

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

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Microbiologie
Spécialité Microbiologie appliquée



Réf :.....

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

MASTER

Thème

Comparaison des différentes méthodes d'extraction des polyphénols de figes sèches et de mélanges figes-l'huile.

Présenté par :

Mamache Sabiha & Mansouri Khalissa

Soutenu le : 27 Juin 2019

Devant le jury composé de :

Mme. Yahiaoui H.	MAA	Président
Mme. Lincer Merdjane F.	MCB	Encadreur
M. Bachir bey M.	MCA	Examineur

Année universitaire : 2018 / 2019

Remerciements

Au terme de ce travail, nous remercions vivement notre promotrice Mme Lainer. Merdjane F. pour son encadrement étroit, pour tout le temps et les efforts qu'elle a déployés, pour ses conseils fructueux qu'elle n'a cessé de nous prodiguer avec bienveillance ainsi que pour son orientation et sa gentillesse tout le long de la réalisation de notre travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Mme Yahiaoui H. pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant de présider le jury de notre soutenance.

Nos remerciements s'adressent également à Mr Bachir bey M. pour nous avoir fait l'honneur d'examiner ce modeste travail.

Nos sincères remerciements s'adressent aussi au le professeur Mr Tamandjari A. pour son aide et son orientation et qui nous a ouvert son laboratoire pour la pratique.

Enfin, on tient à exprimer toute notre reconnaissance à nos familles, nos amis proches, qui nous ont toujours encouragés au cours de la réalisation de ce mémoire.

Khalissa et Sabiha

Dédicace

A ma très chère mère Taous, qui a œuvré pour ma réussite, de par de son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude, aucune dédicace ne serait assez éloquente pour exprimer mon ressentis.

A Mon père Rabah, qui peut être fier de trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

A mes très chères sœurs Ibtissam, Romayssa, Loubna et son mari Yamin, Lynda et son mari Fouad, Sabrina et son mari Azeddine, Nawel et son mari Lounes qui n'ont cessé d'être là pour moi des exemples de générosité, d'amour et d'affection.

A Mon cher frère Hamza, je dédie ce travail dont le grand plaisir leur revient en premier lieu pour leurs conseils, aides et encouragements.

A ma meilleur amie et binôme Sabiha, ensemble nous avons partagés d'agréables moments tout au long de la réalisation de ce travail que notre amitié durera jusqu'à l'infini.

A mes très chères amis Amel, Hizoute, Zinebe, Hayat, Sabrina, Chabha, Zakia, Nadja et Abba au bonheur que vous m'apportés.

A toute la promotion MASTER II de Microbiologie Appliquée.

Khalissa

Dédicace

A la mémoire de ma mere.

A Mon père Ahcene, qui peut être fier de trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

A mes très chères sœurs Loiuza, Ghania, Naima, Hayat et Safia qui n'ont cessé d'être là pour moi des exemples de générosité, d'amour et d'affection.

A Mon chers frères Kamel, Lounes et Omar je dédie ce travail dont le grand plaisir leurs revient en premier lieu pour leurs conseils, aides et encouragements.

A ma meilleur amie et binôme Khalissa, ensemble nous avons partagés d'agréables moments tout au long de la réalisation de ce travail que notre amitié durera jusqu'à l'infini.

A mes très chères amis Amel, Hizoute, Zinebe, Hayat, Sabrina, Chabha, Zakia, Nadja et Abba au bonheur que vous m'apportés.

A toute la promotion MASTER II de Microbiologie Appliquée.

Sabiha.

Sommaire

Liste des abréviations.

Liste des tableaux.

Liste des figures.

Introduction.....1

Partie théorique

I.	Généralités sur la figue sèche.....	3
	I.1. Description de la figue.....	3
	I.2. Séchage des figues.....	3
	I.2.1. Séchage traditionnel.....	3
	I.2. 2. Séchage industriel	3
	I.2.3. Séchage par lyophilisation.....	4
	I.3. Composition et valeurs nutritives des figues sèches.....	4
	I.4. Les antioxydants de la figue sèche.....	5
	I.4.1. Les composés phénoliques de figue sèche.....	6
	I.5. Méthodes d'extraction des polyphénols.....	9
	I.5.1. Extraction assisté par micro-onde.....	9
	I.5.2. Extraction assisté par ultrason	10
	I.5.3. Extraction assisté par macération.....	11
	I.5.4. Extraction assisté par ultra-turrax.....	12
II.	Généralités sur l'huile d'olive.....	12
	II.1. définition.....	12
	II.2.. Catégories de l'huile d'olive.....	12
	II.3. Composition de l'huile d'olive.....	12

Partie expérimentale

I.	Matériel et méthodes	15
	I.1. Matériel végétal.....	15
	I.2. Préparation des mélanges figue sèche et l'huile d'olive extra-vierge.....	15
	I.3. Préparation des échantillons à analyser.....	16
	I.4. Caractérisation physicochimiques de figue sèche.....	17
	I.4.1. Taux d'humidité.....	17
	I.4.2. Acidité titrable.....	18
	I.4.3. Dosage des glucides.....	18

I.5. Extraction des composés phénoliques de figue sèche.....	18
I.5.1. Extraction assisté par macération.....	19
I.5.2. Extraction assisté par ultra-turrax.....	20
I.5.3. Extraction assisté par ultrason.....	20
I.5.4. Extraction assisté par micro-onde.....	21
I.6. Dosage des composés phénoliques totaux.....	21
I.6.1. Dosage des polyphénols.....	21
I.6.2. Mesure de l'activité anti-radical DPPH°.....	21
I.7. Etude des activités antibactériennes des extraits de figue sèche.....	22
I.7.1 Les souches bactériennes	22
I.7.2. Standardisation des inocula bactériens.....	22
I.7.3.Détermination des concentrations minimales inhibitrices (CMI).....	23

Résultats et discussion

I. Résultats et discussion

I.1. Caractérisation physicochimique de figue sèche.....	25
I.1.1. Taux d'humidité.....	25
I.1.2. Acidité titrable.....	26
I.1.3. Teneurs en glucides.....	27
I.2. Teneurs des composés phénoliques.....	29
I.3. Activité antioxydante.....	30
I.4. Etude de l'activité antibactérienne des extraits de figue sèche.....	32
I.4.1. Détermination des concentrations minimales inhibitrices CMI.....	32
Conclusion.....	34

Références bibliographiques.

Annexes.

Liste des abréviations

A% : Acidité.

ANOVA: Analysis Of Variance.

C_{Na OH} : Concentration de hydroxyde de sodium.

CMI : Concentration minimale inhibitrice.

COI : Conseil Oléicole International.

DPPH : 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazine.

EAG : Equivalent d'acide gallique.

E.coli : *Escherichia coli*.

IC₅₀ : Concentration d'inhibition à 50%.

ISO : Organisation Internationale de normalisation.

IU: Unité International

MAE : Microwave Assisted Extraction

MS : Matière Sèche.

NCCLS: National Committee for Clinical Laboratory Standards.

SARM : *Staphylococcus aureus* résistant à la méthicilline.

rpm : rotation par minute.

UAE : Ultra-turrax Assisted Extraction

UFC/ml: unités formant colonies

UNECE: United Nation Economic Commission for Europe.

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau I	Les teneurs en composés nutritifs des figes sèches.	05
Tableau II	Les teneurs des dérivés des acides phénoliques.	07
Tableau III	Les teneurs en flavonoïdes.	08
Tableau IV	Les teneurs en caroténoïdes.	09
Tableau V	Activité antiradicalaire DPPH (IC ₅₀ mg /ml) des différents extraits d'échantillons étudiés.	31
Tableau VI	Les concentrations minimales inhibitrices (CMI) des différents extraits étudiés vis-à-vis SARM	32

Liste des figures

Figures	Titres	pages
Figure 01	Représentation du spectre électromagnétique et positionnement des micro-ondes domestiques.	09
Figure 02	Représentation schématique de la croissance et de l'implosion d'une bulle de cavitation.	11
Figure 03	Evolution d'une bulle de cavitation à proximité d'une surface solide.	11
Figure 04	structures des principaux composés d'huile d'olive.	14
Figure 05	Photographies des variétés de figes sèches.	15
Figure 06	Préparation des mélanges figes sèches et l'huile d'olive extra-vierge.	16
Figure 07	Préparation des échantillons a analysé	17
Figure 08	Extraction des composés phénoliques par les différentes méthodes d'extraction.	19
Figure 09	Extraction des polyphénols des différents échantillons par macération.	20
Figure 10	structure et couleur de DPPH avant et après la réaction	22
Figure 11	Détermination des concentrations minimales inhibitrices des différents extraits vis- à-vis des <i>SARM</i> et <i>E.coli</i> .	24
Figure 12	Pourcentage d'humidité des figes sèches	25
Figure 13	Acidité des différents échantillons étudiés	26
Figure 14	Teneur en glucides des différents échantillons étudiés	27
Figure 15	Diagramme en boite à moustache représentant les teneurs en polyphénols en fonction de différentes méthodes d'extractions.	28
Figure 16	Teneur en polyphénols des échantillons avec les méthodes d'extraction.	29

Introduction

La figue est un élément typique du régime méditerranéen dont les constituants potentiellement favorables à la santé (**Solomon et al., 2006**). La figue commune, *Ficus carica* L., un arbre à feuilles caduques appartenant à la famille des Moracées, est l'un des plus anciens arbres fruitiers cultivés ; une culture importante dans le monde entier pour la consommation fraîche et sèche. La figue est un fruit hautement périssable avec une grande production mondiale, connue pour ses effets positifs sur la santé humaine, en raison de leur activité antioxydante. Les composés phénoliques jouent un rôle majeur dans la prévention des diverses pathologies telles que le cancer et les maladies cardiovasculaires (**Harzallah et al., 2016**).

La figue a été traditionnellement utilisée pour ses vertus médicinales. Sa consommation contribue à la prévention du blocage des veines, sa haute teneur en fibres a des effets laxatifs, et son latex inhibe la croissance des cellules carcinomes. Bien que d'autres parties du figuier, comme les feuilles possèdent des propriétés pharmacologiques telles que l'action hypoglycémique et la diminution du taux de cholestérol dans le sang (**Lansky et al., 2008**).

L'huile d'olive est riche en acides gras monoinsaturés, principalement, l'acide oléique (**Visioli et al., 2002**). Extraite directement à partir du fruit par des procédés mécaniques (**Perrin, 1992**), elle conserve un grand nombre de ses substances, antioxydants et vitamines qui lui confèrent une valeur nutritionnelle importante (**Ollivier et al., 2004**). Plusieurs études épidémiologiques et cliniques confirment le rôle incontestable de la consommation régulière de l'huile d'olive dans la réduction du risque des cancers et des maladies chroniques, notamment les affections cardiovasculaires (**Cicerale et al., 2009**).

Depuis des milliers d'années, nos ancêtres ont utilisé le mélange figue-huile d'olive pour remédier à un nombre incalculable de troubles de santé, un remède de figues baignées dans de l'huile d'olive qui permettrait de traiter les complications, telles que les problèmes d'estomac, les hémorroïdes, la constipation, l'hypercholestérolémie, l'anémie, l'asthme, les bronchites et l'infertilité.

Afin d'étudier les composés bioactifs des figues sèches mélangées à huile ; ils doivent être séparés de leur matrice végétale d'origine, plusieurs techniques d'extraction peuvent être utilisées.

L'extraction, c'est une méthode qui a pour but la désorption des molécules d'intérêt des sites actifs de la matrice végétale, l'extraction de produits naturels est généralement du type solide-liquide, c'est-à-dire qu'un solide qu'est la matrice végétale, est mélangé avec un liquide qu'est le solvant d'extraction. Des méthodes dites traditionnelles, comme la macération, le Soxhlet, l'hydrodistillation et l'extraction par percolation ou par reflux, étaient jusqu'ici utilisées et considérées comme techniques de choix pour extraire les composés naturels. Cependant, ces procédés sont généralement longs, fastidieux et nécessitent de grandes quantités de solvant organique.

Ces dernières années ont été marquées par le développement des méthodes d'extraction alternatives comme l'extraction assistée par ultra-sons (UAE, Ultrasound Assisted Extraction) et l'extraction assistée par micro-ondes (MAE, Microwave Assisted Extraction) qui utilisent respectivement l'énergie ultra-sonique et l'énergie du micro-ondes comme source de chauffage de la solution solvant-matrice et en plus l'extraction par ultra-turrax. Ces techniques offrent de nombreux avantages d'un point de vue temps d'extraction, de la consommation de solvant, du rendement d'extraction et de la reproductibilité, et ce sans altérer la qualité de l'extrait. De plus, ces techniques sont simples d'utilisation, automatiques, souvent plus sélectives, et appropriées pour des couplages en ligne avec des détecteurs ou des techniques d'analyse. **(Thomas, 2012).**

Le travail entrepris se propose d'approfondir les connaissances sur les différentes méthodes d'extraction des composants des figues sèches et les mélanges avec huile d'olive extra-vierge. La première partie de ce travail est consacrée à une synthèse bibliographique, décrivant la composition chimique et les principales classes de composés phénoliques présents dans la figue sèche et huile d'olive.

La partie expérimentale est consacrée à la détermination des caractéristiques physico-chimiques des figues ; extractions des composés phénoliques par quatre méthodes ; une conventionnelle (macération) et 3 modernes (ultrason, micro-ondes et ultra-turrax), le dosage des composés phénoliques ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne des différents extraits.

I. Généralités sur la figue sèche

I.1. Description de la figue

Ficus carica L. (figue) appartient à la famille des Moracées, c'est l'un des fruits les plus anciens du monde. Le régime méditerranéen se caractérise par une consommation abondante de ce fruit, ce type de régime est considéré comme l'un des plus sains, il est associé à la longévité (Solomon et al., 2006).

La figue fraîche est un fruit de saison qui peut être récolté deux fois par an, soit au printemps et/ou en été selon le cultivar. Sa couleur varie du vert foncé au noire. La figue peut être consommée à l'état frais, pelés ou non, séchées ou en confiture. Il existe plus de 800 variétés différentes du genre *Ficus carica* principalement cultivées dans des climats chauds et secs, tels que le Moyen-Orient et Région méditerranéenne (Arvaniti et al., 2019).

I.2. Séchage des figues

Le séchage des fruits et légumes est l'une des plus anciennes méthodes de conservation des aliments connus par l'homme. L'objectif du séchage est la réduction des teneurs en humidité afin de minimiser le développement microbien, réactions chimiques et enzymatiques (Doymaz , 2004).

I.2.1. Séchage traditionnel

Dans le séchage traditionnel ou naturel, les figues semi-sèches sont récoltées sur le terrain et placé sur des plateaux de séchage en bois, chaque figue est tournée périodiquement d'un coté à l'autre. Le produit résultant est très apprécié par des consommateurs en raison de son contenu nutritionnel élevé. Sa composition dépend du processus de séchage tel que les conditions climatiques qui peuvent nuire l'intégrité des fruits. La présence de moisissures peuvent causer la détérioration des aliments, tels que la décoloration et la production des mycotoxines (Villalobos et al., 2018).

I.2.2. Séchage industriel

Les techniques de séchage utilisent des séchoirs solaires avec une enceinte de séchage fermée permettant d'optimiser l'énergie, maîtriser les paramètres de séchage et d'assurer au produit les normes d'innocuité et de qualité requises (Jeddi, 2009).

Les deux principaux prétraitements nécessaires au séchage des figues sont le blanchiment et le sulfitage.

➤ **Le blanchiment :**

Le blanchiment est un traitement thermique destiné à désactiver les enzymes (des bactéries, moisissures, larves des vers) susceptibles d'altérer les figes. Il influe sur la vitesse du séchage. Une augmentation du temps de blanchiment diminue la durée de séchage significativement. Cette diminution serait due à l'élimination de la gomme et à l'assouplissement de la peau qui devient plus perméable (**Ferradji et al., 2011**). Le blanchiment se fait par arrosage à l'eau sodée (1 % de soude) chauffée à 80 °C pendant 20 à 30 minutes, suivi d'un rinçage par un acide faible (l'acide citrique à 3% ou à l'eau bouillante de chlorure de sodium 40 g/l de NaCl) (**Jeddi, 2009**).

➤ **Le sulfitage**

Permet la fixation de l'anhydride sulfureux sur le fruit. La formation d'une petite quantité d'acide sulfureux permet d'éviter le brunissement des fruits au séchage, de détruire les germes de fermentation et les larves issues des premières pontes des parasites, notamment les teignes (*Myelois ceratoniae*) (**Guinebault, 1986; Le Bars, 1990**). Il se fait par trempage dans une solution de bisulfite, sulfites ou méta bisulfite de potassium 5 g/l pendant 50 à 60 secondes 8 à 10 fois, suivi d'un rinçage de 5 minutes (**Jeddi, 2009**).

I.2.3 Séchage par lyophilisation

La lyophilisation est une méthode basée sur le principe de la sublimation. La sublimation est un procédé où un solide est transformé en phase gazeuse sans entrer dans la phase liquide. L'échantillon est congelé de -80 à -20 ° C avant la lyophilisation pendant une nuit (12 h).

Cependant, la lyophilisation est une méthode complexe et coûteuse par rapport au séchage à l'air régulier et four à micro-séchage (**Azwanida, 2015**).

I.3. Composition et valeur nutritive

La fige sèche est une excellente source des minéraux, vitamines et fibres alimentaires, pauvre en sodium, lipides et cholestérol, elle contient un grand nombre d'acides aminés (**Solomon et al., 2006**). Les figes sont riches en sucres et en acides organiques, elles renferment des substances phénoliques, qui contribuent de manière importante à leur qualité, parce qu'il a été prouvé que leur consommation peut avoir un effet positif sur la santé humaine. Les teneurs en composés phénoliques sont influencées par le cultivar, mais

également leurs teneurs varient considérablement d'une partie à l'autre du fruit. (Vebric et al., 2008). Les valeurs nutritionnelles des figes sèches sont résumées dans le tableau I.

Tableau I: Les teneurs des composés nutritifs des figes sèches (Arvaniti et al., 2019).

Compositions diététiques	Valeur/100g séché
Eau (g)	30,05
Calories totales (kcal)	249,0
Protéines (g)	3,30
Matière grasse totale (g)	0,93
Matière grasse saturé (g)	0,93
Fibres (g)	9,8
Sucres (g)	47,92
Cholestérol (mg)	0,0
Calcium (mg)	162
Fer (mg)	2,03
Magnésium (mg)	68,00
Phosphore (mg)	67,00
Potassium (mg)	680
Sodium (mg)	10,00
Zinc (mg)	0,55
Vitamine A (IU)	10
Vitamine C (mg)	1,2
Thiamine (mg)	0,085
Riboflavine (mg)	0,082

I.4. Les antioxydants de la fige sèche

Les antioxydants alimentaires sont considérés comme les principaux avantages du régime méditerranéen, ils se présentent à des niveaux élevés dans les fruits et légumes. Les principaux antioxydants contenus dans la fige sèche sont: les vitamines E et C, les caroténoïdes et les composés phénoliques (Vinson et al., 2005).

Un antioxydant peut être défini comme une substance pouvant inhiber l'oxydation d'un substrat réactif à faibles concentrations. Ils ont la capacité de protéger le corps contre des dommages causés par les radicaux libres (**Esteki et Urooj., 2012**).

I.4.1. Les composés phénoliques de figes sèches

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires communs pour les végétaux, ils jouent un rôle physiologique dans les plantes.

Les composés phénoliques sont caractérisés par la présence d'un cycle aromatique à 6 atomes de carbones. Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) comportant des structures et des fonctions très différentes (**Dupas, 2005**).

