

*République Algérienne Démocratique Et Populaire*  
*Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique*  
Université A. Mira - Bejaia

Faculté des Science de la Nature et Vie  
Département de Biologie Physico-chimique  
Filière: Sciences biologiques  
Option: Pharmacologie Moléculaire



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

## **MASTER**

### **Thème**

**Effet des méthodes d'extraction  
(Agitation, microonde et sonication) sur  
les teneurs en composés phénoliques et  
l'activité antioxydante des extraits de  
miel et de confiture de *Ziziphus jujuba***

Présenté par :

**DJABALI Kenza et DJELLOULI Kamilia**

Soutenu le : 20 Juin 2017

Devant le jury composé de :

M <sup>elle</sup> Ayouni K.	MAA	Présidente
M <sup>me</sup> Alliouï-Zemouri S.	MAA	Promotrice
Mr. Hamoum M.	MAA	Examineur

*Année Universitaire : 2016/2017*

# Remerciements

C'est avec un réel plaisir que nous réservons ces lignes en signe de gratitude et de profonde reconnaissance à tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation et à l'aboutissement de ce travail. et toutes les personnes qui sont présentes autour de nous en ce moment

Avant tout, nous remercions Dieu tout puissant, maître des cieux et de la terre, qui nous a permis de mener à bien ce travail

Nous tenons à présenter tout d'abord notre profonde gratitude :

À **M<sup>me</sup> Alioui-Zemouri** notre promotrice enseignante au département de Biologie Physico-Chimique (BPC) de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie à l'université de Bejaïa pour ses précieux conseils de tout ordre, sa disponibilité, sa patience, son attention qu'elle a apporté et sa gentillesse tout au long de la réalisation de ce mémoire

Nous remercions les membres de jury: **M<sup>elle</sup> AYOUNI K.** et **Mr HAMOUM M.**

d'avoir accepté de juger notre modeste travail.

Nous tenons à remercier l'ensemble du personnel du laboratoire BPC pour les bons moments passés qui ne pourront que rester inoubliables pour nous.

## *Dédicaces*

*Je ne trouve aucun mot ou expression, qui vont exprimer mes vifs sentiments de gratitude et remerciements*

*Je dédie ce travail :*

### *A ma mère*

*«Tu m'a donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir. Tous ce que je peux offrir ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance que je te porte. En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te remercier pour tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée.»*

### *A mon père*

*«L'épaulé solide, l'œil attentif compréhensif et la personne la plus digne de mon estime et de mon respect. Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, que Dieu te préserve et te procure santé et longue vie.*

»

### *A mes chers frères,*

*pour leur affection, compréhension et patience.*

*A toute ma famille, et mes amis, A mon binôme **Kenza** et toute sa famille. Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.*

## *Kamilia*



## *Dédicaces*

*Je ne trouve aucun mot ou expression, qui vont exprimer mes vifs sentiments de gratitude et remerciements  
Je dédie ce travail :*

*A ma très chère Mère et à mon cher Père, en témoignage et en gratitude de leurs dévouement, de leur soutien  
permanent durant toutes mes années d'études, leurs sacrifices illimités, leurs réconfort moral, eux qui ont  
consenti tant d'effort pour mon éducation, mon instruction et pour me voir atteindre ce but, pour tout cela  
et pour ce qui ne peut être dit, mes affections sans limite.*

*A mes adorables frères et sœurs que j'aime tant, que je ne remercierai jamais assez, que jamais assez pour leur  
soutien.*

*A ma chère Amie et binôme Kamilia pour tous les moments de joies et de peines qu'on a passé ensemble, A  
sa Famille aussi.*

*A toute ma famille, à mes amis, et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de ce travail.*

*Kenza*

### Liste des abréviations

**ABTS:** L'acide 2,2'-azino-bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique).

**EA :** Extraction par agitation.

**EAC:** Equivalent en acide ascorbique.

**EAG:** Equivalent en acide gallique.

**EAM :** Extraction assistée par microondes.

**EAU :** Extraction assistée par ultrasons.

**EQ :** Equivalent en quercitine.

**ET :** Equivalent en trolox.

**DPPH:** 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle.

**NaOH :** Hydroxyde de sodium.

**OH :** Radical libre hydroxyle.

**pH :** Potentiel d'hydrogène.

**P :** Probabilité.

**R<sup>2</sup>:** Coefficient de corrélation.

**Trolox®:** Acide 6-hydroxy-2,5,7,8-tétraméthylchroman-2-carboxylique.

**UV :** Ultraviolet.

## Liste des Figures

Figures	Titres	Pages
<b>01</b>	Fruit de <i>Ziziphusjuzuba</i>	<b>03</b>
<b>02</b>	Composition moyenne du miel	<b>07</b>
<b>03</b>	Extracteur Soxhlet	<b>09</b>
<b>04</b>	Représentation schématique du phénomène de cavitation acoustique	<b>11</b>
<b>05</b>	Principe du chauffage assisté par microondes	<b>12</b>
<b>07</b>	Récapitulation des étapes de dosage des polyphénols totaux	<b>16</b>
<b>08</b>	Récapitulation des étapes de dosage des flavonoïdes	<b>17</b>
<b>09</b>	Récapitulation des étapes d'évaluation du pouvoir réducteur	<b>18</b>
<b>10</b>	Récapitulation des étapes d'évaluation de l'activité antiradicalaire (DPPH)	<b>19</b>
<b>11</b>	Récapitulation des étapes d'évaluation de l'activité antiradicalaire (ABTS)	<b>20</b>
<b>12</b>	Le taux d'humidité de la confiture et de miel de <i>Ziziphusjuzuba</i>	<b>22</b>
<b>13</b>	La mesure de pH de la confiture et de miel de <i>Ziziphusjuzuba</i>	<b>23</b>
<b>14</b>	Le taux d'acidité de la confiture et de miel de <i>Ziziphusjuzuba</i>	<b>23</b>
<b>15</b>	Teneurs en polyphenols totaux des extraits la confiture (a) et miel de jujube (b) obtenus par différentes méthodes	<b>24</b>
<b>16</b>	Teneurs en flavonoïdes des extraits de la confiture (a) et miel de jujube (b) obtenus par différentes méthodes.	<b>26</b>
<b>17</b>	Pouvoir réducteur des extraits de la confiture (a) et miel de jujube (b) obtenus par différentes méthodes.	<b>28</b>
<b>18</b>	Activité antiradicalaireDPPH des extraits confiture (a)et de miel de jujube (b) obtenus par différentes méthodes d'extraction.	<b>30</b>
<b>19</b>	Activité antiradicalaireABTS des extraits de confiture (a) et de miel de jujube (b)obtenus par différentes méthodes d'extraction.	<b>32</b>

**Liste des tableaux**

<b>Tableaux</b>	<b>Titres</b>	<b>Pages</b>
<b>I</b>	Composition chimique de fruit de <i>Ziziphus jujuba</i>	<b>04</b>
<b>II</b>	Composition chimique d'une confiture	<b>06</b>



Remerciements	
Dédicaces	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction Générale.....	1

## Chapitre I : Revue bibliographique

I.1- Généralités sur le jujube, le miel et la confiture de jujube.....	3
I.1.1- Le jujubier ( <i>Ziziphus jujuba</i> ) .....	3
I.1.2- Classification.....	3
I.1.3- Description botanique .....	4
I.1.4- Composition chimique de <i>Ziziphus jujuba</i> .....	4
I.1.5- Propriétés thérapeutiques de <i>Ziziphus jujuba</i> .....	5
I.2- La Confiture.....	5
I.2.1- Composition chimique de la confiture.....	5
I.2.2- Propriétés thérapeutiques de la confiture de <i>Ziziphus jujuba</i> .....	6
I.3- Le miel .....	6
I.3.1- Composition chimique de miel de <i>Ziziphus jujuba</i> .....	7
I.3.2- Propriétés thérapeutique de miel <i>Ziziphus jujuba</i> .....	7
I.4- Méthodes d'extractions des composés bioactifs à partir des plantes .....	7
I.4.1- Les méthodes classiques .....	8
I.4.1.1- Macération .....	8
I.4.1.2- L'extraction par Soxhlet .....	9

I.4.2- Les méthodes alternatives .....	10
I.4.2.1- Extraction assistée aux ultrasons .....	10
I.4.2.2- Extraction assistée par microondes .....	11

### **Chapitre II : Matériels et Méthodes**

II.1- Echantillonnage .....	13
II.1.1- Echantillon de miel.....	13
II.1.2- Echantillon de confiture.....	13
II.2- Paramètres physico-chimiques.....	13
II.2.1- Humidité .....	13
II.2.2- pH.....	14
II.2.3- Acidité titrable.....	14
II.3- Préparation des extraits .....	14
II.3.1- Extraction par agitation.....	14
II.3.2- Extraction assistée par ultrasons.....	15
II.3.3- Extraction assistée par microondes .....	15
II.4- Dosage des antioxydants .....	16
II.4.1- Dosage des composés phénoliques totaux.....	16
II.4.2- Dosage des flavonoïdes .....	17
II.5- Activités antioxydantes.....	18
II.5.1- Pouvoir réducteur .....	18
II.5.2- Activité anti-radicalaire (DPPH) .....	20

II.5.3- Activité antiradicalaire (ABTS).....	21
II.6- Analyse statistique.....	22

### **Chapitre III : Résultats et discussion**

III.1- Paramètres physico-chimiques.....	23
III.1.1- Humidité .....	23
III.1.2- pH.....	22
III.1.3- Acidité titrable .....	24
III.2- Dosages des antioxydants.....	25
III.2.1- Teneurs en polyphénols totaux .....	25
III.2.2- Teneurs en flavonoïdes totaux .....	27
III.3- Activité antioxydante.....	29
III.3.1- Pouvoir réducteur .....	30
III.3.2- Activité antiradicalaire DPPH .....	31
III.3.3- Activité antiradical ABTS .....	33
III.4- Discussion.....	35
Conclusion et perspectives.....	40

*Références bibliographiques*

*Annexe*

---

# *Introducción*

---

## Introduction

Les plantes médicinales sont utilisées depuis l'antiquité dans la médecine traditionnelle. Selon **Mokkadem, (1999)**, l'Algérie comprenait plus de 600 espèces de plantes médicinales et aromatiques. Ces espèces, à vertus médicinales, peuvent être utilisées comme source de substances naturelles (huiles végétales, polyphénols, vitamines). Ainsi, la valorisation de ces plantes à des fins thérapeutiques, pharmaceutiques, alimentaires et cosmétiques a fait l'objet de plusieurs recherches.

*Ziziphus jujuba* est l'une des plantes médicinales fruitières épineuses de la famille des Rhamnacées largement utilisée en médecine traditionnelle, cultivée dans des régions subtropicales de l'Asie, particulièrement en Chine, en Amérique et en Europe. La Chine est le plus grand producteur contribuant à plus de 90% de la production de jujube du monde et le seul pays exportant le fruit de jujube. C'est une espèce polyvalente : ses fruits, ses feuilles et ses racines présentent plusieurs intérêts sur le plan nutritif, cosmétique et médicinal (**Wang et al., 2016**)

Le miel est une substance sucrée totalement nature, il est l'un des produits issus de la ruche, le miel de *Ziziphus jujuba* est considéré comme étant l'un des miels les plus chers au monde, il est très recherché pour ses qualités thérapeutiques notamment contre les maladies du foie, de l'estomac du diabète et autres (**Gonnet et al., 1982**).

La confiture est le mélange, porté à la consistance gélifiée appropriée de sucres, de pulpe et/ou de purée d'une ou de plusieurs espèces de fruits et d'eau. La confiture de jujube constitue un remède efficace contre de nombreuses maladies immunitaires, anti-infectieuses et antimicrobiennes (**Gusakova et al., 1999**).

L'extraction des composés phénoliques à partir de la matière végétale, est une étape très importante dans leurs identifications. En conséquence, les différentes méthodes d'extraction ont une influence sur les rendements d'extraction de composés phénoliques de source végétale.

Des méthodes dites traditionnelles, comme le Soxhlet, l'hydrodistillation et la macération qui est basée sur la solubilité de composés bioactifs dans un solvant d'extraction (**Handa et al., 2008**), étaient jusqu'ici considérées comme techniques de choix pour extraire les composés naturels. Cependant, ces procédés sont généralement longs, et nécessitent de grandes quantités de solvant organique. Ces dernières années ont été marquées par le développement de méthodes d'extraction alternatives qui font intervenir l'extraction par fluides supercritiques, l'extraction assistée par ultrasons et

l'extraction assistée par microondes (Wang et al., 2006). Ces techniques offrent de nombreux avantages d'un point de vue du temps d'extraction, de la consommation de solvant, du rendement d'extraction et de la reproductibilité, et cela sans altérer la qualité de l'extrait. (Letellier et al., 1999).

La présente étude inclus deux parties principales :

- ❖ La première partie est une synthèse bibliographique qui présente la description de *Ziziphus jujuba* et les méthodes d'extraction des polyphénols.
- ❖ La deuxième partie de ce travail est une étude expérimentale qui a pour but de :

\*De déterminer la meilleure méthode d'extraction (extraction assistée par microonde, extraction assistée par ultrasons et extraction sous agitation) de confiture et de miel de *Ziziphus jujuba*.

\*D'évaluer les paramètres physico-chimiques (pH, acidité, humidité), les teneurs en antioxydants (polyphénols totaux, flavonoïdes) et l'activité antioxydantes (pouvoir réducteur, activité anti-radicalaire DPPH et ABTS) des différents extraits de confiture et de miel de *Ziziphus jujuba*.

-----

*Revue  
bibliographique*

-----

## I.1- Généralités sur le jujube, le miel et la confiture de jujube :

### I.1.1- Le jujubier (*Ziziphus jujuba*) :

*Ziziphus jujuba* est une plante médicinale importante appartenant à la famille Rhamnaceae, arbuste épineuse connue par ses fruits ayant la grosseur d'une belle olive, utilisée pour traiter de nombreux troubles depuis l'Antiquité et considérée comme source de substances naturelles (huiles végétales, polyphénols, vitamines). Distribuée dans les régions tropicales et subtropicales dans le monde, particulièrement en Chine, où elle est cultivée depuis plus de 4000 ans. Elle est rencontrée couramment dans le nord de l'Algérie, dans le Midi de la France, en Tunisie et au Maroc (Walali et al., 2003). C'est une espèce polyvalente : ses fruits, ses feuilles et ses racines présentent plusieurs intérêts sur le plan nutritif, cosmétique et médicinal (Wang et al., 2016).



**Figure 01** : Fruit de *Ziziphus jujuba* (Mengjun et al., 2003)

### I.1.2- Classification :

La classification de *Ziziphus jujuba* n'est pas claire. En effet, plusieurs auteurs ont attribué les mêmes noms à plusieurs espèces (Edward et al., 1994). La classification adoptée est celle de Laamouri (2009) :

**Embranchement** : *Spermatophyte*.

**Sous embranchement** : *Angiosperme*.

**Ordre** : *Celastrales*.

**Famille** : *Rhamnacées*.

**Genre** : *Ziziphus*.

**Espèce** : *Ziziphus jujuba*



### I.1.3- Description botanique :

C'est un arbuste de 4 à 5 m de hauteur ou arbre atteignant 12 mètres. Le système racinaire est très développé. Son écorce est gris à tranche brune, rouge pâle. Ces Branches réparties, dressées et verticillées, avec deux Épines l'une droite et l'autre courbée, devenant gris brun flexueux et terne (Mahajan et al.,2009).

*Z. jujuba* est une espèce à feuilles caduques glabres et ovales-lancéolées. Chaque feuilles, de 8 à 10 folioles, ayant une longueur de 2,5 cm à 5 cm et une largeur de 3 cm (Dinarvand et al., 2006). Leurs faces supérieures d'un vert vif sont brillantes et portent trois nervures qui convergent vers l'extrémité (Dawd et al., 2003).

Ses fleurs sont parfumées, verdâtre pâle de couleur jaune et petit avec des diamètres Allant de 4 à 8 mm elles ont cinq sépales, cinq pétales, cinq anthères (Yao, 2013).Elles sont complètes et hermaphrodites, avec un long pédoncule floral (Diallo, 2002).

Le fruit est une drupe ovoïde-oblong ayant la forme et la grosseur d'une belle olive d'abord vert, puis jaune et enfin rouge foncé à la maturité. Il ne contient qu'un noyau central. La pulpe est épaisse, d'un rouge jaunâtre un peu glutineuse, à saveur sucrée et fade (Mahajan et al., 2009).

### I.1.4- Composition chimique de *Ziziphus jujuba* :

*Ziziphus jujuba* est appréciée depuis l'antiquité, elle est très riche en vitamine (B,C) et elle contient des sucres, des protéines, des lipides et des fibres. Elle peut contenir également d'autres éléments minéraux comme le fer, le cuivre et le zinc. Plusieurs études sur le fruit de *Ziziphus jujuba* ont affirmé sa richesse en alcaloïdes, en flavonoïdes, en stérols, en tanins et en saponines triterpénoïdes (Ikram et al., 1981).

**Tableau I :** Composition chimique de fruit de *Ziziphus jujuba* (Li et al., 2007).

Aliments	Énergie	Carbohydrates	Lipides	Protéines	Sucre totaux	Vitamine A
100g de Fruit de <i>Ziziphus jujuba</i>	331 kJ (79 kcal)	20,23 g	0,2 g	1,2 g	1,8 g	40 µg
	Thiamine (B1)	Riboflavin (B2)	Vitamine C	Calcium	Magnésium	Phosphore
	0,02 mg	0,04 mg	69 mg	21 mg	10 mg	23 mg
	Potassium	Sodium	Zinc	manganèse	Fer	Eau
	250 mg	3 mg	0,05 mg	0,084 mg	0,48 mg	7786 g

## I.1.5- Propriétés thérapeutiques de *Ziziphus jujuba* :

*Zizyphus jujuba* est largement utilisée dans le traitement de certaines maladies. Les recherches actuelles sur les différentes activités pharmacologiques de *Ziziphus jujuba* ont ressorti plusieurs effets de grande importance pour la médecine moderne.

