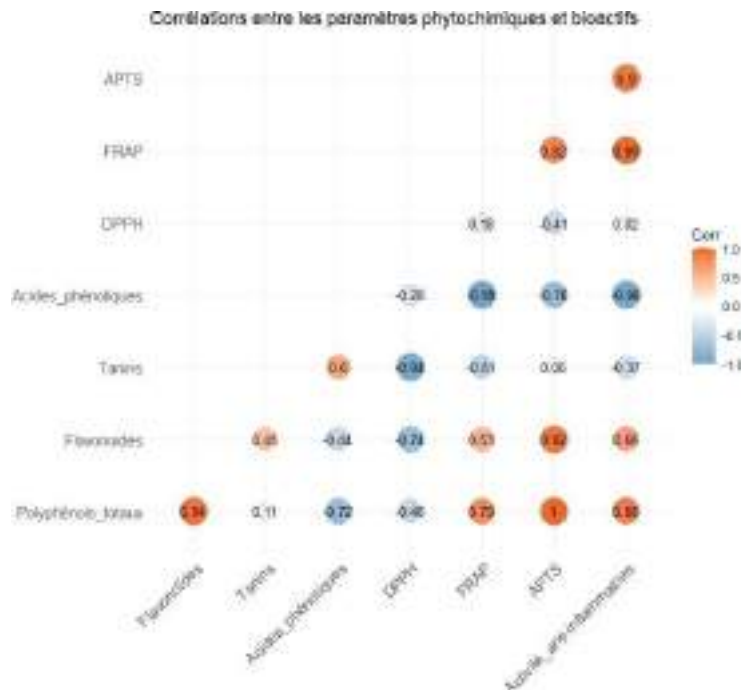
Activité antioxydante

DPPH, FRAP, ABTS → tous les tests confirment une forte capacité de neutralisation des radicaux libres, donc une protection cellulaire importante.

Activité anti-inflammatoire

Inhibition moyenne : 81,85 % → très bon effet apaisant pour peaux sensibles ou irritées.

III.10.3. Corrélations entre composés et activités



Corrélations très fortes :

Polyphénols ↔ Flavonoïdes (r=0.94)

Polyphénols ↔ ABTS (r=1.00)

FRAP ↔ ABTS (r=0.99)

FRAP ↔ Activité anti-inflammatoire (r=0.99)

Cela montre une cohérence biologique et cosmétique forte, indiquant que les mêmes composés assurent des effets antioxydants et apaisants.

Corrélations négatives :

Acides phénoliques ↔ DPPH (r=-0.76) → indique une interaction spécifique dans les mécanismes antioxydants.

Polyphénols ↔ Acides phénoliques (r=-0.72) → suggère un équilibre entre sous-classes de composés.

III.10.4. Activité antimicrobienne

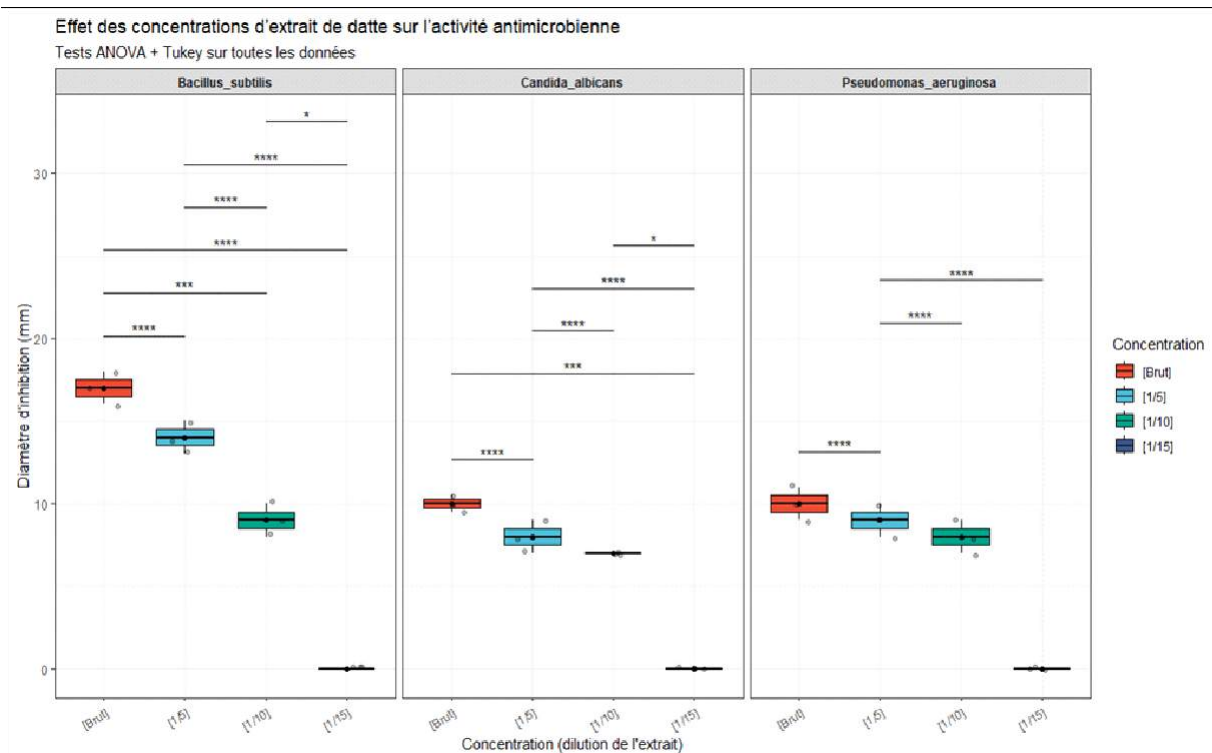
Trois micro-organismes testés :

Microorganisme	Résultat principal	Interprétation
Bacillus subtilis (Gram+)	Très sensible (p<0.001)	Activité très marquée, dose-dépendante.

Candida albicans (fongique)	sensible (p=0.036)	Modérément Effet présent surtout à concentration brute.
Pseudomonas aeruginosa (Gram-)	Résistant (p=0.125)	Effet non significatif. Requier d'autres agents

Les tests statistiques (ANOVA + test de Levene) montrent que les données sont normalement distribuées, avec des variances homogènes → résultats fiables.

Test post-hoc de Tukey : confirme que plus l'extrait est dilué, moins il est efficace.



III.10.5. Applications cosmétiques envisagées

Déodorants naturels : grâce à l'effet anti-transpirant des tanins et au pouvoir antioxydant/apaisant.

Soins purifiants : forte action contre les bactéries Gram+ (comme *B. subtilis*).

Soins antifongiques doux : actifs à concentration élevée contre *Candida*.

Limite : inefficacité sur *Pseudomonas* seule → besoin de synergie avec d'autres extraits.

Conclusion globale :

L'analyse statistique menée sur l'extrait des dattes prématurés du cultivar Bent Kbala met en évidence une richesse phytochimique remarquable, caractérisée par des teneurs élevées et relativement stables en polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins et acides phénoliques. Ces composés sont étroitement liés à une activité antioxydante significative, confirmée par les tests DPPH, FRAP et ABTS, ainsi qu'à un effet anti-inflammatoire prononcé, avec un taux moyen d'inhibition de 81,85 %.

Les analyses de corrélation révèlent des associations statistiques fortes entre les polyphénols et les activités antioxydantes et anti-inflammatoires, ce qui souligne la cohérence biochimique de l'extrait et renforce son potentiel d'application cosmétique. Sur le plan microbiologique, l'extrait présente une activité marquée contre *Bacillus subtilis* (Gram positif), une efficacité modérée contre *Candida albicans*, mais reste peu actif contre *Pseudomonas aeruginosa* (Gram négatif), suggérant la nécessité d'une synergie avec d'autres agents naturels pour une efficacité élargie. L'ensemble des analyses statistiques, incluant les tests de normalité, d'homogénéité des variances, l'ANOVA et le test post-hoc de Tukey, attestent de la fiabilité des données obtenues. Ces résultats confirment le potentiel prometteur des dattes prématures Bent Kbala dans la formulation de produits cosmétiques naturels à visée antioxydante, apaisante et antiseptique.

Conclusion

Conclusion

Dans le cadre de cette étude, nous avons entrepris une valorisation biochimique et biologique des polyphénols extraits des dattes prématurées de la variété Bent Kbala (stade Khalal), récoltées dans la région de Ghardaïa.

