

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine: Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

M^{elle} REMTANI Fouzia et M^{elle} REMDANI Katia

Thème

*Evaluation des propriétés physico-chimiques et antioxydantes
du fruit de jujubier à deux stades de maturité (vert et mûr)*

Soutenu le 26/06/2023

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
M ^{me} AZEGAGH Katia	MCB	Université de Bejaia	Présidente
M ^{me} BEY Zakia	MAA	Université de Bejaia	Examinatrice
M ^{me} ARKOUB Lynda	MCA	Université de Bejaia	Encadreur

Année Universitaire: 2022/2023

Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire pédagogique de génie alimentaire du département de génie des procédés de la faculté de technologie à l'université de Bejaia.

Avant tout, nous tenons à remercier Mme Arkoub-Djermoune L. Pour la confiance qu'elle m'a accordé en acceptant de diriger ce travail, pour son aide, ses conseils, sa patience et sa disponibilité tout long temps de la réalisation de ce mémoire ainsi que pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer.

Nos vifs remerciements s'adressent à la présidente de jury Mme ZEGAGH K., qui nous a fait l'honneur de présider le jury de notre soutenance.

Nos vifs remerciements s'adressent à Mme BEY Z., membre de jury, qui m'a fait l'honneur d'examiner notre travail.

Nous adressons aussi nos remerciements à tous les enseignants qui nous ont aidé de près et de loin dans notre travail.

Nous remercions l'ensemble du personnel des laboratoires pédagogiques de la Faculté de Technologie pour leur accueil, disponibilité et aide.

Nos grands remerciements s'adressent à nos familles pour leurs soutiens tout au long de notre cursus et pendant la réalisation de ce travail, sans leurs apports financiers ce travail n'aurait vu le jour.

Enfin, nous tenons à remercier sincèrement toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui ont attendu et espéré ma réussite je leur témoigne mon respect profond et beaucoup de reconnaissance pour tout ce qu'ils ont fait pour moi et à qui je ne rendrai jamais assez.

A mes très chères soeurs: Rahima et Souraya.

A mon cher frère : Yacine.

A mon cher Mari : Abdelhek et ma fille.

A mon encadreur : Mme Arkoub.

FOUZIA

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui ont attendu et espéré ma réussite je leur témoigne mon respect profond et beaucoup de reconnaissance pour tout ce qu'ils ont fait pour moi et à qui je ne rendrai jamais assez.

A ma très chère sœur : Mililia.

A mon cher frère : Loucif.

A mon cher fiancé : Massine et sa famille.

A mon encadreur : Mme Arkoub.

Katia

Liste des abréviations

DPPH : 2,2-Diphényl-1-Picrylhydrazyl

EAA : Equivalent Acide Gallique

E β C : Equivalent β -Carotène

EC : Equivalent Cyanidine

EQ : Equivalent Quercétine

Liste des figures

Figure	Titre	Page
1	Photographie de la plante (a), les fleurs (b), les feuilles(c) et le fruit (d) de <i>Ziziphus jujuba</i> .	4
2	Structure de base des composés phénoliques	10
3	Structures chimiques des polyphénols prédominant dans le jujube	11
4	Structures des squelettes de base des flavonoïdes	12
5	Structure des tanins hydrolysables (A) et des tanins condensés (B)	13
6	Structure du β -carotène	14
7	Structure de la vitamine C	15
8	Structures des tocophérols (Vitamine E)	15
9	Photographie du jujubier vert (a) et mûr (b).	18
10	Photographie des poudres du jujubier vert (a) et mûr (b).	18
11	Teneurs en composés phénoliques du jujubier (vert et mûr).	29
12	Teneurs en flavonoïdes du jujubier (vert et mûr).	30
13	Teneurs en flavonols du jujubier (vert et mûr).	31
14	Teneurs en chlorophylles (a et b) et caroténoïdes du jujubier (vert et mûr).	32
15	Teneurs en tanins totaux du jujubier (vert et mûr).	33
16	Teneurs en tanins condensés du jujubier (vert et mûr).	33

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
I	Dénomination Internationales de la plante (<i>Ziziphus jujuba</i> L.)	3
II	Teneur de la pulpe du jujubier frais en métabolites primaires	5
III	Composition nutritionnelle du jujube (<i>Ziziphus jujuba</i>).	6
IV	Principales activités biologiques des composés phénoliques du jujubier	16
V	Paramètres physico-chimiques du fruit de jujubier vert et mûr (<i>Zizyphus jujuba</i> L).	26
VI	Caractérisation phytochimique des extraits du fruit de jujubier vert et mûr.	29
VII	Activités antioxydants des extraits du jujubier (vert et mûr).	34