Les graines de *Z. jujuba*, sous forme de poudres, assurent la purification du sang et facilite la digestion. Plusieurs études leur accordent d'autres activités (hypnotique, sédative, hypotensive et hypothermique) (Su et al., 2002 ;Tripathi et al., 2001).

Le fruit de *Ziziphus jujuba* pour le traitement des infections inflammatoires de la gorge, des voies respiratoires, des inflammations intestinales, urinaires ainsi pour traiter la constipation (Zhao et al., 2006).

Les feuilles de *Z. jujuba* peuvent être utilisées dans la préparation du thé sous forme d'infusion (Zhao et al., 2008). Elles sont utilisées comme agent hypoglycémiant pour les diabétiques. Des études ont prouvé les effets hypnotiques et sédatifs des feuilles, connues comme régulatrices de l'activité du système nerveux central en réduisant l'anxiété en favorisant le sommeil et en réduisant l'obésité (Azam-Ali, 2006).

## I.2- La Confiture:

Le produit préparé a partir de fruit(s) entier(s) ou en morceaux, de pulpe et/ ou de purée concentrées ou non concentrées, d'une ou plusieurs sortes de fruits, mélangés avec des denrées alimentaires confèrent une saveur sucrée, avec une adjonction d'eau, jusqu'à l'obtention d'une consistance adéquate (Codex Stan 296-2009).

La mise au point de la confiture nécessite le respect de certains règles de base comme :

- Un taux de sucre entre 63 °Bx et 70 °Bx dans le produit fini ;
- Une acidité suffisante (pH 2.8 à 3.5) ;
- Un taux de matières sèches suffisantes au départ ;
- Une quantité de pectine suffisante pour la formation du gel (Brat et al., 2007).

### I.2.1-Composition chimique de la confiture :

La principale caractéristique des confitures est leur teneur élevée en glucides, de l'ordre de 60 %. Celles-ci sont constituées à la fois des sucres des fruits (dont le fructose) et de saccharose (sucre) ajouté. La confiture apporte environ 250 kcal pour 100 g, Comme les fruits réduisent à la cuisson, la confiture contient nettement plus de sucre que de fruits, et

contient aussi de nutriment intéressants, tels que les fibres, les minéraux et les vitamines (Anonymes, 1991).

**Tableau II :** Composition chimique d'une confiture (Anonyme, 1991)

<b>Aliment</b>	<b>20g de confiture (15ml)</b>
<b>Energie (kcal)</b>	56
<b>Glucides (g)</b>	14
<b>Sucres totaux (g)</b>	10
<b>Protéines (g)</b>	Tr
<b>Gras totaux (g)</b>	Tr
<b>Gras satures (g)</b>	Tr
<b>Fibres (g)</b>	0,2
<b>Potassium (mg)</b>	16
<b>fer (mg)</b>	0,1
<b>Magnésium (mg)</b>	1
<b>Vitamine C (mg)</b>	2

### **I.2.2-Propriétés thérapeutiques de la confiture de *Ziziphus jujuba* :**

La confiture du jujubier est fréquemment utilisée contre les maladies immunitaires et anti-infectieuses. Ils présentent plusieurs activités biologiques antimicrobiennes et anti-HIV (Guo et al., 2010). Elle est aussi utilisée traditionnellement dans la pharmacopée pour ses propriétés antalgiques, anti-inflammatoires et broncho-dilatatrices (Gusakova et al., 1999). Elle est utilisée dans le traitement des maladies hépatiques (Guo et al., 2010; Yamaoka et al., 1996).

### **I.3- Le miel :**

Le miel est une substance naturelle sucrée produite par les abeilles mellifères à partir du nectar de plantes ou à partir de sécrétions provenant de parties vivantes de plantes ou à partir d'excrétions d'insectes butineurs laissées sur les parties vivantes de plantes, que les abeilles butinent, transforment en les combinant avec des substances spécifiques qu'elles sécrètent elles-mêmes, déposent, déshydratent, emmagasinent et laissent affiner et mûrir dans les rayons de la ruche (Codex Stan 12-1981., 2001).

### I.3.1- Composition chimique de miel de *Ziziphus jujuba* :

Comme tous les miels, le miel de jujubier contient du fructose, du glucose, des acides gras et des vitamines B1, B2, B3, B5, B6 et C. Il peut prétendre à de nombreux avantages nutritionnels et énergétiques. Il contient aussi de l'acide ascorbique, en plus ou moins grande quantité selon la provenance et la récolte, ce qui lui permet d'avoir la capacité de lutter contre les radicaux libres responsables de certaines maladies et du vieillissement. On retrouve aussi dans le miel de jujubier des vitamines A qui participent à la croissance de notre corps mais aussi favorisent l'hydratation de la peau et des minéraux : potassium, calcium, cuivre, fer, zinc, manganèse, phosphore (Li et al., 2007). Il est évident qu'en réalité, la composition du miel est beaucoup plus complexe, tous les constituants sont loin d'être connus.

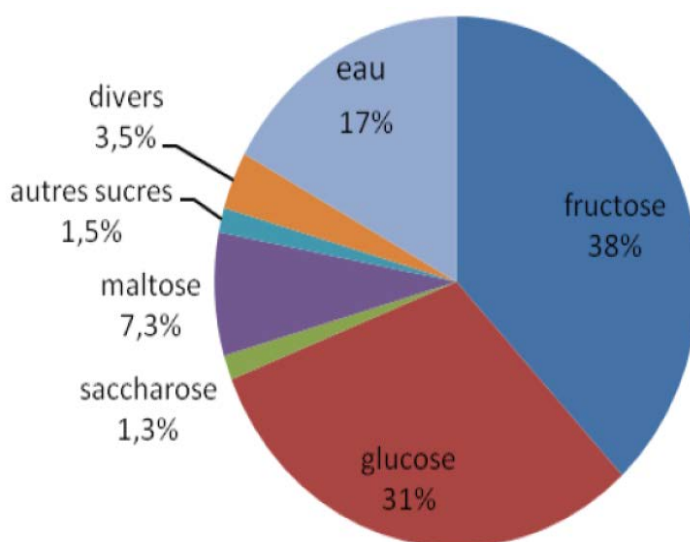


Figure 02: Composition moyenne du miel (Bruneau,2002).

### I.3.2- Propriétés thérapeutiques de miel *Ziziphus jujuba* :

Le miel de jujubier possède la réputation d'être le meilleur miel du Monde car il possède de nombreuses vertus thérapeutiques. Parmi ses vertus :

- Sa grande capacité à renforcer le système immunitaire ;
- Il cicatrise les plaies, les brûlures et les coupures en application externe ;
- Il est efficace pour le traitement des sinusites, angines et pathologies similaires car c'est un puissant antibiotique ;
- Anti ulcéreux puissant ;

- Il aide à la digestion mais aussi en cas de problèmes intestinaux (**Gonnet et al., 1982**).

## **I.4- Méthodes d'extractions des composés bioactifs à partir des plantes :**

L'extraction est la séparation des parties actives de tissus végétaux ou animaux des composants inactifs ou inertes à l'aide de solvants sélectifs, traditionnellement l'eau, les huiles végétales ou les graisses animales. Les produits ainsi obtenus sont relativement Impures sous forme de liquides, semi-solides ou poudres exclusivement destinés à un usage oral ou externe. Il s'agit de préparations connues comme les tisanes et les huiles médicinales (**Handa, 2008**). Les différentes méthodes d'extractions sont :

### **I.4.1- Les méthodes classiques :**

Les techniques classiques pour l'extraction par solvants de molécules actives à partir des matrices végétales sont basées sur le choix du solvant couplé à la température et/ou à l'agitation. Les techniques classiques existantes permettant d'extraire ces principes actifs incluent : Soxhlet, l'hydro-distillation et la macération avec un mélange alcool-eau ou une graisse chaude (**Luque de Castro et al., 1998**).

#### **I.4.1.1- Macération :**

La macération est la méthode d'extraction solide-liquide la plus simple. Elle consiste en la mise en contact du matériel végétal avec le solvant avec ou sans agitation, à température ambiante ou à température élevée pour une durée déterminée. Cette technique est basée sur la solubilité de composés bioactifs dans un solvant d'extraction et elle est influencée par une série de facteurs incluant la nature du matériel végétal, la concentration en solutés de l'échantillon, la nature du solvant, la durée d'extraction. La macération commence avec le choix d'un solvant d'extraction adéquat. Après une étape de diffusion du solvant à l'intérieur des cellules végétales le processus continue avec la solubilisation de composés bioactifs qui vont migrer de la matrice végétale vers le solvant environnant jusqu'à ce que l'équilibre de partage de concentration soit atteint (**Handa, 2008**).

### I.4.1.2- L'extraction par Soxhlet :

L'extraction par Soxhlet est une méthode simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à l'épuisement complet du soluté dans la matière première.

Le Soxhlet est composé d'un corps en verre, dans lequel est placée une cartouche en papier-filtre épais (une matière pénétrable pour le solvant), d'un tube siphon et d'un tube de distillation. Dans le montage, l'extracteur est placé sur un ballon contenant le solvant d'extraction. Le ballon est chauffé afin de pouvoir faire bouillir son contenu. La cartouche contenant le solide à extraire est insérée dans l'extracteur, au dessus duquel est placé un réfrigérant servant à liquéfier les vapeurs du solvant. Au fil des cycles, le solvant s'enrichit en substances extraites jusqu'à épuisement de l'échantillon en substances d'intérêt. (Grigonis, 2007).

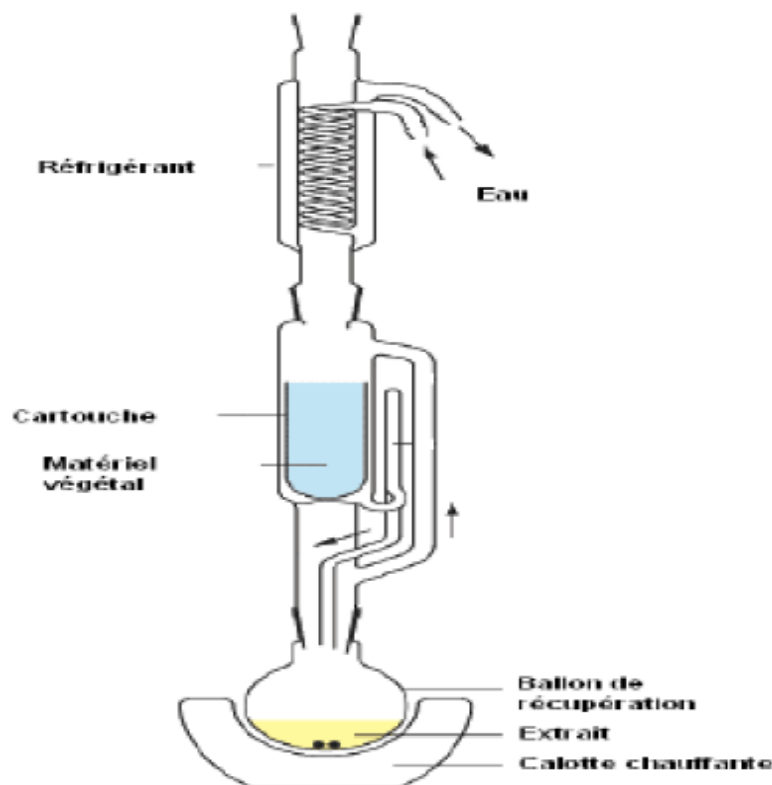


Figure 03 : Extracteur de Soxhlet (Grigonis.,2007).

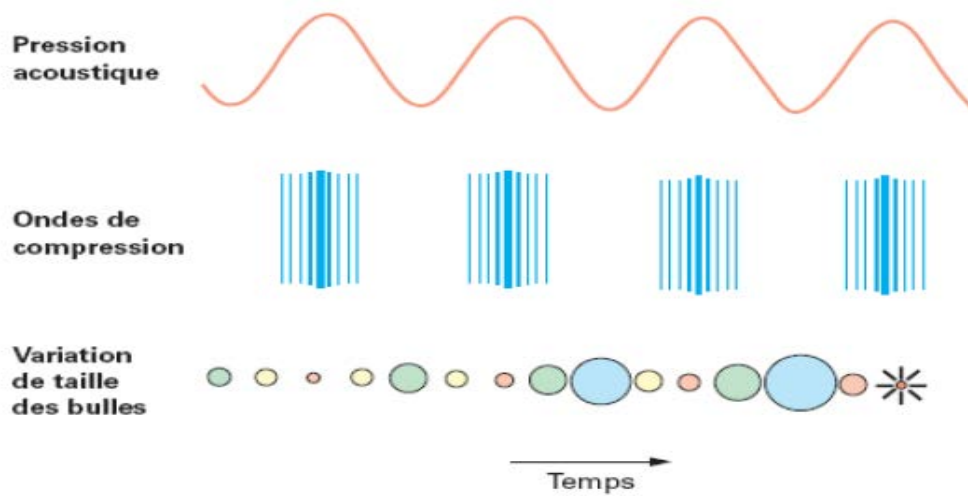
## I.4.2- Les méthodes alternatives :

L'extraction de molécules issues du matériel végétal ou ligneux par les techniques conventionnelles se révèle être une étape souvent délicate et très longue qui nécessite une consommation importante de solvant. Cela a pour conséquence d'engendrer des dégradations des matières traitées (à chaud par exemple) et de diminuer le rendement d'extraction. Une demande croissante de nouvelles techniques d'extraction permettant de réduire à la fois, le temps d'opération, la consommation de solvant et la quantité d'effluents. Les techniques modernes telles que l'extraction assistée par micro-ondes ou ultrasons, l'extraction par fluide supercritique et l'extraction par solvant accélérée sont des techniques rapides et efficaces pour extraire des composés chimiques des matrices solides de plantes. Ces techniques peuvent fonctionner à haute température et/ou haute pression améliorant nettement la but de palier la cinétique d'extraction (**Wang et al., 2006**).

### I.4.2.1- Extraction assistée aux ultrasons :

L'extraction par ultrasons est une méthode simple, efficace et peu coûteuse. Ses avantages les plus significatifs sont liés à l'augmentation du rendement d'extraction et une accélération de la cinétique par rapport à une extraction classique. Elle permet de travailler à des températures relativement basses et d'éviter la thermodestruction des composés. Cette technique est facile à mettre en œuvre. Comme le Soxhlet, l'extraction par ultrasons permet d'utiliser une large gamme de solvant afin d'obtenir différents composés naturels. Cependant, l'effet de l'extraction par ultrasons sur le rendement et la cinétique d'extraction est lié à la nature de la matrice végétale (**Kiriamiti, 2003**).

Le principe de cette procédure est illustré dans la figure 04 :



**Figure 04 :** Représentation schématique du phénomène de cavitation acoustique (**Draye et al., 2009**).

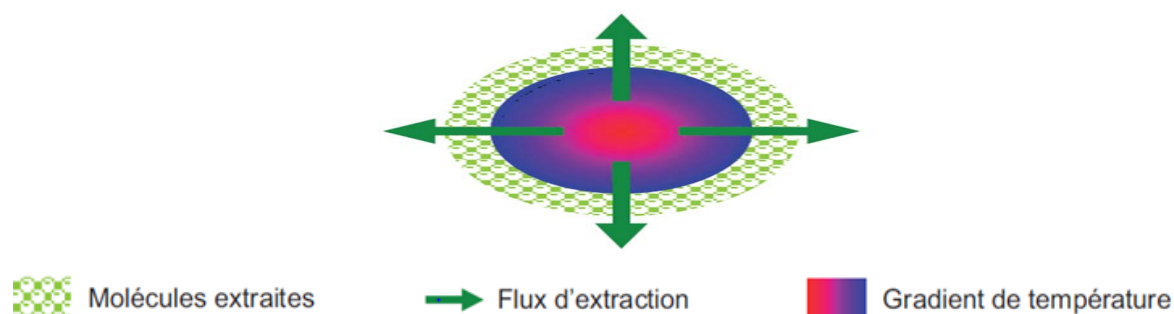
L'ultrason fait référence aux ondes sonores qui génèrent des vibrations mécaniques dans un solide, un liquide ou un gaz. À la différence des ondes électromagnétiques, les ondes sonores peuvent se propager dans une matière et elles impliquent des cycles d'expansion et de compression lors de la propagation dans le milieu. L'expansion peut créer des bulles qui se forment, se développent et s'effondrent dans un liquide. Près d'une surface solide, l'effondrement de cavité est asymétrique et produit un jet de liquide à grande vitesse (**Benamor,2008**). Ce phénomène est appelé la cavitation acoustique.

#### **I.4.2.2- L'extraction assistée par microondes :**

L'extraction assistée par microondes est un processus par lequel l'énergie microonde accélère l'extraction. Ce traitement accélère la rupture des cellules en provoquant une augmentation rapide de la température et de la pression interne dans les parois des cellules végétales (**Jawad et al., 2012; Inoue et al., 2010**).



Le principe de cette procédure est illustré dans la figure 05 :



**Figure 05** : principe de chauffage par microondes (Al-Harahsheh *et al.*, 2004).

Au cours du traitement par microonde, le chauffage provoque la rupture des liaisons hydrogène faibles par la rotation dipolaire des molécules. Une quantité considérable de pression s'accumule à l'intérieur du biomatériau, qui modifie les propriétés physiques des tissus biologiques et améliore la porosité de la matrice biologique. Ceci permet une meilleure pénétration du solvant d'extraction à travers la matrice (Yeoh *et al.*, 2008; Kratchanova *et al.*, 2004) et facilite l'extraction des composés entre autre les composés phénoliques (Mandal *et al.*, 2007).

Elle utilise de plus petites quantités de solvant, n'est pas couteuse et est considérablement rapide. Cependant, la température opératoire de cette technique est relativement haute (100 – 150 °C), ce qui pose des problèmes quand il s'agit de l'extraction d'antioxydants.

Les autres inconvénients de cette technique sont d'une part le rendement faible lorsque les solutés ou les solvants sont apolaires et d'autre part le besoin de l'étape postérieure de filtration ou de centrifugation pour éliminer le résidu solide de l'extrait (Wang *et al.*, 2006).