I. 4.1.1. Les acides phénoliques

Les acides phénoliques sont contenus dans un certain nombre de légumes, ils sont considérés comme des substances photochimiques avec des effets antioxydants divisé en deux sous-classes à savoir les dérivés d'acide benzoïque (ou acides hydroxy-benzoïques) et l'acide cinnamique (acides hydroxy-cinnamiques). Les acides benzoïques ont la même structure de base avec l'acide benzoïque, mais contiennent un ou plusieurs groupes hydroxyle dans différentes positions du cycle benzoïque, les acides hydroxy-cinnamiques consistent en une chaîne de trois carbones attachés à une bague ; cette structure est appelée C6-C3 (**annexe 01, figure 01**). Les teneurs principales des acides phénoliques présents dans la fige sèche sont représentés dans le tableau II.

Tableau II : Les teneurs des figes sèches en acides phénoliques (Arvaniti et al., 2019)

Sous classes	Composés plus courants	Teneurs mg/100g MS
Acide hydroxylbenzoïque	Acide gallique	0,47 ± 0,00-2,18 ± 0,08
	Acide synergique	0,43 ± 0,04
	Acide vanillique	1,28 ± 0,11-2,57 ± 0,21
	Acide benzoïque	1,10 ± 0,08-2,56 ± 0,21
	Acide salicylique	1,28 ± 0,11-2,57 ± 0,21
	Acide ellagique	0,2 ± 0,00-0,3 ± 0,1
Acide hydroxylcinnamiques	Acide chlorogénique	0,40 ± 0,00- 2,21 ± 0,00
	Acide ferulique	1,01 ± 0,08-2,56 ± 0,20
	Acide cinnamique	0,59 ± 0,05-2,63 ± 0,20
	Acide coumarique	1,1 ± 0,2-3,1± 0,8

II. 4. 1.2. Les flavonoïdes

Les flavonoïdes forment la classe des composés phénoliques la plus répandue dans la fige sèche. L'activité antioxydante des flavonoïdes est principalement due à leur propriété oxydo-réductrice, qui leur permet d'agir comme des agents donneurs d'électrons et de protons, chélateurs de métaux et piègeurs de l'oxygène.

Les flavonoïdes se composent de quatre sous-classes: les flavanols, les flavonols, flavones et les anthocyanines. Ces composés contiennent trois cycles, une double liaison entre les positions 2 et 3, un oxygène en position 4 et un groupe hydroxyle en position 3 (**annexa01, figure 01**). (Arvaniti et al., 2019). Les teneurs des principales sous classes: flavanols, flavonols et flavones sont rapportés dans le tableau III.

Tableau III: Les teneurs des figes sèches en flavonoïdes (Arvaniti et al., 2019).

Sous classes	Composés plus courants	Teneurs mg/100g MS
Flavones	Luteonile-8-C-glucoside	0,13 ± 0,11- 0,16 ± 0,002
flavonols	Rutine	5,75 ± 0,32- 12,35 ± 0,85
	Quercetine	0,64 ± 0,05- 3,43 ± 0,29
	Quercetine-3-O-glucoside	0,56 ± 0,12- 3,35 ± 0,19
	Quercetine-3-O-rutinoside	0,2 ± 0,00- 0,7 ± 0,2
	Quercetine-3-acétyle	2,1- 2,8
	Kaempferole-3-O- rutinoside	0,2 ± 0,0- 0,9 ± 0,1
	Kaempferole-3-O-glucoside	0,31 ± 0,04- 0,59 ± 0,65
Flavanols	Catéchine	1,5 ± 0,1- 2,5 ± 0,7
	Epicatéchine	0,6 ± 0,1- 2,2 ± 0,5
Anthocyanines	Cyanidine-3-O -rutinoside	0,12 ± 0,01- 0,26 ± 0,044
	Cyanidine 3- O-glucoside	2,61 ± 0,26- 7,07 ± 0,89
	Cyanidine-3,5-di glucoside	2,91 ± 0,64- 6,24 ± 0,57

I.4.1.3. Les caroténoïdes

Sont des pigments naturels responsables des couleurs rouges, orange et jaune de plusieurs fruits et légumes appartenant à la famille des tétra-terpènes. Ils se composent de quatre unités terpéniques contenant chacune dix atomes de carbones, leur structure contient des doubles liaisons et parfois des anneaux avec ou sans atomes d'oxygène attachés.

Les caroténoïdes sont divisés en deux groupes les carotènes et les xanthophylles. Les carotènes ne possèdent pas d'oxygène leurs structures consistent à des atomes de carbones et d'hydrogènes.

Le β -carotène est le composé principal du carotène. D'autre part les xanthophylles contiennent un ou plusieurs atomes d'oxygène, la lutéine est le composé le plus répandu dans cette classe (**annexe 01, figures 01**).

Les teneurs en caroténoïdes de la fige sèche sont représentées dans le tableau VI.

Tableau VI : Les teneurs des figes sèches en caroténoïdes (Arvaniti et al., 2019).

Sous classes	Composés plus courants	Teneurs mg/100g MS
xanthophylles	Lutéine	1,44 ± 0,06- 1,85 ± 0,03
	zeaxanthine	0,68 ± 0,03- 0,76 ± 0,01
Carotènes	β-carotène	0,47 ± 0,01- 0,45 ± 0,02
	β-crypto xanthine	0,98 ± 0,001-1,00 ± 0,03

I.5. Méthodes d'extraction des polyphénols

L'extraction est la séparation des composés actifs des plantes en utilisant des solvants sélectifs. Le but de toute extraction est de séparer les métabolites végétaux solubles laissant derrière lui le résidu cellulaire insoluble. L'extrait contient un mélange complexe de nombreux métabolites végétal, tels que les alcaloïdes, glycosides, composés phénoliques, les terpènes et les flavonoïdes (Azwanida, 2015).

I. 5.1. Extraction assistée par micro-ondes

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques, possédant un champ électrique et magnétique perpendiculaire l'un par rapport à l'autre. Les ondes se propagent dans le vide avec des fréquences situées entre 300 MHz et 300 GHz. Les micro-ondes domestiques et industrielles sont généralement utilisées à une fréquence de 2,45 GHz (Thomas, 2011).

Les micro-ondes sont positionnées sur le spectre électromagnétique entre les infrarouges et les radiofréquences, avec des valeurs de longueurs d'ondes comprises entre 1 m et 1 cm (figure 01).

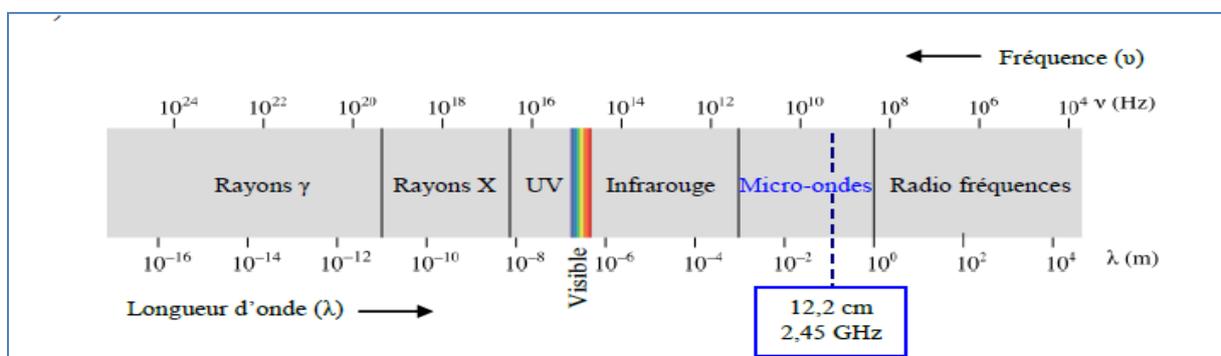


Figure 01: Représentation du spectre électromagnétique et positionnement des micro-ondes domestiques (Thomas, 2011).

Le principe de chauffage de la matière par les micro-ondes est dû à deux phénomènes qui interviennent simultanément: la conduction ionique et la rotation dipolaire.

➤ **La conduction ionique**

C'est la migration électro-phorétique des ions dans un champ électromagnétique. La résistance du milieu à ces courants ioniques induits des frictions libérant de la chaleur par effet Joule.

➤ **La rotation dipolaire**

Corresponds au phénomène d'alignement/réalignement des molécules possédant un dipôle dans un champ électrique alternatif de haute fréquence. En l'absence de champ électrique, les molécules constituées d'un dipôle diélectrique sont orientées aléatoirement. Sous l'effet d'un champ électrique continu, les molécules s'orientent dans la direction du champ électrique. Lorsque les molécules dipolaires sont soumises à l'effet d'un champ électrique alternatif de haute fréquence, elles s'orientent dans la direction du champ, se désorientent lorsque le champ s'annule puis se réorientent dans l'autre sens du champ. Les mouvements de réalignement vont être perturbés par les liaisons qui existent entre les molécules (liaisons hydrogènes et liaisons de Van der Waals) induisant des frictions entre molécules et par conséquent une libération d'énergie thermique. Avec une fréquence de travail de 2,4 GHz. Ce phénomène intervient $4,9 \cdot 10^9$ fois par seconde ce qui se traduit par un échauffement de la matière très rapide voire quasi instantané (**Thomas, 2011**).

I.5.2. Extraction assistée par ultrasons (EAU) ou l'extraction par sonication

Les ultrasons sont des ondes vibrationnelles mécaniques de fréquence allant de 16 KHz à 1 GHz pouvant se propager dans les solides, les liquides et les gaz. Dans un milieu liquide, la propagation des ondes va générer des cycles successifs de compression (haute pression) et de raréfaction (basse pression). Cette différence de pression va générer des mouvements moléculaires au sein du milieu. Lors d'un cycle de raréfaction la distance entre molécules est augmentée et au-dessus d'une certaine distance, dépendant de chaque milieu, des bulles de cavitations vont se former. Ces bulles vont croître pendant les phases de raréfaction et diminuer pendant les phases de compression (**figure 02**). La répétition de ces cycles va conduire à l'implosion des bulles de cavitation libérant ainsi une grande quantité d'énergie (**Thomas, 2011**).

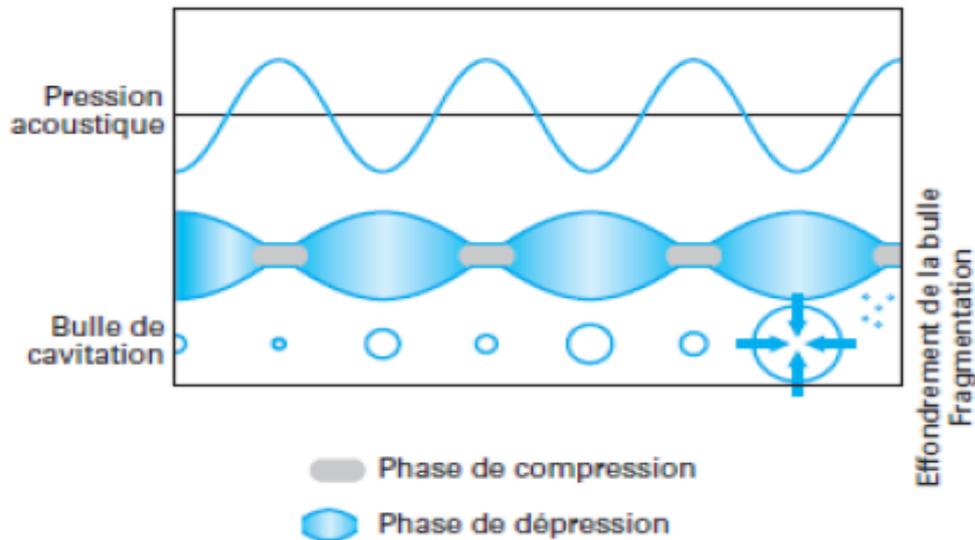


Figure 02 : Représentation schématique de la croissance et de l'implosion d'une bulle de cavitation (Thomas, 2011).

Lorsque les bulles de cavitation sont formées à proximité d'une surface solide (**figure 03**) elles deviennent asymétriques et l'implosion qui en résulte produit des jets de liquides projetés à très grande vitesse vers la surface du solide, ainsi qu'une augmentation locale de la température et de la pression. Dans le cas d'une matrice végétale, ces jets de liquide vont percer les parois végétales et permettre ainsi la libération des molécules dans le milieu liquide (Thomas, 2011).



Figure 03: Evolution d'une bulle de cavitation à proximité d'une surface solide (Pétrier et al., 2008).

I.5.3. Extraction assistée par macération

C'est une méthode traditionnelle couramment employée qui consiste en la mise en contact du matériel végétal et le solvant avec ou sans agitation, à température ambiante ou élevée pour une durée déterminée. Elle est basée sur la solubilité des 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 (**Leybros et Frémeraux, 1990**).

I.5.4. Extraction assistée par ultra-turrax

Ultra-turrax est connu comme une machine d'homogénéisation à cisaillement rapide. Des études antérieures ont indiqué que l'ultra-turrax a été largement appliqué dans l'homogénéisation des systèmes non miscible et la dispersion des cristaux de poudre brute dans une phase liquide. Comme l'ultra-turrax peut fournir extrêmement des fortes forces de cisaillement et de poussée sur le matériel, on suppose l'agitation à haute vitesse peut également convenir à la cible. L'ultra-turrax pourrait pulvériser le matériel végétal en faisant tourner rapidement une lame et en extraire simultanément les composés actifs avec un solvant d'extraction approprié. L'extraction ultra-turrax pourrait être développée dans le domaine des extraits des plantes pour l'alimentation ou la production saine (**Wen-Jing et al., 2016**).

II. Généralités sur l'huile d'olive

II.1. Définition

On désigne par « huile d'olive vierge » toute huile extraite du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) uniquement par des procédés mécaniques ou autres procédés physiques et dans des conditions, notamment thermiques, n'entraînant pas d'altération de l'huile (**COI, 2003**).

II.2. Catégories d'huiles d'olives vierges

L'huile d'olive vierge comprend diverses catégories : vierge extra, vierge fine, vierge courante, vierge lampante. Ces diverses catégories qui correspondent à une certaine qualité sont définies en fonction de l'acidité de l'huile, de son indice de peroxyde ainsi que d'autres critères chimiques et qualités organoleptiques (**Perrin, 1992**). Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par le **COI (2003)** sont représentées dans tableau I (**annexe 01**).

II.3. Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est constituée d'une fraction saponifiable constituée d'acides gras et de leurs dérivés, et la fraction insaponifiable qui comprend les stérols, les alcools aliphatiques, les pigments, les hydrocarbures, les composés aromatiques, les tocophérols et les composés phénoliques (**Berra, 1998**).

II.3.1. Fraction saponifiable

La fraction saponifiable représente environ 99 % de la composition de l'huile d'olive. Elle se compose essentiellement des glycérides et les acides gras ; parmi les glycérides on retrouve les triglycérides (95,4 %), les diglycérides ne représentent qu'environ 1-2,8 % (**Zarrouk et al., 1996; Boskou et al., 2006**). Les acides gras sont dominé par l'acide oléique (C18:1), l'acide linoléique (C18 :2), l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stéarique (C 18 :0) (**Ryan et al., 1998**).

II.3.2. Fraction insaponifiable

Dénommés constituants mineurs de l'huile d'olive, ils représentent environ 1% de l'huile d'olive où ils sont introduits plus de 230 composés différents (**Ramírez-Tortosa et al., 2006**). Cette fraction est constituée des stérols (20%) (**Montealegre et al., 2010**) ; des composés aromatiques (aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures, cétones) (**Kalua et al., 2007**). Des pigments (chlorophylles, phéophytines et caroténoïdes) (**Cerretani et al., 2008**) et les composés phénoliques.

➤ Les composés phénoliques

Au cours de ces dernières années, les principaux composés phénoliques présents dans l'huile d'olive sont identifiés et quantifiés (**Boskou, 2009**). Ils sont responsables de la stabilité de l'huile à l'oxydation lui confèrent ses nombreuses vertus diététiques étant donné qu'ils constituent de puissants antioxydants (**Visioli et al., 2002**). En outre, ils jouent un rôle important dans la qualité organoleptique de l'huile d'olive parce qu'ils contribuent à l'élaboration de sa saveur délicate et unique et surtout à son goût amer typique (**Dhifi et al., 2006; Esti et al., 2009**).

Ils sont constitués d'un mélange : d'acides phénoliques, alcools phénoliques, dérivées secoiridoides, lignanes, flavonoïdes et Hydroxyisochromanes (**figure 04**).

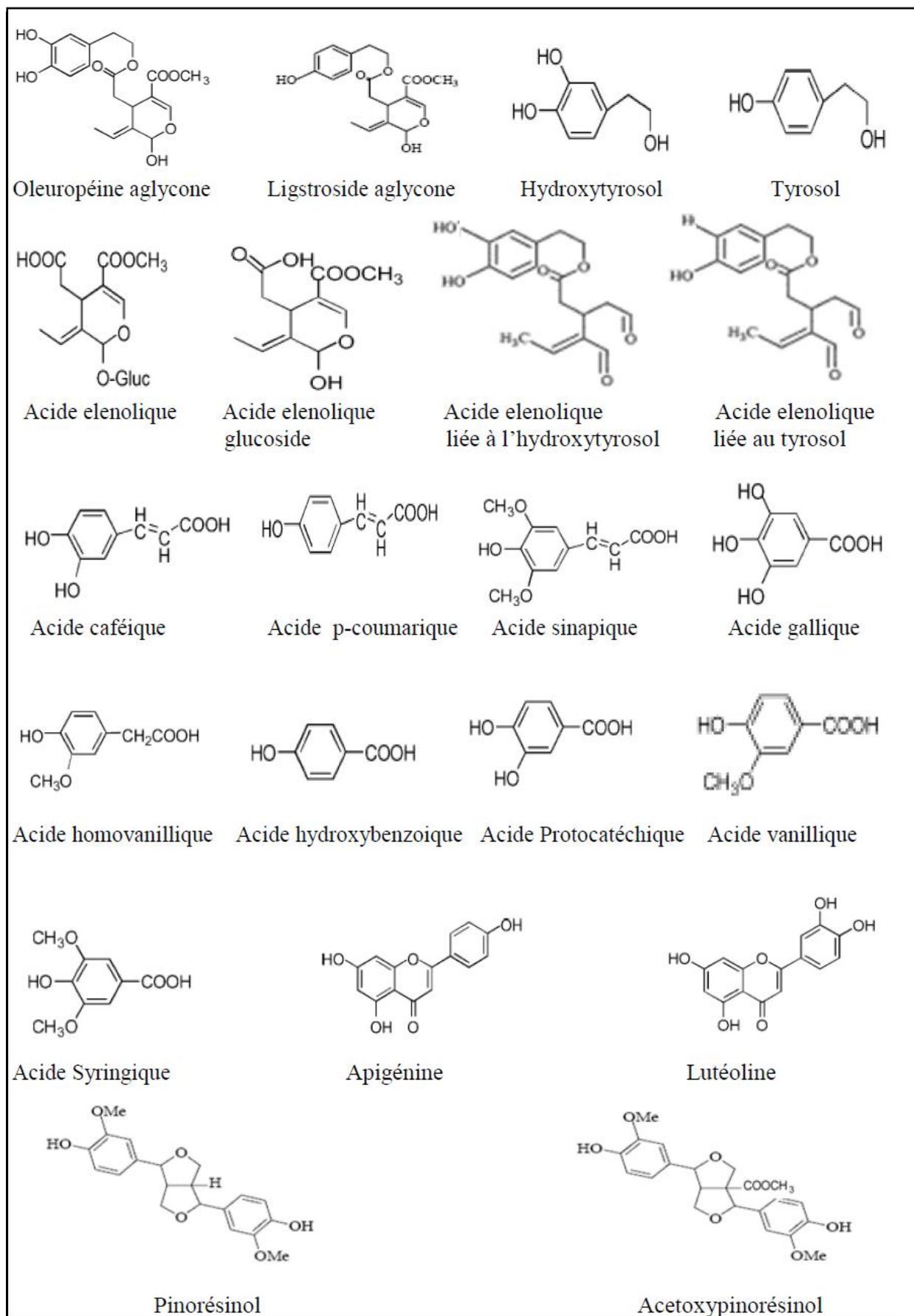


Figure 04: Structures des principaux composés phénoliques d'huile d'olive (Ryan et al 2002).

