

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Béjaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Biologie physico-chimique
Spécialité Biochimie Fondamental

Réf :.....

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

MASTER

Thème

Composés phénoliques et activité antioxydante des
extraits de *Ziziphus jujuba* obtenus par extraction
assistée aux ultrasons

Présenté par :

Addaj Amira & Ighennoussen Nadia

Soutenu le : 25 Juin 2018

Devant le jury composé de :

Mr TACHERFIOUT M.

MAA

Président

Mme ALLOUI-ZEMOURI S.

MAA

Promotrice

Mme KHEYAR N.

MAA

Examinatrice

Année universitaire : 2017 / 2018

Remerciements

Avant toute chose, je remercie Dieu, le tout puissant, pour m'avoir donnée la force et la patience.

*Nous tenons à remercier chaleureusement et très particulièrement notre promotrice Mme **ALIOUI-ZEMOURI S.**, enseignante au département des Biologie physico-Chimique de la faculté des sciences de la Nature et de la Vie à l'université de Bejaia pour son aide, ses conseils, son orientation et sa grande disponibilité. Merci pour la confiance que vous nous avez faite. C'était un honneur d'avoir eu à travailler avec vous.*

*Nos remerciements s'adressent également à **Mr TACHERFIOUT M.**, d'avoir accepté de présider de jury, et **Mm Kheyar N** d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

Merci

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

*Nous adressons nos remerciements a toute la promotion
De biochimie fondamentale.*

DEDICACE

Grace à dieu tout puissant, je dédie ce modeste travail à toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire et plus particulièrement :

Aux personnes les plus chères au monde mes parents

Qui sont la lumière de mes yeux, ombre de mes pas et le bonheur de ma vie. Qui m'ont apporté leur appui durant tous mes années d'études, pour ces sacrifices et soutiens et qui mon donner la tendresse, la confiance, le courage et la sécurité. Bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorde santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

A mon cher frère Massinissa et A mes chères sœur Imane et Asma

"Les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous. Aucun signe ne pourra décrire votre implication dans mon épanouissement. Je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde".

A mon Cousin et sa femme

Je vous souhaite tous le bonheur et joie qui existe au monde

A mon cher mari hamid et sa famille

A mes chers Walid, Wassim , Hadjer , Meriem ,Islam , Soumia et ma princesse

Khadija

A mes Cousines samira, fatima, razika, et mes tantes : soria, samia, souhila, messouda, mebaraka

A mes très chers grand parents surtout ma grand-mère, puisse Dieu lui prêter longue vie et beaucoup de santé et de bonheur.

A la mémoire de ma chère grande mère, mon cher cousin et mon cher ancle, qui me manque beaucoup. Que la clémence de dieu soit sur eux,

Une dedicace spéciale à ma binome et sa famille

A toute les amies surtout Yamina qui m'a aidée à la réalisation de ce

Mémoire

Amira

DEDICACE

Je remercie tout d'abord mon dieu le tout puissant qui m'a donné la volonté, la force et le courage pour réaliser ce modeste travail

A Mes très chers parents pour leur amour, leur soutien, leurs encouragements pour tout ce qu'ils m'ont apporté et les valeurs qu'ils m'ont enseignées. Je ne vous remercierai jamais assez. Que dieu vous procure bonheur, santé et longue vie. Que ce travail soit pour vous un motif de fierté et de satisfaction. Je vous aime énormément

Maman et Papa

*A mon chère frère **Billal** et A ma chère sœur **Siham**. Je vous souhaite beaucoup de bonheur et de succès.*

A mes très chers grands parents

A Mes tantes Louiza, Farida, Salîha et Djamilâ et A mon oncle.

A Mon cousin et sa femme.

Une dedicace spéciale à ma binome et sa famille

A mes amis : Kahina, Siham, Nawel, Tassaadit, Yamina, Malîka, Ouarda, Tînhinane, Fadwa, Katîba, Faroudja, Salma, Hanane.

A toute personne qui m'a aidé de près ou de loin pour la réalisation de ce

Mémoire

Nadia

Liste des tableaux

tableau	Titres	Pages
01	Composition biochimique du fruit de jujube	05
02	Composition en métabolites secondaires des différents organes du <i>Zizyphus jujuba</i> .	06

Liste des figures

Figures	Titres	Pages
01	Répartition géographique des espèces de la famille des Rhamnacées.	05
02	La structure chimique de (a) sanjoinine A et (b) jujuboside A isolés de fruit et de graine de <i>ziziphus jujuba</i> .	08
03	Structure chimique et mécanisme d'action de jujuboside B sur les cellules de cancer gastrique humaine (AGS) et cancer du côlon humaine (HCT).	09
04	Structure chimique de B carotène et vitamine E.	10
05	Structure chimique de l'acide bétulinique .	11
06	Structure chimique de jujuboside C et protojujuboside A.	13
07	Photographie de fruits, de feuilles et de graines de <i>Ziziphus jujuba</i> .	14
08	Photographie du dispositif de l'extraction assistée aux ultrasons.	15
09	Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydant.	17
10	Teneurs en polyphénols totaux des extraits des feuilles, de fruit et des graines de jujube.	20
11	Teneurs en flavonoïdes des extraits des feuilles, , de fruit et des graines de jujube.	22
12	Teneurs en proanthocyanidines des extraits des extraits des feuilles, , de fruit et des graines de jujube.	23
13	Pouvoir réducteur des extraits des feuilles, , de fruit et des graines de jujube..	26
14	Activité antiradicalaire (DPPH) des feuilles, , de fruit et des graines de jujube.	28
15	Activité antiradicalaire (ABTS) des feuilles, , de fruit et des graines de jujube..	30

Liste des abréviations

ABTS : Acide 2,2-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique.

AlCl₃ : Chlorure d'aluminium.

AINS : Anti-inflammatoire non stéroïdiens.

AGS : Cellules de cancer gastrique humaine

ANOVA : Analyse de variation.

CO₂ : Dioxyde de carbone.

COX : Cyclo oxygène.

DPPH : 2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl.

EAA : Equivalent acide ascorbique.

EAG : Equivalent acide gallique.

EC3G : Equivalent de la Cyanidine-3-Glycosylée.

EQ : Equivalent Quercétine.

Fe²⁺ : Fer ferreux.

FeCl₃ : Chlorure de fer.

GABA : Acide γ-aminobutyrique.

HCT : Cellules de cancer du côlon humain

5-[HT.1A] : 5-hydroxytryptamine.

iNOS : oxyde nitrique synthèse inductible.

K₃Fe(CN)₆ : Ferricyanure de potassium.

K₂S₂O₈ : Persulfate de potassium.

MS : Matière Sèche.

Na₂CO₃ : Carbonates de sodium.

NO : Oxyde nitrique.

OH : Groupe Hydroxyle.

PG : Prostaglandine.

TCA : Acide trichloroacétique.

Tr /min : Tour par minute.

Sommaire

Liste des tableaux	
Listes des figures	
Liste des abréviations	
Introduction	1

Chapitre I : Revue Bibliographique

I.1. Généralité sur <i>Ziziphus jujuba</i>	
I.1.1. Généralités	03
I.1.2. Classification de <i>Ziziphus jujuba</i>	03
I.1.3. Description botanique	04
I.1.4. Répartition géographique	04
I.1.5. Compositions chimiques	05
I.1.6. Activités biologique et thérapeutique de <i>Z. jujuba</i>	07
I.1.6.1. Propriétés sédatives et hypotoniques	07
I.1.6.2. Activité anticancéreuse	08
I.1.6.3. Activité antioxydant	09
I.1.6.4. Activité antimicrobienne	10
I.1.6.5. Activité antidiabétique	11
I.1.6.6. Activité antiinflammatoire	12

Chapitre II : Matériels et Méthodes

II.1. Echantillonnage	14
II.2. Préparation des extraits	14
II.3. Dosages des antioxydants	15
II.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux	15
II.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux	15
II.3.3. Dosage des proanthocyanidines	16
II.4. Activités antioxydants	17
II.4.1. Pouvoir réducteur	17
II.4.2. Activité antiradicalaire 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH)	17

II.4.3. Activité antiradicalaire acide 2,2-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6 sulfonique (ABTS)	18
II.5-Analyse statistique	19

Chapitre III : Résultats et Discussion

III. Résultats et Discussion	20
III.1. Dosages des antioxydants	20
III.1.1. Dosage des composés phénoliques totaux	20
III.1.2. Dosage des flavonoïdes	21
III.1.3. Dosage des proanthocyanidines	23
III.2. Avantages de l'extraction assistée aux ultrasons	25
III. 3. Activité antioxydant	25
III.3.1. Pouvoir réducteur	25
III.3.2. Activité antiradicalaire 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH)	27
III.3.3. Activité antiradicalaire acide 2,2-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6-Sulfonique (ABTS)	29
 CONCLUSION	 32
Références bibliographiques	34
Annexes	

Introduction

Les plantes médicinales constituent une source inépuisable de substances à activités biologiques (antimorales, antivirale, antimicrobienne, antioxydant ; ...etc.) et propriétés pharmacologiques (**Achat., 2013**). Les plantes renferment donc une large variété de molécules chimiques (peptides, terpènes, composés phénolique, alcaloïdes ; ...etc.), à propriété physico-chimique très différentes et qui présentent une large variété (**Michel., 2011**).

Ziziphus jujuba est un arbre fruitier appartenant à la famille des Rhamnacées, il est connu comme fruit indigène en chine pendant au moins 4000 années. De nos jours ; le jujube est largement distribué en Asie, Australie, et Europe (**Li et al., 2007**).

Les fruits de *Ziziphus jujuba* ont la saveur douce et sont riche de différents composés tels que les alcaloïdes, les flavonoïdes, de stérols, de tannins, de saponines et d'acides gras. (**Ghazaeian., 2015**). Ce fruit est non seulement savoureux, mais également utilisé dans la médecine chinoise traditionnelles pour la désintoxication, empêchant l'anémie, et l'analeptique (**Wang et al., 2013**). Les feuilles utilisées pour les effets hypoglycémiques, comme diurétique, émollientes, fluidifiantes, pour favoriser la croissance des cheveux, anticancéreux, sédatives (**Preeti et Shalini., 2014**). Les graines broyées de cette espèce sont traditionnellement utilisées pour le traitement de nombreuses maladies. Ils sont antipyrétiques, toniques, antiviraux et antimicrobiens (**El Hachimi et al., 2015**)

L'extraction assistée aux ultrasons utilisent l'énergie ultrasonique comme source de chauffage de solvant matrice. Cette technique offre de nombreux avantages d'un point de vue du temps d'extraction, de la consommation de solvant, de rendement d'extraction et de la reproductibilité, et ce sans altérer la qualité de l'extrait et simple à utiliser...ect (**Michel., 2011**).

En effet, les antioxydants naturels font l'objet de nombreuses recherches et une nouvelle haleine vers l'exploitation des métabolites secondaires généralement et les composés phénoliques particulièrement tant dans la santé et vis-à-vis des maladies pernicieuses (cancer) que dans l'industrie agro-alimentaire (**Belyagoubi., 2012**).

Notre travail sera divisé en trois parties :

La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique qui présente la description de *Ziziphus jujuba*, des généralités sur la composition biochimique et les activités biologiques et thérapeutiques de cette espèce.

La deuxième partie illustre les matériels et méthodes utilisées dans les différentes étapes de notre travail expérimentales :

- Extraction des composés phénolique des feuilles, fruit et graines de *Ziziphus jujuba* par la méthode d'extraction assistée aux ultrasons.

- Evaluation des teneurs en antioxydants (polyphénols totaux, flavonoïdes et proanthocyanidines) et mesure de l'activité antioxydante (pouvoir réducteur, l'activité anti-radicalaire (DPPH et ABTS) des différents extraits.

La troisième partie est consacrée à la présentation, l'interprétation et à la discussion des résultats obtenus.

I.1.Généralités sur *Ziziphus jujuba*

I.1.1. Généralités

Ziziphus jujuba est l'une des plantes médicinales fruitières, épineuses, de la famille des Rhamnacées. C'est un petit arbre buissonnant, il est indigène de la Chine et connu comme un fruit dans ce pays (datte chinoises) au moins 4000 années (**Gao et al., 2013**). Le fruit est populairement connu comme tsao en Chine, jujube ou ber en Inde et nabk en Arabie.

Le nom dérivé de l'appellation arbre du jujubier de Barbarie « Ziziouf ». Ce genre a été créé par Philip MILLER en 1764, puis par DE JUSSIEU en 1789, ce dernier auteur l'a orthographié : *Zizyphus*, Elle comprend environ 170 espèces distribuées dans la plupart des régions du monde telles que *Ziziphus spinachristi* Willd, *Ziziphus celata*, *Ziziphus Lotus*, *Ziziphus madecassus* H. Perr et *Ziziphus mauritania* Lamk. (**Munier., 1973**).

Le jujubier est une espèce très rustique, résistante au froid modéré, aux fortes chaleurs, pouvant végéter en atmosphère sèche. En raison de ses aptitudes, il est cultivé en zone tempérée à hiver doux, à saison sèche prolongée, en zones subtropicale et tropicale à climat subaride et aride. (**Munier., 1973**).

Le jujubier est une espèce à usages multiples. Les feuilles sont broutées par les animaux, les fruits sont consommés par l'Homme, les fleurs sont butinées par les abeilles qui en produisent un excellent miel. Par ailleurs, les graines broyées de cette espèce sont traditionnellement utilisées pour le traitement de nombreuses maladies (**El Hachimi., 2015**).

I.1.2. Classification de *Ziziphus jujuba*

La classification de *Z. jujuba* est complexe, ce qui a laissé les auteurs attribuer les mêmes nominations à cette espèce. Mais actuellement, la classification adoptée est celle de (**Laamouri., 2009**)

Embranchement : Spermatophytes.

Sous embranchement : Angiosperme.

Sous classe : Dicotylédone.

Ordre : Rhamnale.

Famille : Rhamnacées.

Genre : *Ziziphus*.

Espèce : *Ziziphus jujuba* Mill.

I.1.3. Description botanique de *Ziziphus jujuba*

Ziziphus jujuba est un arbre ou arbuste de (6 à 10 m) de haut à rameaux épineux et (50 à 60Cm) de diamètre du tronc.

Ces feuilles sont simples caduques, alternes, courtement pétiolées, ovales et à bord finement denté. La face supérieure est verte foncée et la face inférieure est verte pale (**Preeti et Shalini., 2014**).