---

*Matériels*  
*et*  
*Méthodes*

---

### II.1- Echantillonnage :

#### II.1.1- Echantillon de miel :

Le miel de *Ziziphus jujuba* étudié provient de la région d'Aïn safra située à la wilaya d'El-naama. L'échantillon de miel est placé dans un flacon en verre stérile fermé et stocké à 4°C jusqu'à utilisation.

#### II.1.2- Echantillon de confiture :

50g de broyat de fruit de *Ziziphus jujuba* sont introduites dans une casserole. Une solution de saccharose (60° brix) est ajoutée. Le mélange subit une cuisson jusqu'à ébullition puis subit un refroidissement rapide. La confiture obtenue est conservée dans des pots stériles à 4°C.

### II.2- Paramètres physico-chimiques :

#### II.2.1- Humidité :

2 g de chaque échantillon est pesé dans un creuset, puis placé dans une étuve réglée à 105 °C pendant 48h heures. Les creusets sont retirés de l'étuve après 24 h et pesés, puis l'opération est répétée pour les 24h qui suivent. La teneur en humidité est définie comme étant la perte de poids subit lors de la dessiccation.

Le taux d'humidité des échantillons est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{Humidité \%} = \frac{P_1 - (P_{c'} - P_c) \cdot 100}{P_1}$$

**P<sub>1</sub>** : poids de l'échantillon avant l'étuvage (en gramme).

**P<sub>c'</sub>** : poids final de l'échantillon et de creusets après l'étuvage (en gramme).

**P<sub>c</sub>** : poids de creusets vide.

### II.2.3- pH :

Le pH est mesuré en ajoutant 20 ml d'eau distillée à 1 g de miel ou de confiture de *Ziziphus jujuba*. Les échantillons sont remués par un agitateur magnétique, le pH est mesuré par l'électrode du pH mètre déposée au niveau de l'échantillon, et sa valeur est notée directement après la stabilisation de l'afficheur de l'appareil.

### II.2.2- Acidité titrable :

La méthode utilisée pour la détermination de l'acidité titrable est décrite par **Ilkay et al** **.,2011** ; le titrage de l'acidité se fait avec une solution de NaOH (0.1N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur de couleur. La mesure de l'acidité est réalisée par la solution préparée pour la mesure de pH. La lecture du volume versé est effectuée sur la burette dès l'apparition de la couleur rose.

Les résultats de l'acidité titrable sont exprimés en gramme d'acide citrique pour 100g de produit :

$$C_{\text{acide}} = [V(\text{NaOH}) * C(\text{NaOH}) / V_{\text{acide}}] * 0.069 * 100.$$

**V(NaOH)** : Volume de NaOH

**C(NaOH)** : Concentration de NaOH

**V<sub>acide</sub>** : Volume de produit analysé

**0,069** : Facteur spécifique de l'acide citrique

### II.3- Préparation des extraits :

Les 3 différentes méthodes a savoir l'extraction par l'agitation, l'extraction assistée aux ultrasons et l'extraction assistée par microondes sont utilisées pour la préparation des extraits de la confiture et de miel de *Ziziphus jujuba* .

#### II.3.1- Extraction par agitation :

1g de confiture et 1g de miel de *Ziziphus jujuba* sont mis en contact avec 20 ml de solvant d'extraction (acétone 60% ou éthanol 60 %) et laissé en macération sous agitation pendant 1 heure a une température ambiante. Les extraits sont récupérés après centrifugation à 5000 tr/ min pendant 10 min et filtration .

### II.3.2-Extraction assistée aux ultrasons :

1g de confiture et 1g de miel sont mélangés avec 20 ml de solvant d'extraction (acétone 60% ou éthanol 60 %). puis les mélanges sont placés dans le bain de sonicateur, la sonde de sonicateur est introduite dans le mélange avec une amplitude de 75%, l'extraction est effectuée pendant 10 min. Les extraits sont récupérés après centrifugation à 5000 tr/min pendant 10 min et filtration.

### II.3.3-Extraction assistée par microondes :

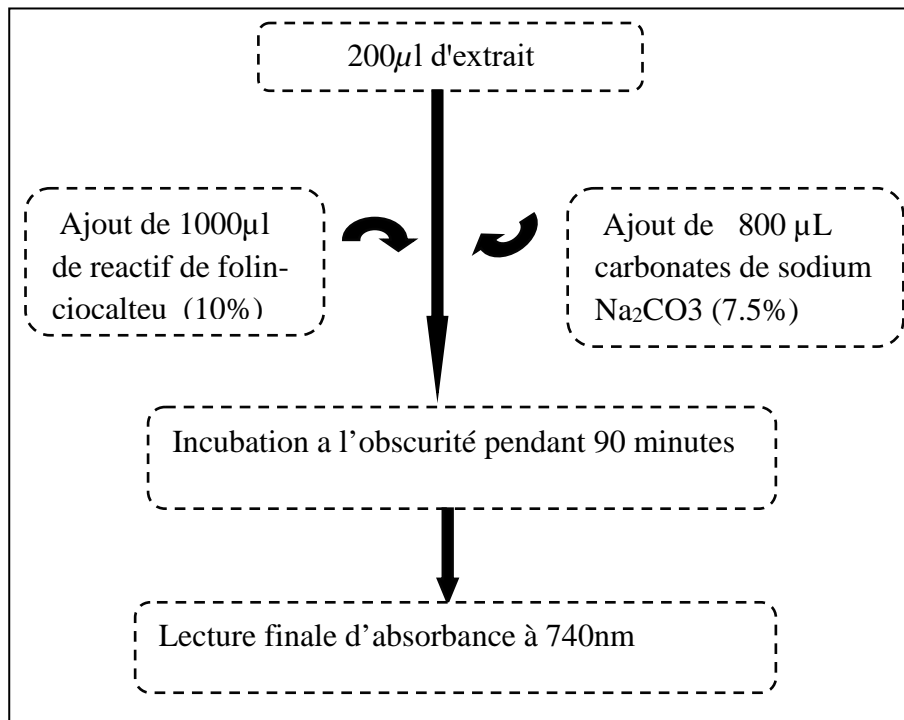
1 g de confiture et 1g de miel de jujube sont mélangés avec 20 ml de solvant d'extraction (acétone 60% ou éthanol 60 %), après les mélanges sont placés dans un microonde réglée à la puissance 700 watt pendant 1 min. Les extraits sont récupérés après centrifugation à 5000 tr/min pendant 10 min et filtration.

## II.4- Dosage des antioxydants :

### II.4.1- Dosage des composés phénoliques totaux :

Cette méthode est basée sur la réduction en milieu alcalin de mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ) du réactif de Folin-ciocalteu qui est de couleur jaune par le groupement oxydable des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de réduction de couleur bleu de tungstène et de molybdène dont l'intensité de la coloration est proportionnelle à la quantité des polyphénols totaux présents dans l'échantillon (**Georgé et al., 2005**).

200 $\mu$ l d'extrait sont mélangés avec 1000 $\mu$ l de réactif de folin-ciocalteu fraîchement préparé et dilué à 1/10 et 800 $\mu$ l de carbonates de sodium  $Na_2CO_3$  (7.5%). L'ensemble est incubé à une température ambiante pendant 90 minutes à l'obscurité. La lecture est effectuée contre un blanc sans extrait à l'aide d'un spectrophotomètre à 740nm.



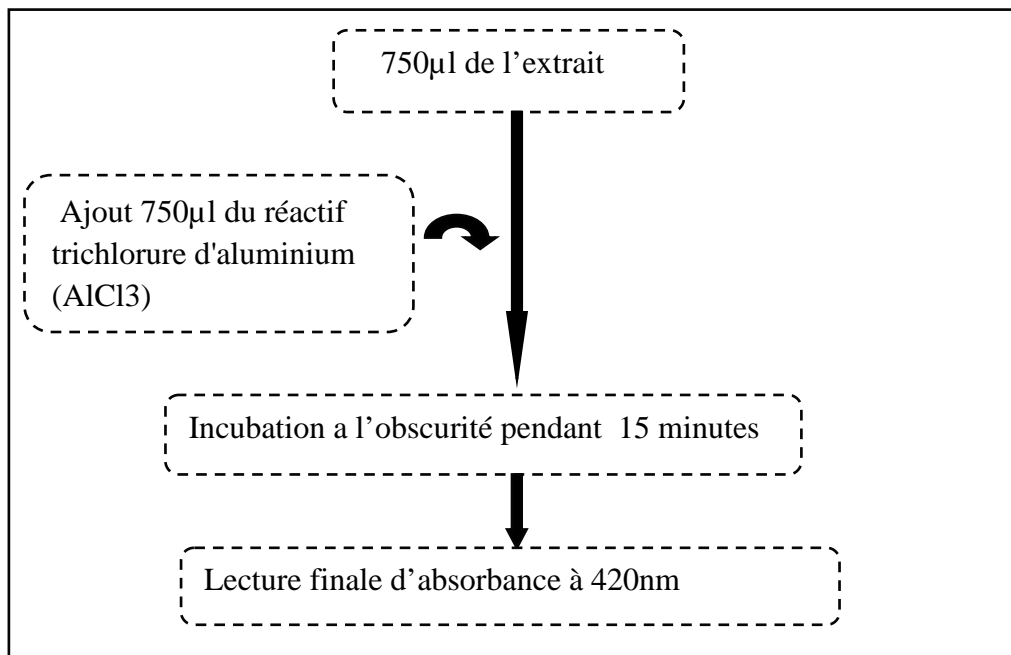
**Figure 7 :** Récapitulation des étapes de dosage des polyphénols totaux.

Les quantités des polyphénols correspondantes de chaque extrait sont rapportées en mg équivalent d'acide gallique (EAG) / 100 g de miel et de confiture de *Ziziphus jujuba* et déterminées par une courbe d'étalonnage réalisée dans les mêmes conditions expérimentales par l'acide gallique de différentes concentrations (Figure 01, Annexe I).

#### II.4.2-Dosage des flavonoïdes :

Les flavonoïdes (du latin *flavus*, jaune) sont des substances généralement colorées ré pondues chez les végétaux, Les teneurs des flavonoïdes sont mesurés en utilisant le trichlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>) comme réactif. La présence d'une case libre dans AlCl<sub>3</sub> forme une liaison dative avec les doublets libres de l'oxygène des groupements OH des flavonoïdes, en produisant un complexe très stable de couleur jaune. (Bahorun, 1997)

Cette méthode consiste à mélanger 750 µl de l'extrait et 750 µl du réactif trichlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>), après incubation à 15 minutes dans l'obscurité à température ambiante. Les absorbances sont mesurées à partir d'un spectrophotomètre UV-visible à 420 nm (Figure 8).



**Figure 8 :** Récapitulation des étapes de dosage des flavonoïdes

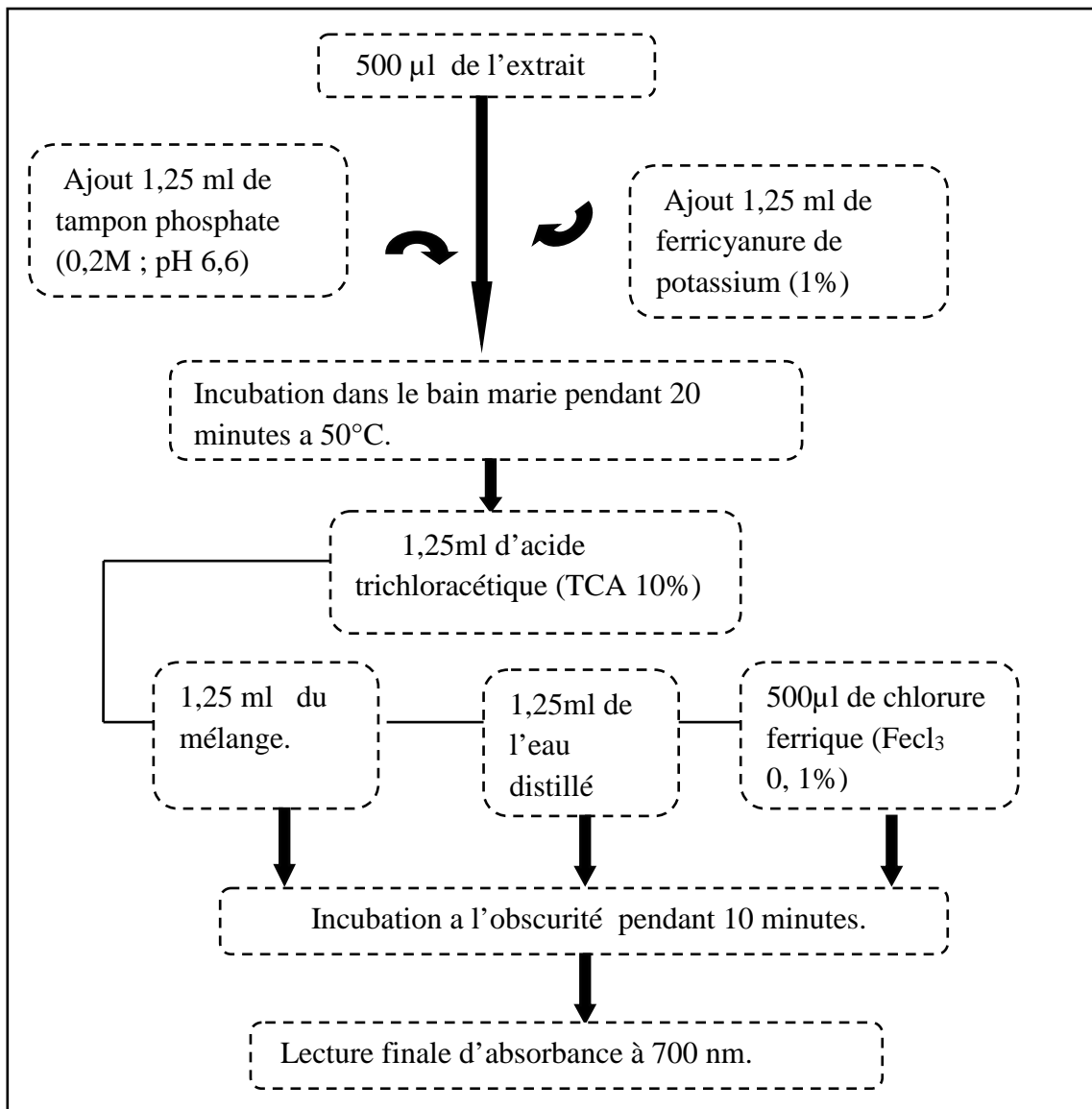
La quantification de flavonoïdes est faite en fonction d'une courbe d'étalonnage linéaire ( $y=ax$ ) réalisée par une solution étalon (Quercétine) à différentes concentrations. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent de quercétine (EQ)/ 100 g de miel et de confiture de *Ziziphus jujuba*. (Figure 02, Annexe I).

## II.5- Activité antioxydants

### II.5.1- Pouvoir réducteur :

Cette méthode mesure le pouvoir réducteur des antioxydants présents dans les extraits par leur capacité de réduire le fer  $Fe^{3+}$  complexe ferricyanide à la forme ferreuse. Par conséquent,  $Fe^{2+}$  peut être évalué en mesurant et en surveillant l'augmentation de la densité de la couleur bleu vert dans le milieu réactionnel à 700 nm (**Amarowicz et al., 2004**).

500 µl de l'extrait sont mélangés avec 1,25 ml de tampon phosphate (0,2 M ; pH 6,6) et 1,25 ml de ferricyanure de potassium (1%), puis le mélange est incubé à 50° C pendant 20 minutes dans le bain marie. 1,25 ml d'acide trichloroacétique (TCA 10%) sont ajoutés au mélange, Après récupération de 1,25 ml de ce dernier, 1,25 ml de l'eau distillée et 500 µl de chlorure ferrique ( $FeCl_3$  0,1%) sont ajoutés, le mélange est incubé à l'obscurité pendant 10 minutes. Les absorbances sont mesurées à 700 nm (Figure 9).



**Figure 9** : Récapitulation des étapes d'évaluation du pouvoir réducteur.

Le pouvoir réducteur de chaque extrait est calculé à partir d'une courbe d'étalonnage linéaire ( $y = ax$ ) établie avec des concentrations précises d'acide ascorbique Comme standard de référence.

Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent d'acide ascorbique (EAC)/100g de confiture et de miel de *Ziziphus jujuba* (Figure 03, Annexe I).

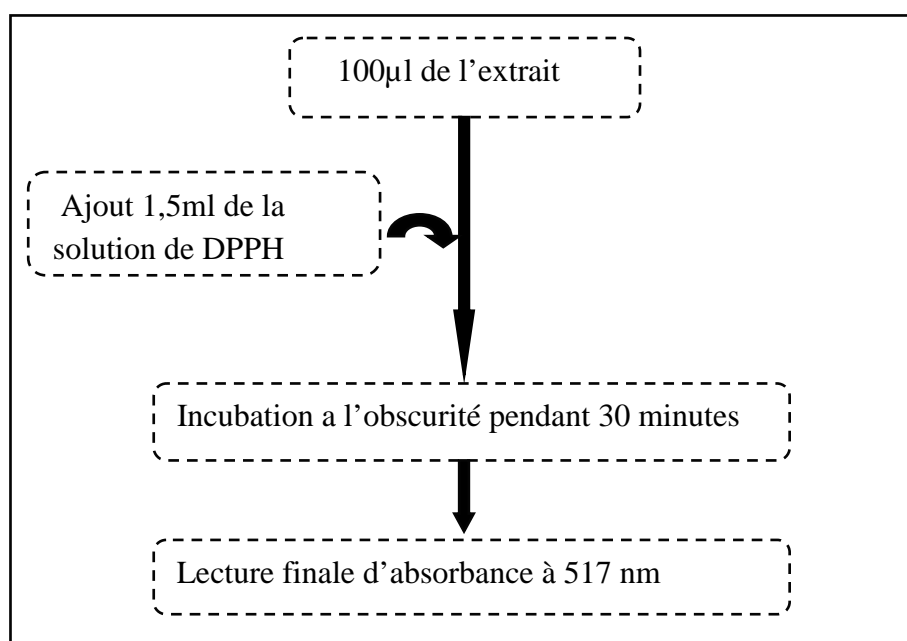


### II.5.2- Activité anti-radicalaire (DPPH) :

Le DPPH (1,1 Diphényl 2 PicrylHydrazil) est un radical libre stable de couleur violette intense, soluble dans du méthanol, fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydante des composés phénoliques (**Brand-Williams et al., 1995**).