Les résultats obtenus ont montré que ces dattes constituent une source riche en composés phénoliques, notamment en flavonoïdes, tanins et acides phénoliques. Ces métabolites secondaires ont présenté une activité antioxydante marquée, évaluée à travers les tests DPPH, ABTS et FRAP. Par ailleurs, les extraits ont démontré une activité antimicrobienne notable vis-à-vis de certaines souches bactériennes, ainsi qu'un potentiel anti-inflammatoire intéressant.

L'analyse par HPLC a permis d'identifier plusieurs composés phénoliques majeurs, confirmant la richesse qualitative de l'extrait. L'ensemble de ces résultats suggère une application potentielle de ces extraits dans le domaine cosmétique naturel, notamment pour la formulation de produits à visée antioxydante et apaisante.

En conclusion, les dattes prématurées, souvent sous-exploitées, pourraient représenter une matière première de grande valeur pour des applications dermocosmétiques, contribuant ainsi à une meilleure valorisation des ressources locales. Des études complémentaires, notamment cliniques et de formulation, sont toutefois nécessaires pour consolider ces résultats.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. ABAKHTI, M. (2008). Étude de la composition physico-chimique des dattes algériennes : cas de la variété Deglet Nour. Mémoire de Magister, Université de Biskra, 112 p.
2. AHMED, M. S., AHMED, H. R. et AL-HADRAMI, G. A. (1995). Date palm: production and role in the Arab world economy. *Journal of Arid Environments*, 31(4), 319-329.
3. Ait Baziz, M., & Chemali, M. (2017). Propriétés antimicrobiennes des composés phénoliques extraits des plantes médicinales. *Journal Algérien de Pharmacie*, 6(2), 45–56.
4. Al Farsi, M., & Lee, C. Y. (2008). Nutritional and functional properties of dates: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48(10), 877–887. <https://doi.org/10.1080/10408390701724264>
5. AL-FARSI, M., ALASALVAR, C., MORRIS, A., BARON, M. et SHAHIDI, F. (2005). Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7592-7599.
6. Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M., & Shahidi, F. (2005). Compositional and sensory characteristics of three native sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7586–7591. <https://doi.org/10.1021/jf050578y>
7. Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M., & Shahidi, F. (2005). Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7592–7599. <https://doi.org/10.1021/jf050579q>
8. Al-Hooti, S., Sidhu, J. S., & Qabazard, H. (1997). Physicochemical characteristics of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Foods for Human Nutrition*, 50(2), 101–113. <https://doi.org/10.1007/BF02436031>
9. Ali Haimoud. (2017). Extraction et étude phytochimique et biologique d'espèces végétales médicinales. [Thèse de doctorat, Université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen].
10. Ali, H., Khan, E., & Sajad, M. A. (2018). Phytoremediation of heavy metals—Concepts and applications. *Chemosphere*, 91, 869–881. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.01.075>
11. Alibert, G., Dessaux, Y., & Mauvais, J. (1977). Rôle des composés phénoliques dans les processus physiologiques des plantes. *Revue de Botanique Appliquée*, 51(2), 121–135.
12. ALLAITH, A. A. A. (2008). Antioxidant activity of Bahraini date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit of various cultivars. *International Journal of Food Science and Technology*, 43(6), 1033-1040.
13. Al-Orf, S. M., Fawzi, M. M., & Al-Hamed, S. A. (2012). Tannin content and antioxidant activity in some date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit varieties at different ripening stages. *Journal of Food, Agriculture and Environment*, 10(2), 132–136.
14. Al-Qarni, M. M. (2005). Polyphenol oxidase activity and browning in some date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits during development and ripening. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 12(2), 117–124.
15. Al-Qurashi, A. D. (2010). Effect of storage conditions on fruit quality of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) cv. 'Barhee'. *American Journal of Agricultural and Biological Sciences*, 5(2), 155–162.

Références bibliographiques

16. AL-SHAHIB, W. & MARSHALL, R.J. (2002). The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 54(4): 247–259.
17. Al-Shahib, W., & Marshall, R. J. (2003). The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 54(4), 247–259. <https://doi.org/10.1080/09637480120091982>
18. Al-Shahib, W., & Marshall, R. J. (2003). The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 54(4), 247–259. <https://doi.org/10.1080/09637480120091982>
19. AL-SHAHIB, W., AL-KHALIFA, A. & MARSHALL, R.J. (2002). Chemical composition and antimicrobial activity of date extracts and their potential as a natural preservative in food processing. *Journal of Food Science and Technology*, 39(1): 1–4.
20. Amellal, H. (2008). Contribution à l'étude phytochimique de quelques variétés de dattes du Sud Algérien [Mémoire de Magister, Université Kasdi Merbah Ouargla].
21. Amira, E. A., Guido, F., Barbara, S., Narjis, B., & Mohamed, H. (2012). Chemical and antioxidant properties of date flesh and pits from seven Algerian varieties. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(2), 231–237. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2011.02842.x>
22. Amira, E. A., Guido, F., Behija, S. E., Manel, I., Nesrine, Z., Mohamed, H., & Ali, F. (2011). Chemical and aroma volatile compositions of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at three maturation stages. *Food Chemistry*, 127(4), 1744–1754. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.02.063>
23. Amira, E. A., Guido, F., Behija, S. E., Manel, I., Nesrine, Z., Mohamed, H., & Ali, F. (2011). Chemical and aroma volatile compositions of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at three maturation stages. *Food Chemistry*, 127(4), 1744–1754. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.02.063>
24. Amira, E. A., Guido, F., Zidoune, M. N., & Scher, J. (2012). Anti-inflammatory activity of some date palm fruits (*Phoenix dactylifera* L.): Evaluation by carrageenan-induced rat paw edema. *African Journal of Biotechnology*, 11(88), 15452–15456. <https://doi.org/10.5897/AJB12.1942>
25. Antioxidants. (2019). Special Issue on Polyphenols and Human Health. *Antioxidants*, MDPI. <https://www.mdpi.com/journal/antioxidants>
26. AOAC. (1999). *Official Methods of Analysis* (18th ed.). Association of Official Analytical Chemists.
27. Awad, M. A., Al-Qurashi, A. D., & Mohamed, S. A. (2011). Antioxidant capacity, antioxidant compounds and antioxidant enzyme activities in five date cultivars during development and ripening. *Scientia Horticulturae*, 129(4), 688–693.
28. Azwanida, N. N. (2015). A review on the extraction methods use in medicinal plants, principle, strength, and limitation. *Medicinal & Aromatic Plants*, 4(3), 196. <https://doi.org/10.4172/2167-0412.1000196>
29. Azwanida, N. N. (2015). A review on the extraction methods use in medicinal plants, principle, strength, and limitation. *Medicinal et Aromatic Plants*, 4(3), 196. <https://doi.org/10.4172/2167-0412.1000196>.
30. Balasundram, N., Sundram, K., & Samman, S. (2006). Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*, 99(1), 191–203. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.07.042>