Les fleurs de *Z. jujuba* sont nombreuses, petites (3à 4mm de diamètre), jaunâtre, apparaissent à l'aisselle des feuilles. Elles sont caractérisées par un calice à **cinq** loges triangulaires valvaires, une corolle à cinq petite pétales, et cinq étamines opposées aux pétales. Elles sont groupées en inflorescence sous forme de cyme axillaire sessile. Ces fleurs fleurissent en juin et juillet. Le jujubier se reproduit très fréquemment par fécondation (**Diallo., 2004**).

Les fruits sont des drupes glabres, globuleuses ou ellipsoïdales dont le diamètre est généralement compris entre (1 à 2 cm) avec un noyau biloculaire. D'abord verdâtres, puis jaunâtre et enfin rouge sombre à maturité, le fruit offre une pulpe blanchâtre, charnu, sucrée et acidulée le plus souvent farineuse. Le fruit se flétrit pour atteindre la consistance et le goût d'une datte, d'où son surnom de datte chinoise (**Akhter et al., 2013**).

I.1.4. Répartition géographique

Le genre *Zizyphus*, qui occupe une vaste aire de répartition allant du continent asiatique en passant par le bassin méditerranéen jusqu'à atteindre le continent américain (**Laamouri et al., 2008**). (Figure 02)

L'espèce végétale *Ziziphus jujuba* est l'une des espèces les plus répandues sur le périmètre méditerranéen (Syrie, Liban, Palestine, Egypte, Tunisie et nord Algérien surtout dans les régions de Tlemcen, Annaba et Tipaza, Maroc, Espagne, France, Grèce, Turquie, Portugal, Italie ...) (**Benahmed Djilali et al., 2015**).

En Afrique tropicale, l'espèce existe dans : tout l'ouest africain. Bassin du Tchad, Afrique orientale depuis la Nubie et l'Erythrée jusqu'au Mozambique (**Munier., 1973**).

En Asie, c'est un fruit de consommation courante en Inde et au Pakistan et surtout en Chine du Nord, où sa production effectuée à l'échelle industrielle, elle existe aussi en Arabie, Indochine, philippine.



Figure 01 : Répartition géographique des espèces de la famille des Rhamnacées (Dupont *et al.*, 2012).

I.1.5. Compositions chimiques de *Ziziphus jujuba*

Les études phytochimiques menées sur le *Ziziphus jujuba* montrent la présence de métabolites primaires et secondaires. (Villanueva et Villanueva, 2014).

-**Métabolites primaire** : Le fruit de *Ziziphus jujuba* est très riche en métabolite primaire telle que l'eau, la matière minérale, les sucres, les protéines et les lipides. (Tableau 01)

Tableau 1 : Teneur de fruit du *Z.jujuba* frais en métabolite primaire. (Villanueva et Villanueva., 2014).

Métabolite primaire	Quantité
Humidité	64.0% à 85%
Protéines	2.9% à 6.6%
Lipides	0.4% à 1.0%
Sucres et amidon	25% à 30%
Matières minérales	0.4% à 0.7 %

-métabolites secondaires : Le *Zizyphus jujuba* est connu par son contenu en molécules biologiquement actives tels que les polyphénols (flavonoïdes, tanins), les triterpènes, les alcaloïdes, les saponosides, caroténoïdes, vitamines (**Tableau 2**).

Tableau 2 : Composition en métabolites secondaires des différents organes du *Zizyphus jujuba* :

Organe végétale	Compositions chimiques	Références
Feuille	-Alcaloïdes (coclaurine, isoboldine, norisoboldine, iusiphine, iusirine, et en particulier la ziziphine) -flavonoïdes (quercetine, kaempferol, rhamnoside) -tanins -saponines (jujubasponines 1, 2, 3, 4, 5, jujubosides B) -triterpénoides (acide alphaltolique, acide caffeoyle alphaltolique) -Caroténoïdes. -vitamine A, C, B, et E	(Preeti et Shalini., 2014)
Fruit	-Alcaloïdes (sanjoinine, franguloine, amphibineD). -flavonoïdes (Puerarin, 6-feruloylspinosin, Apigenin-6-C-b-Dglucopyranoside, 6-feruloylisospinosin, Isospinosin and Isovitexin-2-O-b-D-glucopyranoside) -tanins -saponines (1, 2,3, jujubosides B, D, E.) -triterpénoides. -Caroténoïdes. -vitamine A, C, B, et E	(Preeti et Shalini., 2014) (Hasan et al., 2014)
Graine	-Alcaloïdes (franguloine, amphibine D, sanjoininesB-D-F-G2). -flavonoïdes (Puerarin, 6-feruloylspinosin, Apigenin-6-C-b-Dglucopyranoside, 6-feruloylisospinosin, Isospinosin and Isovitexin-2-O-b-D-glucopyranoside) -saponines (jujubosides A-B-C, acetyljujubosides B, protojujubosides A-B) -tannin -triterpénoides. -Caroténoïdes. -vitamine A, C, B	(Preeti et Shalini., 2014).

I.1.6. Activités biologiques et thérapeutiques de *Ziziphus jujuba*

Les différentes parties de *Ziziphus jujuba* possède plusieurs propriétés médicinales et est largement utilisé en médecine traditionnelle iranienne comme purificateur laxatif et sanguine, en médecine chinoise il est utilisé comme exhausteur de gout et est recommandé pour traiter la fatigue, la perte d'appétit et la diarrhée. (Wang *et al.*, 2013).

Des recherches actuelles sur les différentes activités pharmacologiques de *Ziziphus jujuba* ont ressorti plusieurs effets de grande importance pour la médecine moderne.

Les Fruits de *Ziziphus jujuba* utilisés comme, antioxydant, hépatoprotecteur, antivirale, Antibactérien, anticancéreux et aurait des effets anti-inflammatoire.

Les feuilles de *Ziziphus jujuba* utilisées pour les effets hypoglycémiques, comme diurétique, émollient, expectorant, antibactérien et antifongique, anticancéreux, purificateur de sang et dans le traitement de la diarrhée.

Les graines de *Ziziphus jujuba* a des effets antiallergiques, hémolytique, sédatif, anxiolytique (Wang *et al.*, 2013).

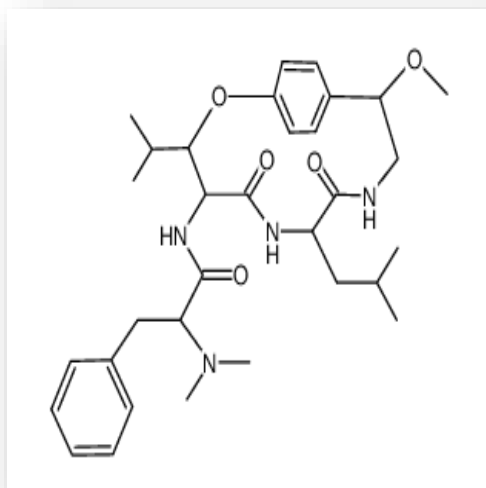
I.1.6.1 Propriétés sédatives et hypnotiques de *Z. jujuba*

L'insomnie est le trouble de sommeil le plus répandue dans le monde, marqué par la difficulté d'initier ou de maintenir le sommeil. Il affecte environ un tiers de la population et réduit la qualité de la vie, la productivité au travail et contribue à la dépression et l'anxiété. (Lu *et al.*, 2017).

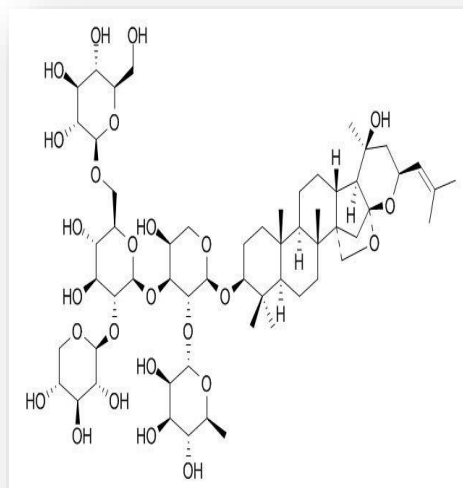
Des études ont été montrés que la graine de *Z. jujuba* est considérée, en Asie, comme sédative/hypnotique, et ce par les alcaloïdes cyclopeptidiques, (sanjoinénine), Jujubosides, flavonoïdes, et ses saponines.

La graine de *Z. jujuba* a une activité sédative, hypnotique et s'applique dans l'insomnie et le nervosisme grâce à l'oléamide qui se trouve naturellement dans le système nerveux central, ou il est naturellement synthétisé. Cet oléamide facilite le sommeil et a aussi une action sur la mémoire (Goetz., 2009).

D'autres études ont prouvés que le sanjoinine A de *Ziziphus jujuba* entraîné la synthèse accrue de GABA qui agit sur les récepteurs de (GABA) et inhibe la neurotransmission et induit le sommeil (Oh *et al.*, 2009), et le Jujuboside A a un effet synergique avec la phénylalanine sur le système nerveux central. Il est sédatif-hypnotique au niveau de l'hippocampe et inhibiteur des cellules CA1 de l'hippocampe suractivé (Zhang *et al.*, 2003).



(a) sanjoinine A



(b) jujuboside A

Figure 02 : la structure chimique de (a) sanjoinine A et (b) jujuboside A isolés de fruit et de graine de *ziziphus jujuba*. (Oh *et al.*, 2009)

I.1.6.2 Activité anticancéreuse de *Ziziphus jujuba*

Le cancer est le problème de la santé majeur dans le monde, en raison du taux de mortalité élevée associé avec le cancer et en raison de grave effets secondaires de la chimiothérapie et la radiothérapie. C'est pourquoi de nombreux patients atteints de cancer cherchent une alternative de traitement.

Les plantes jouent un rôle important dans la prévention des maladies telle que le cancer, et parmi ces plantes en trouve *Ziziphus jujuba* qui a des effets inhibiteurs significatifs sur la prolifération de diverses cellules cancéreuses.

Les propriétés anticancéreuses de cette plante du à ces métabolites secondaires, par exemple les flavonoïdes qui ont des agents antioxydants protègent contre le cancer en piégeant les espèces radicalaires réactives (Hoshyar *et al.*, 2015).

Les acides triterpéniques isolés de fuit de *Ziziphus jujuba* inhibent la croissance et induit l'apoptose des cellules de cancer du sein, l'hépatome humain, et réduit les effets secondaires de la chimiothérapie et la radiothérapie (Plastina et Gabriele., 2012).

Les polysaccharides de *Ziziphus jujuba* aussi ont une capacité d'antiprolifératif, et arrêter les cellules de mélanome à la phase G2/M pendant le cycle cellulaire accompagne à la formation d'un corps apoptotique et augmentation de l'activité de la caspase-3 et la caspase-9 (Wang *et al.*, 2013).

Le Jujuboside B isolé à partir des graines de *Ziziphus jujuba* induit l'apoptose et l'autophagie des cellules de cancer gastrique humaine (AGS) et cancer du côlon humaine (HCT) (Kim *et al.*, 2014).

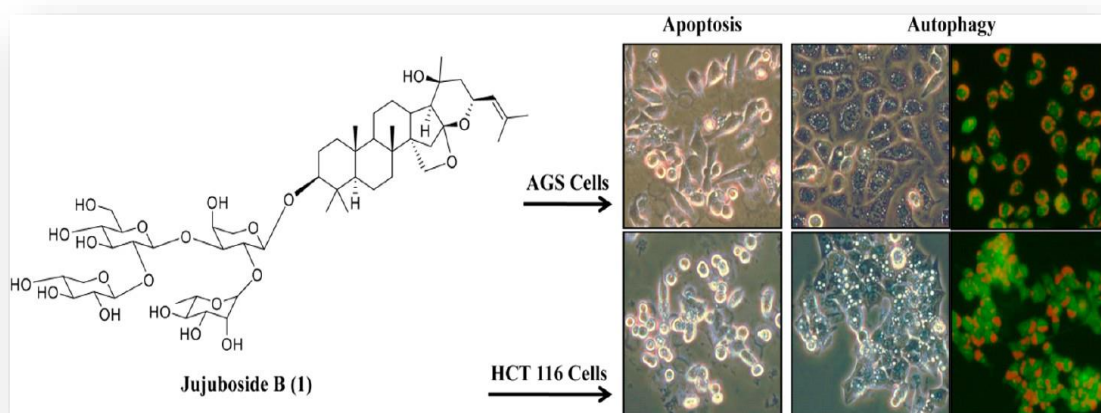


Figure 03 : structure chimique et mécanisme d'action de jujuboside B sur les cellules de cancer gastrique humaine (AGS) et cancer du côlon humaine (HCT) (Kim *et al.*, 2014).

I.1.6.3 Activité antioxydant de *Ziziphus jujuba*

L'oxydation est essentielle pour de nombreux organismes vivants pour les métabolismes biologiques et la production d'énergie, cependant l'oxygène métabolisé par notre organisme se transforme en radicaux libres qui jouent un rôle important dans la pathogenèse de certaines maladies telle que le cancer, les maladies cardiovasculaires, l'athérosclérose et l'inflammation (Ren *et al.*, 2010).

Les fruits sont de bonnes sources d'antioxydants naturels, et jouent un rôle important dans la nutrition humaine. En particulier, le jujube est considéré comme un fruit fonctionnel alimentaire, en raison de la preuve épidémiologique qu'une consommation élevée de jujube, et de tous ses produits industriels, est corrélée avec risque réduit de certains types de cancers. Jujube est recommandé pour le traitement de certaines maladies comme les maladies cardiovasculaires maladie liée à la production d'espèces radicalaires résultant de stress oxydatif (Wang *et al.*, 2014).

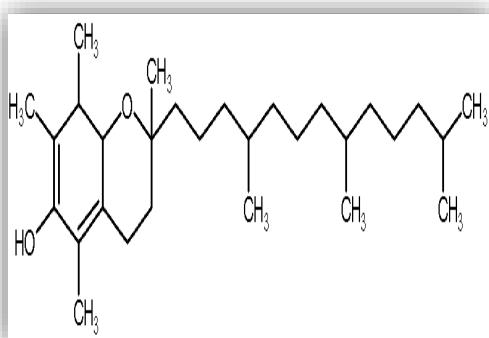
Ziziphus jujuba est une source riche de nombreux composés antioxydants telles que les composés phénoliques, flavonoïdes, anthocyanines, acides ascorbiques, caroténoïdes, vitamine E, les acides gras...ect.