La réduction du radical libre DPPH° (2,2'-diphényle-1-picryl hydrazyl) par un antioxydant peut être suivie par spectrométrie UV- Visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm provoquée par les antioxydants. En présence des piègeurs de radicaux libres, le DPPH (2.2 Diphényl 1 picrylhydrazyl) de couleur violette se réduit en 2.2 Diphényl 1 picryl hydrazine de couleur jaune (**Molyneux, 2004**).

1,5 ml de solution de DPPH et 100µl de l'extrait sont mélangés. Puis le mélange obtenu est incubé à température ambiante et a l'obscurité pendant 30 minutes. Les absorbances sont mesurées à 517nm (Figure 10).



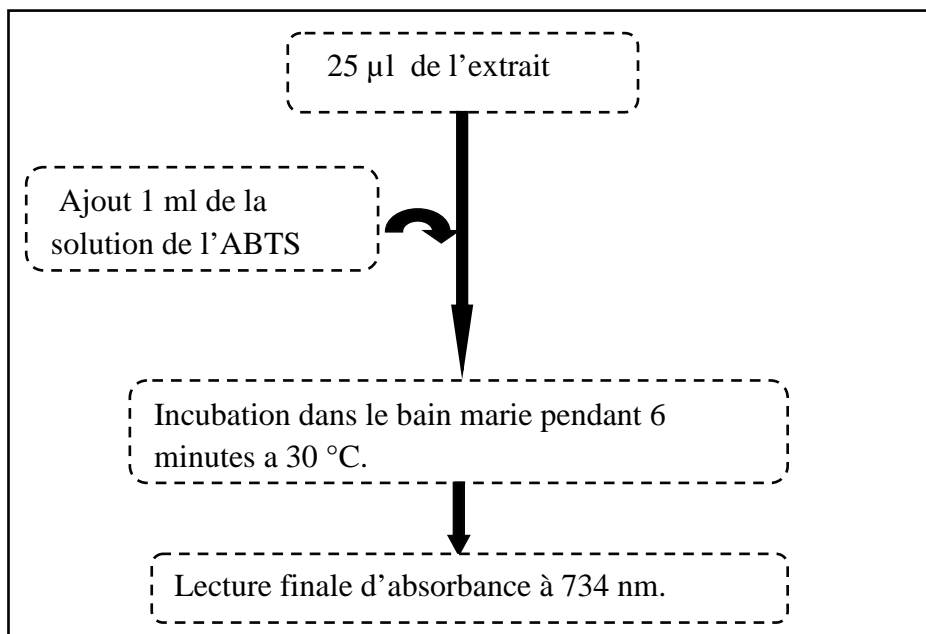
**Figure 10** : Récapitulation des étapes d'évaluation de l'activité antiradicalaire (DPPH).

Une courbe d'étalonnage linéaire ( $y = ax + b$ ) est préparée en utilisant l'acide ascorbique comme standard pour déterminer le taux de l'activité anti-radicalaire. Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique (EAC)/100g de confiture et de miel de *Ziziphus jujuba*. (Figure 04, Annexe I).

### II.5.3- L'activité antiradicalaire (ABTS) :

La méthode de radicale ABTS (l'acide 2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique) est l'un des tests les plus utilisés pour la détermination de la concentration des radicaux libres. Il est basé sur la neutralisation d'un radical - cation résultant de la mono électronique oxydation du chromophore synthétique. (Jiri *et al.*, 2010)

Le radical cation ABTS est généré en mélangeant à volume égal une solution de 7 mM de persulfate de potassium  $K_2S_2O_8$  et une solution d'ABTS à 2.45 mM, le tout est conservé à l'abri de la lumière et à température ambiante durant 16 h avant utilisation. La solution obtenue est diluée avec du méthanol pour obtenir une absorbance de 0.70 à 734 nm. 1 ml de cette solution fraîchement préparée sont ajoutés à 25  $\mu$ l d'extrait et la lecture est faite à 734 nm après 6 minutes d'incubation dans le bain marie à 30°C (Figure11).



**Figure 11** : Récapitulation des étapes d'évaluation de l'activité antiradicalaire (ABTS).

L'activité antiradicalaire (ABTS) de chaque extrait est calculée à partir d'une courbe d'étalonnage linéaire ( $y = ax + b$ ) établie avec des concentrations précises de trolox Comme standard de référence.

Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent de trolox (ET)/100g de confiture et de miel de *Ziziphus jujuba* (Figure 05, Annexe I).

### II.6-Analyse statistique

Toutes les données réalisées sont la moyenne de trois essais. Une analyse descriptive des résultats est réalisée à l'aide du logiciel Microsoft Office Excel 2007, afin de déterminer les moyennes et les écarts types. Une analyse de la variance (ANOVA) est appliquée à l'aide du logiciel STATISTICA 5.5 afin de mettre en évidence les différences significatives entre les échantillons de la confiture et de miel de *Ziziphus jujuba* pour chaque paramètre. Le degré de signification des données est pris à la probabilité  $p < 0,05$ .

---

*Résultats*  
*et*  
*discussion*

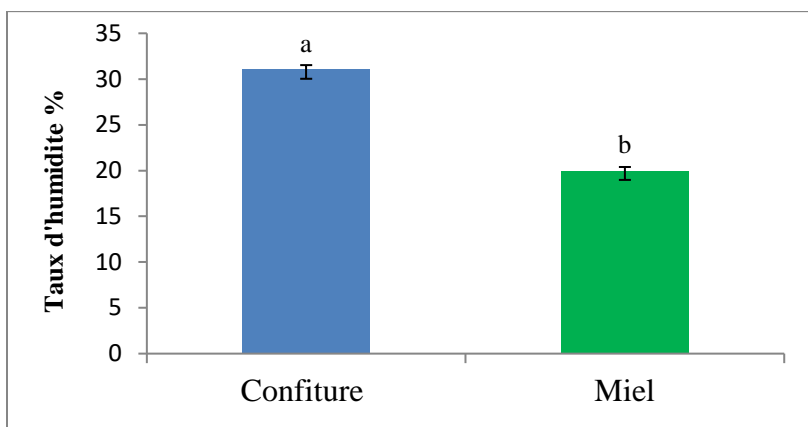
---

### III .1.Paramètres physico-chimique :

#### III.1.1-Humidité :

La teneur en eau est l'une des caractéristiques la plus importante du miel et de la confiture. Elle conditionne la conservation du produit, son poids spécifique, et ces réactions chimiques, l'eau représente une source de dégradation des polyphénols par le phénomène d'oxydation.

Les taux d'humidités de la confiture et miel de *Ziziphusjuzuba* sont présentés dans la figure suivante :



**Figure 12** : le taux d'humidité de la confiture et miel de *Ziziphusjuzuba*.

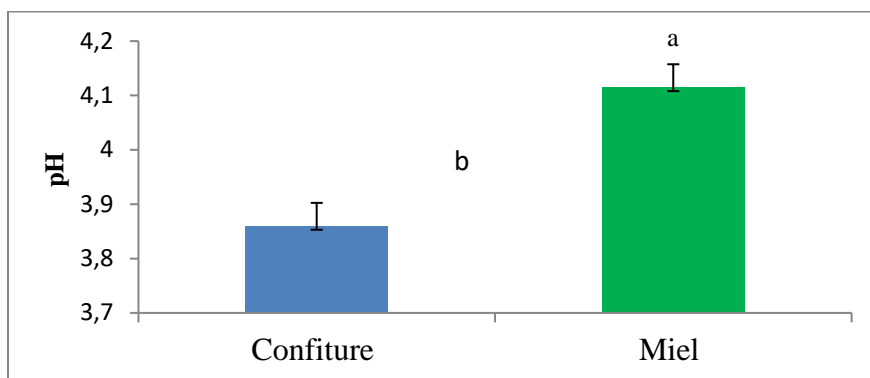
*Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type.  
Les lettres en minuscules indique les différences ( $a > b$ )*

Le test LSD montre une différence significative ( $p < 0.05$ ) des taux d'humidité de la confiture (31,03%) et de miel (19,98%) de *Ziziphusjuzuba*.

#### III.1.2-pH :

Le pH est un indicateur de qualité biologique et chimique, sa mesure donne une idée sur la qualité de la conservation de produit à analysé et sert à mettre en évidence d'éventuelles fermentations microbiennes.

Le pH de la confiture et miel de *Ziziphusjuzuba* est présenté dans la figure suivante :



**Figure 13** :pH de la confiture et miel de *Ziziphusjuzuba*

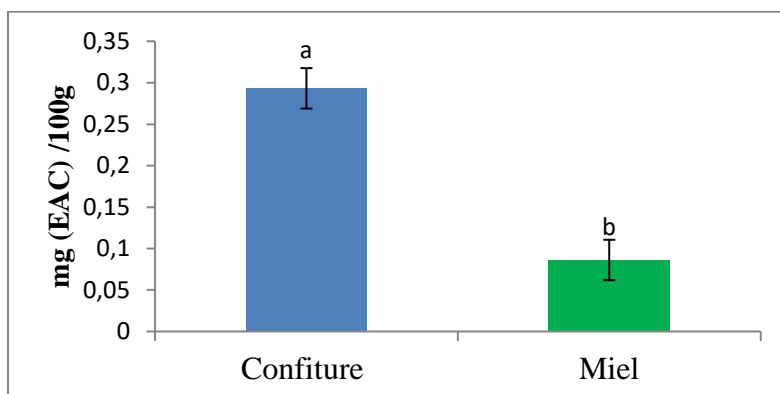
Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type.  
Les lettres en minuscules indique les différences ( $a > b$ )

Les résultats montrent une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les valeurs de pH de l'échantillon de la confiture et de miel. Toutefois la confiture possède un pH plus bas (plus acide) ( $pH = 3,86$ ) que celui de miel ( $pH = 4,11$ ).

### III.1.3-Acidité titrable :

L'acidité titrable correspond à la somme des acides organiques présents dans le produit et L'acidité titrable est aussi l'un des paramètres qui affectent la qualité, la stabilité et la durée de vie du produit et qui protège contre le développement des microorganismes.

L'acidité titrable de la confiture et de miel de *Ziziphusjuzuba* est présentée dans la figure suivante :



**Figure14** : Le taux d'acidité de la confiture et miel de *Ziziphusjuzuba*

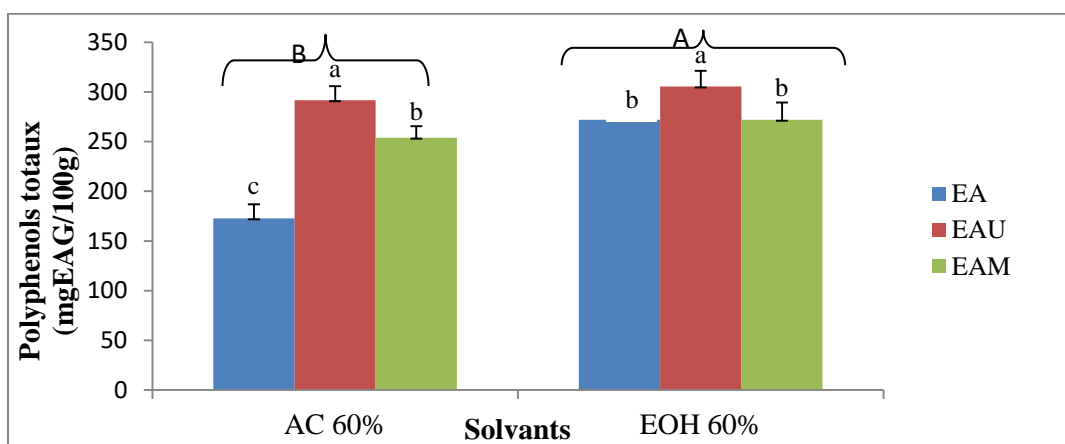
Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type.  
Les lettres en minuscules indique les différences ( $a > b$ )

Les résultats montrent une différence significative ( $p < 0,05$ ). L'échantillon de la confiture présente une acidité relativement un peu plus élevée équivalente à 0,293mg (EAC)/100g par comparaison celui du miel qui en moyenne de 0,086 mg (EAC)/100g.

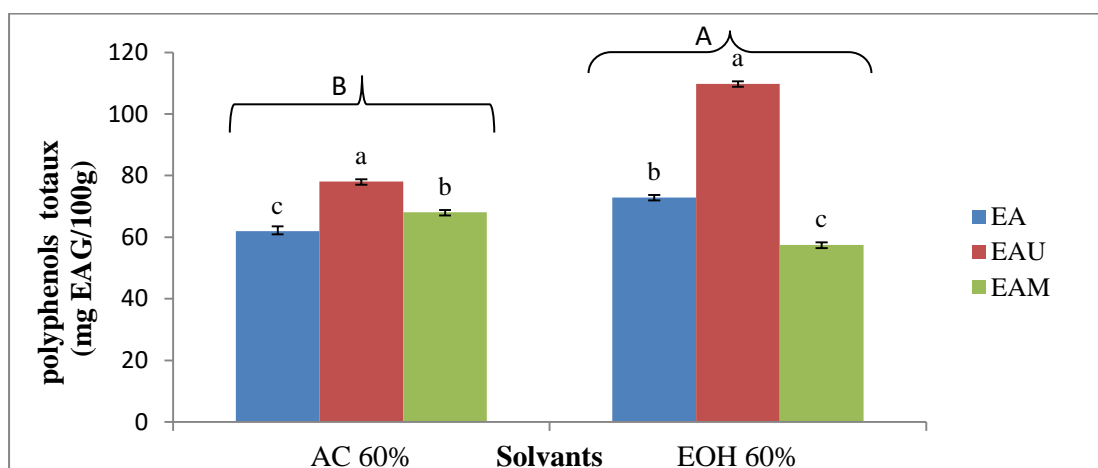
### III.2-Dosage des antioxydants :

#### III.2.1-Teneurs en polyphénols totaux :

La teneur en composés phénoliques est significativement affectée par la nature des différents solvants et par différentes méthodes ( $p < 0,05$ ). Les résultats de dosage des polyphénols totaux des extraits de différents solvants (acétone 60% et éthanol 60%) et de différentes méthodes (extraction par agitation (EA), extraction assistée par ultrasons (EAU), extraction assistée par microondes (EAM)) les résultats sont présentés dans la figure N°15 :



(a)



(b)

**Figure 15:** Teneurs en polyphénols totaux des extraits de confiture (a) et de miel de jujube (b)obtenus par différentes méthodes d'extraction.

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ;Les lettres en minuscules indique les différences entre les trois méthodes ( $a > b > c$ ) ;Les lettres en majuscules désignent la différence entre les deux solvants ( $p < 0,05$  avec  $A > B$ ) ;Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type.

L'étude statistique montre que les extraits obtenus par l'extraction assistée aux ultrasons présentent les teneurs les plus élevées en polyphénols totaux que se soit pour les extraits acétoniques ou éthanoliques, le miel ou la confiture.

Les teneurs en polyphénols des extraits de confiture varient ainsi de 172,92(EA) et 271,96 (EA) mg EAG /100g à 291,50(EAU) et 305,39 mg EAG /100g(EAU) pour les extraits acétoniques et éthanoliques, respectivement.

Les teneurs en polyphénols des extraits de miel varient ainsi de 61,93(EA) et 57,48 (EA) mg EAG /100g à 78,06 (EAU) et 109,79 mg EAG /100g(EAU) pour les extraits acétoniques et éthanoliques, respectivement.

D'après l'histogramme illustré dans la figure, la teneur en polyphénols pour la confiture et miel respectivement sont classés selon l'ordre décroissant suivant :

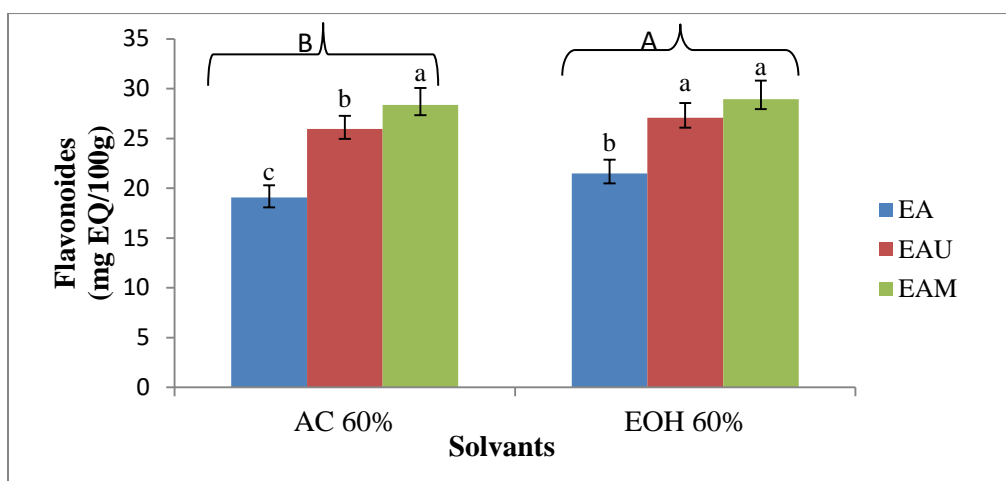
L'éthanol 60%(290,58 mg EAG /100g) > l'acétone 60%(210,37mg EAG /100g) ;  
L'éthanol 60%(78,45 mg EAG /100g) > l'acétone 60%(70,58mg EAG /100g).

Les résultats indiquent une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les teneurs en polyphénols totaux qui varient considérablement entre les extraits de la confiture et celles des miels, la confiture possède la teneur la plus élevée avec une moyenne de 252,83mg EAG /100g suivi par le miel en moyenne de 74,51 mg EAG /100g.