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction	1
<i>Synthèse bibliographique</i>	
<i>I. Généralités sur Zizyphus jujuba</i>	
I.1. Historique et origine	3
I.2. Classification botanique	3
I.3. Description botanique	4
I.4. Composition biochimique	4
I.4.1. Métabolites primaires	4
I.4.2. Métabolites secondaires	6
I.5. Production de jujube	6
I.6. Maturation des fruits	7
I.6.1. Définition	7
I.6.1.1. Fruits climactériques	7
I.6.1.2. Fruit non climactériques	7
I.6.2. Modifications du fruit de jujubier au cours de la maturation.....	8
I.7. Utilisations du jujube	8
<i>II. Antioxydants du jujubier (Zizyphus jujuba L.)</i>	
II.1. Composés phénoliques	10
II.1.1. Acides phénoliques.....	10
II.1.2. Flavonoïdes.....	11
II.1.3. Tanins.....	13
II.2. Caroténoïdes.....	13
II.3. Vitamines.....	14
II.3.1. Acides ascorbique (vitamine C).....	15
II.3.2. Tocophérols.....	15
II.4. Activités biologiques du jujubier.....	16
II.4.1. Activité antimicrobienne et antifongique	16
II.4.2. Activité gastroprotectrice.....	16
II.4.3. Activité analgésique et antispasmodique	17
II.4.4. Activité anti-inflammatoire.....	17

II.4.5. Activité antioxydante.....	17
<i>Partie expérimentale</i>	
<i>III. Matériel et méthodes</i>	
III.1. Matériel végétal	18
III.2. Détermination des paramètres physico-chimiques.....	18
III.2.1. pH.....	18
III.2.2. Teneur en eau.....	19
III.2.3. Acidité titrable.....	19
III.2.4. Degré Brix.....	20
III.2.5. Dosage des sucres.....	20
III.2.5.1. Dosage des sucres réducteurs.....	20
III.2.5.2. Dosage des sucres totaux.....	20
III.3. Screening phytochimique.....	21
III.4. Extraction et dosage des antioxydants.....	22
III.4.1. Préparation des extraits.....	22
III.4.2. Dosage des antioxydants	22
III.4.2.1. Dosage des composés phénoliques.....	22
III.4.2.2. Dosage des flavonoïdes.....	22
III.4.2.3. Dosage des flavonols.....	23
III.4.2.4. Dosage des tanins totaux.....	23
III.4.2.5. Dosage des tanins condensés (proanthocyanidines).....	23
III.4.3. Extraction et dosage des caroténoïdes, de la chlorophylle a et b.....	24
III.4.5. Evaluation des activités antioxydantes.....	24
III.4.5.1. Inhibition du radical DPPH°.....	24
III.4.5.2. Pouvoir réducteur.....	24
III.4.5.3. Activité antioxydante totale	25
III.6. Etude statistique.....	25
<i>IV. Résultats et discussion</i>	
IV.1. Paramètres physico-chimiques.....	26
IV.1.1. pH.....	26
IV.1.2. Acidité titrable.....	26
IV.1.3. Humidité.....	27
IV.1.4. Sucres totaux.....	27
IV.1.5. Sucres réducteurs	28

IV.1.6. Sucres non réducteurs.....	28
IV.1.7. Brix.....	28
IV.2. Tests préliminaires.....	28
IV.3. Antioxydants.....	29
IV.3.1. Composés phénoliques.....	29
IV.3.2. Flavonoïdes.....	30
IV.3.3. Flavonols.....	31
IV.3.4. Caroténoïdes et chlorophylles.....	31
IV.3.5. Tanins totaux	32
IV.3.6. Tanins condensés.....	33
IV.4. Activités antioxydantes.....	34
IV.4.1. Activité antiradicalaire (DPPH).....	34
IV.4.2. Activité antioxydante totale	34
IV.4.3. Pouvoir réducteur	35
Conclusion.....	36

Références bibliographique

Annexes

Introduction

L'évaluation des propriétés antioxydantes des fruits au cours de leur maturation est un sujet d'intérêt croissant dans le domaine de la recherche alimentaire et de la nutrition. Les antioxydants jouent un rôle crucial dans la protection contre les dommages oxydatifs causés par les radicaux libres, qui sont des molécules hautement réactives produites naturellement dans notre corps et présentes dans l'environnement.