I. Matériel et méthodes

I.1. Le matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans la présente étude est la figue sèche de variété sombre (*AZANJAR*) et claire (*TAAMRIWTH*) (**figure 05**). Une fois cueillies, les figues sont étalées sur des claies et exposées au soleil sur un terrain bien aéré et ensoleillé. Le séchage est réalisé dans la même zone de récolte (Beni-Maouche) suivant la méthode traditionnelle.



Azandjar (figue noire) Taamriwth (figue blanche)

Figure 05: Photographies des variétés de figues sèches.

I.2. Préparation des mélanges figue sèche et huile d'olive extra-vierge

Les mélanges figues sèches et huile d'olive extra-vierge ont été préparés selon la méthode traditionnelle. Les figues sèches de chaque variété (75g) ont été découpées et mises dans des bocaux en verre fumé. L'huile d'olive extra-vierge est ajoutée aux figues sèches jusqu'à immersion (120 ml). Deux mélanges ont été préparés : huile d'olive extra-vierge-Azandjar (NH) et huile d'olive extra-vierge-Taamriwth (BH). Deux témoins de figue sèche Azandjar (N) et Taamriwth (B) sans huiles ont été préparés dans les mêmes conditions (**figure 06**). Les bocaux ont été stockés à l'obscurité et à température ambiante pendant une durée de 15 jours (**Figure 06**).

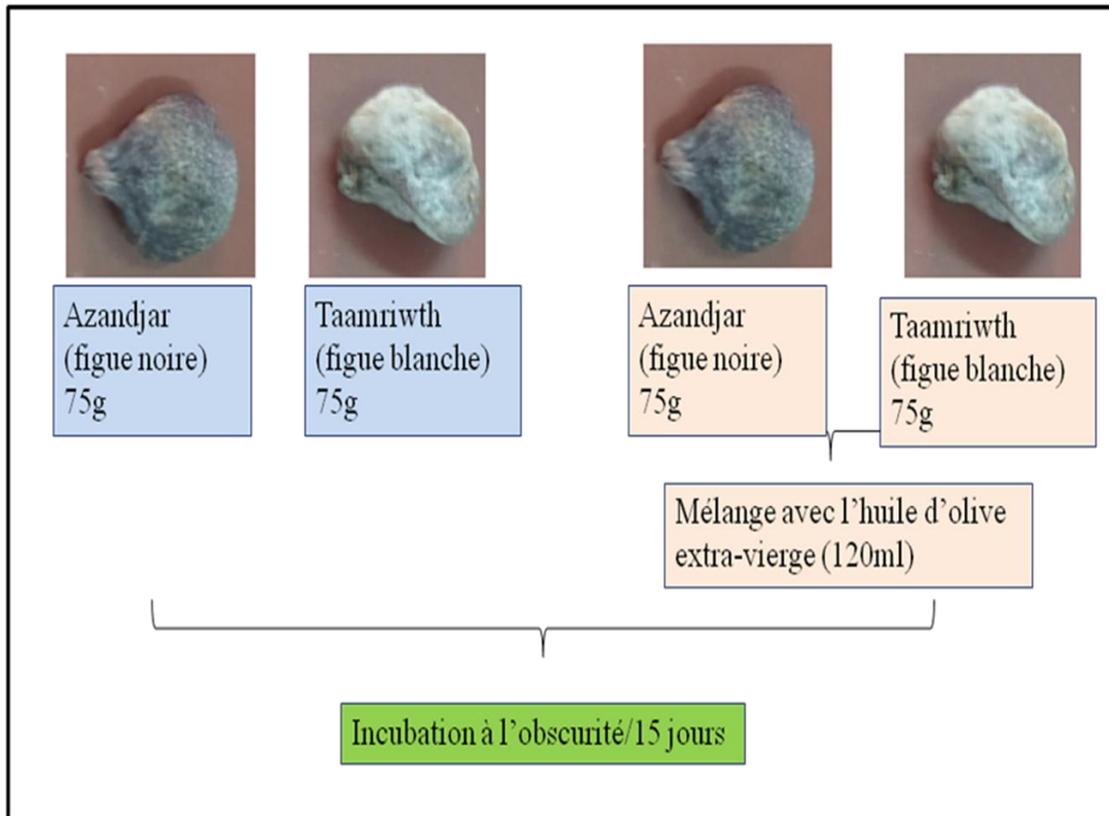


Figure 06: Préparation des mélanges figes sèches et huile d'olive extra-vierge.

I.3. Préparation des échantillons à analyser

Au bout de 15 jours de contact entre l'huile d'olive extra-vierge et les figes sèches, les échantillons de figes sèches sont récupérés, découpés, congelés puis lyophilisés pendant 24 h. Les lyophilisats sont broyés en poudres fines à l'aide d'un broyeur électrique, puis tamisés ($\text{Ø} = 500\mu\text{m}$) et conservés à -18°C (**figure07**).

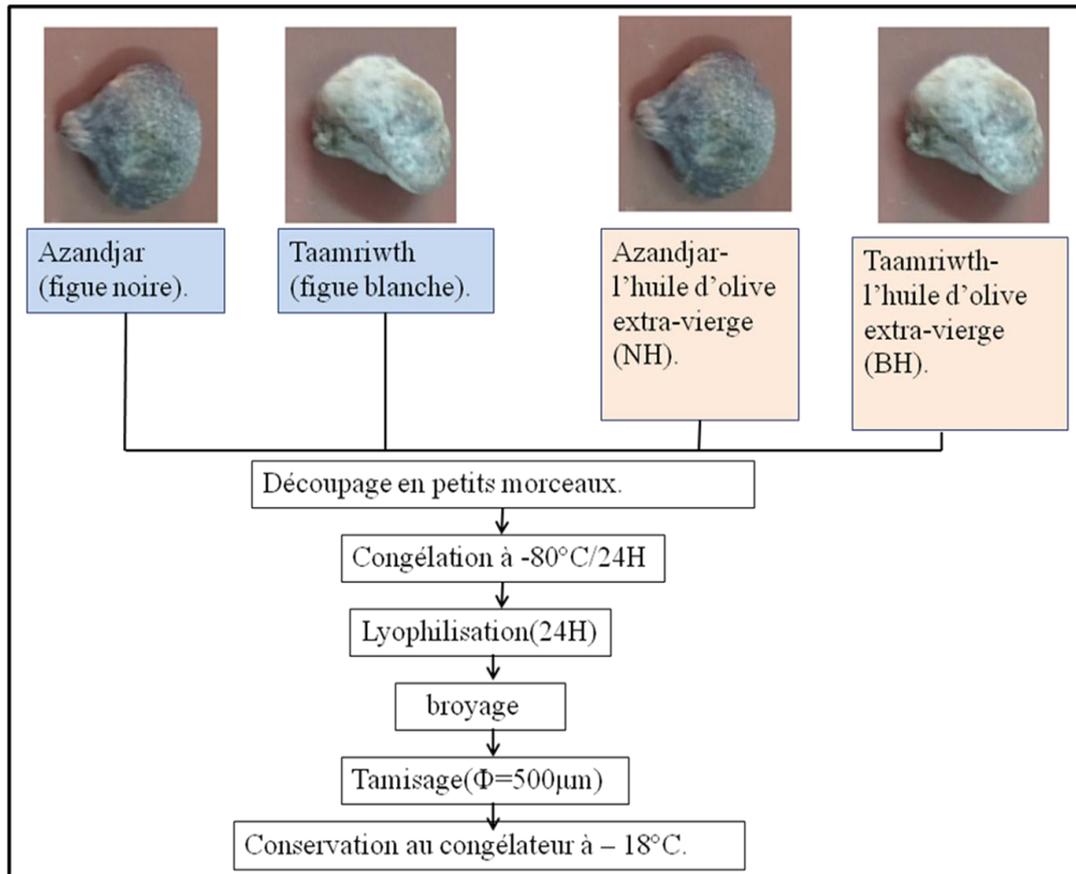


Figure 07: Préparation des échantillons à analyser.

I.4. Caractérisation physicochimique de figue sèche

I.4.1. Taux d'humidité

La détermination du taux d'humidité est réalisée à partir des deux échantillons de figue sèche (N et B). Un aliquote de 3g de chaque échantillon est séché pendant 24 h à 105° C (**Bachir bey et al., 2016**). Le taux d'humidité est calculé selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{P0 - P1}{P0}$$

H (%) : Taux d'humidité en pourcentage.

P0 : Poids de l'échantillon avant mise à l'étuve en gramme.

P1 : Poids de l'échantillon après mise à l'étuve en gramme.

I.4.2. Acidité titrable

Après extraction des acides à partir d'une solution de 10% de lyophilisat de figes dans de l'eau distillée, l'acidité est titrée en utilisant de la soude (0,1 N) jusqu'à pH $8,1 \pm 0,2$ (ISO 70, 1998). Les résultats sont exprimés en g d'acide citrique par 100g de matière sèche (MS), en utilisant la formule suivante :

$$\text{Acidité titrable (g/100g)} = \frac{C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times 0.064}{\text{Prise d'essai}}$$

Acidité titrable : exprimée en g d'acide citrique par 100 g MS.

C_{NaOH} : concentration de la solution de soude (0,1 mol/l).

V_{NaOH} : volume (ml) de soude ajouté pour atteindre le pH de 8,1.

Prise d'essai : poids de l'échantillon utilisé pour le test.

0,064 : facteur conventionnel établi pour l'acide citrique.

I.4.3. Dosage des glucides

Les sucres sont extraits en utilisant de l'éthanol 80% suivant la procédure de **Kader et al., (1993)**. Un aliquote de 0,1g de broyat de figue est mélangé avec 15 ml de solvant puis incubé au bain-marie à 95°C pendant 15 min ; le surnageant est récupéré par centrifugation à 5000rpm/10 min.

La teneur en glucides est déterminée par la méthode de **Dubois et al., (1956)**. Un volume de 10 μl de surnageant dilué par 590 μl d'acétone eau (60%) est mélangé avec 0,6 ml de phénol (5% m/v) et 3 ml d'acide sulfurique concentré. Après incubation à 105°C durant 5 min, l'absorbance est mesurée à 490 nm.

Un témoin a été préparé dans les mêmes conditions en remplaçant l'extrait par l'éthanol 80%. Le taux de glucides totaux est calculé par référence à une courbe d'étalonnage préalablement établie avec le glucose. Les résultats sont exprimés en mg équivalent glucose par 100 g de matière sèche (MS) (**Annexe 02, figure 02**).

I.5. Extraction des composés phénoliques

L'extraction de produits naturels est généralement du type solide-liquide, c'est-à-dire qu'un solide (la matrice végétale) est mélangé avec un liquide (le solvant d'extraction). Plusieurs

méthodes d'extraction ont été rapportées dans la littérature pour la récupération des composés phytochimiques (extraction assistée par macération, micro-onde, ultrasons et une extraction assistée par l'ultra-turrax).

L'extraction des composés phénoliques à partir des quatre échantillons a été réalisée par quatre méthodes différentes (**figure 08**).

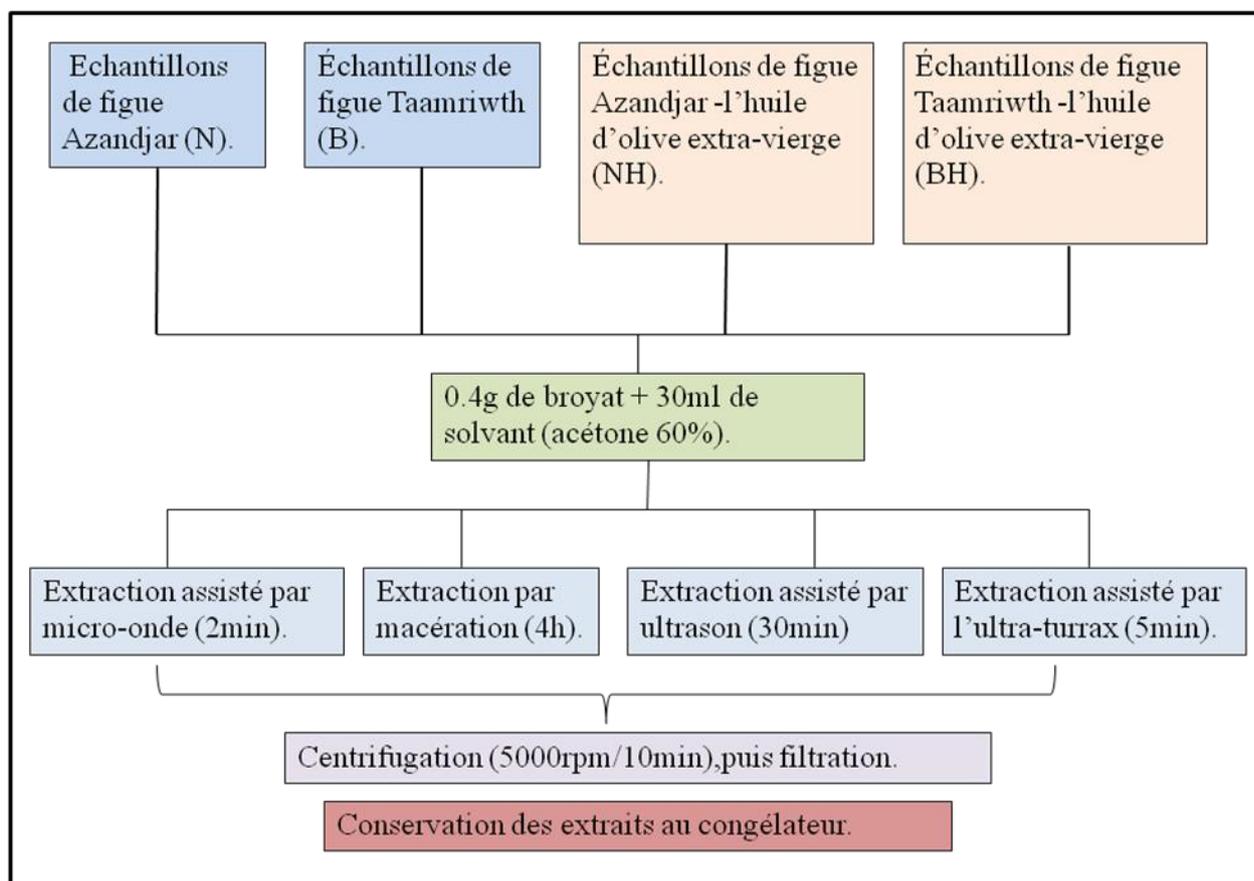


Figure 08: Extraction des composés phénoliques par les différentes méthodes d'extraction.

I.5.1. Extraction assistée par macération

Un aliquote de broyat de chaque échantillon de figue (400 mg) est introduite dans des Erlenmeyer, 30 ml de solvant (acétone 60%) sont ajoutés. Les Erlenmeyer sont placés dans un bain-marie équipé d'un agitateur automatique (40°C/2h). Les extraits sont récupérés par centrifugation à 5000 tpm/10 min puis filtrés, le culot subit une deuxième extraction avec 30 ml d'acétone (60%) dans les mêmes conditions (bain- marie agitateur (40°C/2h)) (**Bachir bey et al., 2013**) les extraits sont récupérés puis conservé au congélateur (**figure9**).

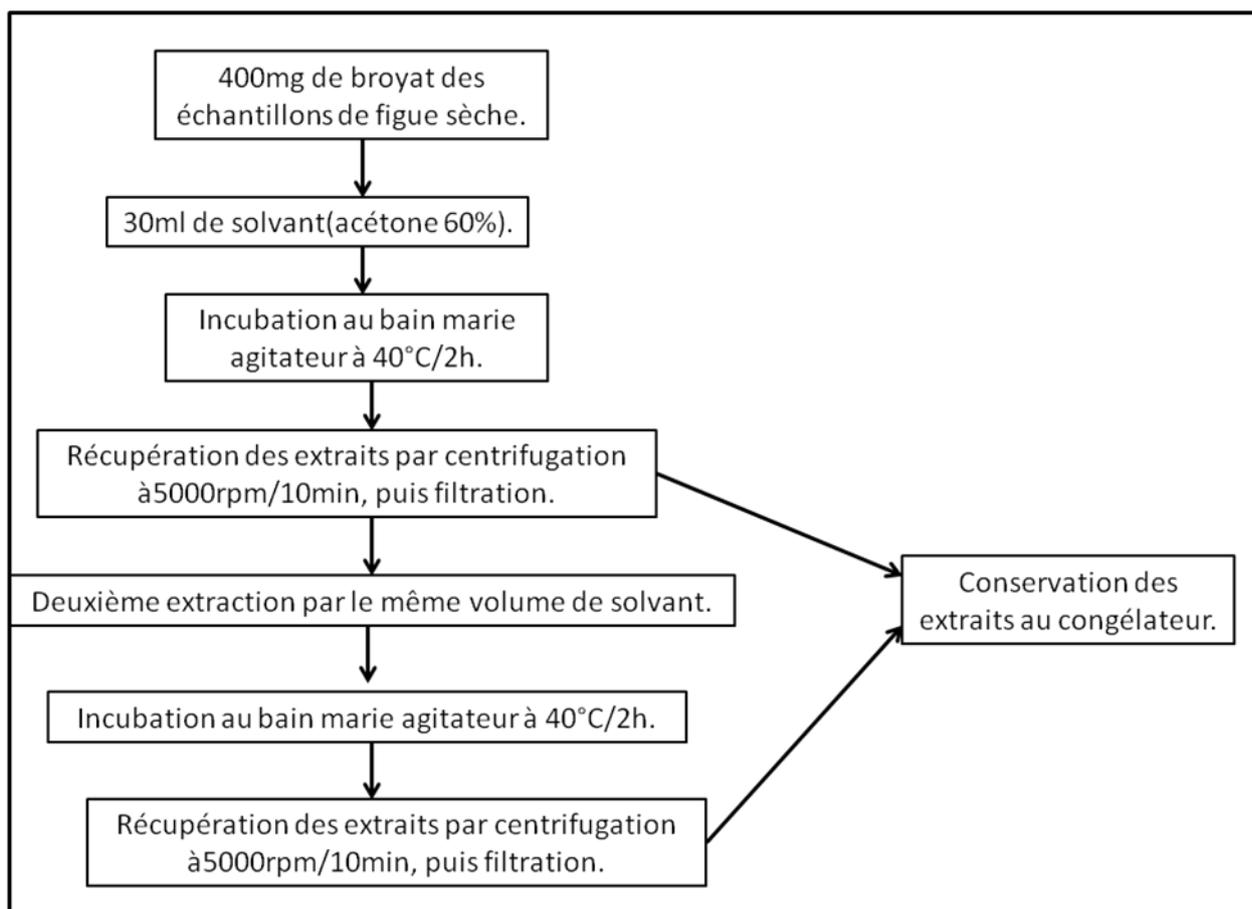


Figure 09: Extraction des polyphénols des différents échantillons par macération.

I.5.2. Extraction assistée par Ultra-turrax

Un aliquote de broyat de figue (400mg) de chaque échantillon est introduit dans des béchers ,30ml de solvant (Acétone 60%) sont ajoutés. L'extraction par ultra-thurax (KA-T18) est réalisé à une vitesse de 11rpm/min pendant 5min. les extraits sont récupérés par centrifugation à 5000 rpm/10 min puis filtrés et conservés au congélateur.

I.5.3. Extraction assistée par ultrasons

Un aliquote de broyat de figue (400mg) de chaque échantillon est introduit dans des béchers ,30ml de solvant (acétone 60%) sont ajoutés. L'extraction par sonication (Vibra-Cell, VC188) a été réalisée à une puissance de 84.5w pendant 30min (**Benkerrou *et al.*, 2018**). Les extraits sont récupérés par centrifugation à 5000 rpm/10min puis filtrés et conservés au congélateur.