Références bibliographiques

31. Balasundram, N., Sundram, K., & Samman, S. (2006). Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*, 99(1), 191–203. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.07.042>
32. Balasundram, N., Sundram, K., & Samman, S. (2006). Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*, 99(1), 191–203. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.07.042>
33. Barreira, J. C. M., Ferreira, I. C. F. R., Oliveira, M. B. P. P., & Pereira, J. A. (2009). Antioxidant activities of the extracts from chestnut flower, leaf, skins and fruit. *Food Chemistry*, 107(3), 1106–1113. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.09.030>
34. BARREVELD, W.H. (1993). Date palm products. FAO Agricultural Services Bulletin No. 101, Rome: FAO, 216 p.
35. Beecher, G. R. (2003). Overview of dietary flavonoids: nomenclature, occurrence and intake. *Journal of Nutrition*, 133(10), 3248S–3254S. <https://doi.org/10.1093/jn/133.10.3248S>
36. Benchelah, A. C., & Maka, M. (2008). Les plantes utiles du Sahara: Flore et biodiversité végétale. Alger : Office des Publications Universitaires.
37. Benmeddour, T., Mehinagic, E., Le Meurlay, D., & Donèche, B. (2013). Phytochemical composition and antioxidant activity of three date fruit (*Phoenix dactylifera* L.) cultivars grown in Algeria. *Journal of International Scientific Publications: Agriculture and Food*, 1, 1–8.
38. Benmeddour, T., Mehinagic, E., Le Meurlay, D., & Renard, C. M. G. C. (2013). Phenolic composition and antioxidant activity of Algerian date fruit varieties (*Phoenix dactylifera* L.). *Food Chemistry*, 138(1), 483–490. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.10.108>
39. Bensasi, S., Kadi, K., & Djerrou, Z. (2019). Evaluation de l'activité antioxydante des extraits de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) au stade Khalal de la région de Biskra (Algérie). *Phytothérapie*, 17, 360–368. <https://doi.org/10.1007/s10298-019-01381-2>
40. Bensasi, S., Madani, K., & Boulekbache-Makhlouf, L. (2019). Phenolic profile and antioxidant activity of Algerian date (*Phoenix dactylifera* L.) seed extracts. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 13, 2567–2576. <https://doi.org/10.1007/s11694-019-00145-2>
41. Benzie, I. F. F., & Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: The FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239(1), 70–76. <https://doi.org/10.1006/abio.1996.0292>
42. Biglari, F. (2009). Antioxidant activity and phenolic content of various date palm (*Phoenix dactylifera*) fruits from Iran. *Food Chemistry*, 107(4), 1636–1641.
43. Biglari, F., AlKarkhi, A. F. M., & Easa, A. M. (2009). Cluster analysis of antioxidant compounds presence in Iranian date varieties (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, 112(4), 998–1004. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.07.003>
44. Biglari, F., AlKarkhi, A. F. M., & Easa, A. M. (2009). Cluster analysis of antioxidant compounds contents in dates (*Phoenix dactylifera*) varieties. *Food Chemistry*, 113(4), 1431–1435. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.08.037>
45. BOOIJ, I. (1992). Dates: production, processing, marketing and international trade. Tropical Development and Research Institute (TDRI), London, 204 p.
46. Bouhlali, E. D. T., Bammou, M., Sellam, K., Benlyas, M., Alem, C., & Filali-Zegzouti, Y. (2017). Phytochemical contents and antioxidant and antibacterial activities of six Moroccan date fruit (*Phoenix dactylifera* L.) varieties. *Journal of Food and Drug Analysis*, 25(1), 124–131. <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.10.002>
47. Bounatirou, S., Smiti, S., Miguel, M. G., Faleiro, M. L., Rejeb, M. N., Neffati, M., Costa, M. M., & Figueiredo, A. C. (2007). Chemical composition, antioxidant and antibacterial activities

Références bibliographiques

- of the essential oils isolated from Tunisian *Thymus capitatus* Hoff. et Link. *Food Chemistry*, 105(1), 146–155. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.03.059>
48. Bousdira, M. (2007). Étude écologique de la flore du Mzab. Mémoire de Magistère, Université de Ghardaïa.
49. Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*, 28(1), 25–30. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
50. Bravo, L. (1998). Polyphenols: Chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. *Nutrition Reviews*, 56(11), 317–333. <https://doi.org/10.1111/j.1753-4887.1998.tb01670.x>
51. Bruneton, J. (1999). *Pharmacognosie: Phytochimie, plantes médicinales* (3^e éd.). Lavoisier-Tec & Doc.
52. Bruneton, J. (1999). *Pharmacognosie: Phytochimie, plantes médicinales* (3^e éd.). Lavoisier-Tec et Doc.
53. Cai, Y., Luo, Q., Sun, M., & Corke, H. (2004). Antioxidant activity and phenolic compounds of 112 traditional Chinese medicinal plants associated with anticancer. *Life Sciences*, 74(17), 2157–2184. <https://doi.org/10.1016/j.lfs.2003.09.047>
54. CHAIRA, N., SARRI, N., BOUZID, S. et FERCHICHI, A. (2007). Identification et quantification des polyphénols et des composés bioactifs chez six cultivars tunisiens de dattes (*Phoenix dactylifera* L.). *Fruits*, 62(1), 9-19.
55. Chaira, N., Smaali, I., & Martinez-Tomé, M. (2009). Simple phenolic composition, flavonoids, and antioxidant activities of two Tunisian date varieties (*Phoenix dactylifera* L., Deglet Nour and Allig). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(21), 10328–10334. <https://doi.org/10.1021/jf901559r>
56. Cheng, Y., Ding, M., Guo, W., Zhang, Q., & Yin, X. (2011). Changes in cell wall polysaccharides during fruit development and ripening of jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.). *Scientia Horticulturae*, 129(4), 456–461.
57. Cheyner, V. (2005). Polyphenols in foods are more complex than often thought. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 81(1 Suppl), 223S–229S. <https://doi.org/10.1093/ajcn/81.1.223S>
58. Collin, S., et Crouzet, J. (2011). Les grandes classes de composés phénoliques des plantes: structure, propriétés et distribution. In L. Sauvaire (Ed.), *Les polyphénols végétaux* (pp. 23–44). Lavoisier.
59. Cory, H., Passarelli, S., Szeto, J., Tamez, M., & Mattei, J. (2018). The role of polyphenols in human health and food systems: A mini-review. *Frontiers in Nutrition*, 5, 87. <https://doi.org/10.3389/fnut.2018.00087>.
60. Cosmetics. (2019). Polyphenols in cosmetics. *Cosmetics*, MDPI. <https://www.mdpi.com/journal/cosmetics>
61. Cowan, M. M. (1999). Plant products as antimicrobial agents. *Clinical Microbiology Reviews*, 12(4), 564–582. <https://doi.org/10.1128/CMR.12.4.564>
62. Crozier, A., Jaganath, I. B., & Clifford, M. N. (2009). Dietary phenolics: Chemistry, bioavailability and effects on health. *Natural Product Reports*, 26(8), 1001–1043. <https://doi.org/10.1039/b802662a>
63. Cuendet, M. (1999). *Produits naturels: chimie et pharmacognosie*. Editions Lavoisier.
64. D.P.A.T. (2002). Direction de la Planification et de l'Aménagement du Territoire de la Wilaya de Ghardaïa – Schéma Directeur. Wilaya de Ghardaïa.

Références bibliographiques

65. D.P.A.T. (2007). Monographie de la Wilaya de Ghardaïa. Direction de la Planification et de l'Aménagement du Territoire
66. Daas Amieur, K. (2009). Contribution à l'étude phytochimique et biologique de quelques variétés de dattes [Mémoire de Magister, Université de Batna].
67. Daglia, M. (2011). Polyphenols as antimicrobial agents. *Current Opinion in Biotechnology*, 22(2), 174–181. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2010.10.007>
68. Daglia, M. (2012). Polyphenols as antimicrobial agents. *Current Opinion in Biotechnology*, 23(2), 174–181. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2011.08.007>
69. Daglia, M. (2012). Polyphenols as antimicrobial agents. *Current Opinion in Biotechnology*, 23(2), 174–181. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2011.08.007>
70. Dai, J., & Mumper, R. J. (2010). Plant phenolics: Extraction, analysis and their antioxidant and anticancer properties. *Molecules*, 15(10), 7313–7352. <https://doi.org/10.3390/molecules15107313>
71. Defraigne, J.-O., & Pincemail, J. (2008). Les antioxydants : mécanismes et importance physiologique. *Journal de la Société de Biologie*, 202(4), 343–356.
72. Di Carlo, G., Mascolo, N., Izzo, A. A., et Capasso, F. (1999). Flavonoids: Old and new aspects of a class of natural therapeutic drugs. *Life Sciences*, 65(4), 337–353. [https://doi.org/10.1016/S0024-3205\(99\)00120-4](https://doi.org/10.1016/S0024-3205(99)00120-4)
73. DJERBI, M. (1994). Les maladies du palmier dattier. FAO, Rome, Bulletin FAO 120, 119 p.
74. Djeridane, A., Yousfi, M., Nadjemi, B., Boutassouna, D., Stocker, P., & Vidal, N. (2006). Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, 97(4), 654–660. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.04.028>
75. El Hadrami, A., & Al-Khayri, J. M. (2012). Socioeconomic and traditional importance of date palm. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 24(5), 371–385. <https://doi.org/10.9755/ejfa.v24i5.146>
76. Elsaie, M. L. (2009). Cutaneous laser treatment in acne vulgaris. *Journal of Cosmetic and Laser Therapy*, 11(3), 125–128. <https://doi.org/10.1080/14764170902801784>
77. FAO (Food and Agriculture Organization). (2022). FAOSTAT – Production de dattes dans le monde. Disponible sur : <https://www.fao.org/faostat>
78. Farahnaky, A., & Afshari-Jouybari, H. (2011). The role of β -galactosidase in fruit softening: A review. *Food and Bioprocess Technology*, 4(6), 883–889.
79. Farris, P. K. (2017). Topical vitamin C: A useful agent for treating photoaging and other dermatologic conditions. *Dermatologic Surgery*, 33(10), 1170–1176. <https://doi.org/10.1097/01.DSS.0000245296.84920.3c>
80. Farris, P. K. (2018). *Cosmeceuticals and Cosmetic Practice* (2nd ed.). Wiley-Blackwell.
81. Farsi, M. A., & Abdel-Moneim, A. M. (2005). A comparative study of protein content in Saudi date cultivars (*Phoenix dactylifera* L.). *Saudi Journal of Biological Sciences*, 12(1), 33–40.
82. Favier, A. (2003). Radicaux libres et antioxydants : physiologie et pathologie. *Médecine/Sciences*, 19(10), 957–963.
83. Frankel, E. N., Huang, S. W., Kanner, J., & German, J. B. (1995). Inhibition of oxidation of human low-density lipoprotein by phenolic substances in red wine. *The Lancet*, 346(8970), 454–457. [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(95\)92246-9](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(95)92246-9)
84. García-Ruiz, J. M., Fernández-Otero, M., & López-López, I. (2008). Antimicrobial resistance: New challenges and strategies. *Revista Española de Quimioterapia*, 21(3), 283–291.