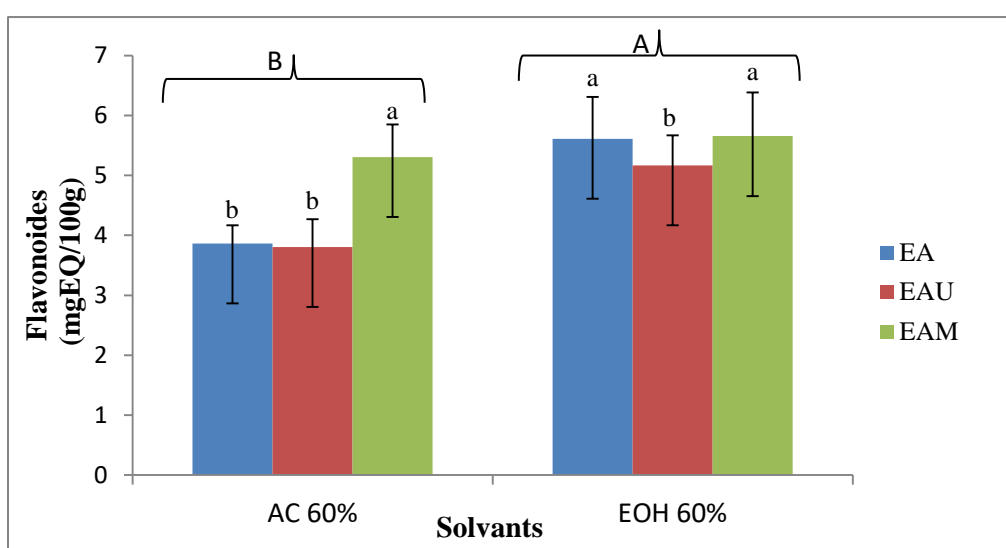
### III.2.2. Teneurs en flavonoïdes totaux :

L'étude statistique indique que la teneur en flavonoïdes totaux des différents extraits varie de manière significative ( $p < 0,05$ ) selon la nature de solvants et les différentes méthodes. Les résultats de dosage des flavonoïdes totaux par les différents solvants (acétone 60% et éthanol 60%) et par les différentes méthodes (extraction par agitation, extraction assistée par ultrasons, extraction assistée par microondes) les résultats sont représentés dans la figure N° 16:





(a)



(b)

**Figure 16** : Teneurs en flavonoïdes des extraits de confiture (a) et de miel de jujube (b) obtenus par différentes méthodes d'extraction

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ; Les lettres en minuscules indiquent les différences entre les trois méthodes ( $a > b > c$ ) ; Les lettres en majuscules désignent la différence entre les deux solvants ( $p < 0,05$  avec  $A > B$ ) ; Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type. Abréviations : extraction assistée aux ultrasons (EAU), extraction par agitation ((EA), extraction assistée aux microondes (EAM)

L'étude statistique montre que les extraits obtenus par l'extraction assistée aux microondes présentent les teneurs les plus élevées en flavonoïdes totaux que se soit pour les extraits acétoniques ou éthanoliques, le miel ou la confiture.

Les teneurs en flavonoïdes des extraits de la confiture varient ainsi de 16,06(EA) et 21,38 (EA) mg EQ /100g à 28,95(EAM) et 28,35mg EQ /100g(EAM et EAU) pour les extraits acétoniques et éthanoliqes, respectivement.

Les teneurs en flavonoïdes totaux des extraits de miel varient ainsi de 3,8 (EA et EAU) et 5,16 (EAU) mg EQ /100g à 5,3(EAM) et 5,65mg EQ /100g (EAM et EA) pour les extraits acétoniques et éthanoliqes, respectivement.

D'après l'histogramme illustré dans la figure, la teneur en flavonoïdes pour la confiture et le miel respectivement sont classés selon l'ordre décroissant suivants :

L'éthanol 60% (25,84 mg EQ /100g) > l'acétone 60% (24,26 mg EQ /100g) ;

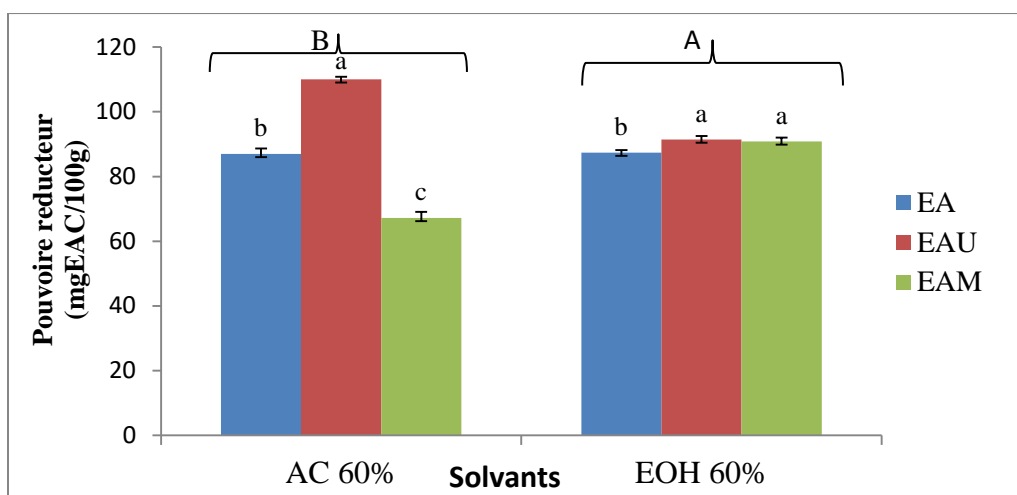
L'éthanol 60% (5,56 mg EQ /100g) > l'acétone 60% (4,36 mg EQ /100g).

L'étude statistique montre que les teneurs en flavonoïdes totaux révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ) qui varie entre 25,10mg EQ /100g et 4,96mg EQ /100g. Le taux des flavonoïdes totaux le plus élevé est détecté par la confiture en moyenne de 25,10mg EQ /100g, cependant il est 6 fois supérieur à celle rapportée par le miel 4,96 mg EQ /100g.

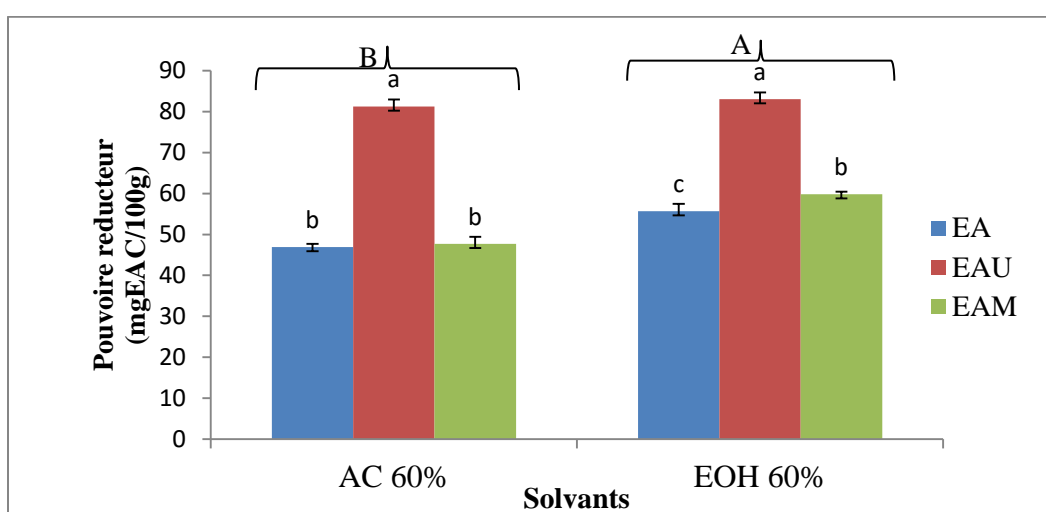
### III.3- Activités antioxydantes :

#### III.3.1- Pouvoir réducteur :

Le pouvoir réducteur des différents extraits varie considérablement selon les différents solvants et les différentes méthodes ( $p < 0,05$ ). Les résultats du pouvoir réducteur des extraits analysés par les différents solvants (acétone 60% et éthanol 60%) et différentes méthodes (extraction par agitation, extraction assistée par ultrasons, extraction assistée par microondes) les résultats sont exprimés dans la figure N°17 :



(a)



(b)

**Figure 17** : Pouvoir réducteur des extraits de la confiture (a) et du miel de jujube (b)obtenus par différentes méthodes d'extraction.

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ; Les lettres en minuscules indique les différences entre les trois méthodes ( $a > b > c$ ) ; Les lettres en majuscules désignent la différence entre les deux solvants ( $p < 0,05$  avec  $A > B$ ) ; Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type. Abréviations : extraction assistée aux ultrasons (EAU), extraction par agitation ((EA), extraction assistée aux microondes (EAM)

Pour les extraits acétoniques de la confiture, les résultats du pouvoir réducteur obtenus par les trois méthodes d'extraction donnés par la figure révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ). toutefois, l'EAU est significativement la meilleure méthode d'extraction soit en moyenne 110,06mg EAC /100g suivis par la l'EA et l'EAM soient en moyennes de 86,95mg EAC /100g et 67,21 mg EAC /100g, respectivement.

Pour les extraits éthanoliques de la confiture l'EAU et l'EAM ne révèlent pas une différence significative ( $p > 0,05$ ) et enregistrent les teneurs les plus élevées en moyenne 91,41mg EAC /100g et 90,83mg EAC /100g respectivement suivi par la l'EA en moyenne de 87,16 mg EAC /100g.

Pour les extraits acétoniques du miel, les résultats du pouvoir réducteur obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ) ; toutefois, l'EAU enregistre le pouvoir réducteur le plus important à savoir en moyenne de 81,27 mg EAC /100g. En revanche, l'EAM et de l'EA ne présentent pas de différence significative à savoir en moyenne 47,70mg EAC /100g et 46,90 mg EA /100g ,respectivement.

Pour les extraits éthanoliques du miel, les résultats du pouvoir réducteur obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ). toutefois, l'EAU est significativement la meilleure méthode d'extraction en moyenne de 83,06mg EAC/100g suivis par l'EAM et l'EA soient en moyennes de 59,83 et 55,68mg EAC /100g ,respectivement.

D'après l'histogramme illustré dans la figure, nous pouvons classer les solvants de la confiture et le miel respectivement par ordre de réactivité décroissante :

L'éthanol 60% (89, 80mg EAC /100g) > l'acétone 60% (85, 32mg EAC /100g).

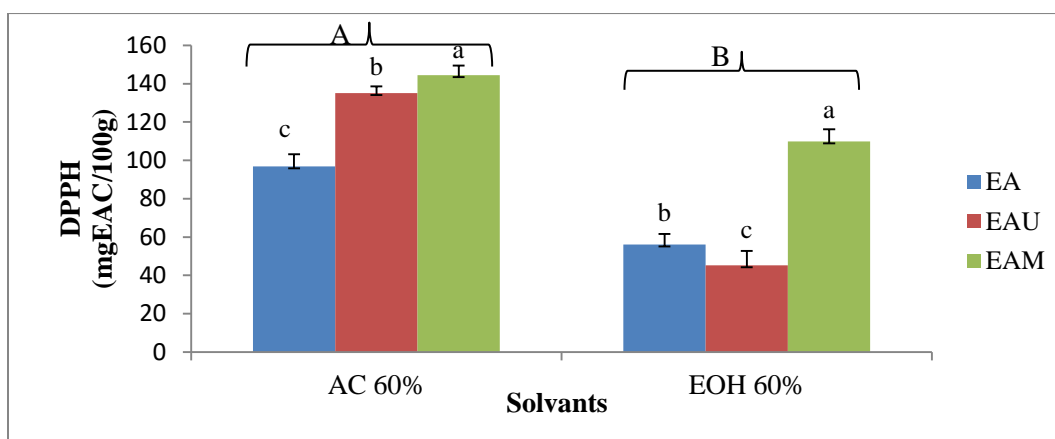
L'éthanol 60% (63,79mg EAC /100g) > l'acétone 60% (55,79 mg EAC /100g).

Les résultats indiquent une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre le pouvoir réducteur qui varie considérablement entre les extraits de la confiture et ceux des extraits du miel, toutefois, la confiture possède le pouvoir réducteur le plus important avec une moyenne de 87,69EAC /100g suivi par 59,79 mg EAC/100g pour le miel.

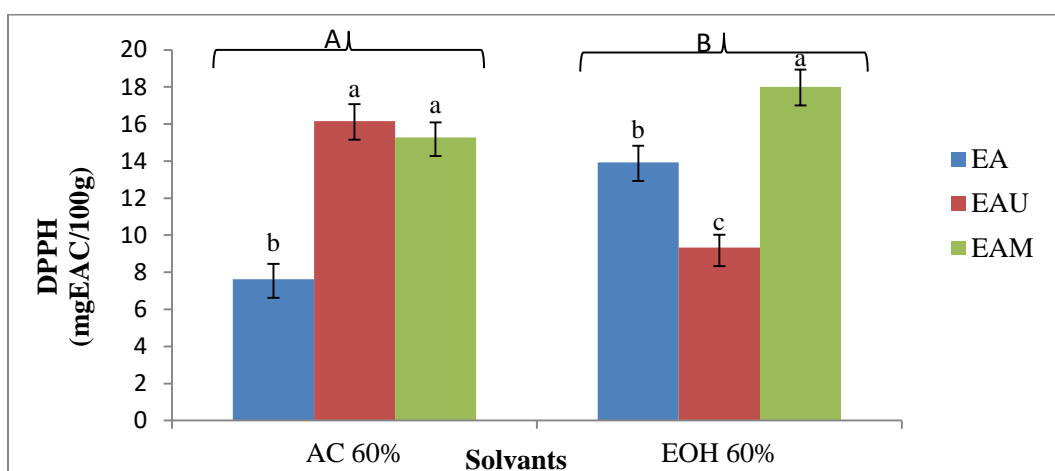
### III.3.2-Activité antiradicalaire (DPPH) :

L'activité antioxydante déterminée par la méthode utilisant le DPPH dans

Différents extraits varient de façon significative ( $p < 0,05$ ) selon la nature de solvants et les différentes méthodes, les résultats de l'activité antiradicalaire des extraits analysés par les différents solvants (acétone 60% et éthanol 60%) et par les différentes méthodes (extraction par agitation, extraction assistée par ultrasons, extraction assistée par microondes) les résultats sont exprimés dans la figure N° 18 :



(a)



(b)

**Figure 18** : Activité antiradicalaire DPPH des extraits confiture (a) et de miel de jujube (b) obtenus par différentes méthodes d'extraction.

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ; Les lettres en minuscules indiquent les différences entre les trois méthodes ( $a > b > c$ ) ; Les lettres en majuscules désignent la différence entre les deux solvants ( $p < 0,05$  avec  $A > B$ ) ; Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type. Abréviations : extraction assistée aux ultrasons (EAU), extraction par agitation ((EA), extraction assistée aux microondes (EAM).

Pour les extraits acétoniques de la confiture, Les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction, présentées dans la figure, révèlent des différences significatives ( $p < 0,05$ ) ; toutefois, l'analyse des résultats montrent que l'EAM est la meilleure méthode d'extraction soit en moyenne de 144,39 mg EAC /100g suivis par l'EAU et l'EA soient en moyennes de 135,03 et 96,90 mg EAC /100g respectivement.

Pour les extraits éthanoliques de la confiture, les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ) ; toutefois, l'EAM est la meilleure méthode d'extraction 109,82 en moyenne suivis par

l'EA et l'EAU soient des moyennes de 56,03 mg EAC /100g et 45,29 mg EAC /100g, respectivement.

Pour les extraits acétoniques du miel, les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ) ; toutefois, l'EAU et l'EAM sont significativement les meilleures méthodes d'extractions soient en moyennes 15,76 mg EAC /100g et 14,65 mg EAC /100g respectivement, suivi de l'EA avec une moyenne de 7,78 mg EAG /100g.

Pour les extraits éthanoliques du miel, les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ) ; toute fois, l'EAM est la meilleure méthode d'extraction soit en moyenne de 18,24 mg EAC /100g suivis par l'EA et l'EAU soient des moyennes de 12,22 et 6,58 mg EAC /100g, respectivement.

D'après l'histogramme illustré dans la figure, nous pouvons classer les solvants de la confiture et le miel respectivement par ordre de réactivité décroissante :

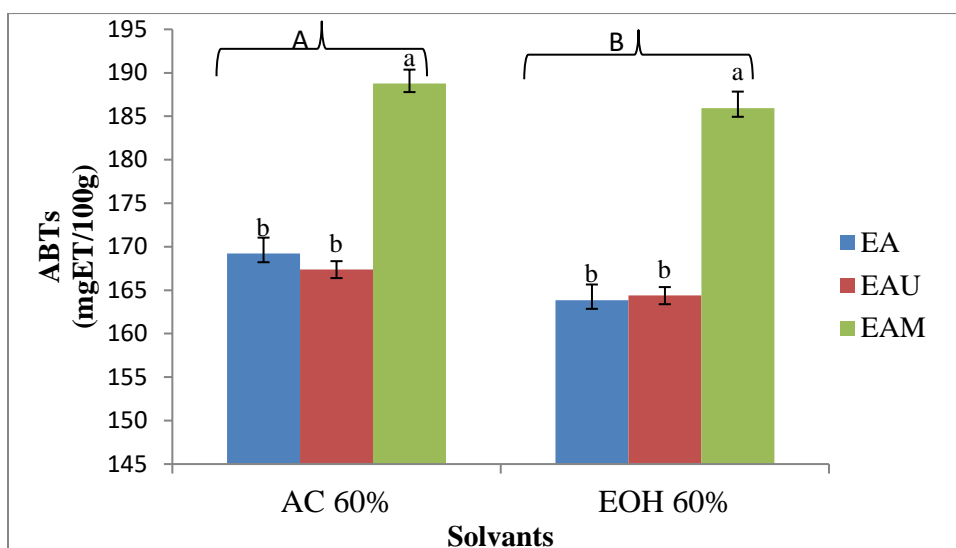
L'acétone 60% (125,44 mg EAC /100g) > l'éthanol 60% (73,52 mg EAC /100g).