I.5.4. Extraction assistée par micro-onde

Une aliquote de broyat de figue (400mg) de chaque échantillon est introduit dans des béchers ,30ml de solvant (acétone 60%) sont ajoutés. L'extraction par micro-onde (Maxi power) est réalisée à une puissance de 800w/2min (**Amran et al., 2018**). Les extraits sont récupérés par centrifugation à 5000 rpm/10min puis filtrés et conservés au congélateur.

I.6. Dosage des composés phénoliques totaux

I.6.1. Dosage des polyphénols

Le réactif de Folin Ciocalteu est un acide de couleur jaune constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolibdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$), il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (**Ribereau,1968**).

La coloration produite, dont l'absorbance maximum à 760 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (Ghazi et Sahraoui, 2005).

La teneur en composés phénoliques est évaluée selon la méthode de **Singleton et Rossi (1965)**. Un volume de 2ml d'extrait est additionné à 10 ml du réactif de Folin-Ciocalteu dilué après 5 min et de 8ml de carbonate de sodium (7,5%). L'absorbance est mesurée à 720 nm après 120 min d'incubation.

Les teneurs en composés phénoliques sont déterminées en se référant à la courbe d'étalonnage établie en utilisant l'acide gallique (**annexe 02, figure 03**), les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique (EAG)/100g MS.

I.6.2. Mesure de l'activité anti-radical DPPH

Le test DPPH° permet de mesurer le pouvoir antiradicalaire de molécules pures ou d'extraits végétaux dans un système modèle (solvant organique, température ambiante). Il mesure la capacité d'un antioxydant (AH, composés phénoliques généralement) à réduire le radical chimique DPPH° (2,2-diphényle-1-picrylhydrazyl) par transfert d'un hydrogène. Le DPPH°, initialement violet, se transforme en DPPH-H, jaune pâle (**Figure 10**).

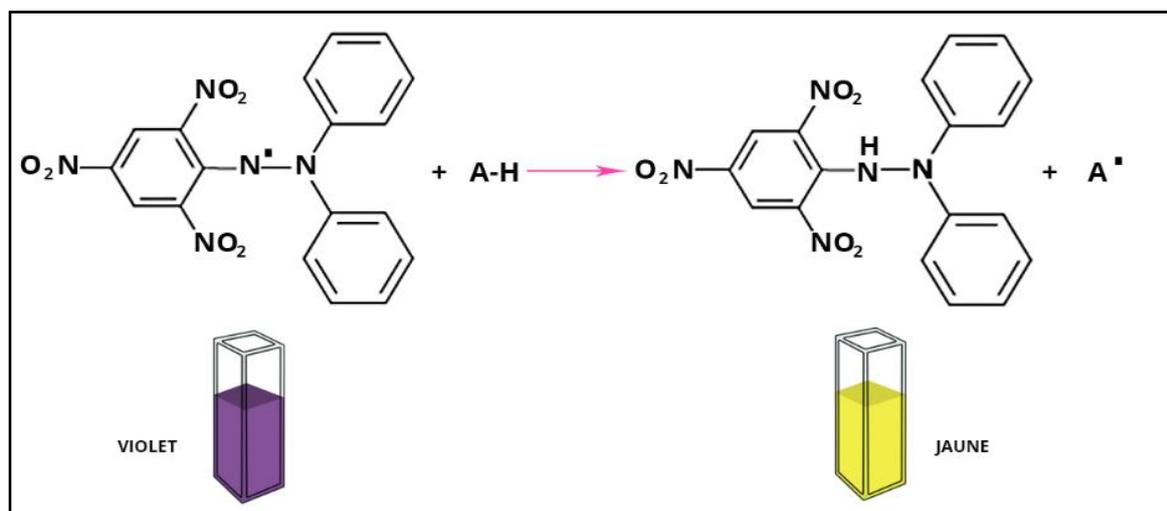


Figure 10 : structure et couleur de DPPH avant et après la réaction.

L'activité anti-radicalaire DPPH est mesurée selon la méthode rapportée par **Shimada *et al.*, (1992)**. Un volume de 400 μ l de l'extrait est ajouté à 2 ml de la solution DPPH (60 μ mol/l dans le méthanol). La décoloration de la solution est mesurée au spectrophotomètre à 517 nm.

Les IC 50 ont été déterminées pour chaque extrait, et définies comme étant la concentration du substrat qui entraîne la perte de 50 % de l'activité du DPPH.

I.7. Etude des activités antibactériennes des extraits

I.7.1 Les souches bactériennes

Deux souches sur lesquelles nous avons testé l'activité antibactérienne des extraits ont été sélectionnées en fonction de leur pouvoir pathogène pour l'homme. Elles sont issues de sources différentes.

➤ Bactéries à Gram positif

-*Staphylococcus aureus* ; ATCC 6538 (SAIDAL- Antibiotical).

➤ Bactéries à Gram négatif

-*Escherichia coli* ; Nalidixic Acid Resistant (NAR) (LMA).

I.7.2. Standardisation des inocula bactériens

Il a bien été établi que la taille de l'inoculum bactérien est susceptible de modifier largement les résultats des tests de détermination de la sensibilité *in vitro* pour de nombreux antibiotiques et chez de nombreuses espèces bactériennes (Garrabé *et al.*, 1998). C'est pour cela que la standardisation de l'inoculum bactérien est un facteur qui contribue de façon essentielle à la qualité des résultats de l'antibiogramme.

Une suspension bactérienne de quelques colonies d'une culture fraîche (18 heures) préparée dans de l'eau physiologique est soumise à un balayage entre 380-780 nm. Les longueurs d'onde maximale ont été déterminées pour chaque souche.

A partir de la suspension bactérienne initiale préparée à une absorbance de 0,5, une série de dilutions décimales est effectuée (10^{-4} jusqu'à 10^{-8}). Un volume de 0,1 ml de chaque dilution est ensemencé en surface se servant d'un râteau étaleur sur gélose PCA, des dénombrements sont alors effectués après incubation à 37°C pendant 24 heures.

I.7.3. Détermination des concentrations minimales inhibitrices (CMI)

Les Concentrations Minimales Inhibitrices (CMI) ont été déterminées en utilisant la technique de microdilution avec le bouillon Muller Hinton (**NCCLS, 2000**). Des plaques contenant 96 puits sont préparées en distribuant dans chaque puits 50 µl de bouillon Muller Hinton.

La première colonne contient le bouillon Muller Hinton et l'extrait (50µl) qui sert de témoin négatif pour le contrôle de l'extrait.

La deuxième colonne ne contient que de bouillon Muller Hinton et 50µl de la suspension bactérienne, qui servira de l'inoculum.

A partir de la troisième colonne, on rajoute les différents extraits, un volume de 50µl de ce mélange additionnée à la cupule adjacente et ainsi de suite jusqu'à l'avant dernière cupule et jeter les 50µl restant. Un volume de 50µl de la suspension microbienne à 10^7 UFC/ml est ajouté dans chaque cupule (**figure 11**).

Les plaques sont incubées sous agitation à 37°C/24h. La CMI a été définie comme la concentration minimale d'extrait pour laquelle on n'observe pas de croissance visible à l'œil nu.

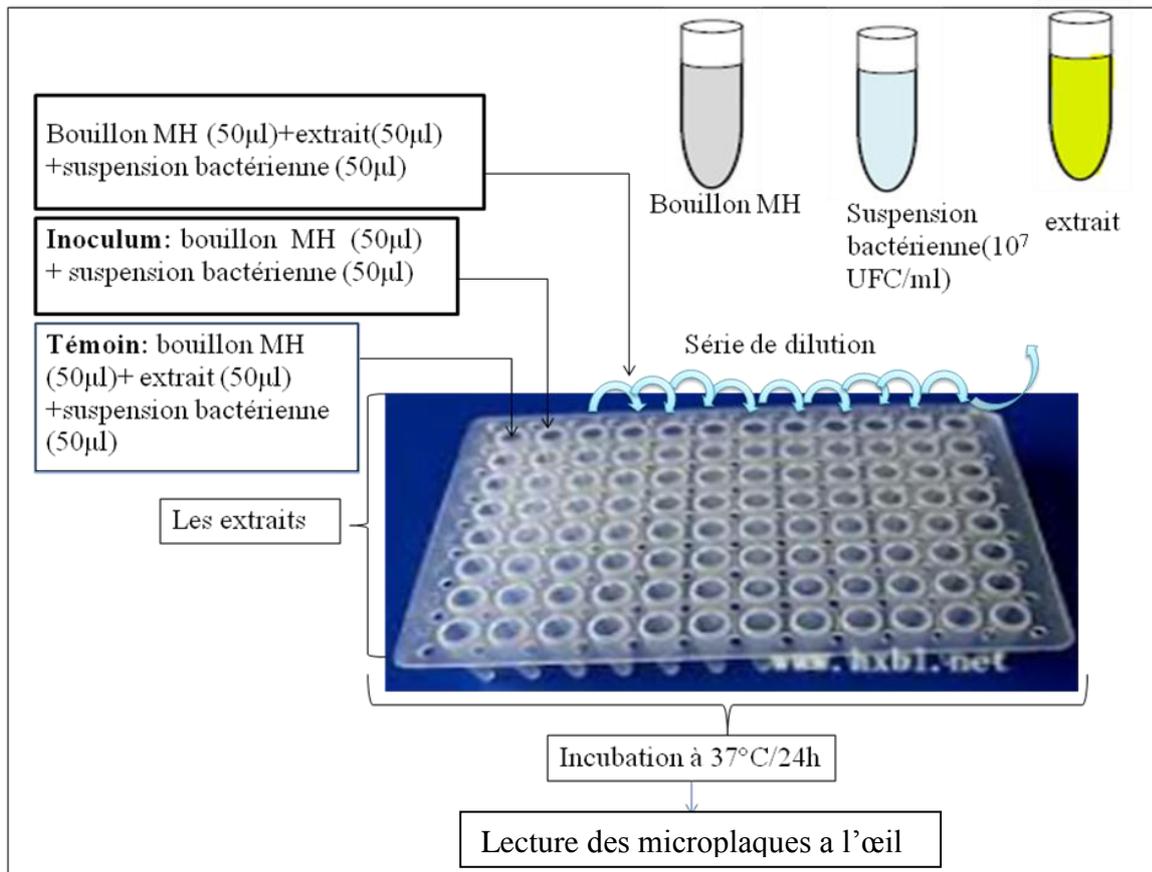


Figure11: Détermination des concentrations minimales inhibitrices des différents extraits vis-à-vis des *SARM* et *E.coli*.

Etude statistique

Pour chaque test, trois essais ont été réalisés. L'étude statistique consiste en une analyse de la variance (ANOVA) suivant le test de « Newman Keuls » à l'aide du logiciel STATISTICA 5.5 Fr. Le degré de signification des données est estimé à la probabilité $p < 0,05$. Pour la comparaison des moyennes de l'humidité entre les deux échantillons de figue, un test de Student (test T) est utilisé.

Les coefficients de corrélation sont obtenus par l'analyse de régression linéaire à travers le coefficient de Pearson à la probabilité $p < 0,05$. Une boîte à moustache a été réalisée à l'aide d'un logiciel R.

I. Résultats et discussion

I.1. Caractérisation physico-chimique de la figue sèche

I.1.1. Taux d'humidité

L'humidité est un paramètre important qui prédit le rendement après séchage. Ce paramètre détermine l'aptitude à la conservation des figues sèches et peut être à l'origine des pertes quantitatives et qualitatives causées par les réactions chimiques et enzymatiques et/ou les détériorations microbiennes des fruits conservés (UNECE, 2004).

Les taux d'humidité des deux échantillons étudiés exprimés en pourcentage sont consignés dans la **figure 12**. Les taux d'humidité des deux variétés de figues sèches Azandjar et Taamriwth sont de 25,33% et de 23,55% respectivement. Le test de Student montre une différence significative ($p < 0,05$) entre les deux échantillons. Les valeurs observées dans cette étude sont semblables à celles rapportées par **Bachir bey et al., (2016)** qui ont notés que l'humidité varie entre 19,11 et 28,08 % pour les figues sèches noire produites en Algérie.

Selon la norme établie par la Commission Economique des Nations Unies pour l'Europe (UNECE, 2004) fixant les paramètres de commercialisation et de contrôle de qualité des figues séchées, le seuil d'humidité est de 26%.

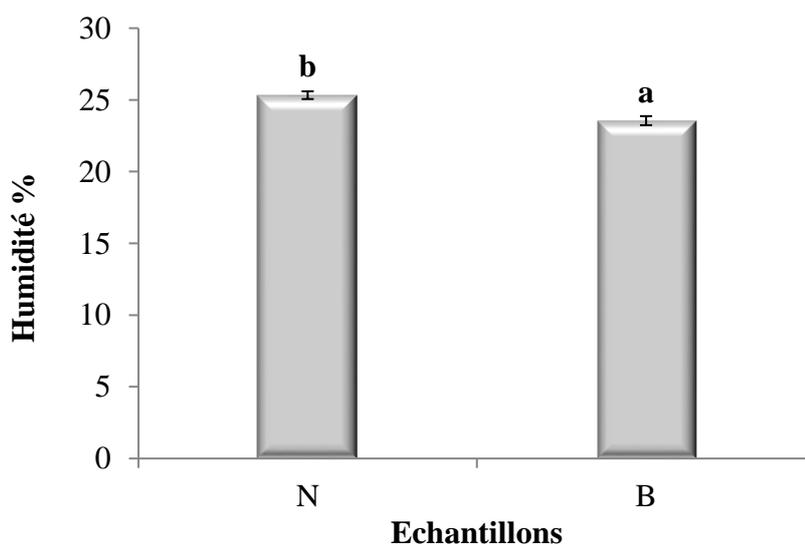


Figure 12: Pourcentage d'humidité des figues sèches.

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres a et b ($a < b$) indiquent des valeurs significativement différentes de deux variétés ($p < 0,05$).

1.1.2. Acidité titrable

Les acidités des échantillons étudiés exprimées en pourcentage sont consignées dans la **figure 13**.

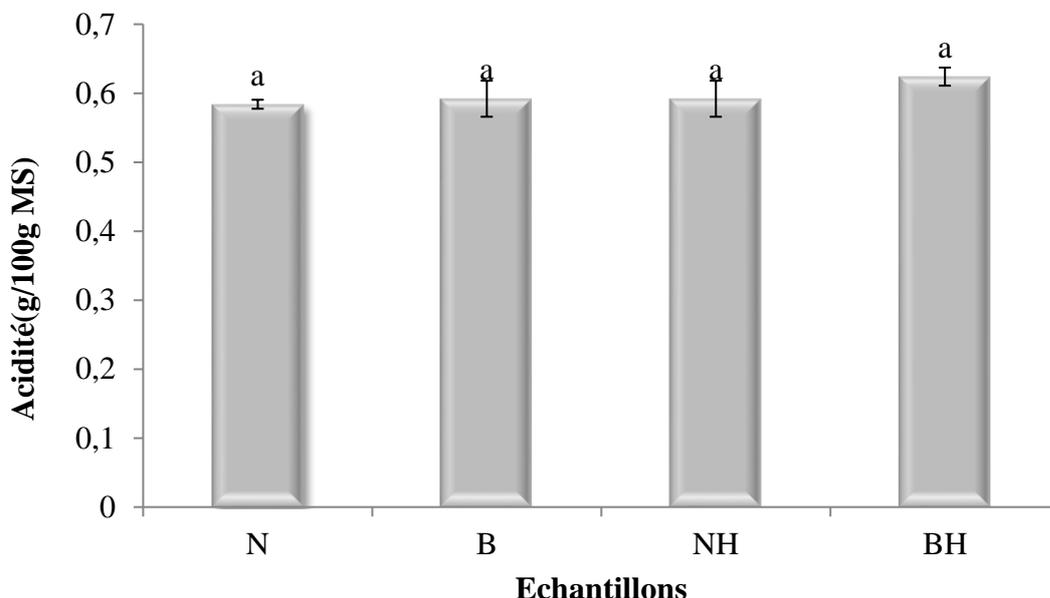


Figure 13 : Acidité des différents échantillons étudiés

Les barres verticales représentent les écarts types ($p < 0,05$). Les résultats qui portent des mêmes lettres sont similaires.

Les résultats montrent que les pourcentages d'acidité des échantillons étudiés sont compris entre 0,584 et 0,624 %. Aucune différence significative ($p \leq 0,05$) n'a été remarquée entre les échantillons de figue sèche ainsi que ceux mélangés avec de huile d'olive.

Nous constatons que huile d'olive ne présente pas d'effet sur l'acidité des deux variétés de figue sèche. Ceci est sûrement dû aux faibles teneurs d'acidités des huiles d'olives extra vierges. Selon, le **COI, 2013** une huile d'olive Extra-vierge présente une acidité inférieure à 0,8%.

Les résultats d'acidités de figues sèches sont inférieurs aux variétés de figues fraîches tunisiennes rapportées par **Aljane et Ferchichi, (2007)** dont les pourcentages varient entre 0,89 à 1,53, ainsi que la variété figue sèche (Conadria) cultivée en Egypte étudiée par **Abul-Fadlet al., (2015)** obtenu avec différentes méthodes de séchage.

I.1.3. Teneurs en glucides

La figure 14 présente les résultats des teneurs en sucres des différents échantillons, l'étude statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$),

La variété Taamriwth (B) renferme la teneur la plus élevée (57,87g/100g MS) suivie de la variété Azandjar (N) qui renferme 49,67g/100MS. Selon la littérature, les teneurs en sucre augmente avec le séchage (Veberic et Mikulic-Petkovsek, 2016). Nos résultats sont inférieure a ceux de Bachir bey et al., (2016) et Pourghayoumi et al., (2016) qui varient de 72-32 et 81,41 g/ 100gMS et 60-84,4 Brix les variétés de figue sèche Algérienne et Iranienne respectivement. D'après Pourghayoumi et al., (2016), les figues de couleur foncé sont plus riche en sucre que les figues de couleur claire ce qui est contradictoire a nos résultats.

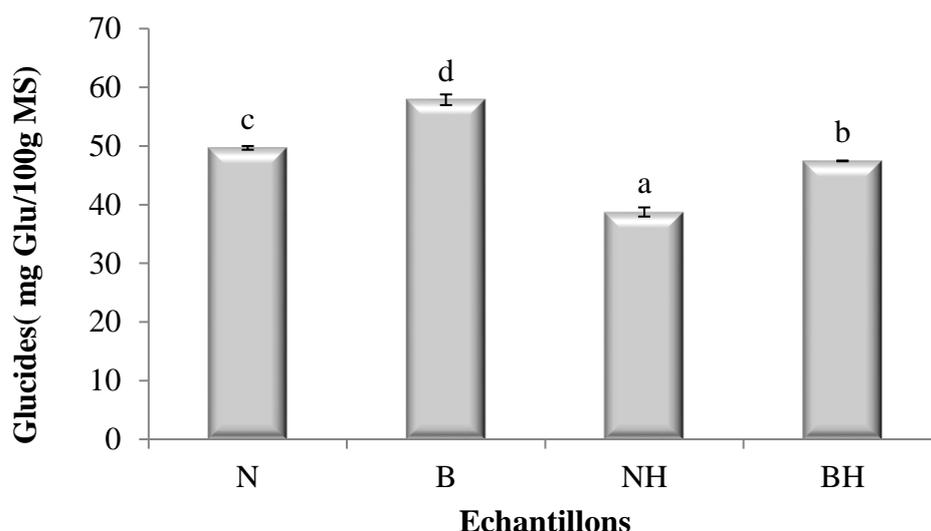


Figure 14 : Teneurs en glucides des différents échantillons étudiés

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres a, b, c et d ($a < b < c < d$) indiquent les valeurs significativement différentes des différents échantillons ($p < 0,05$).

On constate que les mélanges figues sèches et l'huiles d'olives (NH et BH) présentent des teneurs moindre que les témoins (N et B) avec des taux de 38,74g/100g et 47,45g/100gMS MS respectivement cette diminution est d'ordre de 18 et 22%, respectivement.