Références bibliographiques

85. Ghedira, K. (2005). Flavonoïdes et plantes médicinales: activité biologique et intérêt thérapeutique. *Revue de Phytothérapie*, 5(5), 229–234. <https://doi.org/10.1016/j.phyt.2005.10.006>
86. Goulao, L. F., Fortunato, A. S., & Ramalho, J. C. (2007). Changes in cell wall polysaccharides and fruit firmness in developing apples (*Malus domestica* Borkh.): a molecular approach. *Postharvest Biology and Technology*, 43(3), 293–303.
87. Green, L. C., Wagner, D. A., Glogowski, J., Skipper, P. L., Wishnok, J. S., & Tannenbaum, S. R. (1982). Analysis of nitrate, nitrite, and [15N]nitrate in biological fluids. *Analytical Biochemistry*, 126(1), 131–138. [https://doi.org/10.1016/0003-2697\(82\)90118-X](https://doi.org/10.1016/0003-2697(82)90118-X)
88. Grosso, G., Godos, J., Galvano, F., & Giovannucci, E. L. (2018). Coffee, caffeine, and health outcomes: An umbrella review. *Annual Review of Nutrition*, 36, 45–67. <https://doi.org/10.1146/annurev-nutr-071715-050950>
89. Guillaume, D et Charrouf, Z. (2005). Les métabolites secondaires végétaux : diversité, biosynthèse et rôles biologiques. *Phytothérapie*, 3(3), 118–126. <https://doi.org/10.1007/s10298-005-0146-5>
90. HABIB, H. M. et IBRAHIM, W. H. (2009). Nutritional quality evaluation of eighteen date pit varieties. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 60(3), 99–111.
91. Habib, H. M., & Ibrahim, W. H. (2011). Nutritional quality of 18 date fruit varieties. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 62(6), 544–551.
92. Hadi, N. (2004). Fonctions des flavonoïdes chez les plantes : protection contre les rayonnements ultraviolets. *Plant Physiology Reviews*, 45(3), 297–308.
93. Häkkinen, S. H. (2000). Flavonoids and phenolic acids in berries and berry products [Doctoral dissertation, University of Kuopio].
94. Harborne, J. B. (1998). *Phytochemical Methods: A Guide to Modern Techniques of Plant Analysis* (3rd ed.). Chapman and Hall.
95. Harborne, J. B. (1998). *Phytochemical Methods: A Guide to Modern Techniques of Plant Analysis* (3rd ed.). Chapman and Hall.
96. Harrak, H et Boujnah, M. (2012). Importance des polyphénols dans la qualité des dattes: aspects technologiques et de conservation. *Revue Marocaine des Sciences Agronomiques et Vétérinaires*, 2(1), 12–17.
97. Hasnaoui, A., Elhoumaizi, M. A., Hakkou, A., & Ennassir, J. (2011). Physico-chemical characterization, classification and quality evaluation of date palm cultivars from Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 10(2), 191–200.
98. Havsteen, B. H. (2002). The biochemistry and medical significance of the flavonoids. *Pharmacology & Therapeutics*, 96(2–3), 67–202. [https://doi.org/10.1016/S0163-7258\(02\)00298-X](https://doi.org/10.1016/S0163-7258(02)00298-X)
99. Heidemann, E. (2017). *Fundamentals of leather manufacture* (2nd ed.). Eduard Roether Verlag.
100. Hong, Y. J., Tomas-Barberan, F. A., Kader, A. A., & Mitchell, A. E. (2006). The flavonoid glycosides and procyanidin composition of Deglet Noor dates (*Phoenix dactylifera*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(6), 2405–2411. <https://doi.org/10.1021/jf0581776>
101. Hong, Y. J., Tomas-Barberan, F. A., Kader, A. A., et Mitchell, A. E. (2006). The flavonoid glycosides and procyanidin composition of Deglet Noor dates (*Phoenix dactylifera*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(6), 2405–2411. <https://doi.org/10.1021/jf0581776>
102. Hopkins, W. G. (2003). *Physiologie végétale* (2e éd.). De Boeck Supérieur.

Références bibliographiques

103. Hui, Y. H. (2006). *Handbook of Fruits and Fruit Processing*. Ames, Iowa: Blackwell Publishing. ISBN: 978-0-8138-0377-4
104. Hui, Y. H. (2006). *Handbook of Fruits and Fruit Processing*. Ames, Iowa: Blackwell Publishing.
105. Ismail, B., Henry, J., & Haffar, I. (2006). Date palm tree (*Phoenix dactylifera* L): Natural products and therapeutic options. *Studies in Natural Products Chemistry*, 33, 693–718.
106. JIWAN, M. (2006). Étude de la maturation des dattes et de leur transformation artisanale. Mémoire de Master, Université d'Agadir, 98 p.
107. Katiyar, S. K. (2015). Skin photoprotection by green tea: Antioxidant and immunomodulatory effects. *Current Drug Targets*, 6(3), 227–242. <https://doi.org/10.2174/13894501113159990049>
108. Kempf, M., & Zeitouni, S. (2009). Les mécanismes de résistance aux antibiotiques et leurs impacts cliniques. *Médecine et Maladies Infectieuses*, 39(9), 684–693.
109. Kim, D. O., Chun, O. K., Kim, Y. J., Moon, H. Y., & Lee, C. Y. (2003). Quantification of polyphenolics and their antioxidant capacity in fresh plums. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(22), 6509–6515. <https://doi.org/10.1021/jf0343074>
110. Kueny-Stotz, M. (2008). Structures flavonoïdiques et propriétés biologiques associées. *Revue de Phytothérapie*, 6(2), 93–100.
111. Kumar, S., & Pandey, A. K. (2013). Chemistry and biological activities of flavonoids: An overview. *The Scientific World Journal*, 2013, Article ID 162750. <https://doi.org/10.1155/2013/162750>
112. Kumar, S., Pandey, A. K. (2014). Chemistry and biological activities of flavonoids: An overview. *The Scientific World Journal*, 2013, 162750. <https://doi.org/10.1155/2013/162750>
113. Lee, S. K., Mbwambo, Z. H., Chung, H. S., Luyengi, L., Gamez, E. J. C., Mehta, R. G., ... & Kinghorn, A. D. (2003). Evaluation of the antioxidant potential of natural products. *Combinatorial Chemistry & High Throughput Screening*, 6(1), 35–44.
114. Lugasi, A., Hovari, J., & Kery, A. (2003). Influence of polyphenols on the organoleptic properties of fruits. *Food Chemistry*, 83(4), 553–559.
115. Madrigal-Santillán, E., Madrigal-Bujaidar, E., Álvarez-González, I., Sumaya-Martínez, M. T., Gutiérrez-Salinas, J., Bautista, M., Morales-González, Á., García-Luna y González-Rubio, M., Aguilar-Faisal, J. L., & Morales-González, J. A. (2018). Review of natural products with hepatoprotective effects. *World Journal of Gastroenterology*, 20(40), 14787–14804. <https://doi.org/10.3748/wjg.v20.i40.14787>
116. Makkar, H. P. S., Blümmel, M., Borowy, N. K., & Becker, K. (1995). Gravimetric determination of tannins and their correlations with chemical and protein precipitation methods. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 69(3), 329–332. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740690313>
117. Makoi, J. H. J. R., & Ndakidemi, P. A. (2007). Chemical composition of rhizosphere microbial populations and their functions in mineral nutrition: A review. *African Journal of Biotechnology*, 6(15), 1867–1877. <https://doi.org/10.5897/AJB2007.000-2294>
118. Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2004). Polyphenols: Food sources and bioavailability. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 79(5), 727–747. <https://doi.org/10.1093/ajcn/79.5.727>
119. Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2004). Polyphenols: Food sources and bioavailability. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 79(5), 727–747. <https://doi.org/10.1093/ajcn/79.5.727>