L'acétone 60% (12,35 mg EAC /100g) > l'éthanol 60% (11,61 mg EAC /100g).

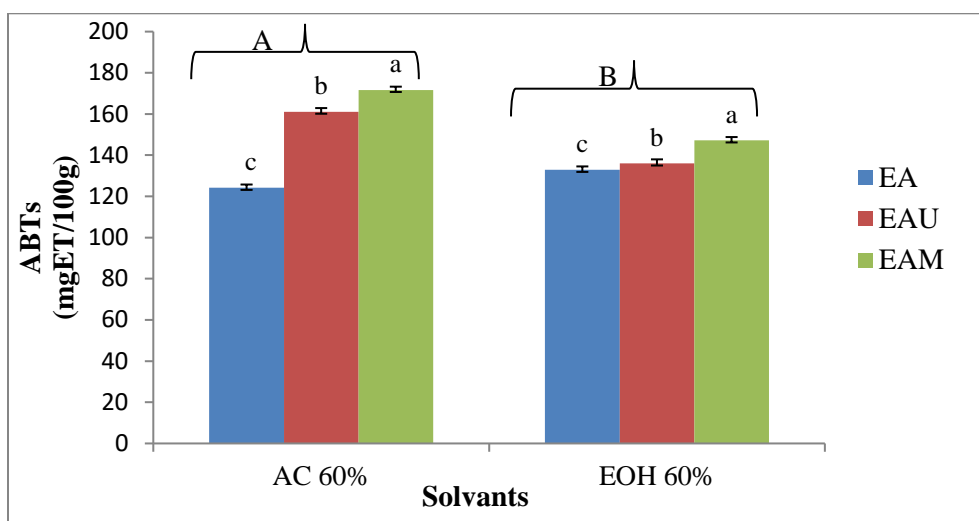
Les résultats indiquent une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre l'activité antiradicalaire qui varient considérablement entre les extraits de la confiture et celle de miel ; toutefois, la confiture possède une activité antiradicalaire 9 fois plus importante 101,01 mg EAC /100g que le miel qui est de l'ordre de 11,98 mg EAC /100g.

### **III.3.3-Activité antiradicalaire (ABTS) :**

L'activité antioxydante déterminée par la méthode utilisant le radical ABTS dans les différents extraits varient de façon significative ( $p < 0,05$ ) selon la nature de solvants. Les résultats des extraits analysés par les différents solvants (acétone 60% et éthanol 60%) et par les différentes méthodes (extraction par agitation, extraction assistée par ultrasons, extraction assistée par microondes) les résultats sont exprimés dans la figure N°19 :



(a)



(b)

**Figure19:** Activité antiradicalaire(ABTS) des extraits de confiture (a) et de miel de jujube (b)obtenus par différentes méthodes d'extraction.

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ;Les lettres en minuscules indique les différences entre les trois méthodes ( $a > b > c$ ) ; Les lettres en majuscules désignent la différence entre les deux solvants ( $p < 0,05$  avec  $A > B$ ) ;Les barres verticales représentent la moyenne  $\pm$  écart type. Abréviations : extraction assistée aux ultrasons (EAU), extraction par agitation ((EA), extraction assistée aux microondes (EAM)

Pour les extraits acétoniques de la confiture ,les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction, présentées dans la figure , révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ );toutefois, l'EAM est significativement la meilleure méthode d'extraction soit en moyenne 188,78mg ET /100gsuivis par 169,21mg ET/100g pour l'EA et 167,39 mg ET /100g pour l'EAU qui ne révèlent pas une différence significative ( $p > 0,05$ ).

Pour les extraits éthanoliques de la confiture, les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ) ; toutefois, l'EAM est significativement la meilleure méthode d'extraction soit en moyenne 185,94 mg ET /100g suivi par 164,38mg ET /100g pour l'EAU et 163,85 mg ET /100g pour l'EA qui ne révèlent pas une différence significative ( $p > 0,05$ ).

Pour les extraits acétoniques du miel, les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction, présentées dans la figure, révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ), cependant la meilleure méthode d'extraction est enregistrée par l'EAM soit en moyenne de 172,43mg ET /100g suivis de l'EAU 153,18mg ET /100g et 124,12 mg ET /100g pour l'EA.

Pour les extraits éthanoliques du miel, les taux de l'activité antiradicalaire obtenus par les trois méthodes d'extraction révèlent une différence significative ( $p < 0,05$ ), cependant ; l'EAM est la meilleure méthode d'extraction par une moyenne de 155,11 mg ET /100g suivis de 135,83 mg ET /100g pour l'EAU et 132,86 mg ET /100g pour l'EA.

D'après l'histogramme illustré dans la figure, nous pouvons classer les solvants de la confiture et le miel respectivement par ordre de réactivité décroissante :

L'acétone 60% (151,33mg ET /100g) > l'éthanol 60% (137,38 mg ET) /100g.

L'acétone 60% (175,12 mg ET /100g) > l'éthanol 60% (172,26 mg ET) /100g.

Les résultats indiquent une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre l'activité antiradicalaire qui varie considérablement entre les extraits de la confiture et celles de miel ; toutefois la confiture possède une activité antiradicalaire plus importante 173,78mg ET /100g que le miel qui est de l'ordre de 144,36mg ET /100g.

### III.4-Discussion :

Le résultat du taux d'humidité du miel de *Zizyphus jujuba* se situe dans l'intervalle des taux d'humidités cités par ; **Benaziza-Bouchema et al., (2010)** ; **Makhloufi et al., (2010)** ; **Chefrour et al., (2007)** ; **Ouchemoukh et al., (2007)** ; qui ont obtenus des teneurs en eau allant de 14 à 21% pour 168 miels algériens. Pour les miels tunisiens l'humidité varie de 16 à 21,8%. **Jilani et al., (2008)** et **Terab et al., (2003)** ont obtenu une valeur moyenne de



17,5% dans 29 miels marocain. Ces valeurs sont en dessous de la limite maximale préconisée par Codex Alimentarius (2001) qui est de 20% maximum.

La teneur en eau est un facteur hautement important car il permet l'estimation du degré de maturité des miels et peut renseigner sur stabilité contre la fermentation et la cristallisation au cours de stockage ; donc elle conditionne la conservation du produit (**De Rodriguez et al., 2004**).

D'après **Zerrouketal., (2011)**, La forte interaction de sucre avec les molécules d'eau réduit l'eau disponible au développement des micro-organismes. L'eau et la teneur en sucre du miel sont strictement corrélées. La teneur en eau dépend de divers facteurs tels que la saison de récolte, le degré de maturité atteint dans la ruche et les facteurs climatiques. La valeur obtenue indiquant un bon degré de maturité est inclus dans la gamme de l'eau approuvée par le Codex Alimentaires (**Codex alimentarius, 2001**).

Les résultats du taux d'humidité sur la confiture sont conformes aux normes qui exigent une humidité inférieure à 40% (**Brat et al., 2007**) et le **codex alimentarius 296-2009**. De même, **Fredot, (2005)** rapporte que l'humidité varie entre 30 et 40%. Ainsi les résultats se situent dans l'intervalle cité par **Belitz et al., (2009)** avec des valeurs qui sont dans la plage de 28,81 à 36,9%.

L'humidité moyenne de la confiture située autour de 31,03% est due en partie au <sup>0</sup>Brix final du produit qui entraîne l'évaporation d'une grande quantité d'eau lors de la cuisson. La connaissance de l'humidité de la confiture nous renseigne sur l'aptitude du produit à la conservation et d'un éventuel développement microbien.

On conclut que nos échantillons confiture et miel de jujube peuvent être conservés sans risque d'altération de leurs propriétés physico-chimiques.

La valeur moyenne du pH de l'échantillon de miel est de 4,1 est conforme aux normes de Codex Alimentarius 2001 qui exigent une valeur inférieure à 5,5. Ce résultat est similaire à celui de **Badawy et al., (2004)** qui indiquent que les valeurs du pH du miel varient entre 4,1 et 5,2 et celui, **Ruoff, (2006) et Bogdanov et al., (2004)**, qui montrent que tous les miels sont acides, avec des valeurs de pH généralement comprises entre 3,5 et 5,5.

Les valeurs de l'acidité titrable de l'échantillon de miel est de 0,086 ce résultat est proche de celui rapporté par **Achouri et al., (2015)** qui ont obtenu une valeur d'acidité de 0,071.

Ces résultats répondent aux normes de **codex alimentarius 2001** qui exige une valeur maximale de 0,5.

**Ibrahim et al.,(2012)**, indiquent que le miel est naturellement acide indépendamment de son origine géographique, cette acidité provient à la présence d'acides organiques qui contribuent à sa saveur et sa stabilité contre la détérioration microbienne. Le pH des échantillons du miel est important au cours du processus d'extraction, car elle affecte la texture, la stabilité et la durée de vie. Le pH du miel est suffisamment bas pour ralentir ou empêcher la croissance de nombreuses espèces de bactéries (**Naman et al., 2005**).

La mesure de pH de la confiture révèle un pH acide avec une valeur de 3,86.

Ce résultat est proche de celui rapporté par **Vibhakara et al., (2006)** qui ont obtenu un pH avec une valeur 3,80 et il se situe dans l'intervalle de pH cité par **Bowler et al.,(1995)** qui de 2,7 à 3,9. Ces résultats répondent aux normes de **codex alimentarius 296-2009** qui exige une valeur maximale de 4.

La valeur de l'acidité titrable de la confiture est de 0.293mg (EAC)/100g cette valeur est très proche à celles signalées par **Ali et al.,(2011)** qui ont obtenu une valeur de 0.31 et celle **Leccese et al., (2012)** qui rapportée une valeur de 0,33mg (EAC)/100g.

Ces résultats répondent aux normes de **codex alimentarius 296-2009** qui exige une valeur maximale de 1,9.

Les échantillons de la confiture analysés renferment une grande quantité d'acide nécessaire pour une bonne conservation ; selon **Luh et al.,(1986)**, un pH bas est essentiel pour empêcher la détérioration de la confiture, en défavorisant la prolifération des bactéries, des levures et des moisissures. De même, la formation de gel se produit seulement dans une certaine plage de concentration en ions hydrogène. La plage de pH optimale pour une bonne gélification de la confiture est autour de 3,0. La force de gel diminue rapidement avec l'accroissement de la valeur du pH. Au-delà de la valeur 4 aucune formation de gel ne se produit (**Vibhakara et al., 2006**).

Les résultats pour l'acidité et pour le test de pH montrent la relation nette et claire qui existe entre le pH et l'acidité totale. Plus le pH est faible, plus l'acidité est élevée dans un produit.

Avec environ 9000 structures naturelles élucidées, les polyphénols constituent une famille importante de métabolites secondaires de faible poids moléculaire du règne végétal (Akowah et al., 2004). Ce sont des corps dont la molécule contient plusieurs fonctions phénols. L'élément structural fondamental qui les caractérise est la présence d'au moins un noyau phénolique à 6 carbones, auquel est directement lié au moins un groupe hydroxyle (OH) libre ou engagé dans une autre fonction : éther, ester ou hétéroside. , les composés phénoliques jouent un rôle fondamental car sont des éléments importants de qualités sensorielle et nutritionnelles des végétaux que consomme l'homme et leur intervention dans la santé et maintenant reconnue dans des domaines variés, anticancérogène, antioxydant, la lutte contre le vieillissement des cellules et anti inflammatoire. (Sarni-Manchado et al., 2006).

L'objectif de l'étape d'extraction des composés phénoliques à partir de la matrice végétale est de libérer ces composés à partir des structures vacuolaires où ils se trouvent, par la rupture du tissu végétal ou par le phénomène de diffusion.

Les polyphénols sont des composés polaires (présence de plusieurs groupements hydroxyles), l'extraction doit être effectuée avec un solvant organique mélangé avec l'eau. Après optimisation; le meilleur solvant pour l'extraction des composés phénoliques de confiture et de miel de *Ziziphusjuzuba* sont l'éthanol 60% et l'acétone 60%.

D'après les résultats obtenus, les polyphénols totaux et le pouvoir réducteur, on remarque une amélioration dans les teneurs des polyphénols totaux et du pouvoir réducteur par l'extraction assistée aux ultrasons alors qu'on assiste à une baisse dans ces teneurs lors de l'utilisation de l'extraction par agitation et l'extraction assistée aux microonde, L'extraction assistée aux ultrasons est considérée comme étant la méthode alternative d'extraction des polyphénols totaux et du pouvoir réducteur.

Les résultats sont en accords avec (Bourgou et al., 2016 et Annegowda et al., 2001) qui ont révélé que les extraits d'*Euphorbiahelioscopia* obtenus par l'extraction assistée par ultrasons sont plus efficaces en améliorant l'extraction des composés phénoliques, ce qui conduit à une augmentation de rendement d'extraction comparés à ceux obtenus par l'extraction par agitation et l'extraction assistée par microondes. Cet effet peut être expliqué par le processus produit par cavitation, lequel est induit par l'irradiation des ultrasons, provoquant le gonflement des cellules, l'absorption

de solvant, l'élargissement des pores, et donc une augmentation du coefficient de diffusion des composés phénoliques antioxydants à travers les parois cellulaires. Une possible destruction de la matière végétale ou un faible effet positif sur l'extraction de l'augmentation locale de température due aux ultrasons pourrait également être supposé. Les ultrasons ont l'avantage de réduire considérablement le temps d'extraction et d'augmenter le rendement d'extraction. Ceci est en accord avec nos résultats qui révèlent que les plus importants rendements sont marqués par la méthode d'extraction assistée aux ultrasons.

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation. En effet la plupart des antioxydants possèdent des groupes hydroxyles dans leurs structures. Leur capacité à piéger les radicaux libres a une concentration relativement faible (**Berger, 2006**).

Les antioxydants sont capables de neutraliser les formes actives de l'oxygène et permettent de maintenir au niveau de la cellule et de l'organisme des niveaux non cytotoxiques de radicaux libres. La performance de ces derniers dépend du milieu de leur concentration et du temps d'oxydation (**Goudable et al., 1997**).

Les flavonoïdes constituent un groupe de plus de 6 000 composés naturels. Ils sont des composés qui contiennent 15 atomes de carbone disposés en deux noyaux aromatiques reliés par un pont de trois carbones qui ont la structure C6-C3-C6 (**Taiz et al., 2002**). Caractérisés par le noyau de flavan (1-phényl-2, 4-benzopyrone), Les flavonoïdes sont parmi les plus puissants antioxydants alimentaires (**Cirillo et al., 2012**).

D'après les résultats obtenus pour les flavonoïdes totaux dans les composés phénoliques et la mesure de l'activité antiradicalaire par DPPH et l'ABTS, on remarque une amélioration dans les teneurs en flavonoïdes et dans la capacité antiradicalaire par l'extraction assistée par microondes alors qu'on assiste à une baisse de ces teneurs et de cette capacité lors l'utilisation de l'extraction par agitation et l'extraction assistée par ultrasons. L'extraction assistée par microondes est considérée comme étant la méthode alternative d'extraction des flavonoïdes totaux, et de déterminer l'activité antiradicalaire par le DPPH et l'ABTS.

Ces résultats sont en accord avec **Dahmoune et al., (2013)** qui ont révélé que les extraits des écorces de l'orange « Maltaise demisanguine » obtenus par l'extraction assistée par

microondes sont les plus efficaces comparés à ceux obtenus par l'extraction sous agitation et l'extraction assistée aux ultrasons.

L'utilisation des microondes améliore le rendement d'extraction en entraînant une dégradation plus intense des tissus. En effet, l'extraction assistée par microondes déshydrate la cellulose et réduit sa résistance mécanique, ce qui permet une pénétration facile du solvant dans les canaux cellulaires. Le chauffage provoque un dommage cellulaire et une microstructure fragilisée qui aide à libérer rapidement le soluté dans le solvant et facilite l'extraction des flavonoïdes ainsi que l'évaluation de l'activité antiradicalaire. Cette extraction a montré des avantages évidents en termes d'efficacité d'extraction élevée pendant une courte durée d'extraction. (**Dahmoune et al., 2013**)

Les résultats obtenus pour les composés phénoliques et du pouvoir réducteur révèlent une influence significative du pouvoir d'extraction du solvant. L'éthanol 60% est le solvant le plus efficace à extraire les polyphénols totaux et à obtenir le pouvoir réducteur le plus important de confiture et miel *Ziziphus jujuba*. Ces résultats sont en accord avec les travaux de **Bourgou et al., 2016** et **Jelassi et al., 2012** qui se sont intéressés aux extraits éthanoliques, méthanoliques et acétoniques de l'espèce tunisienne *Euphorbia helioscopia*, qui confirment que l'éthanol 60% est le meilleur solvant d'extraction des polyphénols totaux et pour obtenir le meilleur pouvoir réducteur.

L'éthanol solubilise correctement les composés phénoliques moyennement polaires et peut entraîner aussi des substances lipophiles résiduelles. Et fait améliorer le rendement en composés phénoliques glycosylés et des phénols avec un degré de polymérisation plus élevé. D'autre part, l'augmentation de l'eau dans le système de solvant d'extraction (éthanol 60%) fait extraire en quantité importante les composés non phénoliques comme les glucides et les protéines, susceptibles de polymériser avec les composés phénoliques ce qui conduit à la formation des complexes colloïdaux qui ne sont pas détectés par le test utilisé (**Poncet-Legendre et al., 2003**).

Pour la mesure de l'activité antiradicalaire les résultats sont en accord avec ceux apportés par **Trabelsi et al., (2012)**, qui montrent que l'acétone 60% est le meilleur solvant d'extraction de *Limoniastrum monopetalum* et possède une forte capacité antioxydante, Bien qu'étant un solvant organique, il possède une grande polarité qui lui

permet d'extraire autant les molécules polaires ainsi une bonne solubilité pour ces molécules.

---

# *Conclusión*

---

### Conclusion

L'étude a comme objectif la réalisation de quelques analyses physico-chimique de (humidité ,pH, acidité) et déterminer l'effet des méthodes d'extraction a savoir l'extraction assistée par ultrasons, extraction assistée par microondes et l'extraction sous agitation sur les teneurs en composés phénoliques et l'évaluation l'activité antioxydante.