Etant donné que la figue se trouve dans une solution, les sucres peuvent se transférés a l'huile d'olive, ce qui explique l'appauvrissement de la figue sèche. Contrairement au séchage qui enrichie la figue sèche en glucide vue la déshydratation.

I.2. Dosage des composés phénoliques

L'extraction des composés phénoliques a été réalisée par quatre méthodes différentes dans le but d'évaluer l'impact sur les teneurs des polyphénols. Les méthodes utilisées sont : macération (méthode conventionnelle), extraction assistée par ultrason, micro-onde et l'ultra-turrax (nouvelles).

Les résultats de dosage des composés phénoliques des différents échantillons avec différentes méthodes d'extraction sont représentés dans les figures 15 et 16

En comparant les différents groupes obtenus après analyses par un diagramme en box plot (boite à moustache), on remarque que les médianes des distributions des teneurs obtenues par extraction assistée par ultrason sont les plus élevées (\geq à 400 mg EAG/100g MS), suivies aux taux obtenus par les méthodes micro-ondes et macération (\geq à 350 mg EAG/100 MS). En outre, la méthode par ultra-turrax se présente avec des concentrations moindres (entre 300 et 350 mg EAG/100g MS).

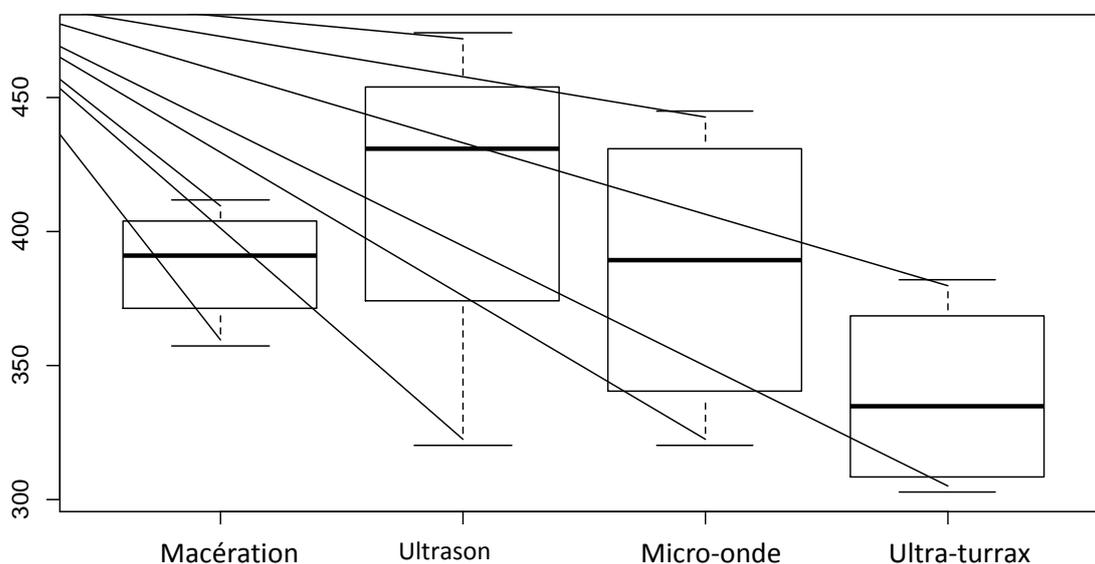


Figure 15: Diagramme en boîte à moustache représentant les teneurs en polyphénols en fonction de différentes méthodes d'extractions.

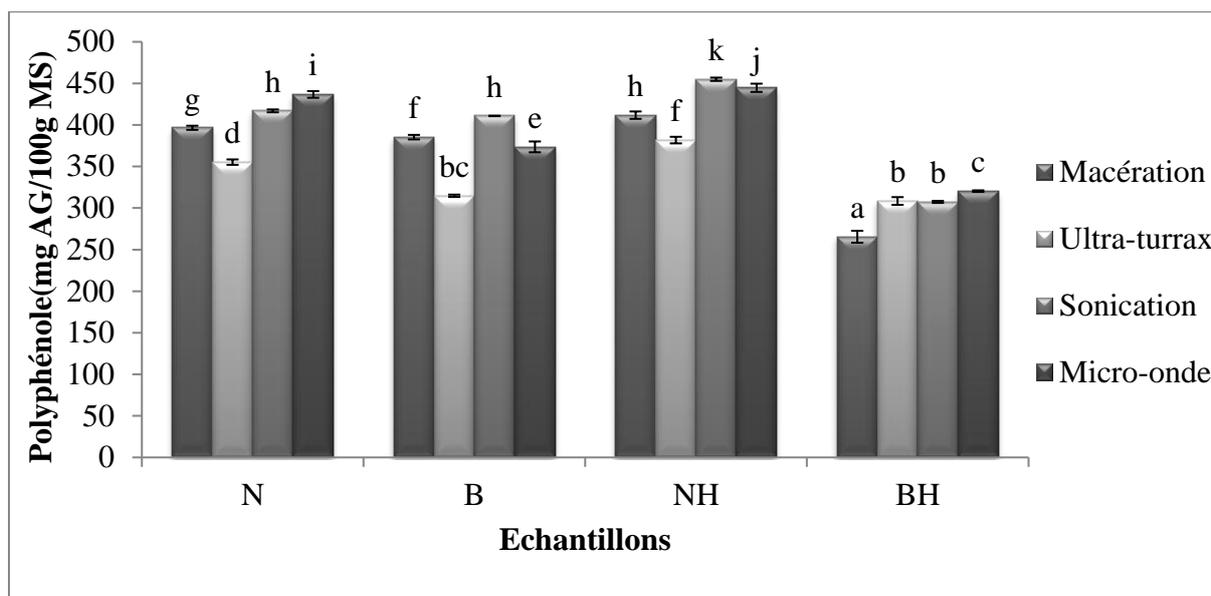


Figure 16 : Teneurs en polyphénols des échantillons en fonction des méthodes d'extraction.

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres a, bc, c, d, e, f, g, h, i, j et k ($a < b < bc < c < d < e < f < g < h < i < j < k$) indiquent les valeurs significativement différentes des échantillons ($p < 0.05$).

Le dosage des composés phénoliques totaux montrent une variation entre les échantillons, les valeurs oscillent entre 454,939 et 265,482mgEAG/100g MS détectées avec l'extrait de l'échantillon NH et BH obtenu par sonication et macération respectivement. Des différences significatives sont relevées ($p < 0,05$) entre les différentes méthodes au sein du même échantillon à l'exception des échantillons N et BH qui ne présentent aucune différence entre les méthodes d'extraction assistée par ultrason et micro-ondes, ultra-turrax et ultrason respectivement. Nos résultats sont en accord avec la littérature, les méthodes d'extractions assistées par micro-ondes et ultrasons présentent les meilleurs rendements en polyphénols comparant la méthode conventionnelle (macération) (**Proestos et Komaitis, 2008 ; Dahmoune et al., 2014 ; Nayak et al., 2015 ; Medina-Torres et al., 2017**).

Jokic et al., (2014), rapportent dans leur étude réalisée sur différentes extractions des composés phénoliques de quelques variétés de figes fraîches un meilleur taux avec la méthode d'extraction assistée par ultrason comparant à la macération.

Les teneurs en composés phénoliques varient entre 436,703 et 314,758mgEAG/100g MS pour les deux figes sèches (N et B). Nos résultats sont supérieurs à ceux rapportés par **Faleh et al., (2015)** et **Hoxha et al., (2016)** et inférieurs à ceux de **Bachir bey et al., (2016)**, proche

de ceux **Russo et al., (2014)** pour des échantillons de figes sèches de turque, italienne et de la Grèce. La figue sèche Azandjar (N) représente les meilleurs teneurs en polyphénols comparant à la figue sèche Taamriwth (B). D'après **Pourghayoumi et al., (2016)** les variétés de figue avec une peau fine renferme les polyphénols dans la pulpe ce qui explique la richesse de la figue claire par rapport a la sombre, contrairement a la littérature qui rapporte que la figue de couleur sombre est plus riche que la figue en couleur claire (**Veberic et Mikulic-Petkovsek, 2016**).

De plus plusieurs paramètres peuvent influencer les teneurs en polyphénols, principalement l'effet variétal (génotype), conditions de séchage, stage de maturité de la figue (**Caliskan, 2015, Meziant et al., 2015 ; Veberic et Mikulic-Petkovsek, 2016**).

En comparant quantitativement les teneurs en polyphénols des échantillons de figue sèche et celles mélangées avec huile d'olive extra vierge (NH et BH), on remarque une élévation de ces teneurs avec la figue Azandjar (NH), et une diminution avec la figue Taamriwth (BH) avec les différentes méthodes d'extractions. Ceci pourrait être du aux échanges dans la matrice huile d'olive figue sèche. Après les 15 jours de contact, la figue sèche Azandjar pourrait dotée d'une couche épaisse ce qui limite le transfert des polyphénols vers l'huile contrairement a la figue sèche Taamriwth avec une peau fine, permet le passage des polyphénols vers l'huile ce qui appauvris en ses composés.

I.3. Activité antioxydante

Les résultats du pouvoir antiradicalaire des extraits acétoniques, (**tableau V**) indiquent que tous les extraits analysés possèdent la capacité de piéger le radical DPPH (les IC_{50} sont inversement proportionnelles à l'effet scavenger dont les valeurs faibles reflètent un effet antiradicalaire important).

Tableau V: Activité antiradicalaire contre le radical DPPH° (IC₅₀ mg/ml) des différents extraits d'échantillons étudiés.

	N	B	NH	BH
Macération	10,85 ± 0,171de	11,455 ± 0,093ef	10,435 ± 0,142cd	11,825 ± 0,273g
Ultra-turrax	13,395 ± 0,004i	14,420 ± 0,048j	11,365 ± 0,053ef	11,220 ± 0,016ef
Sonication	9,825 ± 0,412bc	10,720 ± 0,179de	9,265 ± 0,159b	11,385 ± 0,151ef
Micro-onde	9,190 ± 0,204b	10,22 0± 0,620cd	7,86 0± 0,179a	12,445 ± 0,502 h

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$).
 Les lettres a, b, bc, cd, de, ef, g, h, i, j ($a < b < bc < cd < de < ef < g < h < i < j$) indiquent les valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

Les extraits acétoniques des échantillons de figues Azandjar–huile (NH) et Azandjar (N) obtenue par extraction assistée par micro-ondes et ultrasons enregistrent les capacités scavenger les plus performantes avec des IC₅₀ les plus faibles (<10 mg/ml). Ces échantillons se caractérisent par des teneurs élevées en polyphénols totaux (454,939 et 436,703mg EAG/100g MS). Par contre, le reste des extraits à faible teneurs notent respectivement les capacités scavenger les moins performantes (10,22-13,395 mg/ml) indiquant ainsi leur faible activité antiradicalaire nos résultats sont supérieurs a ceux de **Debib et al., (2014)**.

Les différences de capacité antioxydante entre les échantillons peuvent s'expliquer principalement par le rapport qualitatif et quantitatif des antioxydants de chaque extrait. La relation entre les teneurs en polyphénols totaux et les activités antioxydantes est largement étudiée (**Arvaniti et al., 2019**). Des corrélations positives significatives sont relevées entre les teneurs en composés phénoliques et l'activité antioxydante sur le radical, IC₅₀ ($r = -0,72$). Ces résultats concordent avec ceux de **Debib et al., (2014)** et **Bachir bey et Louaileche (2015)**.

Les échantillons mélangés avec l'huile présentent des IC₅₀ plus faible que ceux des échantillons figues sèches (N), contrairement au 2ème mélange (BH) qui présente des IC₅₀ élevée comparant à B, ceci est probablement due à la présence des polyphénols dans les différents mélanges.

I.5. Etude de l'activité antibactérienne des extraits de figue sèche

I.5.1. Détermination des concentrations minimales inhibitrices (CMI)

Afin de déterminer l'efficacité de nos extraits, on a procédé à la détermination des concentrations minimales inhibitrices (CMI) des extraits. Globalement, les niveaux d'activité

antimicrobienne très variables selon l'extrait utilisé et la souche testée (*Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus*).

D'après les résultats, aucun effet des extraits n'est observé sur la souche d'*E.coli* (>8mg/ml), tandis que SARM semble sensible aux différents extraits phénoliques testés (**tableau IV**).

Tableau VI: Les concentrations minimales inhibitrices (CMI) des différents extraits étudiés vis-à-vis SARM exprimées en mg/ml.

	Extrait N	Extrait B	Extrait NH	Extrait BH
Macération	4,165	1,04	1,04	4,16
Ultra-turrax	4,44	1,11	1,11	1,11
Ultrason	1	1	1	1
Micro-onde	1,62	3,25	1,62	3,25

Après analyse des résultats, on remarque que les extraits les plus actifs sont ceux obtenus par extraction assistées par ultrason avec des CMI de 1 mg /ml, suivis des extraits B et NH obtenus par macération avec des CMI de 1,04 mg/ml. (Les CMI les plus élevées indiquant une faible activité sont relevée pour les l'extrait (N) obtenus par ultra-turrax (4,44 mg /ml)).

Les extraits obtenus des mélanges figues-huiles présentent de meilleures activités avec des faibles CMI, à l'exception de l'échantillon BH obtenus par macération qui présente une valeur élevée (4,16 mg /ml). **Debib et al., 2018** ont également rapportés un meilleur effet antimicrobien des mélanges figue-huile comparant aux témoins. Les résultats pourraient être expliqués par effet synergique entre les composés d'huile et figue sèche. Toutefois, il est possible que l'activité des composants majeurs soit modulée par d'autres molécules mineures. La concentration en polyphénols n'est pas le seul paramètre qui gère le potentiel antimicrobien mais également la nature des composés phénoliques présent dans les extraits. Plusieurs travaux ont signalés l'activité bactéricide des dérivés d'oleuropeine et ligstrosides présents dans huile d'olive extra vierge (**Bisignano et al., 1999, Medina et al., 2007**).

On remarque que nos extraits possèdent des activités bactériennes sur les Gram positifs(SARM) que les Gram négatifs *E.coli*. La susceptibilité de SARM aux extraits phénoliques pourrait être due à une meilleure perméabilité du ou des composé (s) actif(s). Ceci s'expliquerait par des différences dans la constitution de la paroi cellulaire. SARM est une bactérie à Gram positif où le peptidoglycane n'entrave pas l'entrée des molécules à petit poids moléculaire.

L'activité antimicrobienne des composés phénoliques a fait l'objet d'un grand nombre de publications. Cependant, la majorité des travaux cités dans ces publications s'arrêtent au niveau de la mise en évidence de l'activité antimicrobienne de ces composés. Les études sur les mécanismes d'action de cette activité sont en nombre négligeable. Selon des études concernant les mécanismes d'action antimicrobienne de ces molécules, il semblerait que suite à une désintégration de la membrane cellulaire bactérienne provoquée par ces substances, la fuite des métabolites intracellulaires provoque la mort de la cellule. (**Cowan, 1999; Fitzgerald et al., 2004; Omar, 2010**).

Conclusion

L'étude réalisée à pour objectif s'étudier les mélanges huile d'olive extra vierge- figue sèche (Azandjar, Taamriwth) de comparer les différentes méthodes d'extraction des polyphénols présents dans la figue sèche et les mélanges avec l'huile d'olive. L'évaluation de leur activité antioxydante et antimicrobienne.

L'étude des paramètres physico-chimiques montre que les taux d'humidité des deux variétés de figues sèches Azandjar et Taamriwth sont de 25,33% et de 23,55% respectivement. L'analyse de la variance montre des différences significatives ($p < 0,05$) entre les deux échantillons. Les résultats d'acidité des échantillons étudiés sont compris entre 0,584 et 0,624 %, l'huile d'olive ne présente pas d'effet sur l'acidité des deux variétés de figue sèche.

Les résultats de dosage des sucres des variétés de figue sèche Azandjar et Taamriwth montrent que la variété Taamriwth est plus riche en glucides, cette différence est probablement due au facteur génétique. Autre, les mélanges de figue sèche et huile d'olive présents des teneurs faibles par rapport à ces témoins, donc l'huile d'olive influence sur la teneur en glucides des figues sèches.

Le dosage des polyphénols montre que leurs teneurs sont variables en fonction des échantillons avec et sans l'huile ; en fonction des méthodes d'extraction utilisés soit conventionnelles ou bien nouvelles. Les teneurs en composés phénoliques oscillent entre 454,939 mg AG /100g MS de l'échantillon NH obtenu par sonication et 265,482 mg AG/100g MS de l'échantillon BH obtenu par macération. Les méthodes d'extraction assistées par sonication et micro-onde ont les meilleurs rendements en composés phénoliques par rapport aux deux autres méthodes macération et ultra-turrax.

L'activité antioxydante et antibactérienne des extraits des échantillons de figue sèche variée en fonction des échantillons analysés et les méthodes d'extraction utilisées. L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits acétoniques des échantillons de figue sèche montre que l'échantillon NH (Azandjar –l'huile d'olive) de micro-onde représente l'IC₅₀ le plus faible donc une activité antioxydante élevée, alors que l'IC₅₀ le plus faible est enregistré pour l'échantillon B de l'ultra-turrax.

Les extraits présentant des IC₅₀ faibles possèdent des activités antioxydantes élevées et en parallèle des teneurs en composés phénoliques élevés.

L'évaluation de l'activité antibactérienne (*E. coli* et *SARM*) des extraits analysés dépend des échantillons analysés et les méthodes d'extraction utilisés. Nos résultats indiquent que les extraits de l'ultrason présentent les CMI les plus faibles donc une activité importante suivie par les extraits de micro-onde. Autre, les mélanges figue sèche et huile d'olive extra-vierge possèdent des concentrations minimales inhibitrices basses comparant aux témoins ce qui indique l'effet synergique des composés des deux constituants de la matrice. D'autre part ; nos extraits exercent un effet inhibiteur contre les Gram positif (*SARM*) que les Gram négatif (*E.coli*).

Au terme de cette étude, nous constatant que le mélange de figue sèche huile d'olive extra-vierge constituent un mélange intéressant vu l'enrichissement en polyphénols. D'autre part ; les méthodes d'extractions tel que ultrason et micro-ondes donnent des rendements les plus élevés induisant une activité antibactérienne et antioxydante intéressante.

Nos résultats restent partiels et d'autres travaux s'imposent car les approches sont globales. Aussi, il serait intéressant de :

- Tester d'autres variétés de figues sèches ; huile d'olive.
- Tester d'autres mélanges avec d'autres temps de contacts.
- Dosage des flavonoïdes ; anthocyanines.
- Optimisation des méthodes d'extractions par ultrason et micro-ondes
- Tester les huiles issues de mélange figue sèche ; huile d'olive.

A

Abul-Fadl M M., Ghanem T H., EL-Badry N., Nasr A.2015. Effect of some different drying methods on quality criteria of dried fig fruits. *Current Science International*, 4(4): 548-566.

Aljane F., Toumi I., Ferchichi A. 2007. HPLC determination of sugars and atomic absorption analysis of mineral salts in fresh figs of Tunisian cultivars. *Journal of New Sciences*, 6: 599–602.

Amessis-Ouchemoukh N., Ouchemoukh S., Meziant N., Idiri Y., Hernanz D., Stinco C M., Rodriguz-Pulido F J., Heredia F J., Madani Kh., Luis J.2017. Bioactive metabolites involved in the antioxidant, anticancer and anticalpain activities of *Ficus carica* L., *Ceratonia siliqua* L. and *Quercus ilex* L. extracts. *Industrial Crops and Products*, 95: 6–17.

Arvaniti O S., Samaras Y., Gatidou G., Thomaidis N S et Stasinakis A S.2019. Review on fresh and dried figs: Chemical analysis and occurrence of phytochemical compounds, antioxidant capacity and health effects. *Food Research International*, 119: 244–267.

Azwanida N N.2015. A Review on the Extraction Methods Use in Medicinal Plants, Principle, Strength and Limitation. *Medicinal and Aromatic Plants*, 4 (196):2-6.