Références bibliographiques

120. Mansour, A. (2009). Métabolites secondaires et défenses des plantes. In *Biologie végétale*. Editions Universitaires Européennes.
121. Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E., et Kefalas, P. (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, 89(3), 411–420. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.02.051>.
122. Martin Sanchez, J. A. (2014). Étude des composés phénoliques dans les dattes et leur transformation lors du mûrissement [Thèse de doctorat, Université de Valence].
123. Mattila, P., & Kumpulainen, J. (2002). Determination of free and total phenolic acids in plant-derived foods by HPLC with diode-array detection. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(13), 3660–3667. <https://doi.org/10.1021/jf020013t>
124. Middleton, E., Kandaswami, C., & Theoharides, T. C. (2000). The effects of plant flavonoids on mammalian cells: Implications for inflammation, heart disease, and cancer. *Pharmacological Reviews*, 52(4), 673–751.
125. Mohamed, D. A., & Awad, R. A. (2020). Phenolic content and biological activities of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at different maturity stages. *Food Bioscience*, 35, 100567. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100567>
126. Mohammadzai, S., Khan, N., & Khan, M. A. (2010). Mineral and nutritional composition of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit varieties of Pakistan. *Pakistan Journal of Nutrition*, 9(10), 965–968.
127. Molecules. (2019). Special Issue: Polyphenols and Skin Health. *Molecules*, MDPI. <https://www.mdpi.com/journal/molecules>
128. Mrabet, A., Chaira, N., Ferchichi, A., & Zid, E. (2008). Evaluation of antioxidant activity of some Tunisian date varieties (*Phoenix dactylifera* L.). *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 59(2), 119–129.
129. Munier, P. (1973). *Le palmier-dattier: techniques agricoles et productions*. Paris : G.-P. Maisonneuve et Larose.
130. Mustafa, M. A., Abdul-Hafeez, M. M., & Osman, H. E. (2006). Role of β -galactosidase in softening of date palm fruits during ripening. *Journal of Food Biochemistry*, 30(2), 145–159.
131. Nabavi, S. F., Di Lorenzo, A., Izadi, M., Sobarzo-Sánchez, E., Daglia, M., & Nabavi, S. M. (2015). Antibacterial effects of polyphenols: What they are and how they work. *Current Pharmaceutical Biotechnology*, 16(3), 272–282. <https://doi.org/10.2174/1389201016666141111121209>
132. Naczk, M., & Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A*, 1054(1–2), 95–111. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2004.08.059>
133. Nair, R., Kalariya, T., et Chanda, S. (2005). Antibacterial activity of some selected Indian medicinal flora. *Turkish Journal of Biology*, 29, 41–47
134. Nauciel, C., & Vildé, J.-L. (2005). *Microbiologie médicale et pathologie bactérienne*. Paris : Masson.
135. NGUYEN, T. H., ROIG, B., DUBOIS, P. et CLOUET, E. (2012). Polyphenols in cosmetics: Challenges and recent developments. *International Journal of Cosmetic Science*, 34(4), 289–298.
136. Nutrients. (2019). Polyphenols and Human Health. *Nutrients*, MDPI. <https://www.mdpi.com/journal/nutrients>
137. Pandel, R., Poljšak, B., Godic, A., et Dahmane, R. (2017). Skin photoaging and the role of antioxidants in its prevention. *ISRN Dermatology*, 2013, Article ID 930164. <https://doi.org/10.1155/2013/930164>

Références bibliographiques

138. Pandey, K. B., & Rizvi, S. I. (2009). Plant polyphenols as dietary antioxidants in human health and disease. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity*, 2(5), 270–278. <https://doi.org/10.4161/oxim.2.5.9498>
139. Pietta, P. G. (2000). Flavonoids as antioxidants. *Journal of Natural Products*, 63(7), 1035–1042. <https://doi.org/10.1021/np9904509>
140. Rastegar, S., Rahemi, M., Vazifeshenas, M. R., & Gholami, M. (2012). Enzymatic activity and physicochemical properties during ripening of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit. *Food Chemistry*, 134(1), 305–310. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.02.105>
141. Rauf, A., Imran, M., Abu-Izneid, T., Patel, S., Pan, X., Naz, S., ... & Mubarak, M. S. (2021). Proanthocyanidins: A comprehensive review. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 140, 111759. <https://doi.org/10.1016/j.biopha.2021.111759>
142. Raven, P. H., Evert, R. F., et Eichhorn, S. E. (2007). *Biologie végétale* (8^e éd.). De Boeck Supérieur.
143. Ribéreau-Gayon, P. (1968). Les composés phénoliques des végétaux: Flavonoïdes, tanins, coumarines, lignines. Dunod.
144. Roberfroid, M. B. (2002). Dietary polyphenols and human health. *Nutrition Reviews*, 60(11), 469–475. <https://doi.org/10.1111/j.1753-4887.2002.tb01503.x>
145. Saffi, J., Ariffin, A. A., & Zakaria, Z. A. (2008). Fatty acid composition of date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties from Sudan. *Food Chemistry*, 109(3), 611–617.
146. Sarni-Manchado, P., Cheynier, V., & Moutounet, M. (1998). Interactions of grape seed tannins with salivary proteins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(1), 92–98. <https://doi.org/10.1021/jf970500z>
147. Scalbert, A., Johnson, I. T., & Saltmarsh, M. (2005). Polyphenols: Antioxidants and beyond. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 81(1 Suppl), 215S–217S. <https://doi.org/10.1093/ajcn/81.1.215S>
148. Scalbert, A., Manach, C., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2000). Dietary polyphenols and the prevention of diseases. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 40(4), 287–306. <https://doi.org/10.1080/10408690091189275>
149. Serrano, J., Puupponen-Pimiä, R., Dauer, A., Aura, A. M., & Saura-Calixto, F. (2009). Tannins: Current knowledge of food sources, intake, bioavailability and biological effects. *Molecular Nutrition & Food Research*, 53(S2), S310–S329. <https://doi.org/10.1002/mnfr.200900039>
150. Shahidi, F., et Ambigaipalan, P. (2015). Phenolics and polyphenolics in foods, beverages and spices: Antioxidant activity and health effects – A review. *Journal of Functional Foods*, 18, 820–897. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.06.018>
151. SIES, H., STAHL, W. et SEVANI, A. (2005). Nutritional, dietary and postprandial oxidative stress. *The Journal of Nutrition*, 135(5), 969–972.
152. Singh, C. K., George, J., & Ahmad, N. (2017). Resveratrol-based combinatorial strategies for cancer management. *Annals of the New York Academy of Sciences*, 1403(1), 20–29. <https://doi.org/10.1111/nyas.13495>
153. Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic–phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144–158.
154. Stevanović, M., Zvezdanović, J., Palić, R., & Marković, D. (2018). Polyphenols as skin protective agents against UV radiation. *International Journal of Cosmetic Science*, 40(5), 400–406. <https://doi.org/10.1111/ics.12478>