Zizyphus jujuba L. est un arbre productif trouvé dans les régions et subtropicales d'Asie et d'Amérique. Il est originaire de Chine, où il est largement cultivé et bien connu par ses propriétés fonctionnelles et son utilisation ancestrale dans la médecine traditionnelle chinoise. Il existe un livre sur les herbes médicinales en Chine « Huangdi Neijing (475-221 av. J C) dans lequel le jujube est cité comme l'un des cinq fruits les plus précieux (Wang *et al.*, 2016). En Espagne, il est cultivé dans le Sud-Est péninsulaire, mais aujourd'hui, il est considéré comme une culture marginale. Le jujubier est très résistant à la salinité et à la sécheresse, et en cas de stress hydrique, la teneur en arabinose et en glucose de fruit augmente (Collado-González *et al.*, 2014). Sa culture dans les zones arides, les zones de haute altitude et dans les conditions édaphiques et climatiques compliquées contribue à ce que le fruit contient une teneur plus élevée en antioxydants que ceux cultivés dans les zones plus douces (Sun *et al.*, 2011).

Les fruits de jujube récoltés avant leur stade de maturité approprié entraînent des changements dans une durée de conservation plus courte, le temps nécessaire au fruit de jujube pour atteindre sa maturité de la nouaison à la maturation complète dépend de la variété et de son origine géographique (Pareek and Yahia, 2013). À mesure que le fruit de jujube mûrit, divers changements physiologiques et biochimiques se produisent (Wang *et al.*, 2016, Yan *et al.*, 2022); ces changements incluent la perte de chlorophylle, une augmentation des solides solubles, d'acide ascorbique, des caroténoïdes et des composés volatils aromatiques, ainsi qu'une diminution de l'acidité titrable, des acides organiques et des composés phénoliques. De plus, les attributs sensoriels et la texture des fruits changent en raison de la dégradation des parois cellulaires (Reche *et al.*, 2021, Wang *et al.*, 2016, Zhao *et al.*, 2021).

L'objectif principal de cette étude est de déterminer l'effet de la maturation sur les propriétés physico-chimiques et antioxydantes du fruit de jujubier :

- Évaluation des paramètres physico-chimiques du fruit de jujubier vert et mûr (pH, humidité, acidité, sucres et Brix);

- Dosage des antioxydants (polyphénols, flavonoïdes, flavonols, chlorophylles, caroténoïdes, tanins totaux et tanins condensés) dans le fruit vert et mûr;
- Evaluation des activités antioxydantes par trois méthodes : l'activité antiradicalaire (DPPH), l'activité antioxydante totale et le pouvoir réducteur.

Synthèse
bibliographique

I. Généralités sur le jujube (*Ziziphus jujuba* L.)

I.1. Historique et origine

Le jujubier est originaire de la chine septentrionale. Actuellement, il est répandu en Algérie, Tunisie, en Espagne, dans le sud de l'Italie et dans le midi de l'Europe (Catoire *et al.*, 1999). En France, il est surtout cultivé dans la Provence et le Languedoc (Catoire *et al.*, 1999). En 1784, C'est à proximité du désert en Tunisie que des fontaines a découvert le jujubier. Il a été initialement nommé rhamnus lotus par linné (Chevalier, 1947). Cependant, le mot *Zizyphus* dérive du grec « *zizyphos* » et n'apparaît qu'au X^{ème} siècle. Il trouve son origine dans le terme arabe *zizouf*. Il existe environ 100 espèces de jujubiers, principalement présentes dans les régions tropicales et subtropicales d'Asie et d'Amérique. Quelques espèces se trouvent également en Afrique et dans les régions tempérées (Bonnet, 2001).

Le *Zizyphus lotus* en Algérie et en Tunisie, est connu sous le nom de « **Sedra** » ou « **N'beg** » appeler aussi jujubier de la berbère ou jujubier sauvage dans la langue française (Tableau I) (Benammar *et al.*, 2010). Cette plante appartient à la famille des *Rhamnacées*, elle comprend environ 900 espèces, environ de 58 genres dans les régions tropicales et subtropicales (Baba Aissa, 1999).

Tableau I: Dénomination Internationales de la plante (*Ziziphus jujuba* L.) (Ghedira, 2013).

Langue	Dénomination Internationales
Français	Le jujubier sauvage est également connu sous les noms de jujubier de Berberie, <i>lotus</i> des anciens et jujubier des Lotophages.
Anglais	African jujube, Lote fruit, Lotostree, Lotus jujube, Wild jujube
Allemand	Wilde jujube.
Portugais	Acufeifa-menore
Espagnol	Azufeifoafriano, Azufeifoibérico, Arto, Artoblanco, Espina de cristo.
Arabe	Zizouf, Sedra, sidr, sidr barri.
Berbère	Amezmam

I.2. Classification botanique

La classification de *Z. jujuba* est complexe, la classification adoptée actuellement est celle de Quézel and Santa (1962) et Laamouri (2009):

Sous embranchement: *Angiosperme*.

Sous classe: *Dicotylédone*.