Les composés phénoliques isolés à partir de jujubier tels que l'acide chlorogénique, l'acide caféique, la catéchine, l'épicatéchine, rutine ont des activités antioxydantes et sont des piègeurs de radicaux libres.

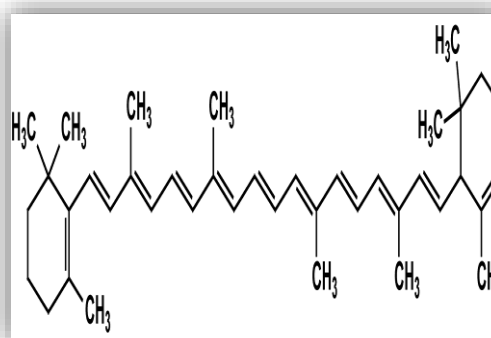
Les caroténoïdes sont des pigments naturels synthétisés par la plante et sont responsables de couleurs vives de divers fruits et légumes. Le β -carotène est le plus abondant dans le jujube et permet de neutraliser l'oxygène singulier (figure 04-a-).

La vitamine E est une vitamine antioxydant liposoluble qui aide la neutralisation des radicaux libres et lutte contre les stress oxydatifs (figure 04-b-).

Les acides gras sont une source d'énergie importante pour l'organisme vivant, ils sont des composants de la membrane cellulaire et des précurseurs de nombreuses substances dans le corps, ils protègent contre les maladies cardiaques, diabète, et certains types de cancer et d'autres maladies. Parmi ces acides gras le jujubier est riche en acides linoléiques ($\omega 6$) et en α -linoléique ($\omega 3$). Le corps humain ne peut pas produire ces deux acides gras, ils doivent être consommés par l'alimentation telle que le jujube (San et Yildirim., 2010).



(a) β -carotène



(b) vitamine E

Figure 04 : structure chimique de (a) β -carotène (b) vitamine E (San et Yildirim., 2010).

I.1.6.4 Activité antimicrobienne de *Ziziphus jujuba*

Ziziphus jujuba peut agir comme une alternative naturelle pour le traitement des maladies infectieuses.

Les feuilles et les fruits de *Z. jujuba* ont une activité antimicrobienne significative due à ces bioactifs composés présents en forte concentration tels que les alcaloïdes, les stéroïdes, les saponines, les tannins et les flavonoïdes.

Des études ont montrés que les huiles essentielles des graines de *Ziziphus jujuba* inhibent l'activité de bactéries pathogènes telles que *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*, *Bacillus subtilis*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella typhimurium* et *Escherichia coli*.

Les feuilles ont un effet antibactérien et antifongique contre le *staphylocoque*, l'*Escherichia coli*, le *Bacillus cereus*, elles servent dans la diarrhée, la gonorrhée, et les caries.

L'acide bétulinique, un triterpène pentacyclique isolé a partir de *Ziziphus jujuba* exerce une activité anti-inflammatoire dans les cellules de l'adénocarcinome pulmonaire humain infecté par le virus de l'influenza A/PR/8 (figure 05) (Ko et al., 2015).

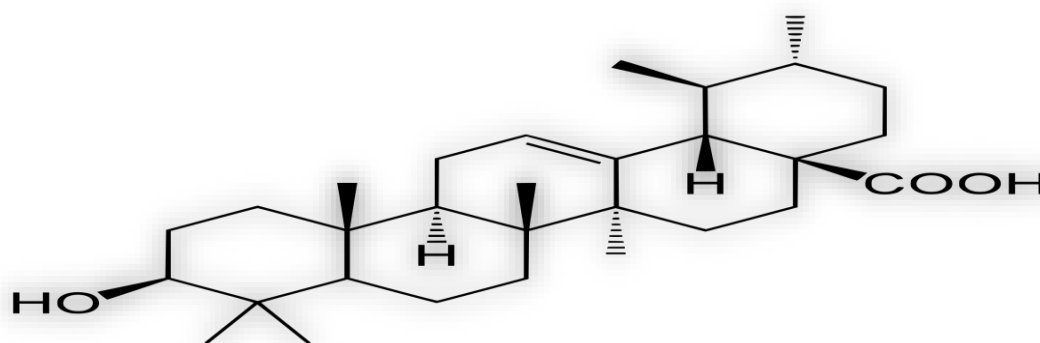


Figure 05 : Structure chimique de L'acide bétulinique (Ko et al., 2015).

I.1.6.5 Activité antidiabétique de *Ziziphus jujuba*

Le diabète est une maladie endocrinienne qui touche 2% de la population mondiale, et Plus de 80% des décès par diabète se produisent dans les pays à revenu faible ou intermédiaire. De nombreuses études scientifiques ont démontré les propriétés hypoglycémiantes de plantes parmi lesquels on trouve *Ziziphus jujuba* (Dénou., 2016).

La feuille de *Z. jujuba* a été reconnue comme étant hypoglycémiant et provoque une augmentation du taux de glycogène du foie (Goetz., 2009).

Les études phytochimiques effectués sur les extraits des feuilles de *Ziziphus jujuba* ont révélé la présence de flavonoïdes, d'hétérosides cardiotoniques, d'oses et d'holosides, de mucilages, de saponosides et de tanins. Les composés les plus abondants dans les feuilles sont surtout les oses et holosides, les mucilages, les polysaccharides et les saponosides.

Les flavonoïdes ayant des propriétés antioxydantes, ils pourraient agir sur les vaisseaux sanguins pour prévenir l'athérosclérose, qui est une des principales

complications chez les diabétiques. La présence de tanins, doués de propriétés de renouvellement des tissus, est importante dans le processus de guérison des plaies dues au diabète.

Les polysaccharides de feuilles de *Ziziphus jujuba* sont composés de glucose, des acides galacturonique et glucuronique, de rhamnose et de galactose doués tous les activités anti-hyperglycémiantes (Dénou., 2016).

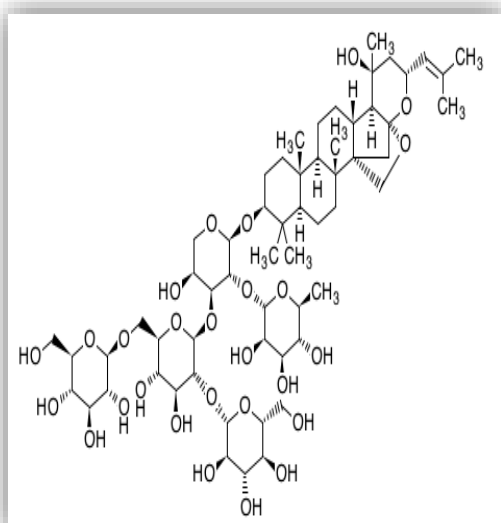
I.1.6.6. Activité antiinflammatoire de *Ziziphus jujuba*

L'inflammation, une réaction de défense du corps à éliminer ou limiter la propagation d'un agent nocif, se distingue par une formation d'œdème, infiltration leucocytaire et formation de granulomes. Il est causé par la libération de médiateurs pro-inflammatoires comme l'oxyde nitrique (NO) et la prostaglandine (PG) pendant la génération de l'oxyde nitrique synthase inductible (iNOS) et de la cyclooxygénase (COX). Les maladies inflammatoires sont actuellement traitées avec des stéroïdes et médicaments anti-inflammatoires non stéroïdiens (AINS). Malheureusement, ces deux classes de médicaments ont des effets secondaires négatifs importants, réduisant leur utilisation dans segments de la population. Par conséquent, il est nécessaire de développer de nouveaux médicaments qui ne produisent pas d'effets secondaires. Produit naturel ont une bonne efficacité et un faible risque d'effets secondaires offrent des traitements et prévention des conditions liées à l'inflammation, et parmi ces produits on trouve *Ziziphus jujuba* (Goyal et al., 2011).

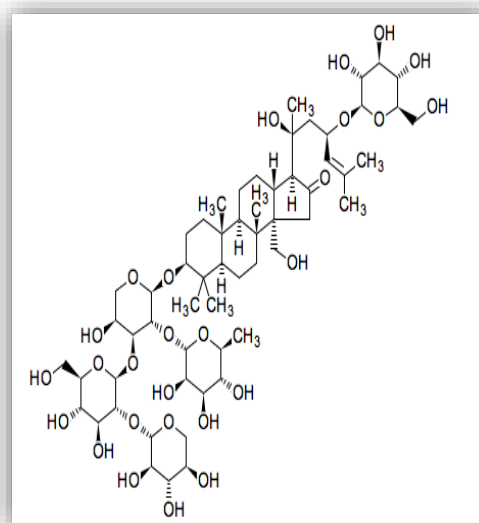
Les huiles essentielles de *Ziziphus jujuba* pourrait être bénéfique comme un bon agent thérapeutique pour le traitement de diverses maladies inflammatoires.

Les flavonoïdes et les terpènes de *Ziziphus jujuba* inhibent l'expression d'oxyde nitrique(NO), aussi des études actuelles ont montrés que L'effet anti-œdémateux de *Ziziphus jujuba* était significativement élevé pendant les stades de l'inflammation, indiquant l'inhibition de la libération de COX, d'histamine et de NO. Une autre a documenté l'effet bénéfique de l'extrait éthanolique de feuilles de *Ziziphus jujuba* contre l'œdème de la patte induit par la carragénine chez le rat.

Les jujubosides A1 et C, protojujuboside et l'acétyljujuboside B1, isolé a partir des graines de *Ziziphus jujuba* engendrent une réaction antigène/anticorps et inhibition de la libération d'histamine (Goetz., 2009).



jujuboside C



protojujuboside A

Figure 06 : structure chimique de jujuboside C et protojujuboside A (Goetz., 2009).

II.1- Echantillonnage

Les feuilles, les graines et les fruits de *Ziziphus jujuba* étudiés proviennent de la région de Kherrata située à la wilaya de Bejaia. En septembre 2015, les feuilles, les graines et les fruits ont été récoltés au stade final de leurs maturités.

Les feuilles de jujubier (Figure 08, c) ont été séchées à l'aire libre (20-25 jours) après dans l'étuve à 37 °C pendant 48 heures et à la fin broyées, tamisées pour obtenir une poudre fine et conservée dans des boîtes stériles à 4 °C.

Les graines de jujubier ont été séparées des fruits (Figure 08, b), broyées et tamisées pour obtenir une poudre fine et conservée dans des boîtes stériles à 4 °C.

Les fruits de jujubier ont été broyés pour obtenir une pâte et conservée dans des boîtes stériles à 4 °C.



(a) fruit



(b) graine



(c) feuille

Figure 07 : Photographie de fruits (a), de graine(b) et de feuille (c) de *Ziziphus jujuba*.

II.2. Préparation des extraits

Les composés phénoliques sont extraits par la méthode d'extraction assistée aux ultrasons qui réside à mettre 0,1g de la poudre de feuilles dans 20 ml de solvant d'extraction (méthanol 60%, éthanol 60% et acétone 60%). 0,133g de broyat de graines dans 20 ml de solvant d'extraction (méthanol 60%, éthanol 60% et acétone 60%). 0,2g de la pâte de fruits dans 20 ml de solvant d'extraction (méthanol 60%, éthanol 60% et acétone 60%).

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.



Figure 08 : Photographie du dispositif de l'extraction assistée aux ultrasons

II.3. Dosage des antioxydants

II.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux

Le dosage des composés phénoliques se fait avec le réactif Folin-Ciocalteu qui en milieu alcalin se réduit en oxyde de tungstène et de molybdène donnant une couleur bleue en présence de composés phénoliques (**Karoune et al., 2016**).

La teneur en composés phénoliques des extraits de *Z. jujuba* est déterminée selon la méthode décrite par (**Dewanto et al., 2002**). Un volume de 200µl d'extraits est ajouté à 1000µl de réactif de Folin-Ciocalteu (1/10). Après 5 min, 800µl de carbonate de sodium (6%) sont additionnés. Le mélange est laissé réagir à l'obscurité durant 90 min à température ambiante, puis l'absorbance est lue à 740 nm.

La courbe d'étalonnage est préparée avec l'acide gallique à des concentrations variables. Les teneurs en composés phénoliques sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par 100g de matière sèche (mg EAG/100 MS) en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée dans les mêmes conditions (Annexe, figure 01).

II.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (**Ribereau-Gayon., 1968**).

La teneur en flavonoïdes est mesurée à l'aide d'une méthode colorimétrique, avec quelques modifications (**Um et al., 2013**). Elle consiste à mélanger 750µl d'extrait et 750µl de chlorure d'aluminium à 2%. Le mélange est laissé réagir pendant 15 min à l'obscurité puis l'absorbance est lue à 420 nm.

La concentration des flavonoïdes dans les extraits est calculée à partir de la courbe d'étalonnage établie avec la quercétine. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de quercétine par 100g de matière sèche (mg EQ/100 MS) (Annexe, figure 02).

II.3.3. Dosage des proanthocyanidines (tannins condensés)

Les tannins condensés également connu sous le nom de proanthocyanidines qui possèdent une répétition d'une unité commune (flavan-3-ol).

En milieu acide, les tanins condensés se dépolymérisent et se transforment en anthocyanidols de couleur rouge spécifique, mesurable par spectrophotométrie (**Karoune et al., 2016**).

La teneur en tannins condensés des extraits de *Z. jujuba* est déterminée selon la méthode décrite par (**wang et al., 2014**). 500µl de chaque extrait sont ajoutés à 2ml de la solution ferrosulfate préparé dans butanol-Hcl (3 : 2) Le mélange est incubé à 95C° durant 15 min et l'absorbance est lue à 530 nm.

Le calcul de la concentration en proanthocyanidines permet d'obtenir des résultats qui sont exprimés selon l'équation suivante :

$$C \text{ (mg/ml)} = 1000 \times MM \times A \times FD / \epsilon L$$

Avec : **A** : Absorbance

MM = 287,24 g/mol, masse molaire de la cyanidine-3-glycosylée.

FD : Facteur de dilution de l'échantillon analysé.

L : Longueur de la cellule mesurée en cm.

ε = 34700 L.mol/cm : le coefficient d'extinction molaire de la cyanidine-3-glycosylée.

Les teneurs en proanthocyanidines sont ensuite exprimées en mg équivalent de la cyanidine-3-glycosylée par 100 g de matière sèche (mg EC3G/100 g MS) (**Teng et al., 2014**).