Références bibliographiques

155. Sun, B., Ricardo-da-Silva, J. M., & Spranger, I. (1998). Critical factors of vanillin assay for catechins and proanthocyanidins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(10), 4267–4274. <https://doi.org/10.1021/jf980366j>
156. Szauffer-Hadjrych, M. (2004). Application of the Arnov method for determination of phenolic acids in pharmaceutical raw materials. *Acta Poloniae Pharmaceutica*, 61(3), 165–169.
157. Tang, Z., Fan, Y., Wang, Y., & Xu, Y. (2013). Amino acid composition of different date (*Phoenix dactylifera* L.) cultivars from China. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(47), 11288–11293
158. Teleszko, M., & Wojdyło, A. (2015). Comparison of phenolic compounds and antioxidant potential between selected edible fruits and their leaves. *Journal of Functional Foods*, 14, 736–746. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.02.041>
159. Telli, A., Chebana, M., & Maachi, R. (2010). Caractérisation physico-chimique des dattes algériennes (*Phoenix dactylifera* L.). *Revue des Bioressources*, 10(3), 45–52
160. Thomas Demier. (2016). Antioxydants alimentaires et leurs mécanismes d'action. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 51(3), 150–159
161. THOMPSON, J. (2003). Date fruit development and ripening. In: *Date palm cultivation*. FAO Plant Production and Protection Paper No. 156, Rome: FAO, pp. 41–48
162. Törrönen, R., Kolehmainen, M., Sarkkinen, E., Poutanen, K., & Mykkänen, H. (2018). Berries modify the postprandial plasma glucose response to sucrose in healthy subjects. *British Journal of Nutrition*, 103(8), 1094–1097. <https://doi.org/10.1017/S0007114510000217>
163. Touafek, O. (2010). Usage des plantes médicinales en médecine traditionnelle algérienne. In M. Ait Baziz & M. Chemali (Eds.), *Phytothérapie et recherches récentes* (pp. 101–115). Alger : Éditions universitaires.
164. Toufeksian, M. C., Mabrouk, M. E. M., et De Lorgeril, M. (2008). Les flavonoïdes: intérêt nutritionnel et thérapeutique. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 22(1), 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.nupar.2007.11.003>.
165. Tu, B. H., Kim, J. S., et Kim, J. H. (2007). Protective effect of flavonoids against oxidative stress-induced retinal ganglion cell death. *Journal of Nutritional Biochemistry*, 18(10), 717–724. <https://doi.org/10.1016/j.jnutbio.2007.01.008>
166. Ulanowska, K., Wolska, K. I., & Zdzisinska, B. (2008). Antimicrobial activity of natural plant extracts on bacterial nucleic acid and protein synthesis. *Phytotherapy Research*, 22(6), 761–766. <https://doi.org/10.1002/ptr.2391>.
167. Vermerris, W., et Nicholson, R. (2006). *Phenolic Compound Biochemistry*. Springer.
168. Williams, R. J., Spencer, J. P. E., et Rice-Evans, C. (2004). Flavonoids: antioxidants or signalling molecules? *Free Radical Biology and Medicine*, 36(7), 838–849 <https://doi.org/10.1016/j.freeradbiomed.2004.01.001>
169. Woodman, O. L., & Chan, E. C. (2004). Vasoprotective effects of flavonoids in hypertension. *Current Opinion in Lipidology*, 15(4), 409–415. <https://doi.org/10.1097/01.mol.0000135255.10976.e0>.
170. Yamamoto, A., Takenouchi, K., Ito, M., & Iwase, Y. (2015). Green tea polyphenols for skin disorders. *Journal of Clinical Biochemistry and Nutrition*, 57(1), 1–7. <https://doi.org/10.3164/jcbn.14-94>.
171. ZAHER, F. et BAAZIZ, M. (2006). Le palmier dattier et l'aménagement durable des oasis du Maghreb. *Revue des Régions Arides*, 18(1), 25-31.

Références bibliographiques

172. ZOHRA, D., LOUNIS, M. et BENMOUSSA, H. (2018). Impact environnemental de l'éclaircissage des dattes dans les oasis du Sahara algérien. *Revue des Sciences de l'Environnement*, 23(2), 113-122.