Ordre: *Rhamnale*.

Famille: *Rhamnacées*.

Genre: *Ziziphus*.

Espèce: *Ziziphus jujuba* Mill.

I.3. Description botanique

Le *Ziziphus jujuba*, membre de la famille des *rhamnacées* (Rsaissi and Bouhache, 2002), est une plante dicotylédone. Il se présente sous la forme d'un arbuste buissonnant mesurant entre 3 et 10 mètres de hauteur (Figure 1a). Son feuillage forme une cime arrondie et assez dense (Figure 1b) avec des fissures longitudinales (Depommier, 1988). Les fleurs sont de couleurs jaunes avec des sépales ouvertes en étoiles (Figure 1c), des petits pétales et un ovaire supère bisexuel et fleurissent en juin (Nour and Dilmi, 2017). Les feuilles sont courtement pétiolées, caduques alternées et ovale à marges entières (Figure 1c). Enfin, les fruits de jujubier sont des drupes à noyaux soudés avec une écorce fibreuse et de teinte rougeâtre (Figure 1d) (Rsaissi and Bouhache, 2002).



Figure 1: Photographie de la plante (a), les fleurs (b), les feuilles(c) et le fruit (d) de *Ziziphus jujuba*.

I.4. Composition biochimique

Les études phytochimiques menées sur le jujube montrent la présence des métabolites primaires et secondaires (Catoire *et al.*, 1999).

I.4.1. Métabolites primaires

La pulpe de *Zizyphus lotus* L. présente une composition nutritionnelle important (Tableau II). La richesse en sucres du jujube est semblable à celle des figes (Catoire *et al.*

1999). Sa forte teneur en sucre lui confère une grande valeur énergétique avec une teneur en sucres réducteurs importante qui sont facilement assimilables par l'organisme.

La pulpe est également riche en acides aminés tels que l'asparagine, l'arginine, l'acide glutamique, l'acide aspartique, la glycine, la sérine et la thréonine. Elle constitue une source importante de vitamine C et de vitamine A. Les fruits secs renferment plusieurs substances volatiles qui contribuent à leur saveur distinctive, avec soixante-dix-huit composés identifiés, dont l'acide caprique (19,98%), l'acide succinique et l'acide malique (15,64%) (Nikhat *et al.*, 2009) . La pectine extraite de la pulpe contient du D-Galactose, 2, 3,6 Tri-o-acétyle, ce qui lui confère des propriétés anti-diarrhéiques et la capacité de réduire le taux de cholestérol dans le plasma (Tomoda *et al.*, 1985).

Tableau II : Composition nutritionnelle du jujube (*Ziziphus jujuba* L.)
(Jawanda and Bal, 1981).

Constituants	Quantités (pour 100g du fruit)
Humidité (%)	81,6 – 83
Protéines (g)	0,8
Graisse (g)	0,07
Fibres (g)	0,60
Hydrate de carbone (g)	17,0
Sucres totaux (g)	5,4 – 10,5
Sucres réducteurs (g)	1,4 – 6,2
Sucres non réducteurs (g)	3,2 – 8
Cendres (g)	0,3 – 0,59
Calcium (mg)	25,6
Phosphore (mg)	26,8
Fer (mg)	0,76 -1,8
Caroténoïdes (mg)	0,021
Thiamine (mg)	0,02-0,024
Riboflavine (mg)	0,02-0,038
Niacine (mg)	0,7-0,873
Acide citrique (mg)	0,2-1,1
Acide ascorbique (mg)	65,8-76,0
Floride (ppm)	0,1-0,2
Pectine (%)	2,2-3,4

I.4.2. Métabolites secondaires

Le *Zizyphus jujuba* est une source de molécules biologiquement actives telles que les polyphénols (flavonoïdes, tanins), les alcaloïdes et les saponosides (Tableau III).

Tableau III: Composition chimique de différents organes de *Zizyphus jujuba* L.

Organe végétal	Composition chimique	Références
Feuilles	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes, tanins et alcaloïdes • Saponines: <ul style="list-style-type: none"> ✓ Jujuboside B ✓ Jujubogenin glucoside 	<p>Bekir and Adhan (2010)</p> <p style="text-align: center;">Maciuk <i>et al.</i>, (2004)</p>
Ecorces de racines	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes • Tanins • Alcaloïdes 	<p style="text-align: right;">Le Crouéour <i>et al.</i>, (2002)</p>
Fruits	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes, tanins et Saponines 	<p>Abdoul-Azize <i>et al.</i>, (2013)</p>

I.5. Production de jujube

La production de jujube peut commencer à partir de la quatrième année après la plantation, sous des conditions de culture attentives. Elle augmente progressivement et atteint son maximum aux alentours de la dixième ou douzième année, maintenant ce niveau pendant 25 à 30 ans, avant de diminuer rapidement. Il est recommandé de renouveler la plantation avant que les plantes ne montrent des signes de dépérissement, généralement après la trentième année. Le rendement varie considérablement selon, les variétés cultivées mais en général, le jujubier est un arbuste productif. En Inde, la variété « *Umran* » peut produire jusqu'à 375 Kg de fruits par arbre dans des conditions de plantation bien entretenues, avec un maximum de production observé à 570 Kg.