II.4. Activités antioxydants

II.4.1. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est basé sur la réduction de Fer ferrique (Fe^{+3}) du ferricyanure de potassium en fer ferreux (Fe^{+2}), celui-ci se traduit par un changement de la couleur jaune du ferricyanure de potassium vers une couleur bleue verdâtre, dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de chaque extrait (**Ribeiro et al., 2008**).

Le pouvoir réducteur du fer (Fe^{3+}) dans les extraits est déterminé selon la méthode décrite par (**Bougandoura et Bendimerad., 2012**). 500 μl d'extrait est additionnées à 1,25 ml de tampon phosphate (0,2M, PH 6,6) et 1,25 ml de ferricyanure de potassium $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ à 1%. L'ensemble est incubé au bain-marie à 50°C pendant 20 min, ensuite 1,25 ml d'acide trichloracétique (TCA) à 10% sont ajoutés au mélange pour stopper la réaction. 1,25 ml de ce mélange sont récupérés et combinés à 1,25 ml d'eau distillé ensuite 500 μl d'une solution aqueuse de Chlorure ferrique (FeCl_3) à 0,1% sont additionnées, enfin le mélange est laissé réagir 10 min à l'obscurité. La lecture de l'absorbance du milieu réactionnel est faite à 700 nm (figure 13).

Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique par 100 g de matière sèche (mg EAA/ 100gMS) en se référant à la courbe d'étalonnage (Annexe, figure 03).

II.4.2. Activité antiradicalaire 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH)

L'activité antiradicalaire est mesurée par la réduction du DPPH : 2,2'-diphényl-1-picrylhydrazyl, qui est un radical synthétique présentant une intense coloration violette. La couche électronique de ce radical est saturée en contact d'antioxydants, ce qui explique la disparition de sa coloration. Cette décoloration explique le pouvoir de l'extrait de la plante à piéger ce radical, qu'on peut détecter par un spectrophotomètre (**Karoune et al., 2016**).

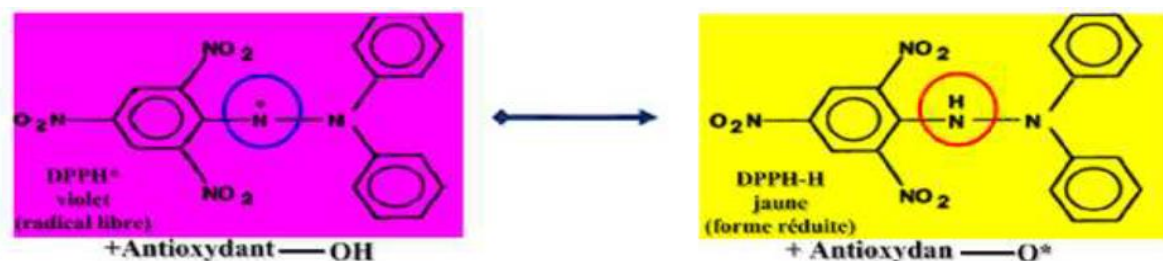


Figure 09 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydant. (**Molyneux., 2004**)

L'activité antiradicalaire des extraits de *Z. jujuba* est déterminée en utilisant le radical stable DPPH, cette activité est évaluée selon la méthode décrite par (**Lillian et al., 2008**).

100µl de la solution de DPPH (60 mM) sont mélangées avec 100µl d'extraits. Après 30 min d'incubation à l'obscurité et à température ambiante, l'absorbance est lue à 517 nm.

Le pourcentage de l'activité d'inhibition du radical DPPH est exprimé par la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de radical DPPH} = [(At - Ae) / At] \times 100$$

At : absorbance du témoin (100µl méthanol+ 1500 µl DPPH).

Ae : absorbance de l'échantillon (100µl extrait+1500µl DPPH).

II.4.3. Activité antiradicalaire acide 2,2-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6 sulfonique (ABTS)

Ce test est basé sur la capacité d'un antioxydant à stabiliser le radical cationique ABTS•+ de coloration vert bleu en le transformant en ABTS incolore. Le radical préformé ABTS•+ est généré en présence des ions persulfates.



En présence d'un antioxydant, le passage du radical ABTS•+ à la forme non radicalaire s'accompagne de la disparition de la coloration vert bleu intense (Bouchouka., 2016).

Le test ABTS est effectué selon la méthode décrite par (Memarpoor-Yazdi *et al.*, 2012) avec quelque modification. La solution du radical cationique ABTS•+ a été préparée en mélangeant 2,45 mM d'ABTS avec 7 mM de persulfate de potassium (K₂S₂O₈). Après 16 heures d'incubation la solution d'ABTS•+ a été diluée avec de l'Ethanol, l'absorbance de la solution ainsi obtenue est ajustée à 0,700 ± 0,020 à 734 nm avant l'usage. Un volume de 50µl d'extrait est additionné à 1 ml de la solution d'ABTS fraîchement préparée. L'absorbance a été lue à 734 nm après 6 min d'incubation au bain marié à 30 C°.

Le pourcentage de l'activité d'inhibition du radical ABTS est exprimé par la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de radical ABTS} = [(At - Ae) / At] \times 100$$

At : absorbance du témoin (25µl Ethanol+ 1000 µl ABTS).

Ae : absorbance de l'échantillon (25µl extrait+1000µl ABTS).

II.5-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 2013, 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 *Ziziphus jujuba* pour chaque paramètre. Le degré de signification des données est pris à la probabilité $p < 0,05$.

III. Résultats et discussion

III.1. Dosages des antioxydants

III.1.1. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en composés phénoliques des extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétonique de feuille, graine et fruit de *Ziziphus jujuba* obtenue par l'extraction assistée aux ultrasons est calculée à partir de la courbe d'étalonnage et exprimée en milligrammes équivalent acide gallique Par 100 gramme de la matière sèche (mg EAG/100g MS), la mesure de la densité optique a été effectuée à une longueur d'onde de 760 nm. Les résultats obtenus sont présentés dans la (figure 10).

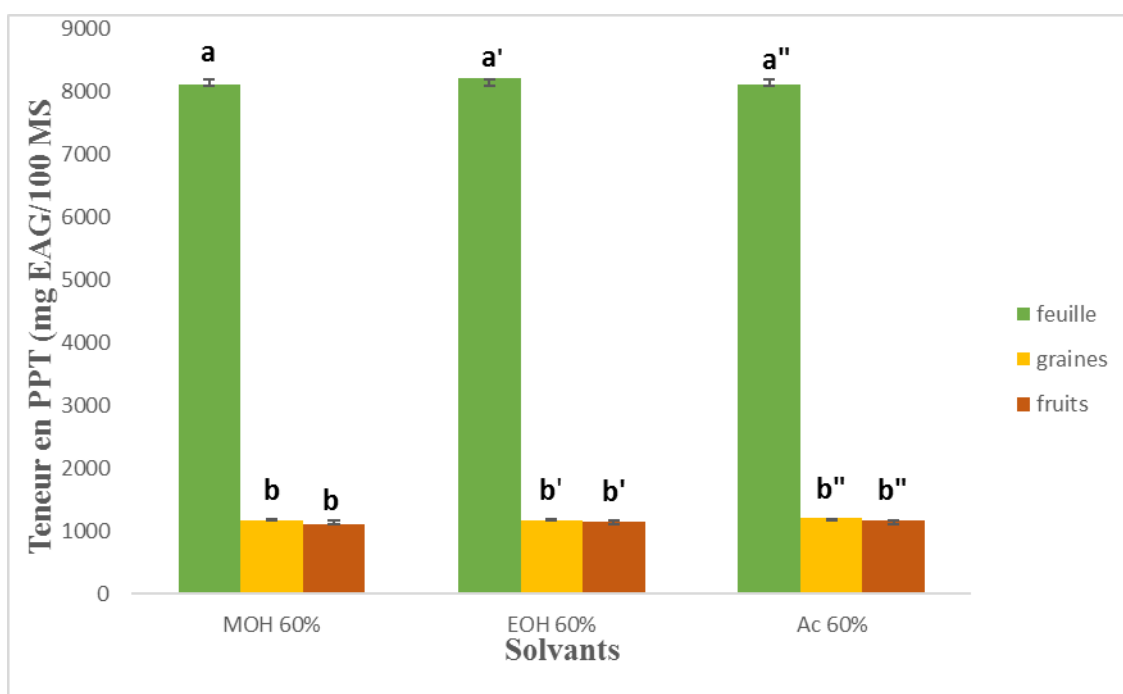


Figure 10 : Teneurs en polyphénols totaux des extraits des feuilles, de fruit et des graines et de *Ziziphus jujuba*.

Toutes les valeurs sont exprimées par la moyenne de trois essais (n=3)
 Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).
 Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative
 Les résultats sont classés par l'ordre décroissant ; $a > b > c$
 Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique de la teneur en composés phénoliques totaux révèle une différence non significative ($p < 0,05$) entre les trois solvants d'extraction.

Les résultats obtenus indiquent que les teneurs les plus élevées en polyphénols totaux est noté pour les extraits des feuilles et elles fluctuent légèrement au tour de 8000 mg

EAG/100g MS. Aux niveau des deux autre extraits, les teneurs en composés phénoliques des extraits de fruits est comparable a celle des graines, ces teneurs changent légèrement au tour de 1000 mg EAG/100g MS.

D'après les résultats obtenus, les trois parties de cette espèce présentent une quantité intéressante de la teneur en polyphénols totaux. Malgré cette différence entre les trois parties de *Ziziphus jujuba*, ces résultats restent importants en comparaison avec ceux obtenus par **(Ren et al., 2010)** qui ont rapporté une valeur de $390,11 \pm 23,42$ mg EAG/100g DW pour la pulpe de *Ziziphus jujuba* et $328,17 \pm 19,81$ mg EAG/100g DW pour les graines de cette espèce, De même **(Hossain et al., 2016)** ont trouvés une quantité de $68,10 \pm 0,09$ µg EAG/mg MS pour les feuilles de *Ziziphus jujuba*.

Les composés phénoliques subissent une réaction redox complexe avec le réactif de Folin-Ciocalteu, Cependant, il devrait être noté également que quelques groupes chimiques comme les acides ascorbiques, acides organiques, sucres, les amines aromatiques peuvent réagir aussi avec ce réactif causant ainsi une surestimation des polyphénols.

III.1.1. Dosage des flavonoïdes

Les résultats du dosage des flavonoïdes obtenus des extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétonique de feuille, graine et fruit de *Ziziphus jujuba* obtenue par l'extraction assisté aux ultrasons sont exprimés en mg équivalent quercetine (mg EC/100g MS), sont présentés dans la (figure 11).

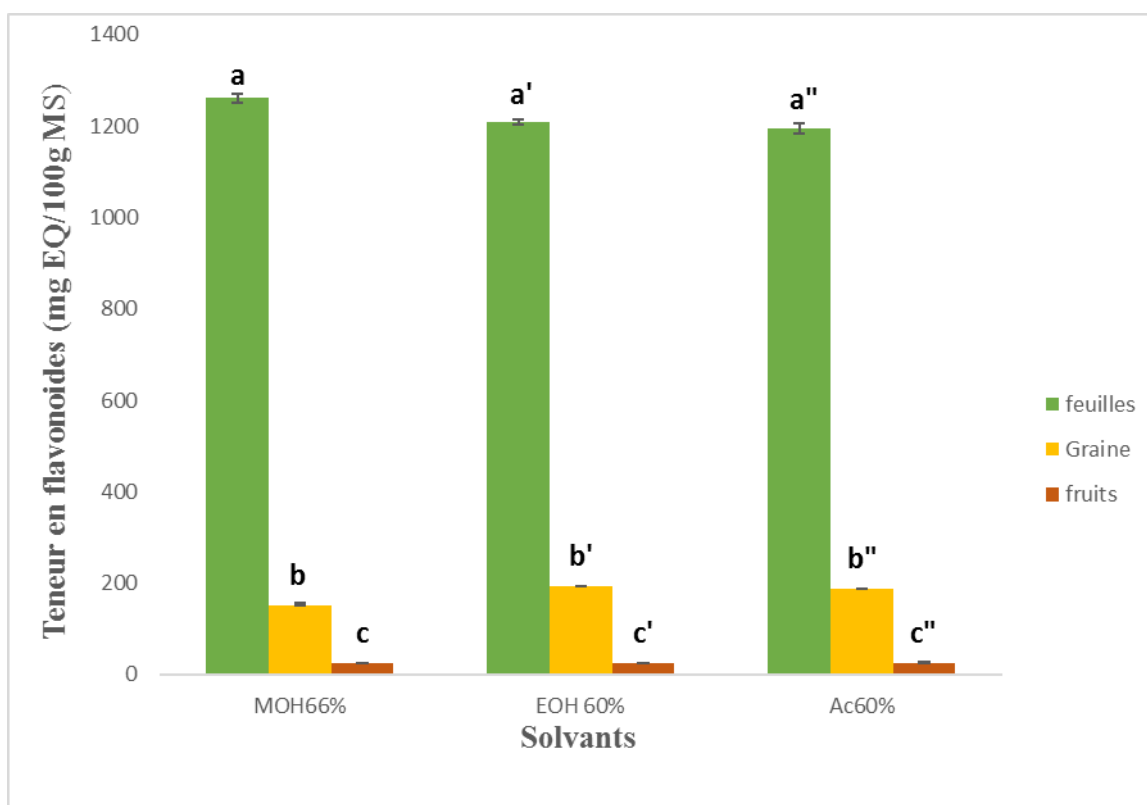


Figure 11 : Teneurs en flavonoïdes des extraits de feuilles, de fruit et des graines et de *Ziziphus jujuba*.

Toutes les valeurs sont exprimées par la moyenne de trois essais (n=3)
 Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).
 Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative.
 Les résultats sont classés par l'ordre décroissant ; $a > b > c$
 Les barres verticales représentent les écarts-types.

D'une manière générale et indépendamment des solvants, La fraction flavonoïdique est inférieure par rapport à la teneur en polyphénols totaux, et les feuilles sont plus riches en flavonoïdes que les graines et les fruits.

L'analyse statistique des résultats obtenues montre que les concentrations la plus dominante appartient aux extraits Méthanolique des feuilles avec une valeur de 1261,10889 mg EC/100g et aucune différence significative enregistré pour les extraits Ethanolique et Acétonique avec des valeurs de 1261,10 mg EC/100g MS ; 1194,01 mg EC/100g MS respectivement.