B

Bachir bey, M., et Louaileche, H.2015. A comparative study of phytochemical profile and *in vitro* antioxidant activities of dark and light dried fig (*Ficus carica* L.) varieties. *The Journal of Phytopharmacology*, 4, 41–48.

Bachir bey M., Richard G., Meziant L., Fauconnier M L., et Louaileche H. 2016. Effects of sun-drying on physicochemical characteristics, phenolic composition and *in vitro* antioxidant activity of dark fig varieties. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41: 1–8.

Balasundram N., Sundram K. and Samman S. 2006. Phenolic compounds in plants and agriindustrial by-products : antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*,99: 191-203.

Berra B. 1998. Les composants mineurs de l'huile d'olive: aspects biochimiques et nutritionnels. *Olivae*, 73: 29-30.

Bisignano G., Tomaino A., Lo Cascio R., Crisafi G., Uccelle N. and Saija, A. 1999. On the invitro antimicrobial activity of oleuropein and hydroxytyrosol. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 51: 971-974.

Boskou D.2009. Phenolic Compounds in Olives and Olive Oil in Olive oil: minor constituents and Health. Ed. CRC press. 11-44.

Boskou D., Tsimidou M. and Blekas G . 2006. Polar Phenolic Compounds: in Olive Oil, *Chemistry and Technology*, 2nd Ed. The American Oil Chemists'Society, 3-92.

C

Caliskan O. 2015. Mediterranean Figs (*Ficus carica L.*) Functional Food Properties In: *Novel Nutraceuticals and Edible Plants Used in the Mediterranean Region*. 629-636.

Cerretani L., Motilva M.J., Romero M.P., Bendini A. and Lercker G. 2008. Pigment profile and chromatic parameters of monovarietal virgin olive oils from different Italian cultivars. *European food research and technology*, 226:1251-1258.

Cicerale S., Conlan X.A., Sinclair A. J. and Keast R. S. J. 2009. Chemistry and health of olive oil phenolics. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 49: 218-236.

C.O.I. 2003. Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole Internat.

Cowan M M. 1999. Plant products as antimicrobial agents. *Clinical Microbiology*, 12(4): 564-582.

D

Dahmoune F., Spignou G., Moussi K., Remini H., Cherbal A., Madani Kh.2014.

Pistacia lentiscus leaves as a source of phenolic compounds: Microwave-assisted extraction optimized and compared with ultrasound-assisted and conventional solvent extraction. *Industrial Crops and Products*, 61: 31-40.

Debib A., Tir-Touil M A., Meddah B., Hamaidi-cherqui F., Mendi S., and Alazadi M S. 2018. Evaluation of antimicrobial and antioxidant activities of oily macerates of Algerian dried figs (*Ficus carica* L). *25(1)*: 351-356.

Debib A., Tir-Touili M A., Mothana A., Meddah R A., and Sonnet P. 2013. Phenolic content antioxidant and antimicrobial activities of two fruit varieties of Algerian *Ficus carica*. *Journal of Food Biochemistry*, 38, 207–215.

Dhifi W., Ben Khedher M., Elyes Kechouk M and Marzouk B. 2006. Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d'olive de Tunisie. *Olivae*, 105: 36-40.

Djeridane A., Yousfi M., Nadjemi B., Boutassouna D., Stocker P et Vidal N. 2006. Antioxidant activities of some Algerian medicinal plants extract containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, 97: 654-660.

Doymaz I. 2005. Sun drying of figs: an experimental study. *Journal of Food Engineering* 71 403–407.

Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A et Smith F. 1956. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*, 28: 350–356.

Dupas C. 2005. Influence des protéines lactières sur le pouvoir antioxydant et la biodisponibilité des polyphénols du café. *Ecole doctorale ABIES*. 2-231.

E

Esteki T., et Urooj A. 2012. Phytochemical Profile and Antioxidant Potential of Different Tissues of *Zizyphus jujube Mill.* *International Journal of Food Nutrition and Safety*. 1(3): 144-157.

Esti M., Contini M., Moneta E. and Sinesio F. 2009. Phenolics compounds and temporal

perception of bitterness and pungency in extra-virgin olive oils: Changes occurring throughout storage. *Food Chemistry*, 113:1095–1100.

F

Faleh E., Ghaffari S., Ferchichi A. 2015. Polyphenol and soluble Sugars contents of Tunisian Dried Fig. *Journal of New Sciences*, 24(6):1126-1129.

Ferradji A., Chabour H. et Malek A. 2011. Séchage solaire des figues. *Revue des Energies Renouvelables*, 14 (4):717-726.

Fitzgerald D J., Stratford M., Gasson M J., Ueckert J., Bos A., et Narbad A. 2004. Mode of antimicrobial action of vanillin against *Escherichia coli*, *Lactobacillus plantarum* and *Listeria innocua*. *Journal Applied Microbiology*, 97. 104-13.

G

Garrabé E., Cavallo J.D., Fabre R. and Hernandez E. 1998. AntibioGramme par diffusion en gélose : essai de standardisation de l'inoculum par la méthode «Presto ABG®». *Revue Française des Laboratoires*. 307: 65-69.

Ghazi F et Sahraoui S. 2005. Evolution des composés phénoliques et des carotéoides totaux au cours de la maturation de deux variétés de datte communes Tantboucht et Hamraia, mémoire d'ingénieur en agronomie, El Harrach.

Guinebault A., Varagnate E. et Chabrol D. 1986. Le point sur le séchage solaire des produits alimentaires, *Gres gret*. 8:215.

H

Hoxha L., Kongoli R. 2016. Influence of drying process on phenolic content and antioxidant activity of two different Autochthonous Albanian fig varieties. *Series A Agronomy*, 509-514.

I

ISO 750. 1998. Determination of titratable acidity: fruit and vegetable products 2nd Edition. International Standard Organisation, Genève, Suisse. pp. 1-4.

J

Jeddi L. 2009. Valorisation des figues de Taounate : potentiel, mode et stratégies proposés. Direction provinciale d'agriculture de Taounate, 1-26.

Jokic S., Mujic I., Bucic-Kojic, A., Velic D., Bilic M., Planinic M., & Lukinac J. 2014. Influence of extraction type on the total phenolics, total flavonoids and total colour change of different varieties of fig extracts. Food in Health and Disease, Scientific-Professional Journal of Nutrition and Dietetics, 3: 90–95.

K

Kader F., Rovel B. & Metche M. 1993. Role of invertase in sugar content in highbush blueberries (*Vaccinium corymbosum* L.). Lebensmittel Wissenschaft und Technologie, (26): 593-595.

Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D. and Robards K. 2007. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. Food Chemistry, 100 (1): 273-286.

L

Lansky E P., Paavilainen H M., Pawlus A D. et Newman R A. 2008. *Ficus spp.* (fig): Ethnobotany and potential as anticancer and anti-inflammatory agents. Journal of Ethnopharmacology ,119:195-213.

Leybros J, Frémeaux P.1990. Extration solide-liquide aspect théorique ,thechniques de l'ingénieur,Génie des procédés.

M

Medina E., Romero C., Brenes M and de Castro A. 2007. Antimicrobial activity of olive oil,vinegar and various beverages against food borne pathogens. Journal of Food Protection, 70: 1194-1199.

Meziant L., Saci F., Bachir Bey M., & Louaileche M. 2015. Varietal influence on biological properties of Algerian light figs (*Ficus carica* L). International Journal of

Bioinformatics and Biomedical Engineering, 1, 237–243.

Midina-Torres N., Ayora-Talavera T., Espinosa-Andrews H., Sánchez-Contreras A., Pacheco N. 2017. Ultrasound Assisted Extraction for the Recovery of Phenolic Compounds from Vegetable Sources, *Agronomy*, 7, (47):1-19.

Montealegre C., Alegre M L M and Garcia-Ruiz C. 2010. Traceability Markers to the Botanical Origin in Olive Oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58 (1):28–38.

N

Nayak B., Dhroune F., Moussi K., Remini H., Dairi S., Aoun O., Madani Kh. 2015. Comparison of Microwave, Ultrasound and Accelerated-Assisted Solvent Extraction for Recovery of Polyphenols from Citrus Sinensis Peels. *Food Chemistry*, 15,1-39.

NCCLS, 2000. National Committee for Clinical Laboratory Standards, methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically: Approved standard, 5th ed., NCCLS document M7-A5. NCCLS, Pennsylvania, USA.

O

Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M . and Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique (2ème Semestre)*, 965:169-196.

Omar, S. H. 2010. Oleuropein in olive and its pharmacological effects. *Scientia Pharmaceutica*, 78, 133-54.

P

Perrin J.L. 1992. Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Etude et Recherche*, 4: 25-31.

Pétrier C., Gondrexon N. and Boldo P. 2008 Ultrasons et sonochimie. *Techniques de l'ingénieur*, AF6310, 1-14.

Proestos CH et Komaitis M.2008. Application of microwave-assisted extraction to the fast extraction of plant phenolic compounds. Swiss Society of Food Science and Technology, 41: 652-659.

Pourghayoumi M., Bakhshi D., Rahemi M., Noroozisharaf A., Jafari M.,Salehi M.,Chamane R., Hernandez F.2016. Phytochemical Attributes of Some Dried Fig (*Ficus carica* L.) Fruit Cultivars Grown in Iran. *Agriculturae Conspectus Scientificus*. 81(3): 161-166.

R

Ramírez-Tortosa M.C., Granados S and Quiles J L.2006. Chemical Composition, Types and Characteristics of Olive Oil in Olive Oil and Health. CABI Publishing, pp 45-62.

Ribereau GP.1968. Les composes phénoliques des végétaux. Dunod, Paris , p254.

Ryan D., Antolovich M., Prenzler P., Robards K and Lavee S. 2002. Biotransformations of phenolic compounds in *Olea europaea* L. *Scientia Horticulturae*, 92: 147-176.

Ryan D., Robardas K. and Lavee S. 1998. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72 : 26-38.

Russo F., Caporaso N., Paduano A., Sacchi R.2014. Phenolic Compounds in Fresh and Dried Figs from Cilento (Italy), by Considering Breba Crop and Full Crop, in Comparison to Turkish and Greek Dried Figs. *Journal of Food Science*, 79(7) : 1278-1284.

S

Shimada K., Fujikawa K., Yahara K & Nakamura T. 1992. Antioxidative properties of xanthum on the autoxidation of soybean oil in cyclodextrin emulsion. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40: 945–948.

SingletonVL & Rossi J A. 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16: 144–158.

Solomon A., Golubowicz S., Yablowicz Z., Grossman S., Bergman M., Gottlieb H E., Altman A., Kerem Z., et Flaishman M A.2006. Antioxidant Activities and Anthocyanin Content of Fresh Fruits of Common Fig (*Ficus carica L*). *Agricultural and Food Chemistry*, 54: 7717-7723.

Su Q., Rowley K G.2002. Identification and quantitation of major carotenoids in selected components of the Mediterranean diet green leafy vegetables, figs, olive oil. *European Journal of Clinical Nutrition*, 56, 1149–1154.

T

Thomas M.2011. Nouvelles méthodologies d'extraction de fractionnement et d'identification: application aux molécules bioactives de l'argousier (*Hippophae rhamnoides*). These de doctorat de chimie analytique phytochimie. Université d'Orléans, 1-289.

U

UNECE 2004. United Nations Economic Commission for Europe Standard DDP-01 concerning the marketing and commercial quality control of dried figs. New York – Geneva: United Nations.

V

Veberic R., Colaric M., Stampar F.2008. Phenolic acids and flavonoids of fig fruit (*Ficus carica L.*) in the northern Mediterranean region. *Food Chemistry*, 106:153–157.

Veberic R., Mikulic-Petkovsek M. 2016. Phytochemical Composition of Common Fig (*Ficus carica L.*) Nutritional Composition of Fruit Cultivars, 235-253.

Villalobos M C., Serradilla M J., Martin A., Ruiz-Moyano S., Casquete R., Hernandez A., Cordoba M G.2018. Use of efficient drying methods to improve the safety and quality of dried fig. *Food processing and preservation*,10: 1-13.

Vinson J A., Zubik L., Bose P., Samman N., & Proch J. 2005. Dried fruits: excellent in vitro and in vivo antioxidants. *Journal of the American College of Nutrition*, 24, 44-50.

Visioli F., Poli A. and Galli C. 2002. Antioxidant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. *Medicinal Research Reviews*, 22 (1): 65-75.

X

Xu Wen-Jing., Zhai Jia-Wen., Cui Q., Liu Ju-Zho., L Meng., Fu Yu-Jie., Zu Yuan-Gang.2016 Ultra-turrax based ultrasound-assisted extraction of five organic acids from honeysuckle (*Lonicera japonica* Thunb.) and optimization of extraction process. *Separation and Purification Technology*, 166:73-82.

Y

Yemis O., Bakkalbas E., & Artik N. 2012. Changes in pigment profile and surface colour of fig (*Ficus carica* L.) during drying. *International Journal of Food Science and Technology*, 47, 1710–1719.

Z

Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D. and Chérif A. 1996. Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. *Olivae*, 61: 41-45.

Annexe 01

Tableau I : Les différentes catégories d'huile d'olive et les limites établies par le COI (2003).

Catégorie	Acidité (%)	Indice de peroxyde (mEq O ₂ /Kg)	Extinction spécifique dans l'UV			Caractéristiques organoleptiques	
			270nm	ΔK	232nm	Médiane du défaut	Médiane du fruité
Huile d'olive Vierge extra	$\leq 0,8$	≤ 20	$\leq 0,22$	$\leq 0,01$	$\leq 2,5$	Me=0	Me > 0
Huile d'olive Vierge fine	$\leq 2,0$	≤ 20	$\leq 0,25$	$\leq 0,01$	$\leq 2,6$	$0 < Me \leq 2,5$	Me > 0
Huile d'olive Vierge courante	$\leq 3,3$	≤ 20	$\leq 0,30$	$\leq 0,01$	-	$2,5 < Me \leq 6$	-
Huile d'olive Vierge lampante	$> 3,3$	Non limité	-	-	-	Me > 6	-

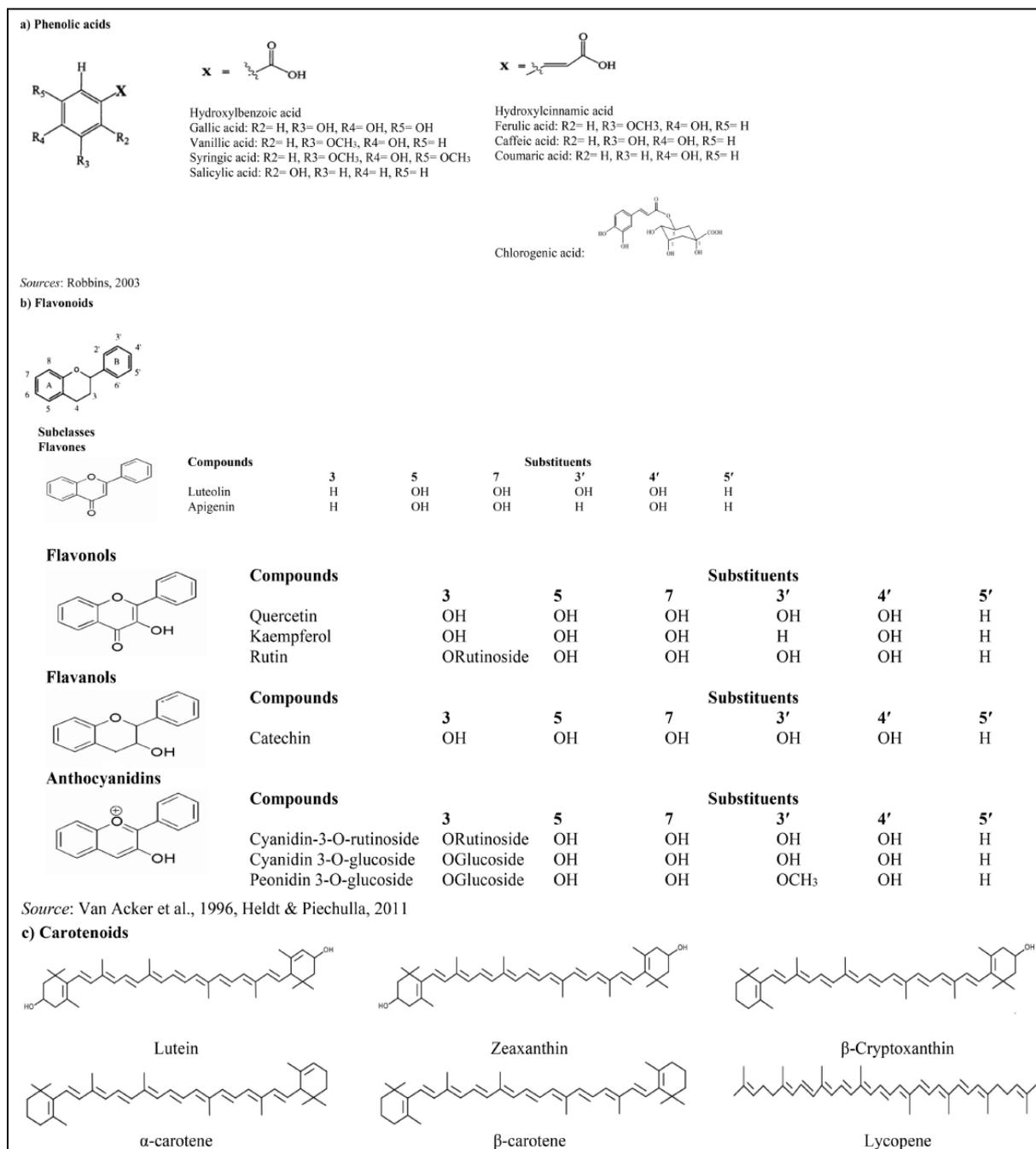


Figure 01: structures des principaux composés de figue sèche (Arvaniti et al., 2019).

Annexe 02

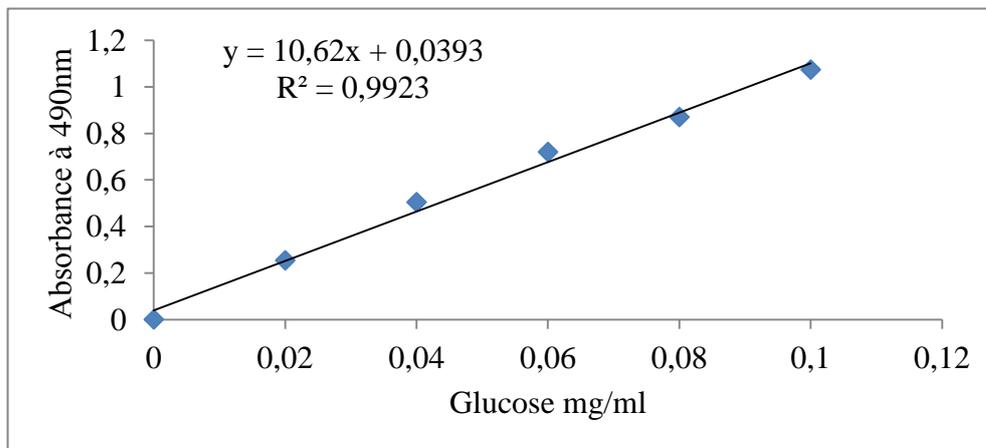


Figure02 : Courbe d'étalonnage des glucides.