Annexes

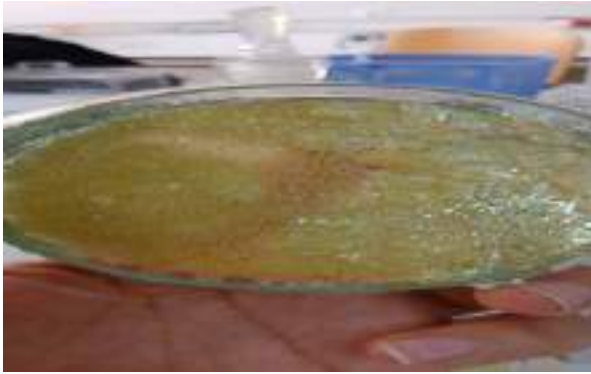
Annexes

Annexes

1/ Diverses étapes de l'extraction



Annexes

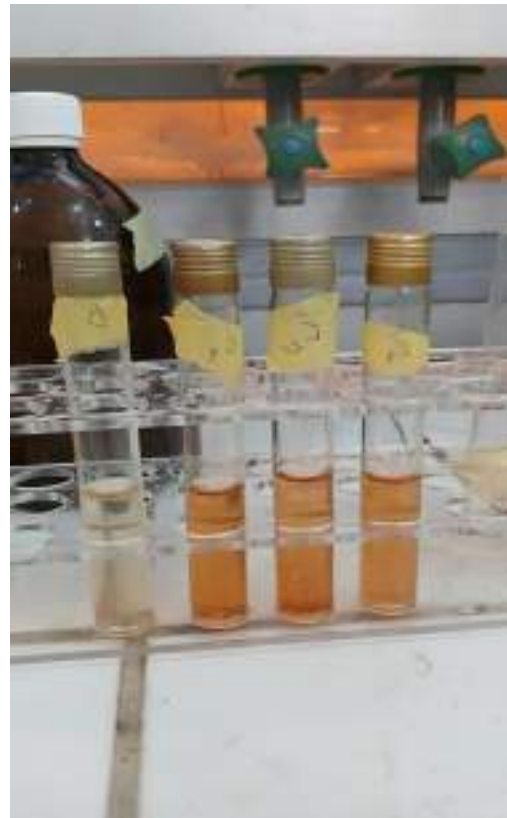


2 /Diverses analyses phytochimique

Dossage de polyphenol

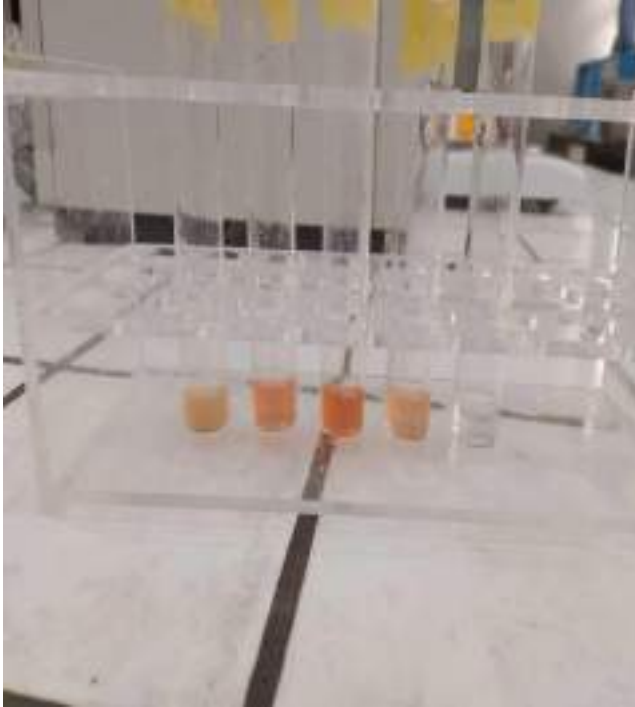


Dossage de flavonoïde



Annexes

Dossage de tanine



Dossage des acides phenoliques



3/ activité biologique



dpph



antiinflammatoire

Annexes



Abts

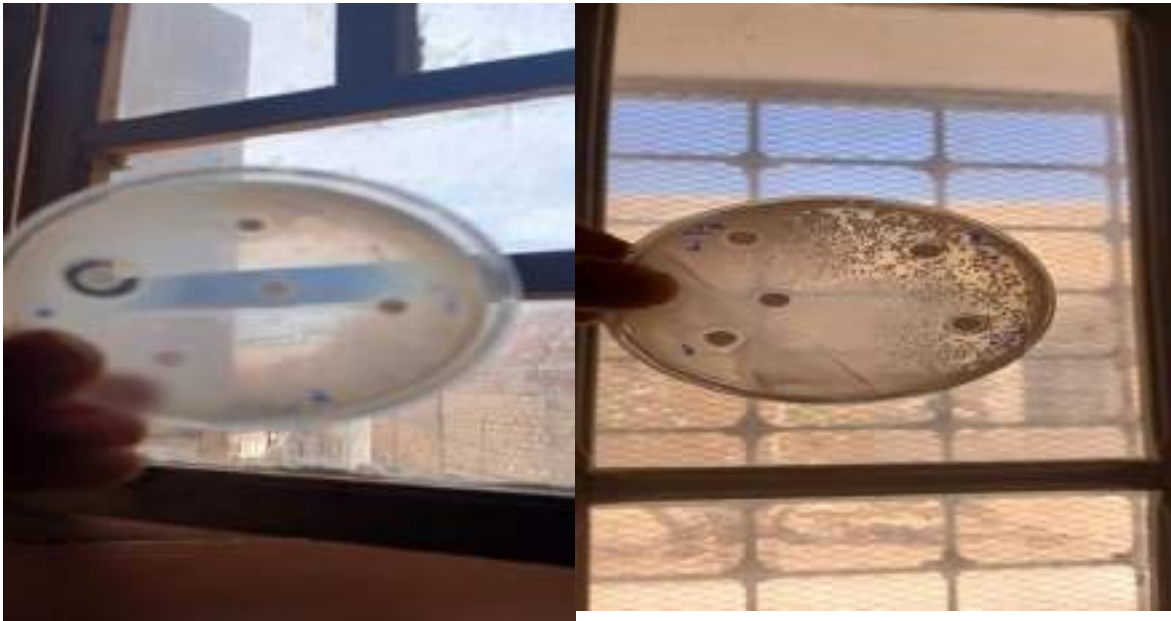


Frap

Activité antimicrobienne



Annexes



Annexes

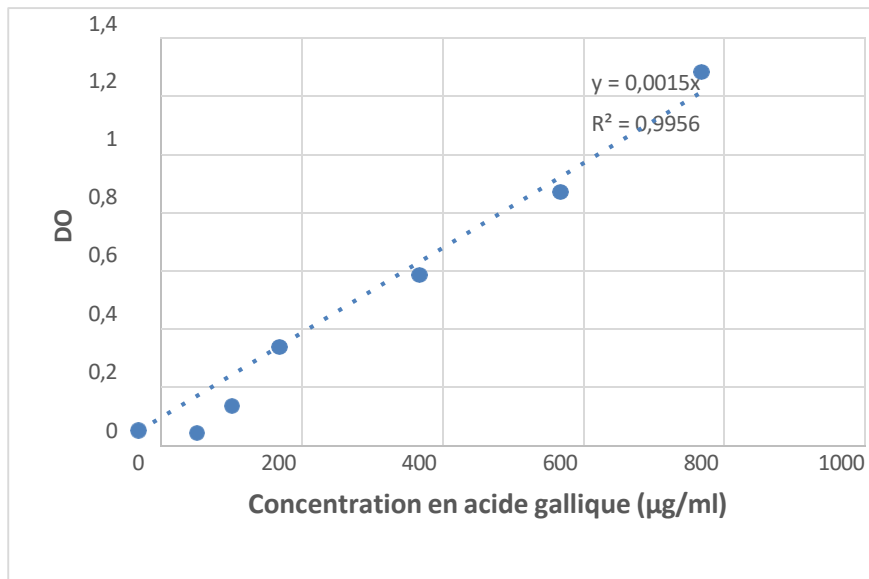


Figure 13 : Gamme d'étalonnage d'acide gallique

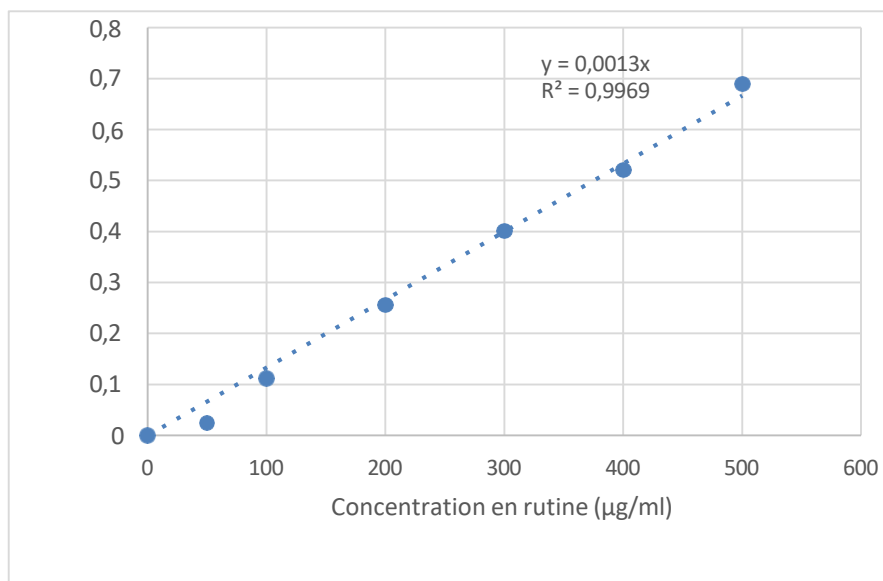


Figure 14 : Gamme d'étalonnage de la rutine

Annexes

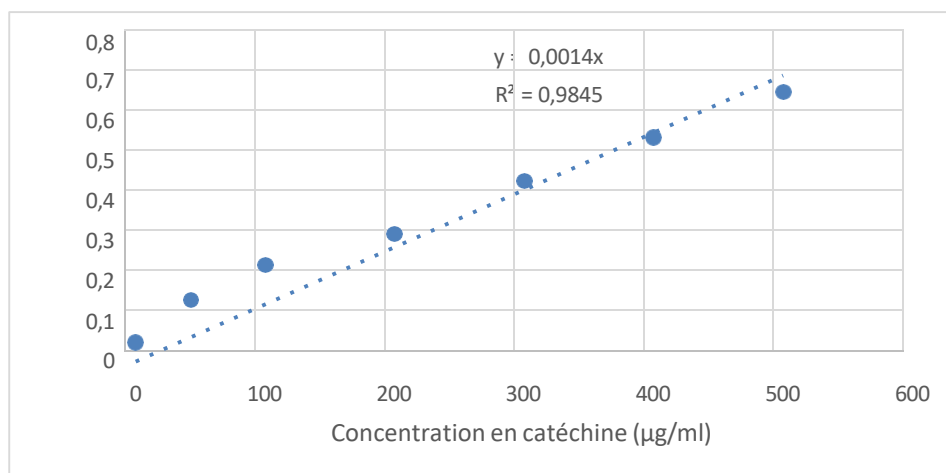


Figure 15 : Gamme d'étalonnage de catéchine

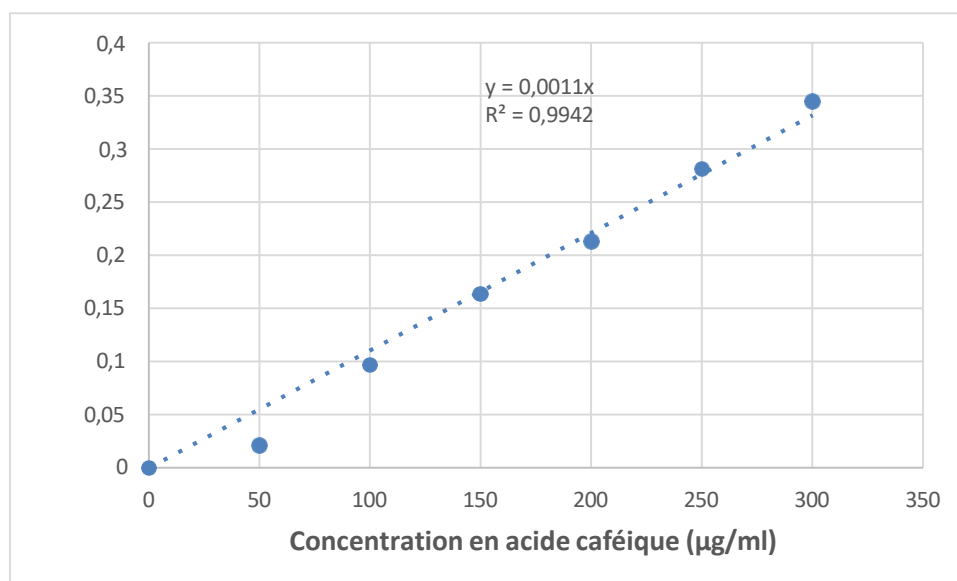


Figure 16 : Gamme d'étalonnage d'acide caféique

Annexes

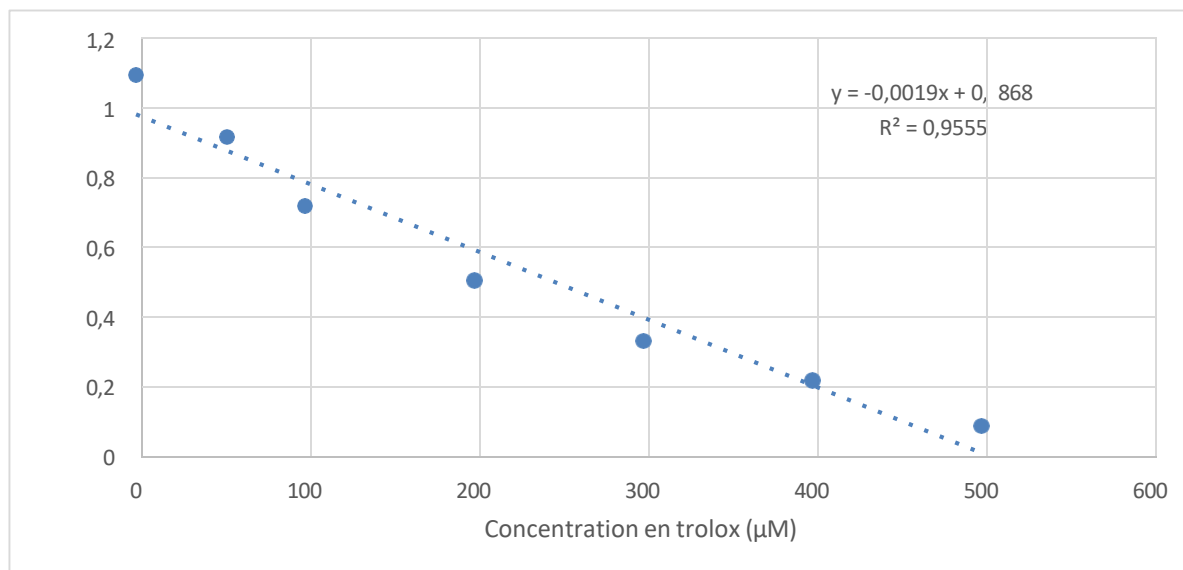


Figure 17 : Gamme d'étalonnage de trolox

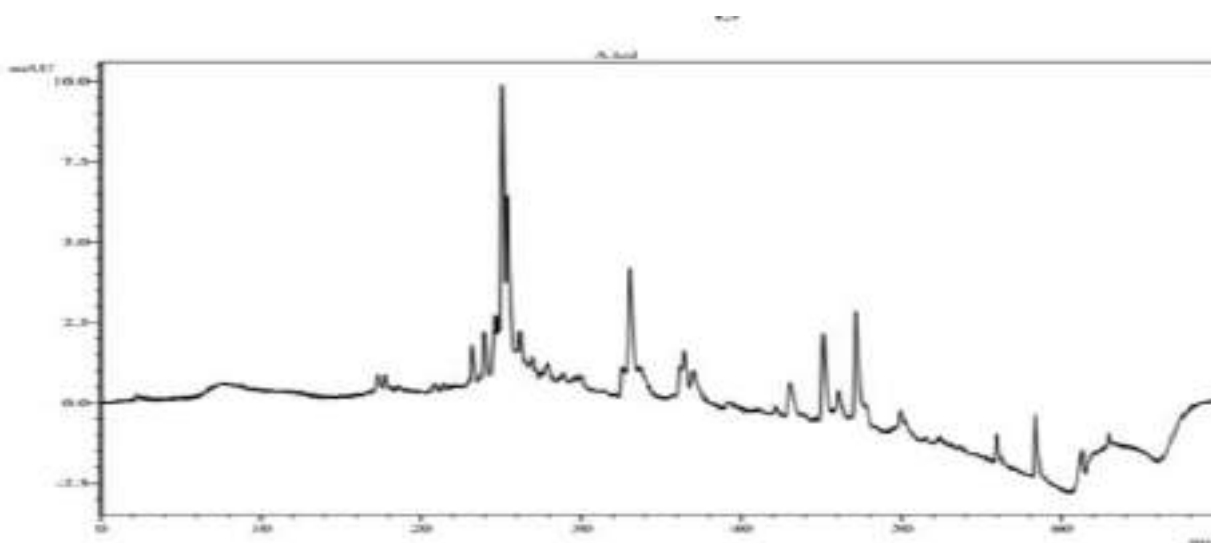


Figure 18 : Profil chromatographique HPLC des composés phénoliques extraits de la pulpe de dattes prématurées

ملخص:

يندرج هذا العمل ضمن إطار تثمين التمور غير الناضجة من صنف Bert bada ، والتي تم جنيها في مرحلة الخلال بمنطقة غرداية (الجزائر). يهدف هذا البحث إلى استخلاص المركبات الفينولية وتحديد حساسها البيولوجية بغرض تطبيقها في المجال التجميلي تم إجراء الاستخلاص باستخدام تقنية التقع في منيبات كحولية وشمات التحليل الكيميائية تحديد محتوى الفينولات الكلية الفلافونيدات، التانينات، والأحماض الفينولية، كما تم تقييم النشاط المضاد للأوكسدة باستخدام اختبارات DPPH ، ABTS ، FRAP ، بينما تم اختبار الخصائص المضادة للميكروبات في سلالات بكتيرية مختلفة بالإضافة إلى قياس النشاط المضاد للالتهاب وأنجزت دراسة التحليل الكروماتوغرافي (HPLC) لتحديد المركبات الفينولية الرئيسية أظهرت النتائج أن التمور غير الناضجة تحتوي على نسبة عالية من المركبات الفينولية ونشاط بيولوجي ماحوط خاصة النشاط المضاد للأوكسدة، النشاط المضاد للمكروبات والالتهاب، تشير هذه النتائج إلى إمكانية استخدام هذه المستخلصات في المستحضرات التجميلية الطبيعية. يفتح هذا البحث آفاقاً جديدة لتثمين الموارد المحلية بطريقة مبتكرة ومستدامة خصوصاً في مجال المنتجات الجلدية الطبيعية

الكلمات للمقايعة : التثمين التمور غير الناضجة ، المركبات الفينولية النشاط البيولوجي غرداية

Rèsumè:

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des dattes prématurées variété Bent Kbala, récoltées au stade Khalal dans la région de Ghardaïa (Algérie). L'objectif principal de cette étude était d'extraire, caractériser et évaluer les propriétés biologiques des composés phénoliques présents dans ces dattes, en vue d'une éventuelle application cosmétique. L'extraction a été réalisée par macération dans des solvants hydro-alcooliques. Les analyses biochimiques ont permis de quantifier les polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins et acides phénoliques. L'activité antioxydante a été évaluée à l'aide des tests DPPH, FRAP et ABTS, tandis que les propriétés antimicrobiennes ont été testées contre différentes souches bactériennes. L'activité anti-inflammatoire a été également mesurée in vitro. Enfin, la caractérisation par HPLC a permis d'identifier plusieurs composés phénoliques majeurs. Les résultats obtenus ont révélé une teneur élevée en composés phénoliques ainsi qu'une activité biologique significative, en particulier une forte activité antioxydante, activité antimicrobienne et anti-inflammatoire. Ces résultats suggèrent un potentiel intéressant pour l'utilisation cosmétique des extraits obtenus à partir des dattes prématurées. Ces travaux ouvrent la voie à une valorisation innovante et durable des ressources locales, notamment dans le domaine des produits dermocosmétiques naturels.

Mots clés : valorisation, dattes prématurées, composés phénoliques, activité biologique, Ghardaïa

Summary

This work aims to valorize premature dates (*Phoenix dactylifera* L.), specifically the Bent Kbala variety harvested at the Khalal stage in the Ghardaïa region (Algeria). The main objective was to extract and characterize phenolic compounds and evaluate their biological properties for potential cosmetic applications. Extraction was performed using hydroalcoholic maceration. Biochemical analyses included quantification of total polyphenols, flavonoids, tannins, and phenolic acids. Antioxidant activity was assessed using DPPH, FRAP, and ABTS tests. Antimicrobial activity was tested against various bacterial strains, and anti-inflammatory activity was evaluated in vitro. HPLC characterization identified the main phenolic constituents. The results revealed a high content of phenolic compounds and significant biological activity, particularly antioxidant, antimicrobial activity and anti-inflammatory effects. These findings suggest a promising potential for the cosmetic use of premature date extracts. This study opens perspectives for the innovative and sustainable valorization of local natural resources, especially in the field of natural dermocosmetic products.

Key words : valorization, premature dates, phenolic compounds, biological activity, Ghardaïa