Pour récolter les jujubes il est essentiel d'attendre qu'ils soient complètement mûrs. Leur degré de maturité peut être évalué en se basant sur leur couleur et leur facilité à se détacher de leur pédoncule. En Europe méridionale, les jujubes atteignent leur maturité entre octobre et novembre, tandis qu'en Afrique du nord, cela se produit généralement entre septembre et octobre. Dans les régions d'Afrique tropicale de l'ouest, les jujubes mûrissent entre mai et juin, juste avant le début de la saison des pluies (Munier, 1973).

I.6. Maturation des fruits

I.6.1. Définition

La maturation est des changements d'état du fruit vert vers le fruit mûr, le sens de mot étant « évolution d'un organe végétal vers la maturité ». Il existe deux types de fruits : fruits non-climactériques et fruits climactériques.

I.6.1.1. Fruits climactériques

Ils sont capable de mûrir même après leur cueillette (exemple : la banane, la tomate, la mangue... etc). Leur maturation s'accompagne d'une augmentation de la respiration : c'est-à-dire la crise climactérique. Elle est associée a une synthèse autocatalique d'éthylène (l'éthylène émis le fruit, stimule sa propre production). Son pic est responsable de l'activation des voies de signalisation qui aboutissent à la synthèse d'enzymes à l'origine des modifications subies par le fruit. Cette capacité à la synthèse autocatalique de l'éthylène s'acquiert sur la plante.

Les fruits climactérique récoltés trop tôt ne mûrissent pas. Ils n'ont pas encore acquis la compétence à mûrir qui ne s'obtient qu'à partir d'un certain stade durant le développement du fruit. En outre, le traitement dans les fruits climactérique par l'éthylène, sous réserve qu'ils aient atteint un degré de développement suffisant, provoque une accélération de la croissance de fruit et des évènements caractéristiques de la maturation. Inversement, le traitement par des faibles concentration d'ions Ag^+ , l'inhibition de la synthèse de l'éthylène, ou de fortes doses de CO_2 ont pour effet de retarder la maturation, ceci est l'origine de pratiques commerciales permettant de différer la maturation jusqu'à la vente (Pr Pech Jean-Claude and Mondher, 2012) .

I.6.1.2. Fruit non climactériques

Ils ne mûrissent pas une fois détachées de la plante; la maturation de ces fruits se fait uniquement sur l'arbre (exemples : l'annas, le concombre, l'orange, la pastèque...etc). S'ils sont cueillis avant la maturation, ils évoluent indéniablement vers la sénescence (pourrissement), chez ces fruits, l'indice respiratoire évolue relativement peu et a même tendance à diminuer. La synthèse d'éthylène reste faible et on n'observe pas de synthèse autocatalitique de cette dernière. Ils ne présentent pas d'autonomie de maturation et les critères de cueillette de ces fruits sont analogues aux critères gustatifs (Pr Pech Jean-Claude and Mondher, 2012).

I.6.2. Modifications du fruit de jujubier au cours de la maturation

La couleur du fruit de jujubier au début est verte, puis vire au blanc, puis au jaune, et au rouge-brun en fin de maturation. Ces couleurs de peau représentent la scène de maturité, le stade vert étant le début, le blanc étant au le stade idéal de maturité pour sa consommation en frais, le rouge étant le stade moyen de maturité et enfin le stade rouge-brun de maturité.

Le fruit de jujube est affecté par différents facteurs au cours de la période de développement du fruit, tels que la disponibilité de carbone, de l'eau, de la température et de l'intensité lumineuse (Fonfría, 2008). Au dernier stade de croissance, commence la période de maturation des fruits, qui coïncide généralement avec le moment où la taille finale des fruits est atteinte. Des changements de couleur se produisent à la surface du jujube, ainsi que des changements d'arôme, de saveur et de texture, qui rend le fruit acceptable pour la consommation (Rhodes, 1970, Giovannoni, 2001). D'autres changements se produisent à mesure que la maturité du fruit progresse sont la diminution de la teneur en amidon et l'accumulation des sucres solubles, la diminution des acides organique (Wang *et al.*, 2016).