Les analyses physico-chimiques effectuées sur la confiture et miel de *Ziziphus jujuba* montrent un taux d'humidité de 31.03% pour la confiture et 19.98% pour le miel et un pH acide 3.86 et 4.1 et une acidité de 0.293 et 0.089 pour la confiture et miel, respectivement

Le dosage des composés phénoliques révèle que l'extraction assistée par ultrasons est la plus adéquate pour l'extraction des polyphénols totaux et présentant ainsi les teneurs plus élevées en polyphenols totaux (305,39 (confiture) ;109,79 mgEAG /100g (miel)), tandis que les extraits par microonde présentent les teneurs les plus élevées en flavonoïdes (28,95 (confiture) ; 5,65 mg EQ /100g(miel)).

L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits de la confiture et de miel de *Ziziphus jujuba* par la mesure de l'activité antiradicalaire (DPPH et l'ABTS) et le pouvoir réducteur révèle une amélioration de pouvoir réducteur en utilisant l'extraction assistée aux ultarsons ( 91,41(confiture) ; 83,06 mg EAC/100g (miel)), par ailleurs l'extraction assistée par microondes est la meilleure méthode pour estimer l'activité antiradicalaire en présentant le potentiel antiradicalaire le plus élevé ( 144,39 (confiture) ; 15,76 mg EAC/100g (miel)) pour le DPPH et (188,78 (confiture) ; 172,43 mg ET /100g (miel)) pour l'ABTS.

L'étude comparative révèle que les extraits éthanoliques ont permis d'obtenir les teneurs les plus élevées de polyphénols (290,58 (confiture) ; 78,45 mg EAG /100g (miel)) et les flavonoïdes (25,84 (confiture) et 5,56 mg EQ /100g (miel)) et le meilleur pouvoir réducteur (89, 80 (confiture) et 63,79 mg EAC/100g(miel)), tandis que les extraits acétoniques possèdent l'activité antiradicalaire la plus importante ( 125,44 (confiture) ;12,35 mg EAC/100g(miel)) pour le DPPH et (175,12 (confiture) ; 151,33 mg ET /100g(miel)) pour l'ABTS.

En perspective, plusieurs travaux peuvent être envisagés dans la continuité des travaux entamés :

- Elargir le panel des activités antioxydantes in vitro et in vivo et pourquoi pas d'autres tests biologiques: antibactérien, anti inflammatoire, antidiabétique, et autres
- Analyses qualitatives des extrais obtenus par des méthodes performante comme l'HPLC/MS et RMN.



---

*Références  
Bibliographiques*

---

### A

- ❖ Achouri,I., Aboussaleh1,Y., Sbaibi1, R.,Chemissi, H. et Bengueddour,R.(2015).Comparaison de la qualité physicochimique du miel de *Ziziphussp* (Sider) et d'Acacia *sp*(Samar) consommés aux Émirats Arabes Unis (UAE). *International Journal of Innovation and Applied Studies*. Vol. 10 No, pp :184-191.
- ❖ Akowuah, G.A., Zhari, I., Norhayati, I., Sadikun, A. etKhamsah, S.M. (2004). Sinensetin, eupatorin, 3'- hydroxy-5, 6, 7, 4'-tetramethoxyflavone and rosmarinic acid contents and antioxidative effect of *Orthosiphonstamineus* from Malaysia. *Food Chemistry* 87 (4): 559-566.
- ❖ Al-Harashseh, M. etKingman, S.W. (2004).*Microwave-assisted leaching-a review*. *Hydrometallurgy*., 73(3-4) :189-203.
- ❖ Ali ,S., Masud, T. et Abbasi K.S.(2011). Physico-chemical characteristics of apricot (*Prunusarmeniaca L.*) grown in Northern Areas of Pakistan. *ScientiaHorticultura* ,130: 386–392.
- ❖ Amarowicz ,R., Troszyńska,A., Baryłko-Pikielna, N. et Shahidi ,F.(2004). Extracts of polyphenolicsfrom legume seeds – correlation between their total antioxidant activity, total phenolics content, tannins content and astringency. *Journal of Food Lipids*, 11: 278–286.
- ❖ Annegowda, H.V., Bhat, R., Tze, L.M., Karim, A.A.etMansor, SM. (2011). The free radical scavenging and antioxidant activities of pod and seed extract of *Clitoriafairchildiana* (Howard) - an underutilized legume. *Journal Food SciTechnol*50: 535-41.
- ❖ Anonyme.(1991).Valeurs nutritive de quelque aliments usual,p :1-56.

## Références bibliographiques

---

- ❖ Azam-Ali, S., Bonkougou, E., Bowe, C., Dekock, C., Godara, A. et Williams, J.T. (2006). Ber and other jujubes SO17 1BJ, UK. Centre for Underutilised Crops, p:289.

### B

- ❖ Badawy, O.F.H., Shafii, S.S.A., Tharwat, E.E. et Kamal, A.M. (2004). Antibacterial activity of bee honey and its therapeutic use fullness against *Escherichia coli* O157:H7 and *Salmonella typhimurium* infection. *Revue. sci. tech. Off. int. Epiz.*, Vol. 23, N°. 3:1019-1022.
- ❖ Bahorun, T. (1997). Substances naturelles actives : La flore mauricienne, une source d'approvisionnement potentielle, *Food and Agricultural Research*, p:83 – 94.
- ❖ Belitz, H.D., Grosch, W. et Schieberle, P. (2009). *Food chemistry*. 4. Berlin: Springer, pp. 211–218.
- ❖ Benamor, B. (2008). Maitrise de l'Aptitude Technologique de la Matière Végétale dans les Opérations d'Extraction de Principes Actifs; Texturation par Détente Instantanée Contrôlée DIC. Thèse de Doctorat, Université de La Rochelle.
- ❖ Benaziza-Bouchema, D. et Scheweitzr, P. (2010). Caractérisation de principaux miels des régions du nord de l'Algérie. *Cah Agric.*, vol. 19, N° 6.

## Références bibliographiques

---

- ❖ Berger ,M.M. (2006) .Manipulations nutritionnelles du stress oxydant : état des connaissances. *NutrClinMeta* , 20: 48–53.
- ❖ Belitz, H.D., Grosch ,H. et Schieberle, P. (2009). *Food Chemistry. 4ème edition. Springer-Verlag Berlin Heidelberg*,p :1070.
- ❖ Bogdanov, S., Ruoff, K. et Persano Oddo, L. (2004). *Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys: a review. Apidologie*,35(Suppl 1): p. 4-17.
- ❖ Bourgou, S., serairibeji, R., Medini,F.et Ksouri.,R.(2016 ).Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'*Euphorbiahelioscopia*.*Journal of new sciences, Agriculture and Biotechnology*, 28(12) : 1649-1655.
- ❖ Bowler ,P., Loh, V.Y.et Marsh ,R. A.(1995). Preserves and jellies. In: Beckett S T. *Physico-Chemical Aspects of Food Processing. 1ère edition. Blackie Academic & Professional*, pp:315-330.
- ❖ Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E. etBerset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Food Sci Technol*,28:25–30.
- ❖ Brat , P. et Cuq, B. (2007). Transformation et conservation des fruits - Préservation de lastructure initiale. *Techniques de l'Ingénieur. F6272*.
- ❖ Bruneau ,E.(2004) .Les produits de la ruche .*Ed :RUS TICA*,pp :354-384

### C

- ❖ Chefrour, A., Batestti, MJ., Ait, K., et Tahar A. (2007). MellisopolynogicalCodex-Alimentarius-Comission, *Revised Codex Standard for honey Codex Stan 12-1981, Rev. 2 in Standards and Standard Methods*. 2001. p. 12-1981.
- ❖ Cirillo ,G. et Lemma, F.(2012). Antioxidant Polymers Synthesis, Properties, and Applications.*ScrivenerPublishing*,p :484.
- ❖ Codex-Alimentarius-Comission.(2001).Revised Codex Standard for honey Codex Stan 12-1981, *Rev. 2 in Standards and Standard Methods*,p :12-1981.
- ❖ Codex Stan 296-2009. Norme du codex alimentarius pour les confitures, gelées et Marmelades.
- ❖ Codex.(2001).Programmемixte fao/oms sur les normes alimentaires. Commission du Codex Alimentarius. ALINORM 01/25, p : 1-31.
- ❖ Codex Alimentarius.(2001). Codex Stan 12-1981,Rev.1 (1987), Rev.2.

### D

- ❖ Dahmoune, F., Boulekbache, L., Moussi, K., Aoun, O., Spigno, G.etMadani, K.(2013).Valorization of citrus limon residues for the recovery of antioxidants: evaluation andoptimization of microwave and ultrasound application to solvent extraction. *IndustrialCrops and Products*,50 :77-87.
- ❖ Dawd, K.Y., Musimba, N.K.R., Ekaya, W.N. et Farah K.O. (2003). La valeur nutritive de *Z. spina spin* pour la production de chèvre parmi les éleveurs du district de Kalu, Sud Wello, Ethiopie. *Revue Africaine de Science Gamme et fourragères*, 20 (3) :265-270.

## Références bibliographiques

---

- ❖ De Rodriguez, G.O., De Ferrer, B. S., Ferrer, A. et Rodriguez, B. (2004). Characterization of honeys produced in Venezuela. *Food chemistry*,84:599-502.
- ❖ Diallo, D., Sanogo R., Yasambou, H., Traore, A., Coulibaly, K. et Maïga, A. (2004). Étude des constituants des feuilles de *Ziziphus mauritiana* Lam. (Rhamnaceae), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali, 7 (10-11) : 1073-1080.
- ❖ Dinarvand, M. et Zarinkamar, F. (2006). Anatomy-taxonomy of the genus *Ziziphus* in Iran. *Iran. Journ. Bot.*, 12 (1) : 36-41.
- ❖ Draye, M., Estager, J. , Malacria, M., Goddard ,J.P., Ollivier ,C. (2009) *Sonochimie Organique (K1250)*. Editions Techniques de l'Ingénieur, France.

### E

- ❖ Edward ,F., Gilman, G.W. et Dennis, G.W.(1994). *Ziziphus jujube*. *Fact Sheet ST*,p:680.

### F

- ❖ Fredot ,E.( 2005). *Connaissance des Aliments. TEC et DOC.lavoisier*, pp: 281-283.

### G

- ❖ George, S., Brat,P., Alter, P. et Amiot, MJ. (2005). Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant derived products. *J Agric Food Chem*, 53:1370-1373.

## Références bibliographiques

---

- ❖ Gonnet, M. et Vache, G. (1982). Le miel. Composition, propriétés et conservation. 2nd edition. Opida, INRA Station Expérimentale d'Apiculture. Montfavet, France.
  
- ❖ Goudable, J. et Favier, A. (1997). Radicaux libres oxygénés et antioxydants. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 11: 115-20.
  
- ❖ Grigonis, P.R., Venskutonis, B., Sivik, M., Sandahl, D. et Eskilsson, C.S. (2005). Comparison of different extraction techniques for isolation of antioxidants from sweet grass (*Hierochloë odorata*), *The Journal of Supercritical Fluids*, 33 (3) 223-233.
  
- ❖ Guo, S., Tang, Y.P., Duan, J.A., Su, S. et Ding W. (2010). Two new terpenoids from fruits of *Ziziphus jujube*. *Chinese Chemical Letters*, 20 (2):197-200.
  
- ❖ Gusakova, S.D., Sagdullaev, S.h., Aripov, K.N., Basher, K.H.C., Kurkcuoglu, M. et Demirci B. (1999). Isomers of palmitolic acid in lipids and volatile substances from the fruits of *Ziziphus jujuba*, *Chemistry of Natural Compounds*, 35 (4): 401-403.

## H

- ❖ Handa, S.S. (2008). An Overview of Extraction Techniques for Medicinal and Aromatic Plants. *In: Handa S.S., Khanuja S.P.S., Longo G., Rakesh D.D. (Eds) Extraction Technologies, for Medicinal and Aromatic Plants. International Centre For Science and High Technology, Trieste, Italy*, p :21-54.

## I

- ❖ Ibrahim, A., Gilerson, T., Harmel, A., Tonizzo, J., Chowdhary, A. et Ahmed, S. (2012). The relationship between upwelling underwater polarization and attenuation/absorption ratio. *Opt. Express*, 23, 25662-25680, doi:10.1364/OE.20.025662.

- ❖ Ikram, M., Ogihara, Y. et Yamasaki, K. (1981). Structure of a new saponin from *Ziziphus vulgaris*. *Journal of Natural Products*, 44 (1): 91-93.
  
- ❖ Ilkay, T. et Aziz, E. (2011). Brix degree et sorbitol/xylitol level of anthntic pomegranate (*Punicagratum*) juice. *Food Chemistry*, 127: 1404-1407.
  
- ❖ Inoue, T., Tsubaki, S., Ogawa, B., Onishi, K. et Azuma, J.I. (2010). Isolation of hesperidin from peels of thinned Citrus unshiu fruits by microwave-assisted extraction. *Food Chemistry*, 123: 542-547.

### J

- ❖ Jawad, A. et Langrish, T.A.G. (2012). Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction. *Journal of Food Engineering*, 109: 162-174.
  
- ❖ Jelassi, A., Hassen, I. et Ould Mohamed, A. (2012). Antioxidant proprieties of methanolic and ethanolic extracts of *Euphorbia helioscopia*. (L) aerial parts. *Inter Food Res J*, 19: 1125-1130.
  
- ❖ Jilani, I.B., Schweitzer, P., Khouja, M.L., Zouaghi, M. et Ghrabi, Z. (2008). Physicochemical properties and pollen spectra of honeys produced in Tunisia (Sawthwest of kef). *Apiacta*, 43: 38-48.
  
- ❖ Jiri, S., Marketa, R., Olga, K., Petr, S., Vojtech, J., Libuse, T., Ladislav, H., Miroslava, B., Josef, Z., Ivo, P. et Rene, K. (2010). Fully Automated Spectrometric



## Références bibliographiques

---

Protocols for Determination of Antioxidant Activity: Advantages and Disadvantages. *Molécules*, 15: 8618-8640.

### K

- ❖ Kiriamiti, K.H. (2003). Extraction de pyréthrinés par CO<sub>2</sub> liquide et supercritique, PhDThesis, INP Toulouse.
- ❖ Kratchanova, M., Pavlova, E. et Panchev, I. (2004). The effect of microwave heating offresh orange peels on the fruit tissue and quality of extracted pectin. *CarbohydratesPolymers*, 56 :181-185.

### L

- ❖ Laamouri, A. (2009). Contribution à l'étude des jujubiers en Tunisie : Identification, caractérisation, adaptation au déficit hydrique et multiplication. Thèse de Doctorat, INAT, 272 :138.
- ❖ Letellier, M.etBudzinski, H. (1999). Microwave assisted extraction of organic compounds. *Analisis*, 27 (3): 259–270.
- ❖ Leccese ,A., Bartolini ,S.et Viti,R.(2012). Genotype, Harvest Season, and Cold StorageInfluence on Fruit Quality and Antioxidant Properties of Apricot. *International Journal ofFood Properties*, 15:864–879.
- ❖ Li, J.W.,Fan,L.P.,Ding ,S.D.et Ding ,X.L.(2007).Nutritional composition of five cultivars of Chinese jujube. *Food Chemistry*, 103 (2): 454-460.

- ❖ Luque de Castro, M.D. et Garcia-Ayuso, L.E. (1998). "Soxhlet extraction of solid materials: An outdated technique with a promising innovative future." *Analytica Chimica Acta*, 369: 1-10.
- ❖ Luh, B. S., Kean, C.E. et Woodroof, J. G. (1986). Canning of Fruits. In: Woodroof, J.G. et Luh, B.S. Commercial Fruit Processing. 3ème édition. *AVI Publishing Company, INC*, pp: 161-182.

### M

- ❖ Mahajan, R.T. et Chopda, M.Z. (2009). Phyto-Pharmacologie de *Ziziphus jujuba* fraisage Un examen des plantes. *Phcog \* Rev*, 3: 320-9.
- ❖ Makhloufi, C., Kerkvliet, D., Ricciardelli, G., Choukri, A. et Samra, R. (2010). Characterization of Algerian honeys by palynological and physicochemical methods. *Apidologie*, 41: 509-521.
- ❖ Mandal, V., Mohan, Y. et Hemalatha, S. (2007). Microwave assisted extraction- An innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *Pharmacognosy Reviews*, 1: 7-18.
- ❖ Mengjun, L., Liu, M., Forsline, J., Fideghelli, P.L., Richards, C., Meerow, A., Nienhus, J., Williams, D., Thorn, E., Tombolato, A.F.C., Knupffer, H. et Stoner, A. (2003). Genetic diversity of Chinese jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.). *Acta Horticulturae*, 6 (23): 351-355.

## Références bibliographiques

---

- ❖ Mokkaïem A. (1999). Cause de Dégradation des plantes médicinales et aromatiques d'Algérie. *in Revue Vie et Nature*. n° 7.p :24 – 26.
- ❖ Molyneux, P. The use of the stable free radical diphenylpicryl-hydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarín J. Sci. Technol.* 2004, 26, 211–219.

### N

- ❖ Naman, M., Faid, M. et El Adlouni, C. (2005). Microbiological and Physico-Chemical Properties of Moroccan Honey. *International Journal Of Agriculture & Biology*, 7, 5 :773–776.

### O

- ❖ Ouchemoukh, S., Louaileche, H. et Schweitzer, P. (2007). Physicochemical characteristics and pollen spectrum of some Algerian Honeys. *Food Control*, 18:52-58.

### P

- ❖ Poncet-Légrand, C., Cartalade, D., Putaux, J.L., Cheynier, V. et Vernhet, A. (2003). Flavan-3-ol Aggregation in Model Ethanolic Solutions: Incidence of Polyphenol Structure, Concentration, Ethanol Content, and Ionic Strength. *Langmuir*, 19(25):10563–10572.