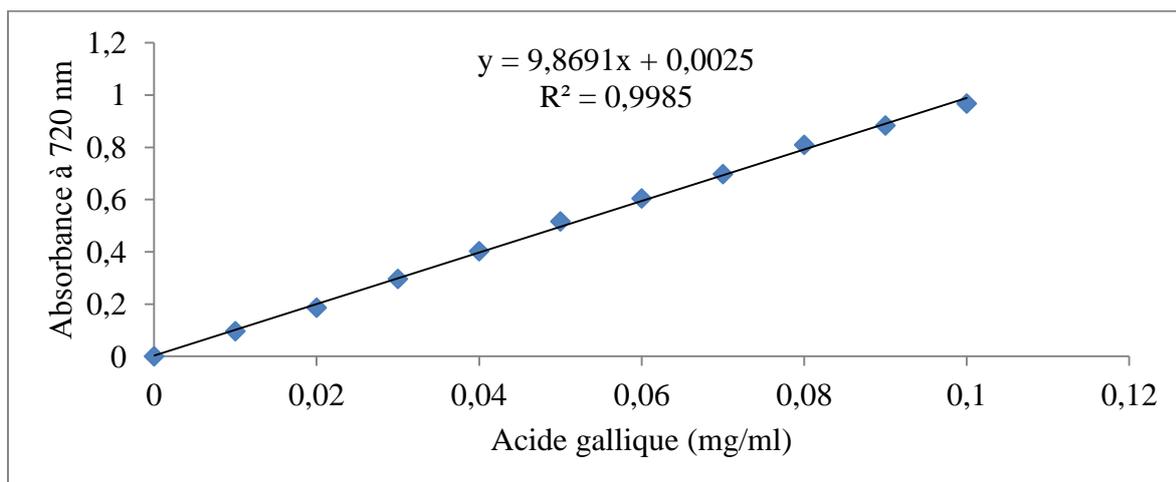


Figure 03 : Courbe d'étalonnage des composés phénoliques.