La maturité du fruit est un étape complexe de la plante qui influe sur la qualité et la saveur (Patel and Rao, 2009), en raison d'une réaction biochimique liées à la production de caroténoïdes, de composés phénoliques, à l'hydrolyse des pectines et aux modifications du métabolisme des sucres et des acides (Brummell, 2006, Prasanna *et al.*, 2007). Cela implique des changements dans les propriétés physico-chimiques du jujube induit par des composés bioactifs, ainsi que des effets de génotypes et de séchage (Wang *et al.*, 2012).

Les composés phénoliques peuvent varier selon le stade de maturité de fruit; au cours de la maturation ces composés subissent des processus de biosynthèse qui produisent des changements dans la composition et la teneurs en caroténoïdes et donc leurs dérivés (Prasanna *et al.*, 2007).

I.7. Utilisation de jujube

Le jujube a joué un rôle significatif dans l'alimentation, en particulier pour les habitants de l'ancienne Libye, située le long du golfe de la petite Syrte (golfe de Gabès), selon les auteurs grecs de l'Antiquité, leur alimentation de base était composée de « *Lotus* », qui était le fruit de jujubier Berbérie, connu scientifiquement sous le nom de *Zizyphus lotus* L.

Les jujubes peuvent être consommés de diverses façons: ils peuvent être consommés frais, conservés, séchés ou utilisés dans la confiserie et la pâtisserie. Leur jus est également utilisé pour préparer les boissons rafraichissantes (Adzu *et al.*, 2003, Lahlou *et al.*, 2002) . Les fruits séchés réduits en farine , son utilisés dans la préparation du pain, et des gâteaux (Saadoudi *et al.*, 2017).

Les fruits secs du jujubier sont fréquemment utilisés contre les maladies immunitaires et infectieuses. Ils présentent plusieurs activités biologiques antimicrobiennes et anti-HIV (Guo *et al.*, 2009). Elle contient des ingrédients actifs et diminue le taux du cholestérol dans le sang (Mood, 2008). En chine comme en Corée, cet arbre fruitier produit une grande quantité de fruits délicieux qui sont recommandés pour le traitement des infections inflammatoires de la gorge, des voies respiratoires, des inflammations intestinales, urinaires ainsi que pour traiter la constipation (Zhao *et al.*, 2006). (Perret, 2001) a signalé que la pulpe est riche en certains substances nutritives comme les protéines, le phosphore, le calcium, le carotène ...etc .

II. Antioxydants du jujubier (*Ziziphus jujuba* L.)

II.1. Composés phénoliques

Les polyphénols sont une famille de molécules présentes de manière très répandue dans le règne végétal, retrouvées dans les plantes, les racines et les fruits. Ce sont des composés phénoliques qui agissent comme des métabolites secondaires (Figure 2), ce qui signifie qu'ils n'exercent pas de fonctions directes au niveau des activités fondamentales de l'organisme végétal, comme la croissance ou la production (Fleuriet, 1982, Bloor, 2001).

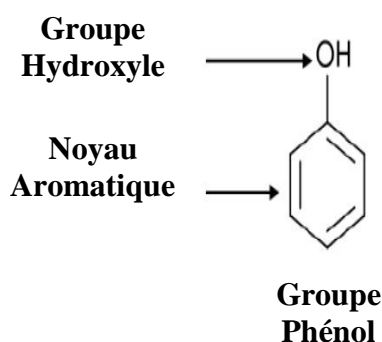


Figure 2: Structure chimique de base des composés phénoliques (Girotti-Chanu, 2006).

Les composés phénoliques peuvent être divisés en 10 classes différentes au moins selon leur structure chimique de base (Mohammedi, 2006). L'étude des polyphénols de différents fruits a mis en évidence l'existence des acides phénoliques simples et des flavonoïdes et ces dérivés (flavonols, flavanols, anthocyanines,etc).

II.1.1. Acides phénoliques

Les acides phénoliques sont présents dans les fruits et légumes considérés comme des substances phytochimiques avec des effets antioxydants (Mohammedi, 2006). Ils appartiennent à deux classes: Acides hydroxybenzoïques et acides hydroxycinnamiques (Veberic *et al.*, 2008). Ces composés sont largement rencontrés chez les plantes notamment *Zizyphus jujuba*, la partie la plus riche en acides phénoliques est l'écorce de fruit de jujube (Zhang *et al.*, 2010). Deux sous-groupes peuvent être distingués : les acides hydroxybenzoïques, dont les plus répandus sont l'acide gallique et l'acide ellagique; les acides hydroxycinnamiques, dont les plus abondants sont l'acide caféique, l'acide ellagique, l'acide ferrulique, l'acide cinnamique et l'acide chlorogénique (Figure 3).