Du coter des graines, l'analyse statistique indique que la teneur la plus faible en flavonoïdes enregistré pour les extraits Méthanolique avec une valeur de 151,62 mg EC/100g MS. alors qu'elle ne montre aucune différence significative entre les extraits Ethanolique et Acétonique (192,42 mg EC/100g MS ; 188,16 mg EC/100g MS) respectivement.

On note aussi que l'analyse statistique de la teneur en flavonoïdes pour le fruit révèle une différence non significative entre les trois solvants (Méthanol 60%, Ethanol 60%, Acétone 60%) et fluctuent légèrement au tour de 25 mg EC/100g MS.

D'après l'étude de (**Hossain et al., 2016**) la concentration de l'extrait méthanolique de feuille de *Ziziphus jujuba* en flavonoïdes est de $90,28 \pm 0,09$ $\mu\text{g EC/mg}$, alors que celle des fruits elle est de $0,29 \pm 0,44$ $\mu\text{g EC/mg}$, de même (**Ren et al., 2010**) ont trouvé une concentration de 158,06 mg QE/100 g DW pour les graines de *Ziziphus jujuba*. Donc les valeurs de nos résultats sont également importantes que celles trouvées dans ces études.

La variabilité des teneurs en flavonoïdes de *Ziziphus jujuba* est influencée par plusieurs facteurs dont l'origine génétique et le mode de conservation des différentes parties de plante analysées. Ainsi certaines réactions peuvent avoir lieu lors du stockage des extraits, comme la dépolymérisation, la dégradation des monomères, la précipitation et la polymérisation, ce qui affecte leur contenu en flavonoïdes.

III.1.3. Dosage des proanthocyanidines

La teneur en tanins condensés des extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétonique de feuille, graine et fruit de *Ziziphus jujuba* obtenue par l'extraction assisté aux ultrasons sont exprimées en mg d'équivalents de la Cyanidine-3-Glycosylée (mg EC3G/100g MS), la mesure de la densité optique a été effectuée à la longueur d'onde de 500 nm. Les résultats obtenus sont présentés dans la (figure 12).

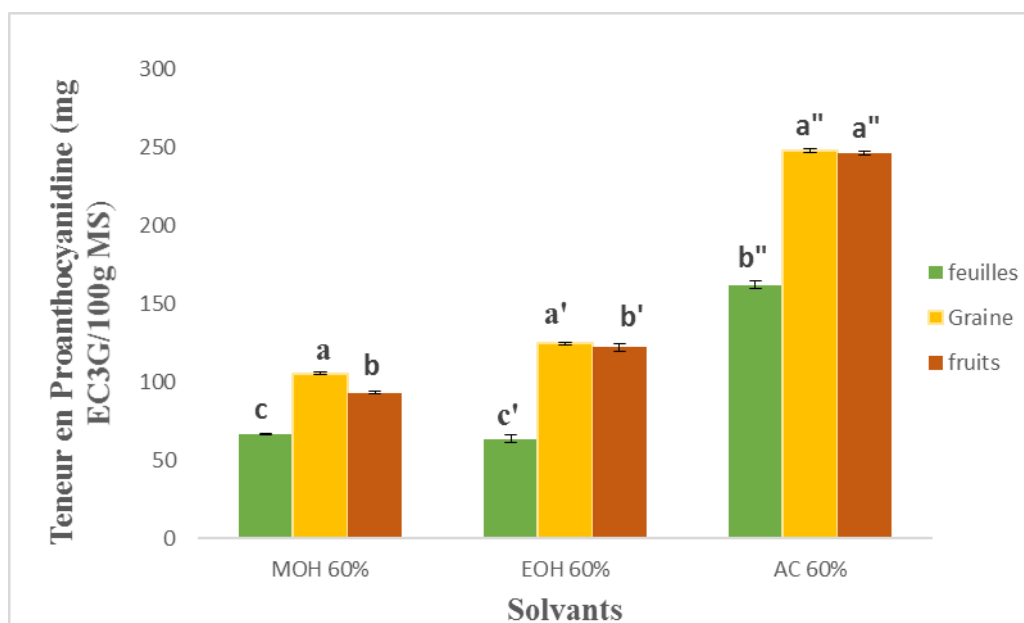


Figure 12 : Teneurs en proanthocyanidines des extraits des feuilles, de fruit et des graines et de *Ziziphus jujuba*.

Toutes les valeurs sont exprimées par la moyenne de trois essais (n=3)
Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).
Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative.
Les résultats sont classés par l'ordre décroissant ; $a > b > c$
Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique a révélé que la différence dans les teneurs en proanthocyanidines entre les trois solvants est significative au seuil 5%. (Acétones 60%, Ethanol 60%, Méthanol 60%).

Les extraits acétoniques présentent les valeurs les plus importantes surtout au niveau des fruits et des graines où nous avons enregistré des concentrations en proanthocyanidines comparables entre ces deux organes avec 248,12 et 246,54 mg EC3G /100g MS pour les graines et les fruits respectivement, cependant les feuilles ne renferment que 105,39 mg EC3G /100g MS.

Les extraits éthanoliques est placée en deuxième position, où nous avons enregistré des valeurs de 143,56 mg EC3G /100g MS pour les graines, suivie par 122,23 mg EC3G /100g MS pour les fruits et 63,74 mg EC3G /100g MS pour les feuilles.

Statistiquement cette variabilité entre les feuilles, graines et fruits de *Ziziphus jujuba* est significative au seuil 5%.

En fin pour les extraits méthanoliques, l'analyse statistique enregistré une différence significative ($p < 0,05$) entre les feuilles, graines et fruits de *ziziphus jujuba*.

D'après l'histogramme, nous avons constaté que la quantité des proanthocyanidines la plus importante est enregistrée pour l'extrait de graine avec une teneur de (105,39 mg EC3G/100g MS), suivie par celle de l'extrait de fruit qui est de 93,26 mg EC3G /100g MS, et une teneur moins importante est marquée pour l'extrait de feuille avec une teneur de 66,49 mg EC3G /100g MS.

D'après les résultats obtenus, la plus forte concentration de feuilles, fruits et graines est notée pour les extraits Acétoniques, cela est expliqué par la meilleure interaction entre le solvant et l'échantillon qui permet l'augmentation de la solubilité des composants dans le solvant d'extraction.

Les grandes teneurs en proanthocyanidines obtenues pour les extraits Acétoniques de fruit et de graine de *Ziziphus jujuba*. Des résultats similaires obtenus par **(Louaileche et Benchikhe., 2014)** qui ont observés que l'acétone 70% est le meilleur solvant d'extraction des polyphénols de la pulpe de caroube et pour la graine de poire piquant.

Nos résultats sont importants mais restent faibles en comparaison avec les résultats obtenus par **(Elaloui et al., 2017)** qui ont remarqués que la teneur en tannin condensés des

feuilles de *Ziziphus jujuba* varié entre (4et 8 mg EC/g MS) cette différence est expliquée par la variabilité des conditions géographique comme la température et le stade de maturité.

(Hurst., 2008) a rapporté que certaines réactions peuvent avoir lieu lors du stockage des extraits, comme la dépolymérisation, la dégradation des monomères, la précipitation et la polymérisation, ce qui affecte leur contenu phénolique.

(Chaalal *et al.*, 2012) ont montré que l'acétone est le solvant adéquat pour extraire les composés phénoliques à partir de figue de barbarie.

III.2. Avantages de l'extraction assistée aux ultrasons

L'extraction assisté aux ultrason est une méthode efficace pour extraire les composés organiques et notamment les composés phénolique totaux.

D'après (Qu *et al.*, 2013) l'ultrason est la meilleur méthode d'extraction par rapport aux autres méthodes.

(Bashi *et al.*, 2012) ont démontré que l'extraction assistée aux ultrasons pourrait être employés comme méthode utile pour l'extraction des composés organiques. Les ondes sonores peuvent créer des bulles dans un liquide et produire la pression négative. Les bulles formées, gonflent puis s'éclatent finalement. Les ondes ultrasoniques accélèrent le transfert de masse des composés par l'augmentation de la perméabilité des membranes cellulaires et facilitent la pénétration de solvant dans la matière végétale crue, ce qui conduit à une augmentation de taux d'extraction. En outre, les ondes d'ultrason peuvent augmenter le transfert de masse de quelques composés en raison de la perméabilité croissante de la paroi cellulaire.

D'autres études ont montré que les cavitations produites par les ondes sonores dans un milieu liquide dont les effets sonochimiques se traduisent par des améliorations de rendement notamment l'extraction des polyphénols totaux.

III.3. Activité antioxydante

III.3.1. Pouvoir réducteur

Les résultats du pouvoir réducteur des extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétoniques de feuille, graine et fruit de *Ziziphus jujuba* obtenue par l'extraction assisté aux ultrasons sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique (mg EAA/100g MS), sont présentés dans la (figure 13).

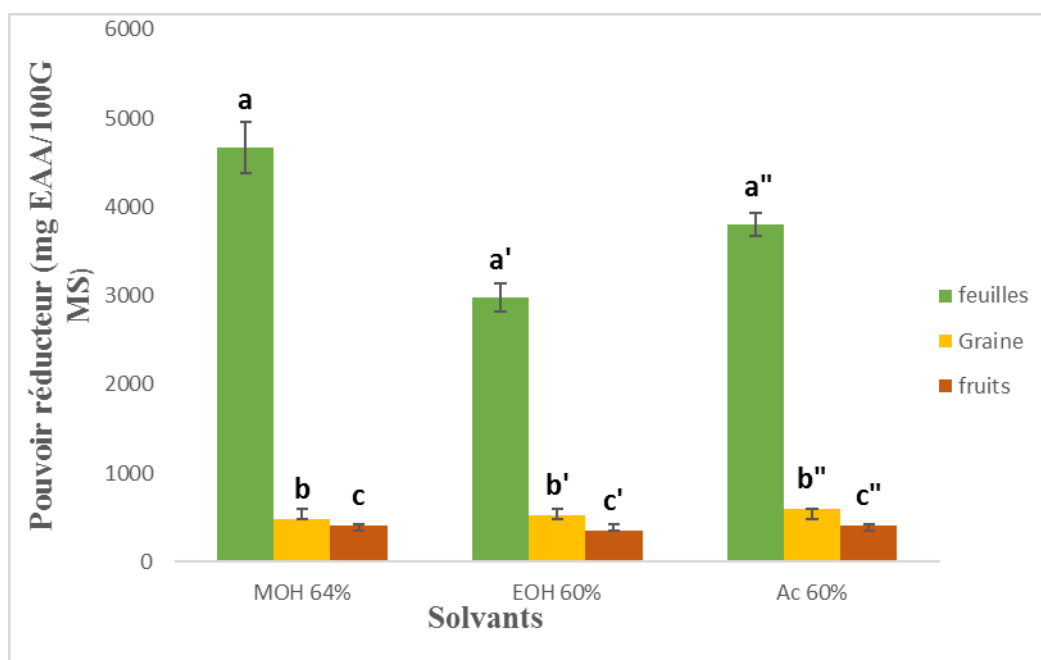


Figure 13 : Teneurs en pouvoir réducteur des feuilles, de fruit et des graines et de *Ziziphus jujuba*

Toutes les valeurs sont exprimées par la moyenne de trois essais (n=3)
 Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).
 Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative.
 Les résultats sont classés par l'ordre décroissant ; $a > b > c$
 Les barres verticales représentent les écarts-types.

Les résultats de pouvoir réducteur mettent en évidence une variabilité entre les extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétoniques des feuilles. L'extrait Méthanolique de feuille qui présente le pouvoir réducteur le plus élevé avec 4667,14mg EAA/100g MS, suivie par l'extrait Acétonique avec 3801,19 mg EAA/100g MS, en fin l'extrait Ethanolique avec 2974,25 mg EAA/100g MS.

Pour les graines, nous avons notés des valeurs 481,570686 ; 526,736 et 593,31mg EAA/g MS pour le méthanol, éthanol, acétone respectivement. Selon l'analyse statistique, il n'existe pas de variabilité significative entre les trois solvants pour cette partie. Tandis que l'analyse statistique montre une différence non significative entre les extraits Méthanoliques, Acétoniques et Ethanoliques de fruits, nous avons enregistrés 408,59 ; 406,64 mg EAA/100g et 350,66mg EAA/100g MS MS pour l'Acétone, Méthanol, Ethanol respectivement.

Malgré la différence observée entre les trois organes de *Ziziphus jujuba*, nos résultats sont proches de ceux trouvés par (Ren *et al.*, 2010) qui ont rapporté une valeur de 382.15 ± 21.15 mg AEAC/100 g DW pour la pulpe de jujube et 316.91 ± 21.18 mg AEAC/100 g DW pour la graine.

(Kaur *et al.*, 2016) ont montré que l'acide ascorbique et les flavonoïdes sont des agents réducteurs forts, ils peuvent réduire l'état oxydé des composés antioxydants, provoquant une augmentation de l'activité antioxydant.

(Lagha-Benamrouche et Madani., 2013) les feuilles de Bigarade qui ont le pouvoir réducteur le plus élevé. Ces résultats indiquent la présence d'une forte corrélation entre le pouvoir réducteur et les composés phénolique totaux pour les feuilles. Ceci suggère que ces composés (composés phénoliques) contribuer de manière très importante à la réduction de la puissance des extraits étudiés.

(Dent *et al.*, 2013) explique la capacité du méthanol à être un bon solvant d'extraction par la différence de polarité qui existe entre lui et les composants bioactifs.

La diversité du pouvoir réducteur des extraits est probablement due à la diversité des composés phénoliques présents. Ainsi la capacité réductrice d'un composé est considérée comme étant un indicateur de son activité antioxydant.

En générale, le potentiel réducteur des extraits végétaux est dû à la présence de molécule capable de donner des électrons qui peuvent réagir avec les radicaux libres et les convertir en produits stables, parmi lesquelles les composés phénolique, flavonoïdes, ce qui explique le potentiel réducteur de la feuille de *ziziphus jujuba* qui est riche en ces molécules.

III.3.2. Activité antiradicalaire 2,2-diphényl-1-picryhydrazyl (DPPH)

Les résultats des mesures de l'activité anti-radicalaire (DPPH) des extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétoniques de feuille, graine et fruit de *Ziziphus jujuba* obtenues par l'extraction assisté aux ultrasons sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique (mg EAA/100g MS), sont présentés dans la (figure 14).