### R

## Références bibliographiques

---

- ❖ Ruoff, K. (2006). Authentication of the botanical origin of honey, in *Institute of Food Sciences And Nutrition*. Swiss Federal Institute of Technology Zurich (ETH Zurich) , In collaboration with the Swiss Federal Research Station For Animal Production And Dairy Production: Liebefeld - Bern Switzerland, p: 24.

### S

- ❖ Sarni-Manchado, P. et Cheynier, V. (2006). Les polyphénols en agroalimentaire, Ed. Lavoisier (Tec & Doc), Paris, 300-398.

- ❖ Su, B.N., Cuendet M., Farnsworth, N.R., Fong H.H.S., Pezzuto, J.M. et Kinghorn, A.D. (2002 ). Activity-guided fractionation of the seeds of *Ziziphus jujuba* using a cyclooxygenase-2 inhibitory assay. *Planta Med.*, 68( 12): 1125-1128.

### T

- ❖ Terrab, A., Diez, M. J. et Herridia, F. J. (2003). palynological, Physicochemical and color Characterization of Moroccan honeys. *International journal of food science and technology*, 38:379-386.

- ❖ Taiz ,L. et Zeiger ,E.(2002). Plant Physiology. *Sinauer Associates*, pp: 283-306.

- ❖ Trabelsi, N., Falleh, H., Jallali, I., Ben Daly, A., Hajlaoui, H., Smaoui, A., Ksouri, R., Abdely, C. (2012). Variation of phenolic composition and biological activities in *Limoniastrum monopetalum* L. organs. *Acta Physiol Plant*, 34:87–96.

- ❖ Tripathi, M., Pandey, M.B., Jha, R.N., Pandey, V.B., Tripathi, P.N. et Singh, J.P. (2001 ). Cyclopeptide alkaloids from *Zizyphus jujuba*, *Fitoterapia*, 72 (5):507-510.

### V

- ❖ Vibhakara ,H. S. et Bawa A. S.(2006). Manufacturing Jams and Jellies. *In* Hui,Y.H. Handbookof Fruits and Fruit Processing. *Blackwell Publishing*, pp: 189-201.

### W

- ❖ Walali ,L. et Skiredj.,A.( 2003 ).Technology transfer in agriculture. Cards Techniques : N°108, The avocado tree, the cherimolier, kaki, the jujube tree, *Monthly bulletin of information and connection of the PNTTA*, page :4.
- ❖ Wang, B.,Huang, Q.,Venkitasamy, C.,Chai,H., Cheng, N .et Pan,Z.(2016).Changes in phenolic compounds and their antioxidants capacities in jujube(*Ziziphus jujube miller*) during three edible maturity stages.*LWT-Food science and technology*,66:56-62.
- ❖ Wang, L. et Weller, C.L. (2006). Recent advances in extraction of nutraceuticals fromplants. *Trends in Food Science and Technology*, 17:300-312.

### Y

- ❖ Yamaoka ,Y., Kawakita,T., Kaneko ,M.et Nomoto,K.(1996) .A polysaccharide fraction of *ZizyphiFructusin* augmenting natural killer activity by oral administration. *Biol. Pharm. Bull*, 19:936-939.

## Références bibliographiques

---

- ❖ Yao, S. (2013). Unique fruit development of ornamental ‘Teapot’ jujube. *HortTechnology*,23:364–368 .
  
- ❖ Yeoh, S., Shi, J.et Langrish, T.A.G.(2008). Comparisons between different techniques for waterbased extraction of pectin from orange peels. *Desalination*,218:229-237.

### Z

- ❖ Zhao, J., Li ; S.P., Yang, F.Q., Li, P. et Wang Y.T. (2006). Simultaneous determination of saponins and fatty acids in *Ziziphus jujube* (Suanzaoren) by high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detection and pressurized liquid extraction. *Journal of Chromatography A*, 1108: 188-194.
  
- ❖ Zhao, Z.H., Liu, M.J. et Tu P.F.(2008). Characterization of water soluble polysaccharides from organs of Chinese jujube (*Ziziphus jujuba Mill. cv. Dongzao*). *European Food Research and Technology*, 226 (5), 985-989.
  
- ❖ Zerrouk, S.H., Fallico, B.G., Arena, E.N., Ballistreri G.F. et boughediri, L.A. ( 2011). Quality evaluation of some honey from the central region of Algeria. *Jordan J. Biol. Sci.*, 4(4): 243-248.

---

# *Annexes*

---

## Annexe I

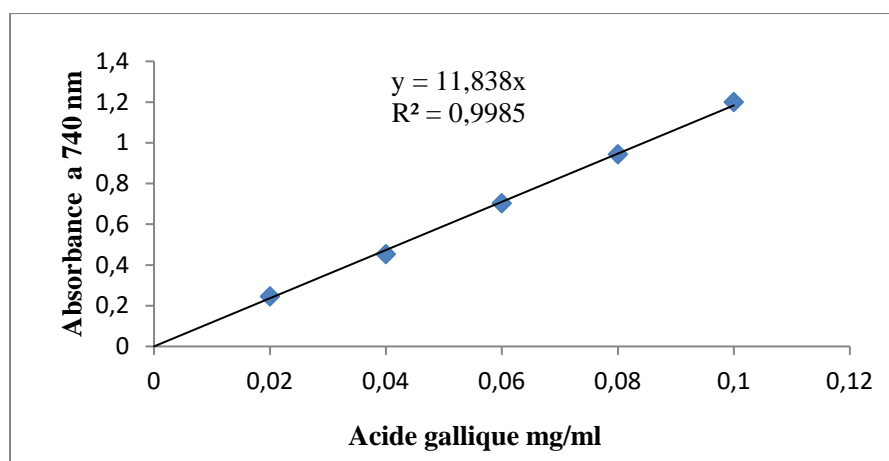


Figure 01: Courbe détalonnage avec l'acide gallique pour le dosage des polyphenols totaux.

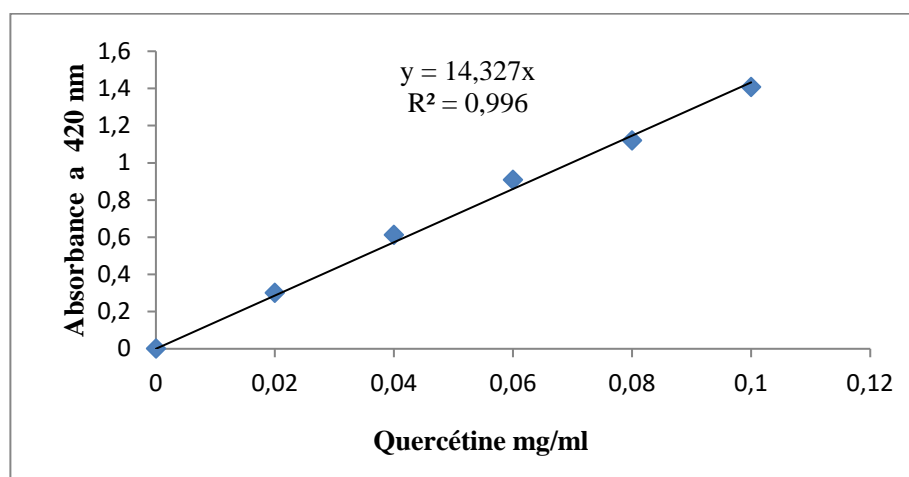


Figure 02 : Courbe détalonnage avec la quercétine pour le dosage des flavonoïdes.

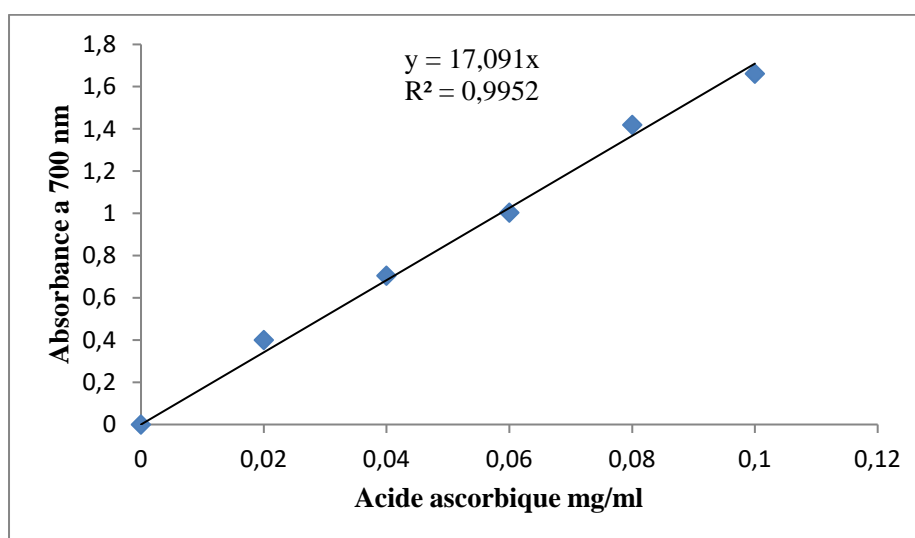
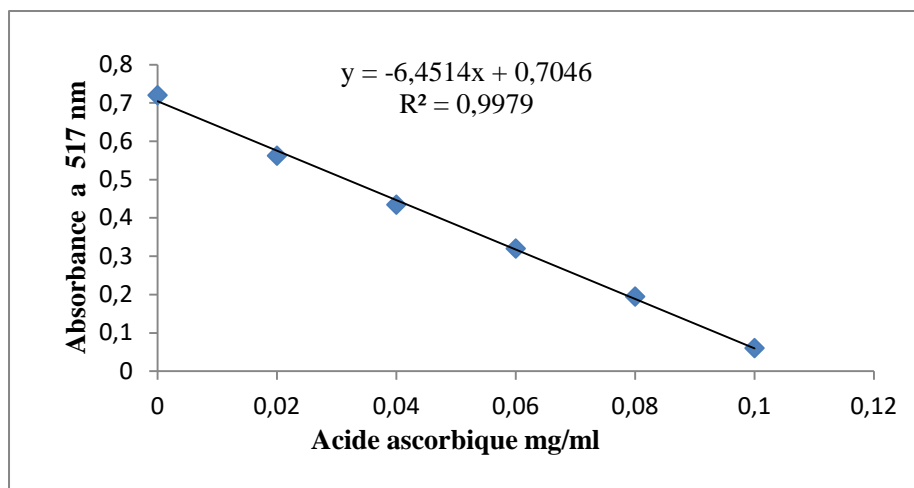
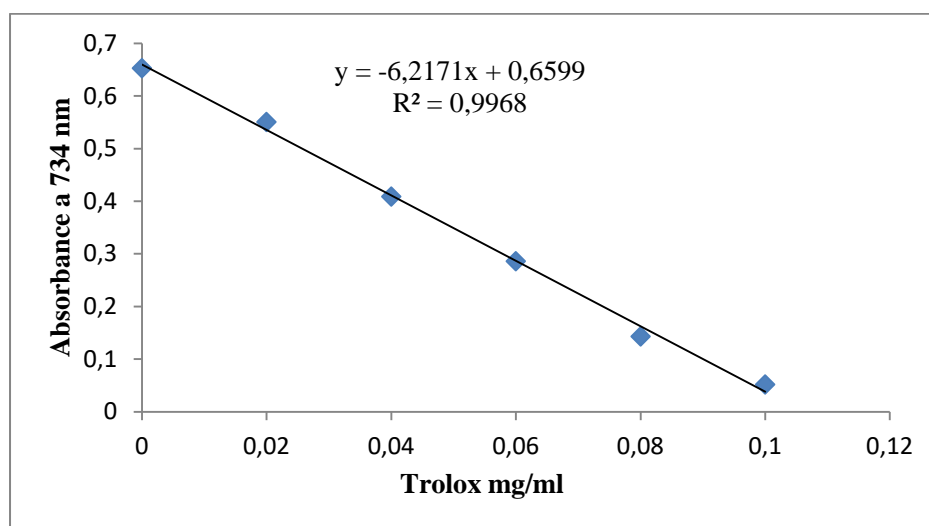


Figure 03 : Courbe détalonnage avec l'acide ascorbique pour l'évaluation du pouvoir réducteur.





**Figure 04** : Courbe détalonnage avec l'acide ascorbique pour l'évaluation de l'activité antiradicalaire par le DPPH.



**Figure 05** : Courbe détalonnage avec le trolox pour l'évaluation de l'activité antiradicalaire par l'ABTS.

## Résumé :

L'objectif de ce travail est la détermination des paramètres physico-chimiques (humidité, pH et acidité) et l'étude de l'effet de 3 techniques d'extraction (EA, EAU, EAM) sur les teneurs en antioxydants (polyphénols totaux et flavonoïdes), le pouvoir réducteur et l'activité antiradicalaire de la confiture et de miel de *Ziziphus jujuba*. Les résultats obtenus révèlent que l'EAU est la plus convenable pour l'extraction des polyphénols totaux et montrant ainsi des fortes teneurs (305,39 ; 109,79 mg EAG /100g ) pour la confiture et le miel, respectivement, et un pouvoir réducteur très élevé (91,41 (confiture) ; 83,06 mg EAC/100g ( miel ) ) par rapport à l'EA et l'EAM ,tandis que les extraits obtenu par l'EAM présentent les teneurs les plus élevées en flavonoïdes (28,95 ; 5,65 (confiture) mg EQ /100g ( miel ) ) et montrant aussi des taux les plus élevés en activité antiradicalaire (144,39(confiture) ; 18,24 mg EAC/100g ( miel)) pour le DPPH et (188,78(confiture) ; 172,43 mg ; /100g( miel)) pour l'ABTS . Les résultats indiquent également que les extraits éthanoliques 60% montrent des fortes teneurs en polyphénols totaux (290,58(confiture) ; 78,45 mg EAG /100g( miel)), en flavonoïdes (25,84 (confiture) et 5,56 mg EQ /100g( miel)), et pouvoir réducteur (89, 80(confiture) ; 63,79 mg EAC/100g( miel)). Par contre, les extraits acétoniques à 60% montrent des fortes capacités antiradicalaire (125,44(confiture) ; 12,35 mg EAC/100g ( miel)) pour le DPPH et (175,12(confiture) ; 151,33 mg ET /100g( miel)) pour l'ABTS.

**Mots clés:** confiture de jujube, miel de jujube, composés phénoliques, activité antioxydant, extraction

## Abstract:

The objective of this work is to determine the physicochemical parameters moisture, pH and acidity) and study the effect of 3 extraction techniques EA, EAU, EAM on antioxidant (total polyphenols and flavonoids The reducing power and the antiradical activity of the jam and honey of *Ziziphus jujuba*. The results obtained show that UAE is the most suitable for the extraction of total polyphenols and thus shows high levels 305.39 jam 109.79 mg EAG / 100 g honey and a very reducing power 91.41 jam, 83.06 mg EAC / 100 g honey with respect to EA and EAM, whereas extracts obtained by EAM have the highest flavonoid contents 28.95 jam; 5.65 mg EQ / 100 g honey and also showing the highest levels of antiradical activity 144.39 jam; 18.24 mg EAC / 100 g honey for DPPH and 188.78 jam; 172.43 mg ET / 100 g honey for ABTS. The results also indicate that 60% ethanolic extracts show high levels of total polyphenols 290.58 jam; 78.45 mg EAG / 100 ghoney, flavonoids 25.84 jam ; 5.56 mg EQ / 100 ghoney, and reducing power 89, 80 jam ; 63.79 mg EAC / 100 g). On the other hand, the 60% acetonic extracts show high antiradical capacities 125.44jam; 12.35 mg EAC / 100 g honey for DPPH and 175.12 jam; 151.33 mg ET / 100 g honey for ABTS.

**Key words:** jujube jam and honey, phenolic compounds, antioxidant activity, extraction .

## ملخص

الهدف من هذا العمل هو تحقيق المعايير الفيزيائية والكيميائية (الرطوبة، درجة الحموضة والحموضة) وتأثير 3 تقنيات استخراج على قدرة النشاط المضادة للأكسدة مجموع البوليفينول والفلافونويد و الحد من قوة والنشاط الكسح جذرية من مربى وعسل العناب. وأظهرت النتائج أن الاستخراج عن طريق الموجات فوق صوتية هو الأكثر ملاءمة لاستخراج إجمالي البوليفينول وبالتالي تظهر مستويات عالية من هذه مادة (305.39 مربى ، 109.79 ملغ / 100 غ معادل حمض قاليك) للمربى والعسل و مستويات عالية من الاستطاعة الرجعية ( 91.41 (مربى) ، 83.06 ملغ / 100 غ معادل حمض الاسكوربيك (عسل)) مقارنة بالاستخراج عن طريق الميكروويف و الاستخراج عن طريق التحريك، في حين أن الاستخراج عن طريق الميكروويف هو أفضل طريقة لاستخراج فلافونيدات ( 28.95 (مربى) ، 5.65 ملغ / 100 غ معادل كريسيتين(عسل)) وتظهر أيضا أعلى مستوى من النشاط الاكترونات المعدلة ( 144.39 (مربى) ، 18.24 ملغ / 100 غ معادل حمض الاسكوربيك(عسل))، (172.43 (مربى) و 188.78 ملغ / 100 غ معادل طرلكس (عسل)) من ناحية أخرى، وتشير النتائج إلى أن مستخلصات الايثانول 60% تظهر مستويات مرتفعة من إجمالي البوليفينول ( 290.58 (مربى) ، 78.45 ملغ / 100G معادل حمض قاليك )، الفلافونويد ( 25.84 (مربى) و 5.56 ملغ / 100 غ معادل كريسيتين (عسل))، و الاستطاعة الرجعية (89 و 80 و 63.79 ملغ / 100 غ معادل حمض الاسكوربيك) ، وأظهرت مستخلصات الأسيون 60% قدرة قوية للاكترونات المعدلة ( 125.44 (مربى) ، 12.35 ملغ / 100 غ معادل حمض الاسكوربيك (عسل)) و ( 175.12 (مربى) ، 151.33 ملغ / 100 غ معادل طرلكس (عسل)).

**كلمات البحث:** عناب المربى والعسل للعناب، المركبات الفينولية، النشاط المضادة للأكسدة، استخراج.