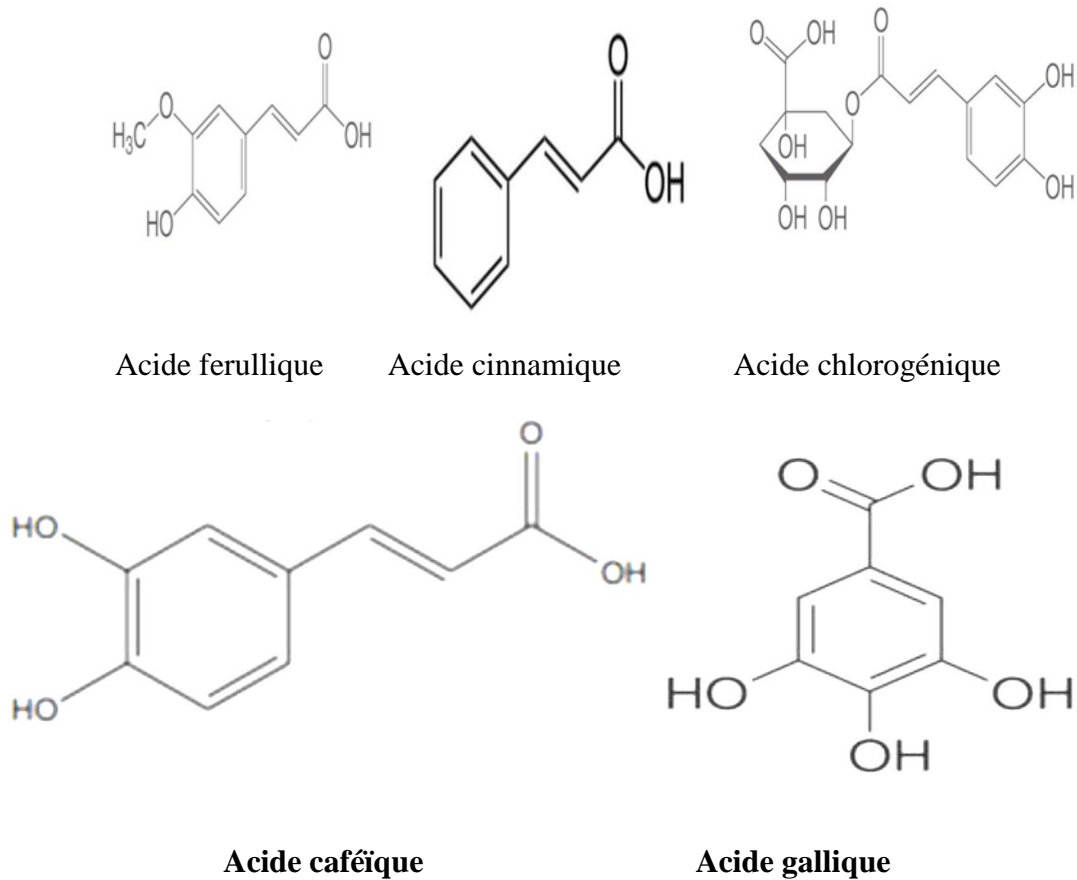


Figure 3: Structures chimiques des polyphénols prédominant dans le jujube (Crozier *et al.*, 2008, Mandal, 2010) .

II.1.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes constituent le principal groupe de polyphénols. Ces molécules possèdent toutes un squelette chimique commun (C₆-C₃-C₆). Ils sont généralement de puissants antioxydants. Selon le degré d'oxygénation et d'insaturation du segment C₃, six classes de flavonoïdes sont définies: flavonols, flavones, isoflavones, flavonones, flavanols et anthocyanes (Manach *et al.*, 2005). Les flavonoïdes sont très répandus dans le règne végétal (graines, les fleurs, fruits, feuilles) en particulier dans le fruit du jujubier (Figure 4) (Dacosta, 2003) et ils se trouvent aussi chez les psylotales, Fougères et Angiospermes, etc.

Les formes hétérosidiques des flavonoïdes hydrosolubles s'accumulent dans les vacuoles, et selon les espèces se concentrent dans l'épiderme des feuilles, ou se répartissent entre l'épiderme et le mésophyle. Dans le cas des fleurs, ils sont concentrés dans les cellules épidermiques (Bruneton, 1999).