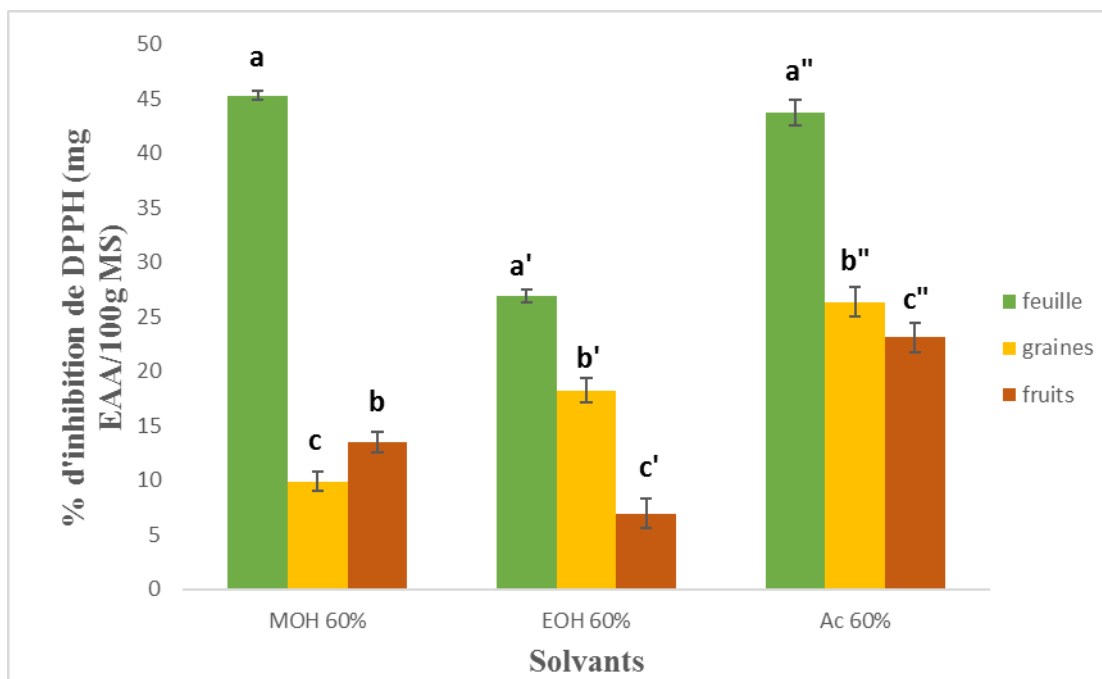


Figure 14 : Activité antiradicalaire (DPPH) des feuilles, de fruit et des graines et de *Ziziphus jujuba*.

Toutes les valeurs sont exprimées par la moyenne de trois essais (n=3)
 Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).
 Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative.
 Les résultats sont classés par l'ordre décroissant ; $a > b > c$
 Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'étude statistique ($P < 0,05$) révèle des différences significatives entre les feuilles, les graines et les fruits de *ziziphus jujuba*.

Pour le Méthanol 60% l'analyse statistique concernant l'activité antiradicalaire de DPPH révèle une différence significative ($p < 0,05$) entre les trois parties (feuille, fruit et graine). Les teneurs obtenus sont : (45,33 mg EAA/100g MS) qui présente la valeur la plus élevée pour la feuille, suivie par le fruit avec (13,48 mg EAA/100g MS), en fin (9,89 mg EAA/100g MS) pour la graine.

Pour l'Ethanol 60%, L'étude statistique ($P < 0,05$) indique l'existence d'une différence significative entre les trois parties de *Z. jujuba* et permet de les classer selon l'ordre décroissant suivant Feuille > Graine > Fruit. (26,90 ; 19,22 et 6,95 mg EAA/100g MS) respectivement.

Pour l'Acétone 60%, l'étude statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) entre les extraits feuilles, graines et fruits. On remarque que la meilleure activité est enregistrée par la feuille 43,12 mg EAA/100g MS suivie par la graine 26,38 mg EAA/100g MS. En fin le fruit (23,11 mg EAA/100g MS).

L'analyse statistique désigne différence entre les trois solvants d'extraction : (Méthanol 60%, Ethanol 60% et l'Acétone 60%. L'acétone présente l'activité la plus élevée.

Concernant l'activité contre le radical libre DPPH, les résultats des activités inhibitrices d'extraits de *Ziziphus jujuba* varient de 6,95 mg EAG/100g MS à 45,33mg EAG/100g MS. Nos résultats se révèlent plus importants que ceux trouvés par (**Ren et al., 2010**) qui ont rapporté une valeur de 28.56 ± 2.11 mg EAA/100g DW pour la pulpe et 22.44 ± 1.92 mg EAA/100g DW pour la graine. De mêmes nos résultats sont meilleurs que ceux obtenus par (**Hossain et al., 2016**) qui ont enregistré une valeur de 98.36 ug EAA /mg pour l'extrait méthanolique de feuilles et 94.56 ug EAA /mg pour l'extrait méthanolique de fruits de *Ziziphus jujuba*.

La différence d'activité antioxydante de différents extraits de *Ziziphus jujuba* dépendent de la quantité totale de phénols, de flavonoïdes et des composés aromatiques présents. Cette conclusion indique que Les extraits de *Z. jujuba* sont une bonne source potentielle de composés phénolique, qui peuvent être utilisés comme antioxydants naturels contre les dommages oxydatifs des radicaux libres dans le corps humain.

D'après (**Ghafoor et Choi., 2009**) évolutions d'activité antiradicalaire reviennent au bon contact entre le solvant et l'échantillon qui permet la meilleure diffusion des composants bioactives.

D'après nos résultats c'est la fraction méthanolique des feuilles de *Ziziphus jujuba* qui présentent un potentiel élevés dans la neutralisation de radicale libre DPPH et cela s'expliquer par la différence de polarité qui existe entre le méthanol et les composants bioactive.

III.3.3. Activité antiradicalaire acide 2,2-azinobis-3-éthylbenzothiazoline-6 Sulfonique (ABTS)

L'ABTS est un radical libre utilisé pour évaluer l'activité antioxydants des extraits. La réduction d'ABTS est basée sur la capacité d'oxydation de ce dernier en radical cationique ABTS⁺ par des antioxydants tels que les composés phénoliques.

Les résultats des mesures de l'activité antiradicalaire (ABTS) des extraits Méthanoliques, Ethanoliques et Acétoniques de feuille, graine et fruit de *Ziziphus jujuba*

obtenue par l'extraction assisté aux ultrasons sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique (mg EAA/100g MS), sont présentés dans la (figure 15).

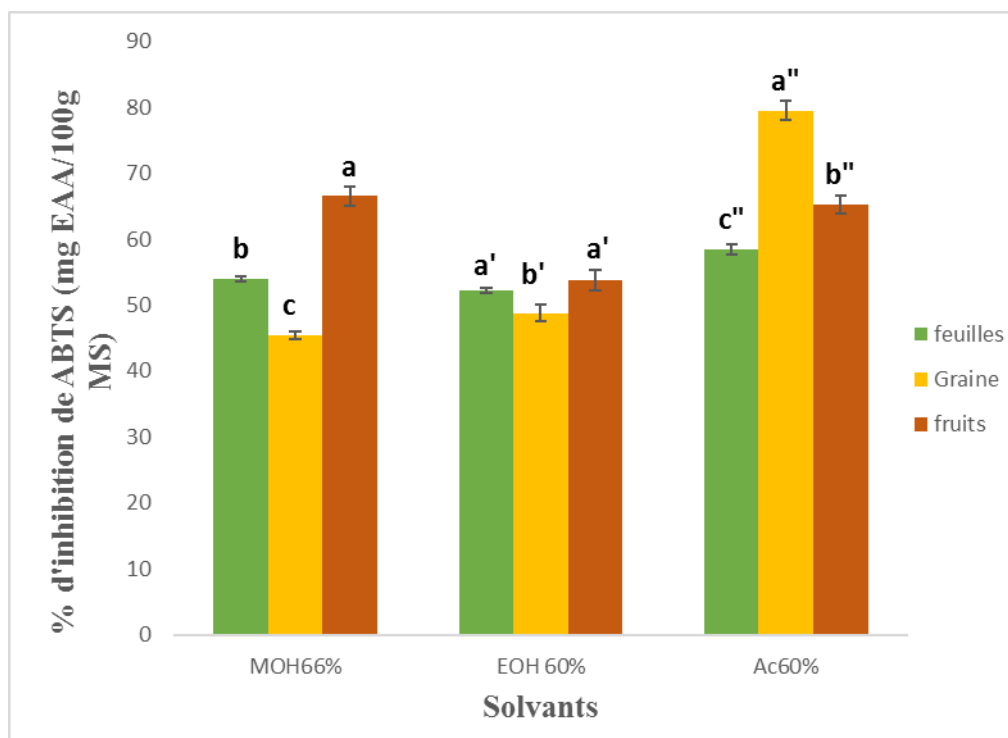


Figure 15 : Activité anti-radicalaire (ABTS) des feuilles, de fruit et des graines et de *Ziziphus jujuba*.

Toutes les valeurs sont exprimées par la moyenne de trois essais ($n=3$)
 Les valeurs désignées par les lettres différentes présentent des différences significatives ($p < 0,05$).
 Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative.
 Les résultats sont classés par l'ordre décroissant ; $a > b > c$
 Les barres verticales représentent les écarts-types.

Pour le Méthanol 60%, l'étude statistique concernant l'activité anti-radicalaire de l'ABTS montre la présence d'une différence significative ($p < 0,05$) entre les trois extraits (feuille, graine et fruit). Les résultats des pourcentages d'inhibition du radical libre d'ABTS montrent que la valeur d'inhibition la plus importante notée pour les fruits (66,52 mg EAA/100g MS) suivie par les feuille de 53,95 mg EAA/100g MS. En fin, les graines avec 45,41 mg EAA/100g MS.

Pour l'Ethanol 60%, l'étude statistique concernant l'activité anti-radicalaire de l'ABTS montre aucune différence significative ($p < 0,05$) entre les extraits des fruits et les feuilles (53,61 mg EAA/100g MS et 52,29mg EAA/100g MS) respectivement, et les graines par 48,81 mg EAA/100g MS.

Pour l'Acétone 60%, La présente d'étude a montré que le plus haut pourcentage d'inhibition, a été obtenu par les graine avec une valeur de 79,51 mg EAA/100g MS, suivie par les fruits (65,27 mg EAA/100g MS) et les feuilles (58,61 mg EAA/100g MS).

D'après l'étude statistique, nous avons constaté que l'Acétone présente la teneur la plus élevée et aucune différence significative enregistré entre le Méthanol et l'Ethanol. (Acétone 60% > Méthanol 60%= Ethanol 60%).

La différence d'activité antiradicalaire entre les organes de *Ziziphus jujuba* est expliquée par la différence de la teneur en composés phénolique y compris les flavonoïdes et tanins condensés.

(Hossain *et al.*, 2016) ont testé l'activité de piégeage des radicaux superoxydes qui est connu pour être très nocif pour les composants cellulaires en tant que précurseur des espèces d'oxygène plus réactives, contribuant aux tissus dommages et diverses maladies. Ils ont montré que les extraits organiques de graines de *Z. jujuba* sont des piègeurs de superoxyde et leur capacité à piéger les superoxydes peut contribuer à leur activité antioxydant.

(Liang *et al.*, 2011) ont indiqué que les fruits de jujubier a la capacité remarquable de réagir avec les radicaux libres pour convertir ces dernier en espèces non-réactives plus stables.

D'après nos résultats l'extrait de graine présente une activité antioxydante plus forte que les extraits de feuilles et de fruits déterminé par la mesure de l'activité de piégeage des radicaux à l'aide de méthode ABTS. Ces résultats sont en accord avec les résultats rapportés par (Lee *et al.*, 2015) qui ont indiqué que L'extrait de graine de jujube a montré une activité antioxydante significativement plus forte que l'extrait de la pulpe de jujube, déterminé par la mesure de l'activité de piégeage des radicaux à l'aide des méthodes DPPH et ABTS.

La graine de jujube, en tant que sous-produit du jus de jujube, a des composés phénoliques abondants avec une puissante activité antioxydante. Par conséquent, ces conditions optimales pourraient être utiles en tant qu'ingrédient fonctionnel naturel non seulement de la pulpe de jujube, mais aussi de la graine, par un produit ayant une activité antioxydante (Lee *et al.*, 2015).

D'après (Sujatha et Kathirvel., 2012) Les extraits d'acétone possédant plus des phénols et des flavonoïdes que d'autre extrait, donc ils présentent l'activité antiradicalaire la plus élevé.

Conclusion

Le but de la présente étude est la détermination des teneurs en antioxydants (polyphénols totaux, flavonoïdes et proanthocyanidines) et mesure de l'activité antioxydante (pouvoir réducteur, l'activité anti-radicalaire (DPPH et ABTS) des extraits des différentes parties de *Ziziphus jujuba* (feuilles, fruit et graines) en utilisant la méthode d'extraction assistée aux ultrasons.

Les résultats du dosage des antioxydants indiquent que la teneur en composés phénolique varie de 1099,57 mg EAG/100g MS (fruit) à 8218,72 mg EAG/100g (feuille) alors que ces résultats révèlent que la feuille de *Z. jujuba* est la plus riche en composés phénolique. La concentration en composés phénoliques de graine est de 1171,73 mg EAG/100g MS.

Concernant la teneur en flavonoïdes, les valeurs varient de 24,80 mg EQ/100g (fruit) à 1261,10 mg EQ/100g (feuille). Alors que ces résultats révèlent que la feuille de *Z. jujuba* est la plus riche en flavonoïdes, tandis que la teneur de la graine est de 151,62 mg EC/100g.

Les teneurs en proanthocyanidines sont différentes d'une partie de *Z. jujuba* à une autre. Les concentrations les plus élevées sont notées pour les extraits acétoniques des fruits et des graines avec 246,54 mg EC3G /100g MS et 248,12 mg EC3G /100g MS) respectivement. Tandis que la teneur la plus élevée pour la feuille est détectée avec le l'acétone 60% (162,24 mg EC3G /100g MS).

L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits étudiés a été évaluée en utilisant trois méthodes :

La feuille de *Z.jujuba* présente le meilleur pouvoir réducteur avec 4667,14 mg EAA/100g MS, tandis que le pouvoir réducteur de graines et de fruits est 593,31 mg EAA/100g MS et 408,59 mg EAA/100g MS respectivement.