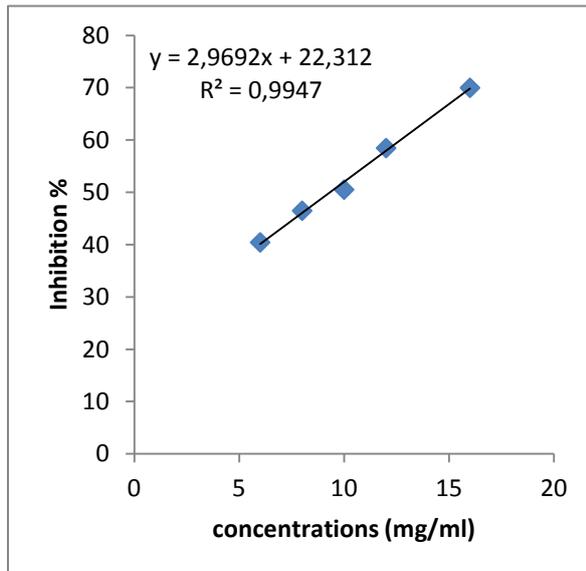


Figure 04 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

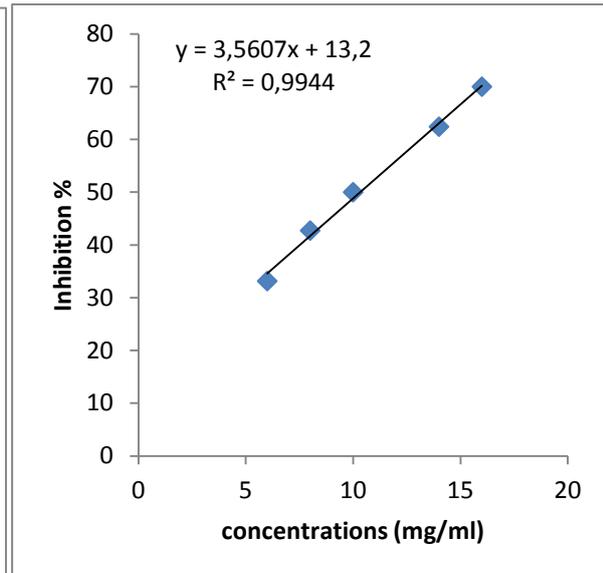


Figure 05 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

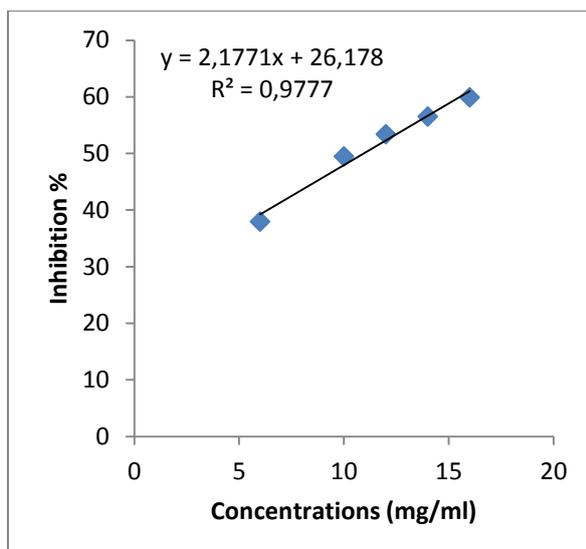


Figure 06 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

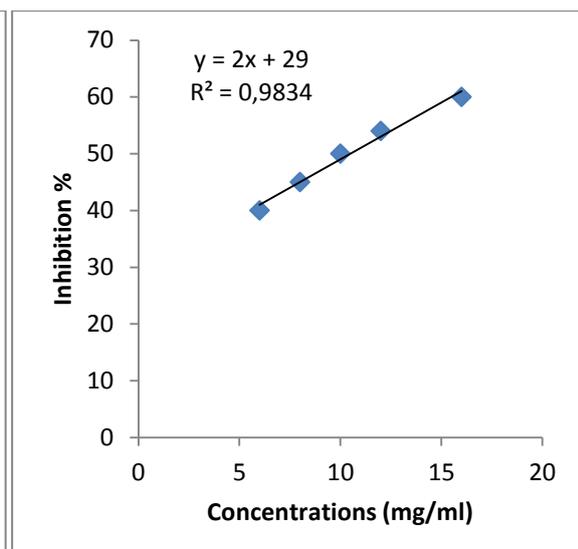


Figure 07 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

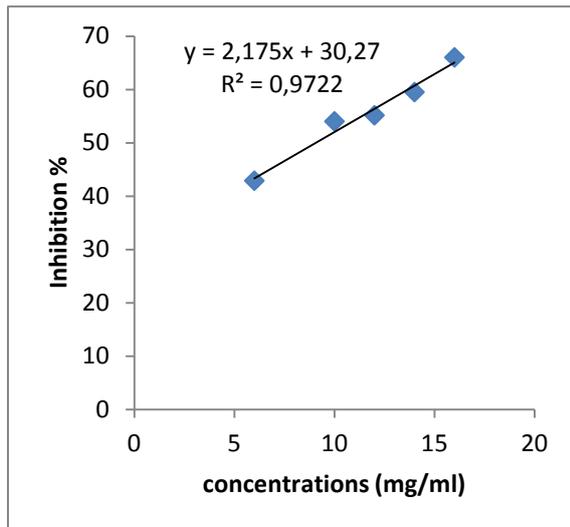


Figure 08 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

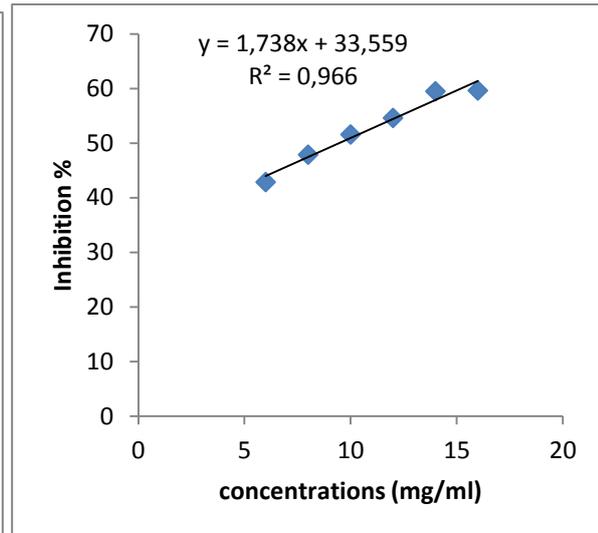


Figure 09 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

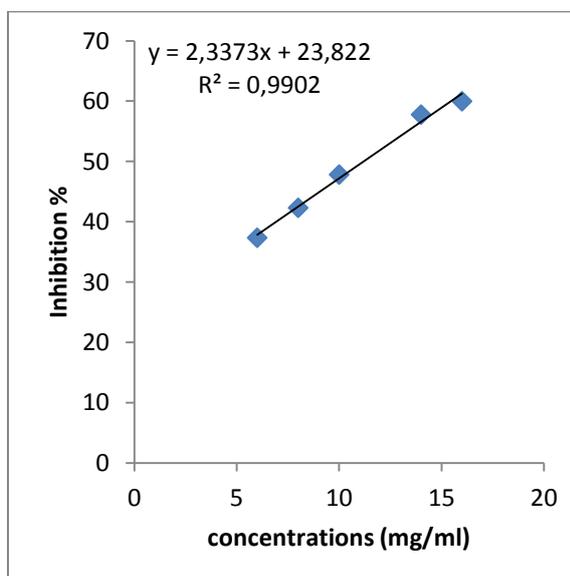


Figure 10 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

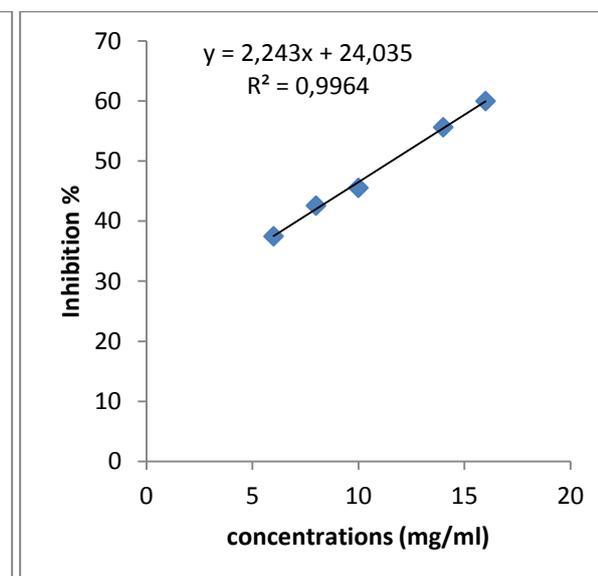


Figure 11 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

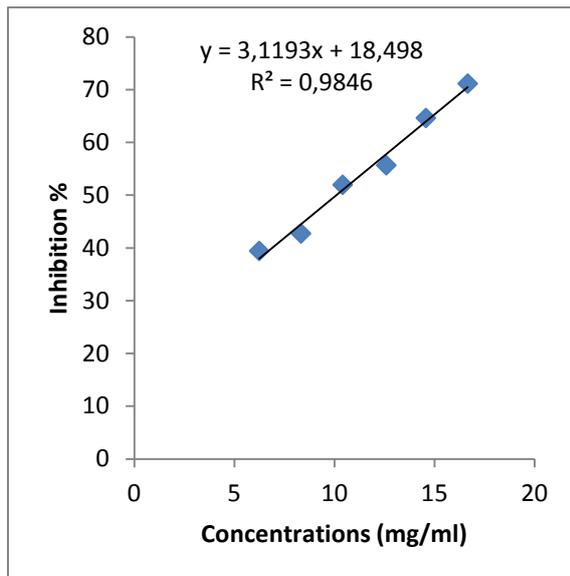


Figure 12 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

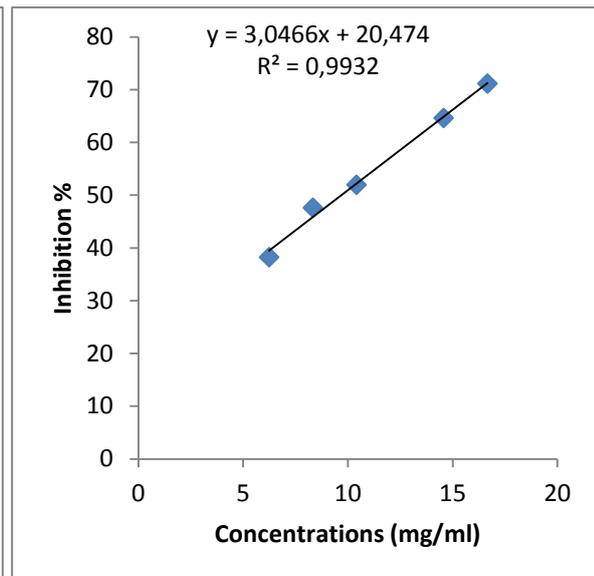


Figure 13 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

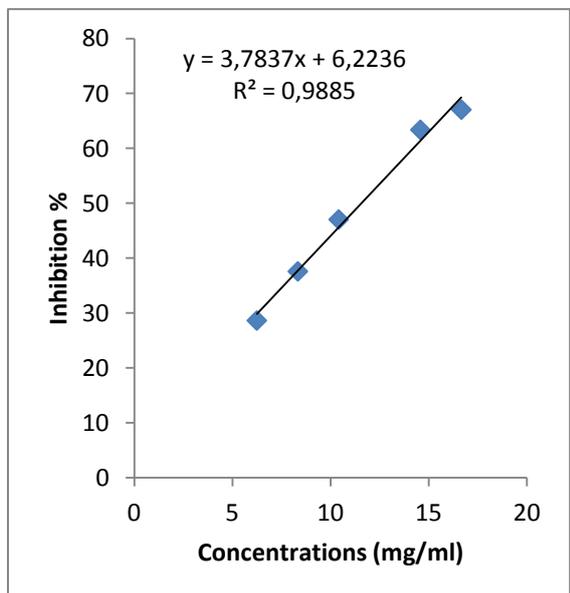


Figure 14 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

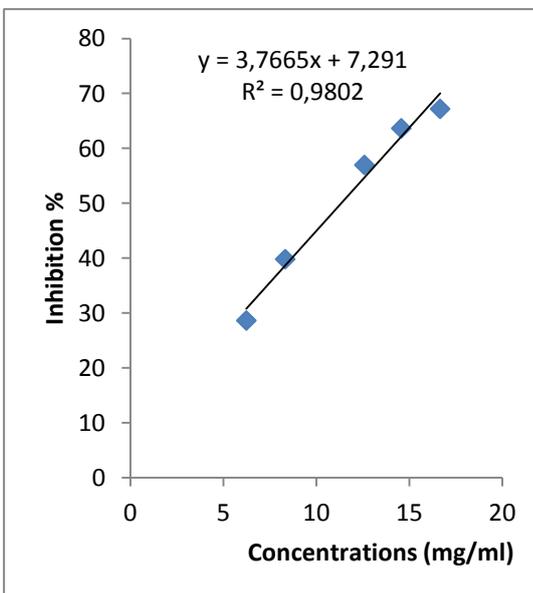


Figure 15 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

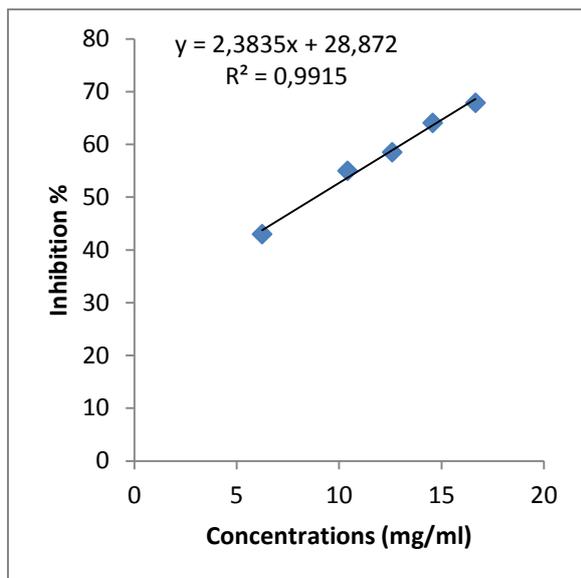


Figure 16 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

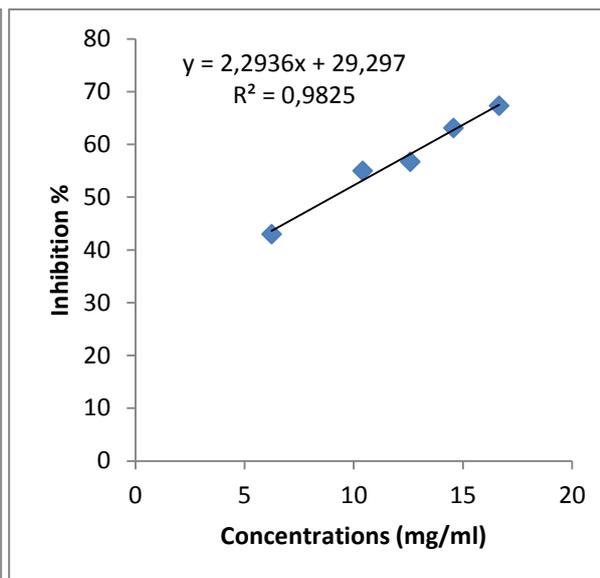


Figure 17 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

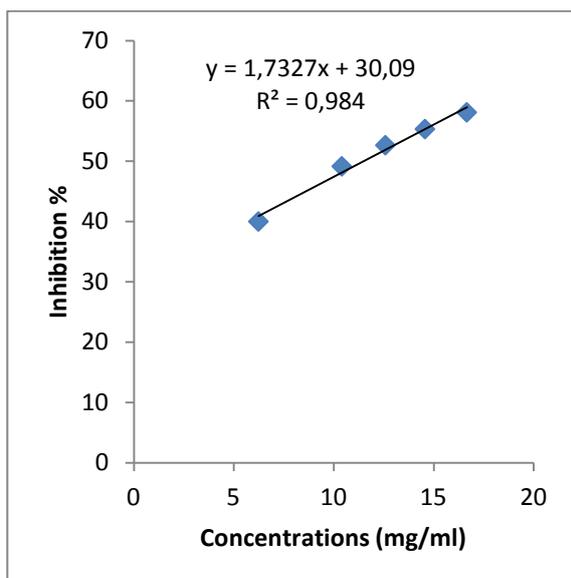


Figure 18 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

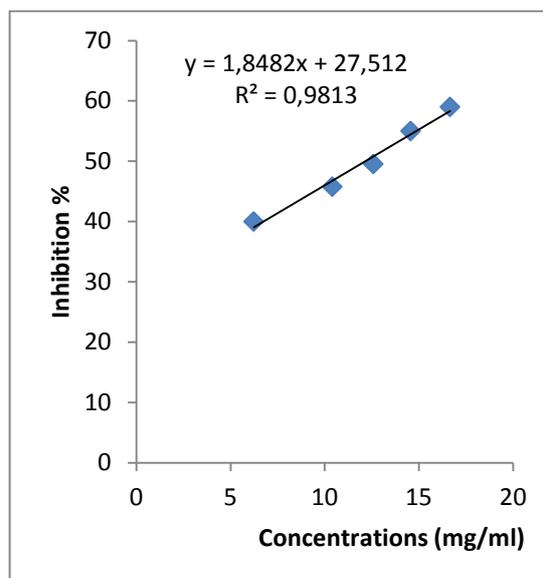


Figure 19 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

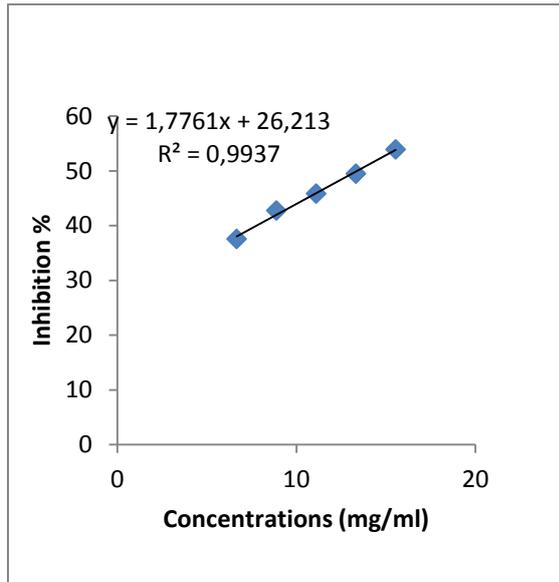


Figure 20 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

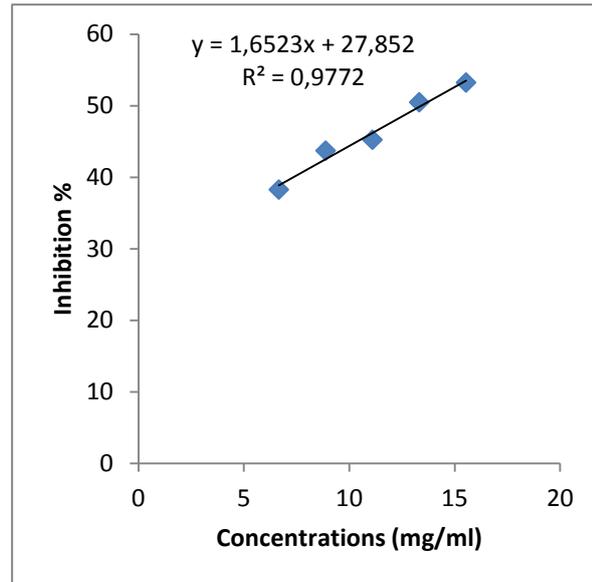


Figure 21 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

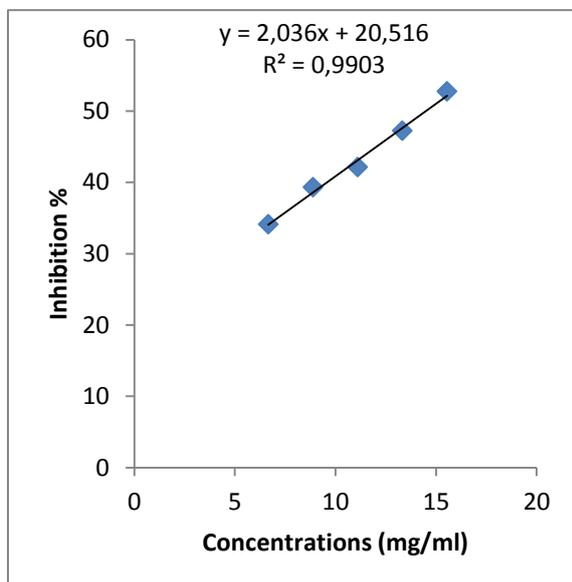


Figure 22 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

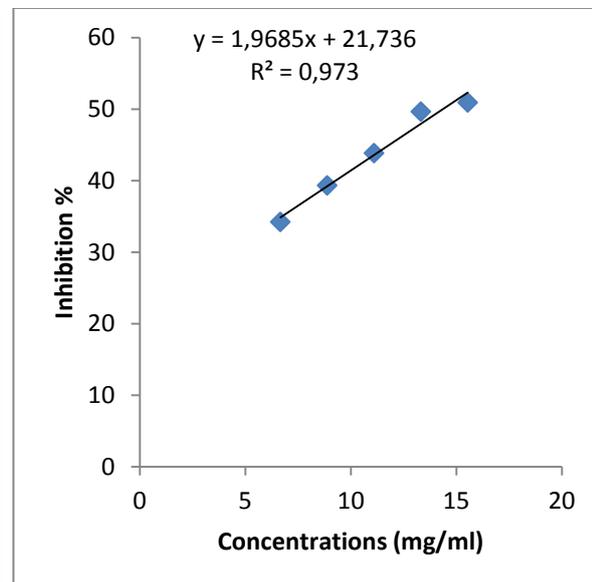


Figure 23 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

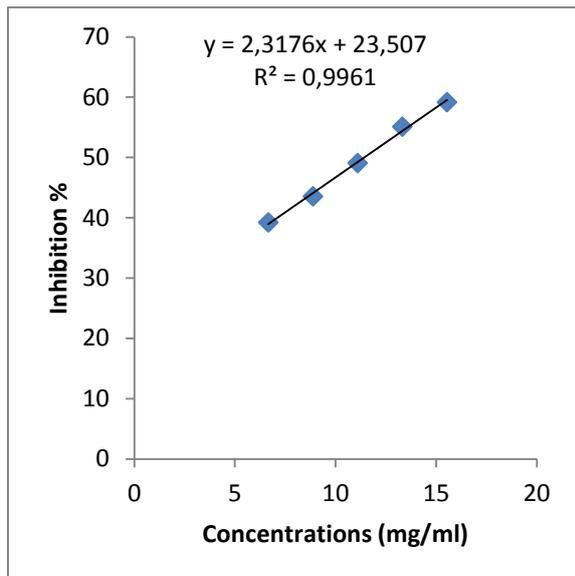


Figure 24 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

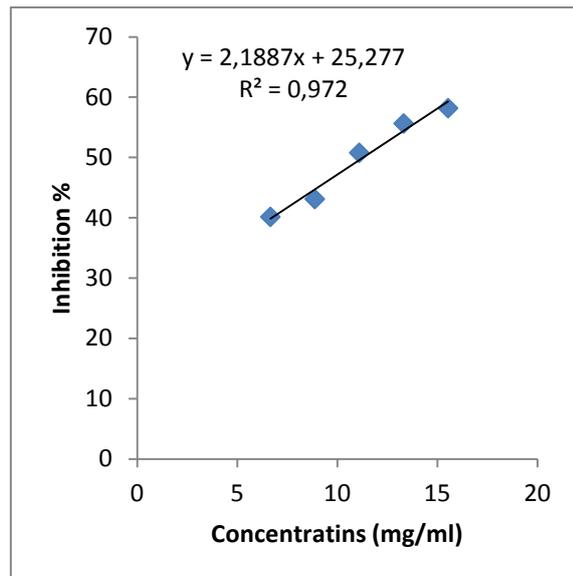


Figure 25 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

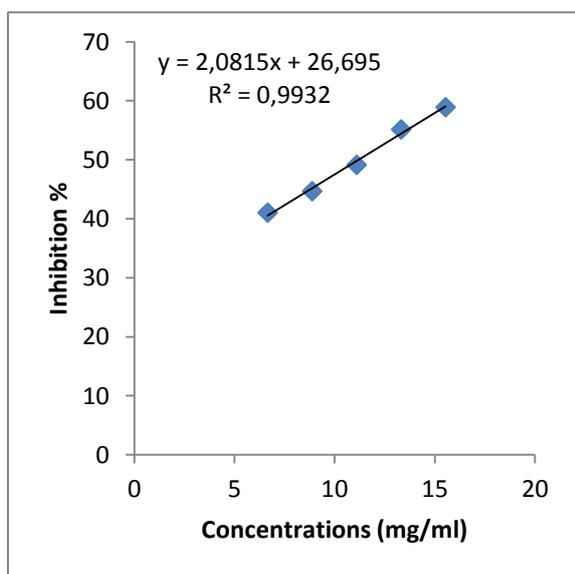


Figure26 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

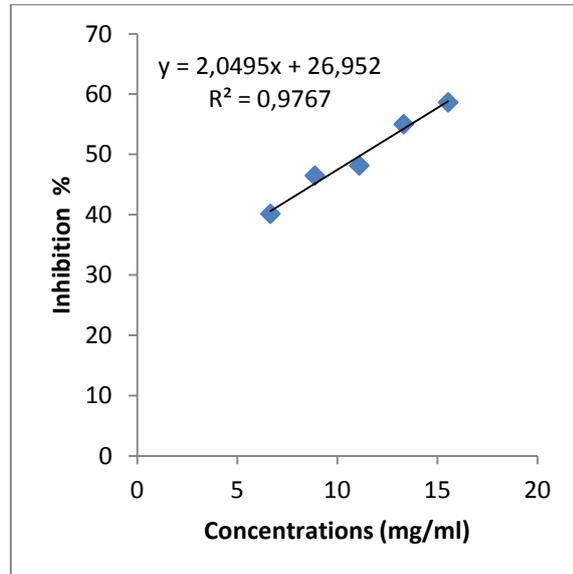


Figure 27 : Pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations.

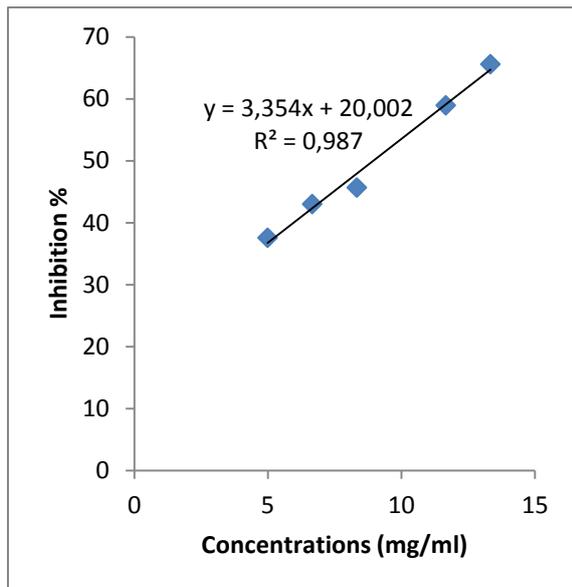


Figure 28 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

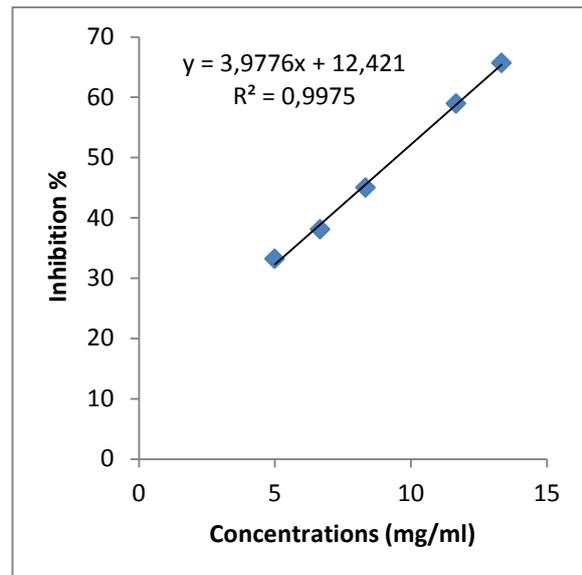


Figure 29 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

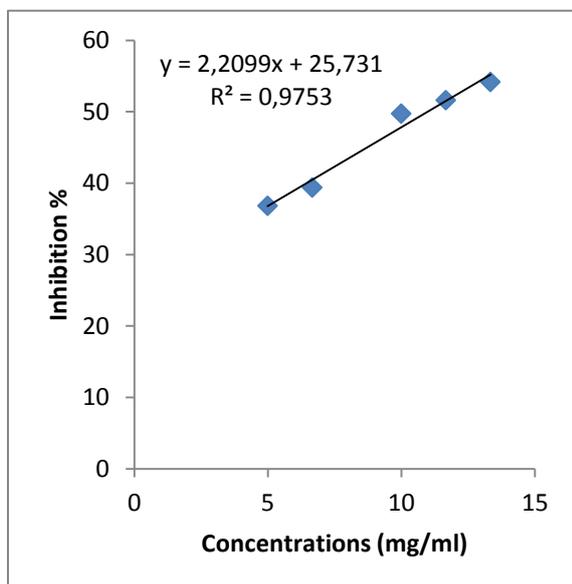


Figure 30 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

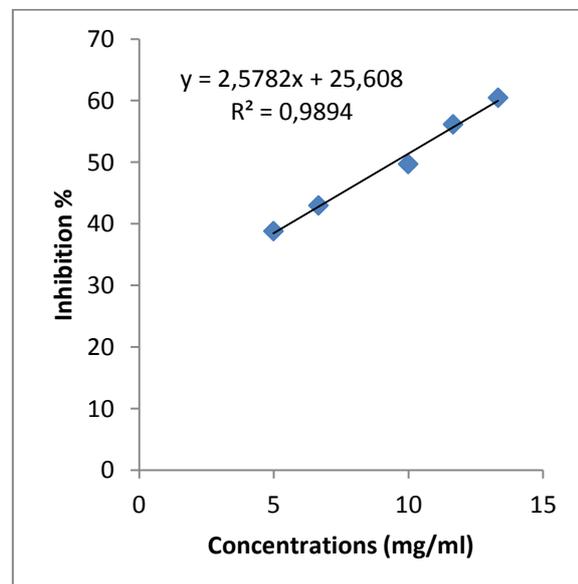


Figure 31 : Pourcentages d'inhibition
en fonction des concentrations.

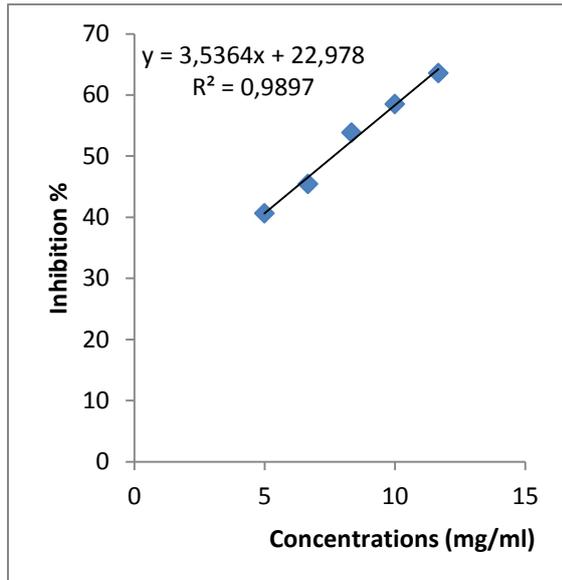


Figure 32 : Pourcentages d'inhibition

en fonction des concentrations.

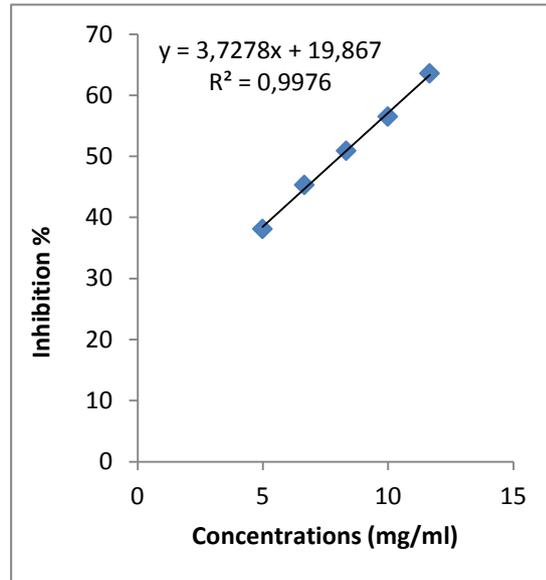


Figure 33 : Pourcentages d'inhibition

en fonction des concentrations.

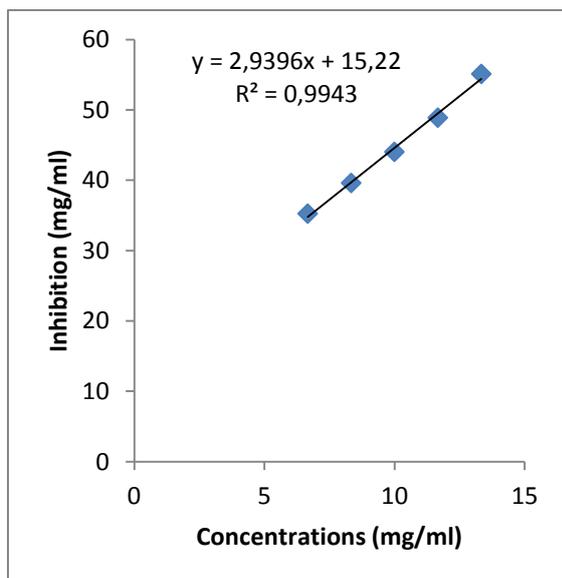


Figure 34 : Pourcentages d'inhibition

en fonction des concentrations.

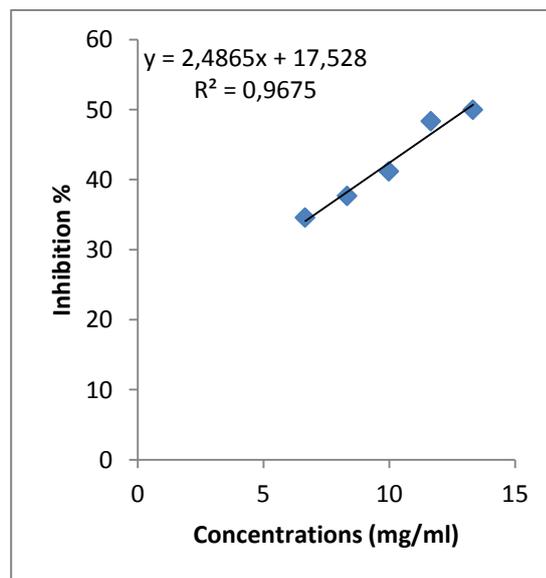


Figure 35 : Pourcentages d'inhibition

en fonction des concentrations.

Résumé

L'étude réalisée a pour objectif d'étudier les mélanges huile d'olive extra vierge- figue sèche (Azendjar, Taamriwth), de comparer les différentes méthodes d'extraction des polyphénols des différents échantillons ainsi que l'évaluation de leur activité antioxydante et antibactérienne. L'huile d'olive ne présente pas d'effet sur l'acidité des deux variétés de figues sèche. Les résultats de dosages des sucres montrent que la variété Taamriwth est plus riche en glucides, alors que l'huile d'olive influence négativement la teneur en glucides des figues sèches. Les méthodes d'extraction assistées par sonication et micro-onde ont les meilleurs rendements en composés phénoliques. On remarque une élévation de ces teneurs avec la figue Azendjar (NH), et une diminution avec la figue Taamriwth (BH). Ceci pourrait être dû aux échanges dans la matrice huile d'olive figue sèche. L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits acétoniques des échantillons montre que l'échantillon NH (Azandjar-l'huile d'olive) de micro-onde représente l'IC₅₀ le plus faible donc une activité antioxydante élevée. L'évaluation de l'activité antibactérienne (*E. coli et SARM*) des extraits analysés indiquent que les extraits de l'ultrason présentent les CMI les plus faibles. Autre, les mélanges figue sèche et huile d'olive extra-vierge possèdent des CMI plus faible ce qui indique l'effet synergique des composés des deux constituants de la matrice. D'autre part ; nos extraits exercent un effet inhibiteur uniquement sur les Gram positif (SARM)

Mots clé : figue sèche, huile d'olive, méthode d'extraction, polyphénols, activités antibactériennes, activités antioxydantes.

Abstract

The objective of the study elaborates mixtures of the extra-virgin olive oil-dried fig (Azendjar, Taamriwth varieties); compare the different methods of extraction of the polyphenols with different samples and evaluation of their antioxidant activity and antimicrobial. Olive oil has no effect acidity of both varieties dried figs.. The results of sugar measurements show that the Taamriwth variety is richer in carbohydrates, while the olive oil has a negative influence on the sugar content of dried figs. The extraction methods assisted by ultrasounds-assisted extraction and microwave have the best yields of phenolic compounds. A high level is observed with fig Azendjar (NH) and a decrease with fig Taamriwth (BH). This could be due to exchanges in the dry fig olive oil matrix. The evaluation of the antioxidant activity of samples shows that the sample NH (Azandjar-olive oil) of microwave represents the lowest IC₅₀ thus a high antioxidant activity. Evaluation of the antibacterial activity (*E. coli* and MRSA) of the analyzed extracts indicates that the ultrasound extracts show the weakest MICs. In addition, dry fig and extra virgin olive oil mixtures have lower MICs indicating the synergistic effect of the compounds of the two constituents of the matrix. On the other hand; our extracts exert an inhibitory effect only on Gram-positive (MRSA)

Key words: dried fig, olive oil, extraction methods, polyphenols, antibacterial activity, antioxidant activity.

Introduction

*Synthèse
bibliographique*

Partie
expérimentale

Chapitre I
Matériel et méthodes

Chapitre II
Résultats et Discussion

Conclusion

*Références
bibliographiques*

Annexes