Pour l'activité antiradicalaire DPPH aussi c'est la feuille qui possède la meilleure activité de 45,33 mg EAA/100g MS avec le méthanol 60%, alors l'activité antiradicalaire DPPH la plus élevée pour les graines et les fruits est notée pour les extraits acétoniques avec 26,38 mg EAA/100g MS et 23,11mg EAA/100g MS respectivement.

L'activité antiradicalaire ABTS des extraits de *Z. jujuba* révèle que l'extrait acétonique de graine qui présente la meilleure activité avec 79,51 mg EAA/100g MS, tandis que pour les fruits et les feuilles l'activité la plus élevée est notée pour les extraits acétoniques avec 65,27 mg EAA/100g et 58,61 mg EAA/100g MS respectivement.

Au terme de cette étude, il serait nécessaire de signaler que les fruits, les feuilles et les graines de *Ziziphus jujuba* constituent une source de composés phénoliques avec des activités antioxydantes intéressantes et la feuille de cette plante est la plus riche en composés

phénoliques, elle présente une bonne activité antioxydante par une capacité de piégeage des radicaux libres et de meilleur pouvoir réducteur par rapport à la graine et le fruit.

Il serait donc intéressé de pousser et approfondir ce travail par :

- L'élargissement l'échantillonnage à l'ensemble du territoire national afin d'analyser l'effet de l'origine géographique.
- Identification des molécules responsables du potentiel antioxydant par HPLC
- L'étude de l'activité antimicrobienne des différents extraits de cette plante.
- La réalisation d'autres études pour évaluer le potentiel antioxydant *in vivo*

- **Achat S. (2013).** Polyphénols de l'alimentation : Extraction, pouvoir antioxydant et interaction avec des ions métalliques. Thèse de doctorat. Université d'Avignon.
- **Akhter Ch., Dar G.H. et Khuroo A.A. (2013).** *Ziziphus jujuba* Mill. subsp. *spinosa* (Bunge) Peng, Li & Li: a new plant record for the Indian Subcontinent. *Taiwania*. 58(2): 132-135.
- **Bashi D S., Mortazavi S A., Rezaei K., Rajaei A., and Karimkhani M M. (2012).** Optimization of Ultrasound-assisted Extraction of Phenolic Compounds from Yarrow (*Achillea beibrestinii*) by Response Surface Methodology. *Food Science. Biotechnol.* 21(4) : 1005-1011.
- **Belyagoubi N. (2012).** Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien. Thèse de doctorat. Université Aboubakr Belkaïd, Tlemcen.
- **Benahmed Djilali A., Mohamed Nabiev., Allaf K., Benamara S. (2015).** Evaluation de certaines propriétés biochimiques et pharmacodynamiques des poudres du jujube séché à air chaud et en dic. 5^{ème} Séminaire Maghrébin sur les Sciences et les Technologies du Séchage (SMSTS) Ouargla (Algérie).
- **Bouchouka E. (2016).** Extraction des polyphénols et étude des activités antioxydante et antibactérienne de quelques plantes Sahariennes. Thèse de doctorat. Phytochimie. Université Badji Mokhtar-Annaba.
- **Bougandoura N. et Bendimerad N. (2012).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha ssp. Nepeta* (L.) Briq. *Revue « Nature & Technologie ». B- Sciences Agronomiques et Biologiques.* 9 : 14 – 19.
- **Chaalal M., Touati N., Louailache H. (2012).** Extraction of phenolic compounds and antioxidant capacity of prickly pear seeds. *Acta Botanica Gallica.* 159(4): 467-475.
- **Chandel M., Kaur S., Kumar S. (2011).** Studies on the genoprotective /antioxidant potential of methanol extract of *nthocephalus* Cadamba. *Miq journal of Medicinal Plants Research*, 5: 4764-4770.
- **Chen F and Tholl D (2011).** "The family of terpene synthases in plants: a mid-size family of genes for specialized metabolism that is highly diversified throughout the kingdom." *Plant J.* 66: 212-229.

- **Dewanto VWX., Adom KK., Liu RH. (2002).** Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of agriculture and food chemistry*. 50: 310-3014.
- **Dénou A., Sawadogo Y., Haidara M., Togola A., Sanogo R., Diallo D. (2016).** Activité antidiabétique des racines de *zizyphus mucronata* Willd (Rhamnaceae) chez le lapin. *International Journal of Multidisciplinaire Research and Development*. 3(6) : 24-26.
- **Diallo D., Sango R., Yasambou H., Traoré A., Coulibaly K., Maïga A. (2004).** Etude des constituants des feuilles de *Zizyphus mauritiana* Lam.(Rhamnaceae), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali .*Comptes rendus .Chimie*, 7 :1073-1080.
- **Dupont F. et Guignard J.L. (2012).** Botanique, les familles de plantes. *Elsevier*. 136.
- **Elaloui M., Ennajah A., Ghazghazi H., Ben Youssef I., Ben Othman N., Hajlaoui M R., Khouja A., Laamouri A. (2017).** Quantification of total phenol, flavonoids and tannis from *zizyphus jujuba* (mill) and *zizyphus lotus* (I) (Desf). Leaf extract and their effects on antioxidant and antibacterial activities. *International Journal of Secondary Metabolite*. 4(1): 18-26.
- **El Hachimi F., El Antari A., Boujnah M., Bendrisse A. et Alfaiz C. (2015).** Comparison of oils seed and fatty acid content of various Moroccan populations of jujube, grenadier and prickly pear. *Journal Mater. Environ. Science*. 6 (5) : 1488-1502.
- **Gao Q H., Wu C-S. et Wang M. (2013).** The jujube (*zizyphus jujuba* Mill) fruit. A review of current knowledge composition and health benefits. *Journal of Agricultural and food chemistry*. 61: 3351-3363.
- **Ghafoor K., Choi Y.H., Jeon J.Y. et Jo I.H. (2009).** Optimization of ultrasound assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants and anthocyanins from grape (*Vitis vinifera*) seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 57 (11): 4988- 4994.
- **Ghazaeian M. (2015).** Genetic diversity of Jujube (*Zizyphus jujuba* Mill.) germplasm based on vegetative and fruits physicochemical characteristics from Golestan province of Iran. *Comunicata Scientiae*. 6(1): 10-16.

- **Goatz P. (2009).** Mise en évidence d'un effet psychotrope de la teinture mère de *ziziphus jujuba* Mille. *Phytothérapie clinique*. 7 : 31-36.
- **Goyal R., Sharma P L., Sing M. (2011).** Possible attenuation of nitric oxide expression in anti-inflammatory of *Ziziphus jujuba* in rat. *Journal National Medicine*. 65: 514-518.
- **Hasan N M., Al Sorkhy M A., Al Battah F F. (2014).** *Ziziphus jujube* (ENNAB) of the middle east, food and medicine. *Unique journal of Ayurvedic and Herbal Medicines*. 02(6): 7-11.
- **Hoshyar R., Mohaghegh Z., Torabi N., Abolghasemi A. (2015).** Antitumor activity of aqueous extract of *Ziziphus jujube* fruit in breast cancer: An *in vitro* and *in vivo* study. *Asian pacific journal of reproduction*. 4(2): 116-122.
- **Hossain M.A., Al-Ghafri M.T.H., Al Saeedi A.H. (2016).** Comparative evaluation of total phenols, flavonoids content and antioxidant potential of leaf and fruit extracts of Omani *Ziziphus jujuba* L. *Pacific Science Review A: Natural Science and Engineering*. 18: 78-83.
- **Hurst W J. (2008).** Method of analysis for functional foods and nutraceuticals. 2^{eme} edition. CRC presse. Tylor et Francis. London, 548 p.
- **Karoune S., Mghezzi Habellah R., Bounab H., Kechabar M.S.A. (2016).** Etude des composés phénoliques et des activités antioxydants de l'Acacia chernbergiana de la région de Tindouf. *Journal Algérien des Régions Arides (JARA)*. 13.
- **Kathirvel A., Sujatha V. (2012).** In vitro assessment of antioxidant and antibacterial properties of Terminalia chebula Retz. Leaves. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*: 788-795.
- **Kaur Ch., Koley T K., Nagal Sh., Walia Sh., Jaggi S., Sarika. (2016).** Antioxidant activity and phenolic content in genotypes of Indian jujube (*Zizyphus mauritiana* Lamk). *Arabian Journal of Chemistry*. 9: S1044-S1052.
- **Kim Y.S., Xu M-Y., Lee S Y., Kang S S. (2014).** Antitumor Activity of jujuboside B and Underlying Mechanism via Induction of Apoptosis and Autophagy. *Journal of natural products*. 77: 370-376.
- **Ko H-J., Yang Heejung., Hong E-H., Song J H., Kang S H. (2015).** Anti-influenza Activity of Betulinic Acid from *Zizyphus jujuba* on Influenza A/PR/8 Virus. *Biomolecules et Therapeutics*. 23(4): 345-349.
- **Laamouri A., Ammari Y., Albouchi A., Sghaier T., Mguis K. et Akrimi N.**

- (2008). Comparative study of the root system growth and development of three Tunisian jujube species. *Geography Ecology Tropical*. 32: 37-46.
- **Laamouri A. (2009).** Contribution à l'étude des jujubiers en Tunisie : Identification, Caractérisation, adaptation au déficit hydrique et multiplication, ph. D. *National Agronomic Institute*. Tunisia.
 - **Laamouri A., Elaloui M., Ennajah A., Mathieu C., Vilarem C., Chaar H., Hasnaoui B. (2016).** Phytoconstituents of leaf extracts of *Zieiphus jujuba* Mill. Plants harvested in Tunisia. *Industrial Corps and Products*. 83: 133-139.
 - **Lagha-Benamrouche S., Madani K. (2012).** Phenolic contents and antioxidant activity of orange varieties (*Citrussinensis* L. and *Citrusaurantium* L.) cultivated in Algeria: Peels and leaves. *Industrial Crops and Products*. 50 : 723-730.
 - **Lee H.G., Han H.J., Lee J-S., Park S-A., Ahn J-B. (2015).** Extraction optimization and nanoencapsulation of jujube pulp and seed for enhancing antioxidant activity. *Colloids and surface B: Biointerfaces*. 130: 93-100.
 - **Li J-W., Ding Sh-d. et Ding X-l. (2007).** Optimization of the ultrasonically assisted extraction of polysaccharides from *Zizyphus jujuba* cv. Jinsixiaozao. *Journal of Food Engineering*. 80: 176-183.
 - **Liang Z-S., Sun Y-F., Shan Ch-J., Viernstien H., Unger F. (2011)** Comprehensive evaluation of natural antioxidants and antioxidant potentials in *ziziphus jujuba* Mill. Var. spinose (Bunge) Hu ex H.F. Chou fruits based on geographical origin by TOPSIS method. *Food Chemistry*. 124: 1612-1619.
 - **Lillian B., Soraia F., Paula B., Cristina F., Miguel V.B. et Isabel Ferreira C.F.R. (2008).** *Food Chemistry*. 111: 61-66.
 - **Louaileche H., Meziant L., Saci F., Bachir Bey M. (2015).** Varietal Influence on Biological Properties of Algerian Light Figs (*Ficus carica* L.). *International Journal of Bioinformatics and Biomedical Engineering*. Vol. 1 (3): 237-243.
 - **Lu Ch., Hugel H., Johannah L Sh., Ni X., Sarris J., Zhang A L., Guo X., Charlie C. (2017).** *Ziziphus Spinosa* seed for insomnia: A review of chemistry and psychopharmacology. *Phytomedicine*. 34: 38-43.
 - **Munier P. (1973).** Le jujubier et sa culture fruits.28(5) : 377-388.

- **Memarpoor-Yazdi M., Mahaki h., Zare-Zardini H. (2013).** Antioxidant activity of protein hydrolysates and purified peptides from *Zizyphus jujuba* fruits. *Journal of Functional Food*. 5:62-70.
- **Michel T. (2011).** Nouvelles méthodologies d'extraction, de fractionnement et d'identification : Application aux molécules bioactives de l'argousier (*Hippophaë rhamnoides*). Thèse de doctorat. "Chimie Analytique – Phytochimie", Université d'Orléans.
- **Molyneux P. (2004).** The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin Journal of Science. Technoogyl.*, 26(2): 211-219.
- **Oh K-W., Han H., Ma Y., Soon Eun J., Li R., Hong J-T., Lee M-K. (2009).** Anxiolytic-like effects of sanjoinine A isolated from *Zizyphi Spinosi Semen*: Possible involvement of GABAergic transmission. *Pharmacology Biochemistry and Behavior*.92: 206-213.
- **Plastina P., Gabriel B., Bonofiglio D., Vizza D., Fazio A., Rovito D., Giordano C., Barone I., Catalano S. (2012).** Identification of bioactive constituents of *Ziziphus jujube* fruit extracts exerting antiproliferative and apoptotic effects in human breast cancer cells. *Journal of Ethnopharmacology*. 140 : 325– 332
- **Preeti et Tripathi Sh. (2014).** *Ziziphus jujube*: A phytopharmacological review. *International Journal of Research and Development in Pharmacy and Life Sciences*. 3(3): 959-966.
- **Qu Ch., Yu S., Luo L., Zhao Y. et Huang Y. (2013).** Optimization of ultrasonic extraction of polysaccharides from *Ziziphus jujuba* Mill. by response surface Methodology. *Chemistry Central Journal*. 7 :160.
- **Ren F., Ye Y., Ye S., Jiang L., Zhang H. (2010).** Systematic evaluation of antioxidant capacities of the ethanolic extract of different tissues of jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) from China. *Food and Chemical Toxicology*. 48: 1461– 1465.
- **Ribeiro S.M.R., Barbosa L.C.A., Queiroz J.H., Knodle r M., Sch ie b e r A. (2008).** Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangife ra indica* L.varieties. *Food Chemistry*, 110: 620-626.
- **Ribereau–Gayon P. (1968).** Notion générale sur les composés phénoliques. In : Les composés phénoliques des végétaux. *Ed. Dunod* : 1-40.

- **San B. et Yildirim A.N. (2010).** Phenolic, alpha-tocopherol, beta-carotene and fatty acid composition of four promising jujube (*Ziziphus jujuba* Miller) selections. *Journal of Food Composition and Analysis*. 23: 706-710.
- **Teng H., Lee W.Y. et Choi Y.H. (2014).** Optimization of ultrasonic-assisted extraction of polyphenols, anthocyanins, and antioxidants from raspberry (*Rubus coreanus* Miq.) Using response surface methodology. *Food Analytic Methods*. 7: 1536-1545.
- **Um B-H., Kim S.M., Shang Y.F. (2013).** Optimization of pressurized liquid extraction of antioxidants from black bamboo leaves. *Food Chemistry*. 154: 164–170.
- **Villanueva J.R et Villanueva L.R. (2017).** Experimental and Clinical Pharmacology of *Ziziphus jujuba* Mills. *Phytotherapy Research*.
- **Wang M., Cao Q-H., et Wu Ch-S. (2013).** The jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) Fruit: A review of Current Knowledge of Fruit Composition and Health Benefits. *Agricultural and Food Chemistry*. 61: 3351-3363.
- **Wang M., Chen D., Gea Q-H., Yu J-G., Wu Ch-S., Wang Z-Sh., Wang Y-K., Zhu D-L. (2014).** Comparison of Drip, Pope and Surge Spring Root Irrigation for jujube (*Ziziphus jujuba* Mill). Fruit Quality in the Loess Plateau of China. *Plos ONE*. 9(2): e88912.
- **Wang B., Pan Z., Huang Q., Venkitasamy Ch., Chai H., Gao H., Cheng N., Cao W., Xingang L. (2016).** Changes in phenolic compounds and their antioxidant capacities in jujube (*Ziziphus jujuba* Miller) during three edible maturity stages. *LWT - Food Science and Technology*. 66: 56-62.

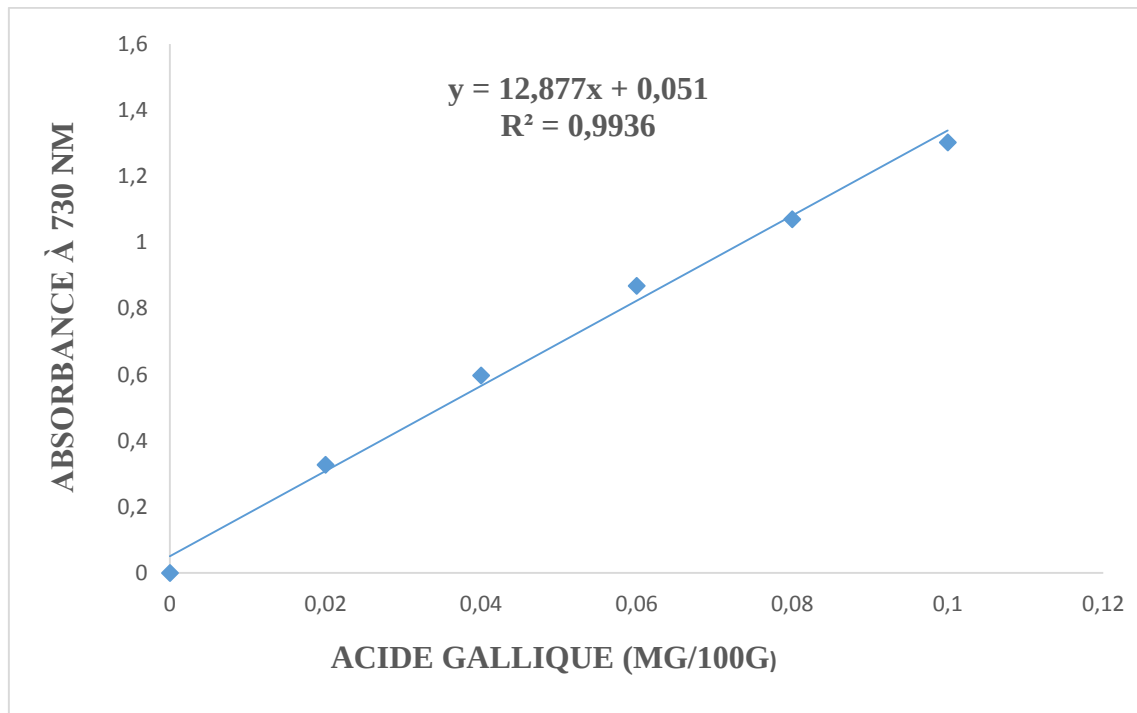


Figure 01 : Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux.

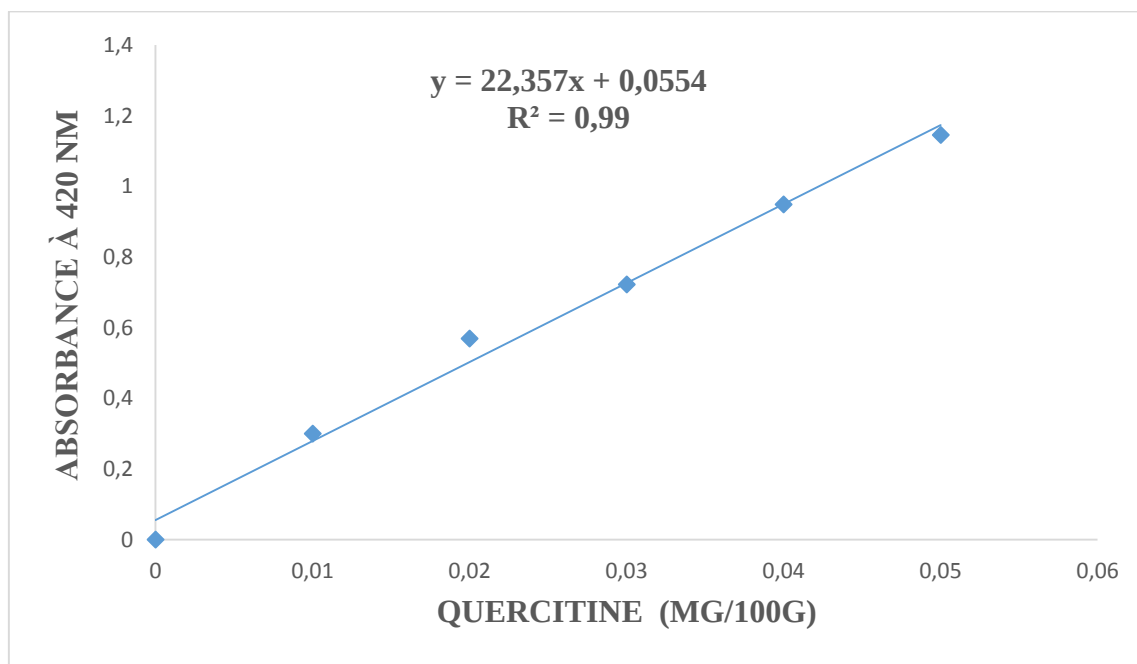


Figure 02 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

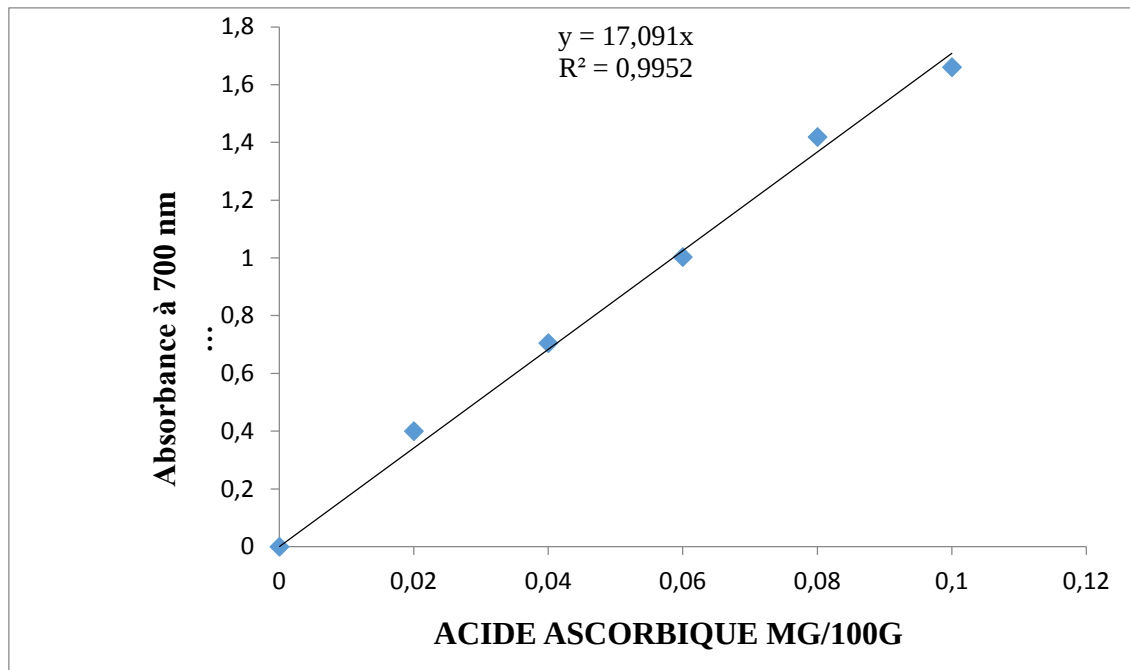


Figure 03 : Courbe d'étalonnage avec l'acide ascorbique pour l'évaluation du pouvoir réducteur.

Résumé : *Ziziphus jujuba* comme d'autre plantes médicinales est une source importante de composés bioactifs (composés phénoliques, flavonoïdes, tanins ; ...etc). Ces composés ont des propriétés sédative et hypotonique, anticancéreuse, antidiabétique, antimicrobienne, anti-inflammatoire et antioxydante. La présente étude est consacrée pour le dosage des antioxydants, et pour l'évaluation *in vitro* de l'activité antioxydante des extraits des feuilles, graines et fruits de *Z. jujuba*. La première partie de cette étude concerne l'extraction et la quantification des composés phénoliques totaux, des flavonoïdes et des tannins condensés par le réactif du Folin-Ciocalteu, par le trichlorure d'aluminium et par le test de butanol-HCl respectivement. La deuxième partie est l'étude des activités antioxydantes des extraits de cette plante en utilisant trois tests *in vitro* : le pouvoir réducteur, le piégeage du radical DPPH et ABTS. Les résultats obtenus montrent que l'extraits des feuilles exhibe une richesse importante en composés phénoliques et en flavonoïdes, tandis que les extraits acétoniques des graines et des fruits présente des teneurs les plus élevées en tanins condensés avec (248,12 mg EC3G/100g MS) et (246,54 mg EC3G/100g MS). L'évaluation des activités antioxydantes montre que les extraits des organes étudiés présentent des propriétés antioxydantes variables. Pour le test de pouvoir réducteur la feuille qui présente le bon pouvoir, tandis que pour le test de DPPH c'est l'extrait méthanolique de feuille qui est le plus actif, pour l'ABTS c'est l'extrait acétonique de graines qui montre la meilleure activité avec (79,51 mg EAA/100g MS).

Mots clés : *Ziziphus jujuba*, composés phénoliques, activité antioxydante, DPPH, ABTS, pouvoir réducteur

Abstract: *Ziziphus jujuba* and other medicinal plants are an important source of bioactive compounds (phenolic compounds, flavonoids, tannins ... etc). These compounds have sedative and hypotonic, anticancer, antidiabetic, antimicrobial, anti-inflammatory and antioxidant properties. In this study, the antioxidant content, antioxidant activity of extracts of the leaves, seeds and fruits of *Z. jujuba*. The first part of this study related to the extraction and quantification of total phenolic compounds, flavonoids and condensed tannins by Folin-Ciocalteu reagent, aluminum trichloride and the butanol-HCl test respectively. The second part is the study of the antioxidant activities of the extracts of this plant using three *in vitro* tests: the reducing power and the scavenging ability on DPPH and ABTS radical. The results showed that leaf extracts exhibited a high content of phenolic compounds and flavonoids, whereas acetonetic extracts of seeds and fruits have the highest levels of the condensed tannin with (248.12 mg EC3G / 100g MS) and (246.54 mg EC3G / 100g MS). The evaluation of the antioxidant activities showed that extracts of the studied organs have various antioxidant properties. For the reducing power test, the leaf that has the good power, while for the DPPH test, the methanolic extract of leaves shows the best result for the ABTS test, the acetonetic extract of seeds which shows is the most active one with an (79.51 mg EAA / 100g MS).

Key words: *Ziziphus jujuba*, phenolic compounds, antioxidant activity, DPPH, ABTS, reducing power.

ملخص:

نبات العناب مثل باقي النباتات الطبية هي مصدر مهم من المركبات النشطة بيولوجيا (المركبات الفينولية، الفلافونويد والعفص، الخ ...). هذه المركبات لها خصائص مهدئة وناقض التوتر، مضادة للسرطان، مضاد السكري، ومكافحة للجراثيم، مضادة للالتهابات ومضادة للأكسدة. وتخصص هذه الدراسة إلى استخراج مضادات الأكسدة، وتقييم الأنشطة المضادة للأكسدة لمستخلصات الأوراق وبذور وثمار العناب. الجزء الأول من هذه الدراسة تتعلق بمعايرة المركبات الفينولية، الفلافونويد والعفص بطريقة فولين سيكالتو، ثلاثي تريكلوريد الألومنيوم وحمض البوتانول على التوالي. الجزء الثاني هو دراسة الأنشطة المضادة للأكسدة لمستخلصات DPPH وABTS هذه النبتة باستخدام ثلاث اختبارات: قوة الحد قوة ارجاع ايونات الحديد اثبتت النتائج المحصل عليها ان مستخلصات الأوراق تمثل ثروة كبيرة من المركبات الفينولية وفلافونيدات في حين مستخلصات 248.126 الاسيتون من البذور والثمار تمثل اعلى محتوى من العفص 246,54 EC3G/100g MS اثبت تقييم نتائج الأنشطة المضادة للأكسدة ان الأعضاء المدروسة تحمل خصائص متغيرة بالنسبة لقوة الحد الأوراق تمثل افضل قوة ABTS أيضا المستخلصات الميثانولية للأوراق هي من تمثل اكبر قوة وبالنسبة ل اختبار DPPH اما بالنسبة لقوة ارجاع ايونات الحديد المستخلصات الاسيتونية للبذور تمثل الأكبر نشاطا .

الكلمات المفتاحية : نبتة العناب المركبات الفينولية الأنشطة المضادة للأكسدة قوة الحد DPPH ABTS