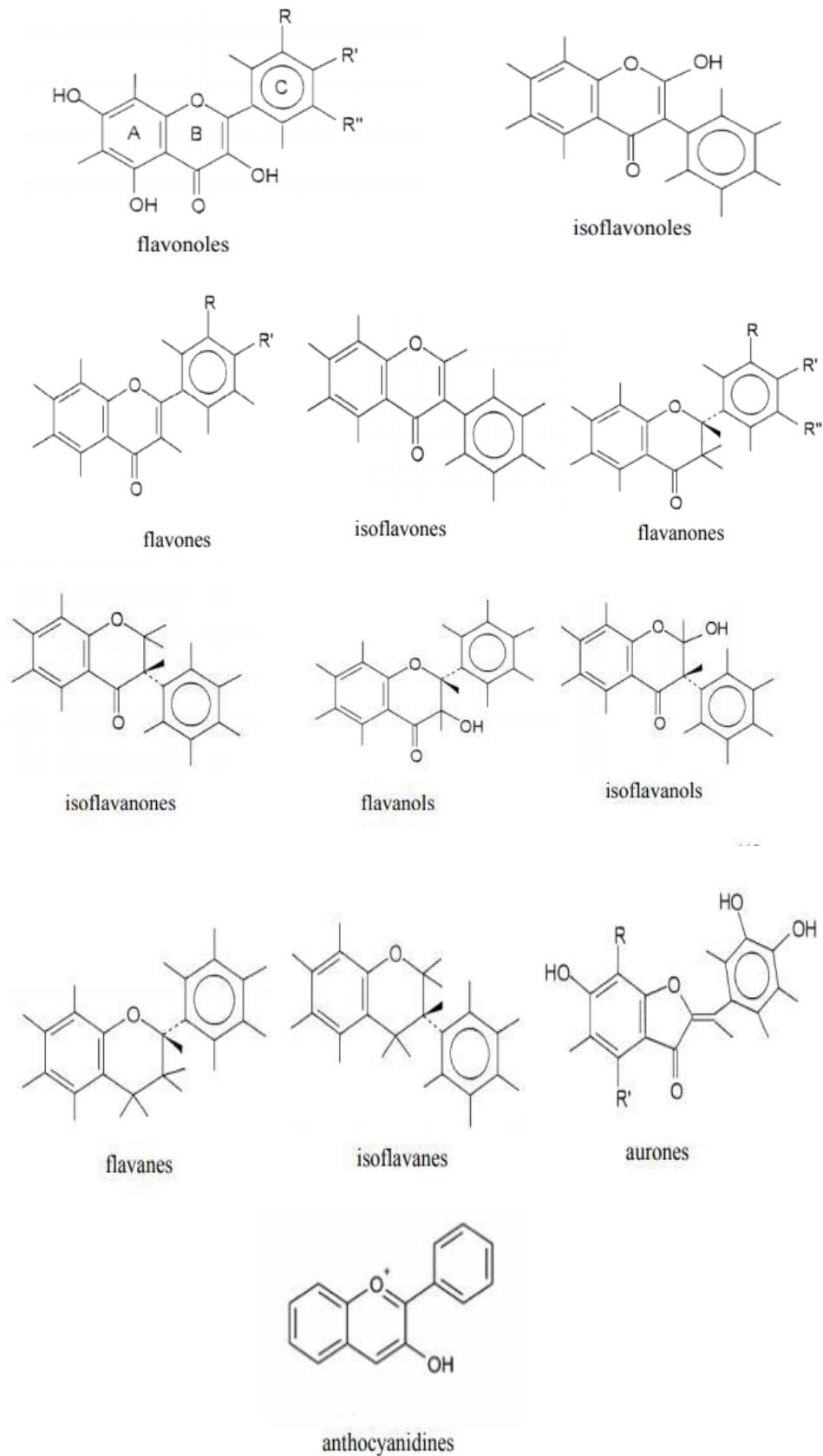


Figure 4: Structures des flavonoïdes (Havsteen, 2002).

II.1.3. Tanins

Le terme « tannin » ou « tanin » vient de la source de tanins utilisée pour le tannage des peaux d'animaux en cuir. Dans ce processus, les molécules de tanins se lient aux protéines par des liaisons résistantes aux attaques fongiques et bactériennes (Dangles *et al.*, 1992). Les tanins sont définis comme des composants polyphénoliques dont le poids moléculaire est compris entre 500 et 3000 Dalton (Selvakumar *et al.*, 2007).

➤ **Tanins hydrolysables:** ce sont des esters de glucose et d'acide gallique (Figure 4A), caractérisés par le fait qu'ils peuvent être dégradés par l'hydrolyse chimique, ils libèrent alors une partie non phénolique (souvent du glucose) et une partie phénolique qui peut être soit de l'acide gallique, soit un dimère de ce même acide: l'acide ellagique (Guignard and Potier, 2000).

➤ **Tanins condensés:** le fruit de *zizyphus jujuba* très riche en pro-anthocyanidines, composés phénoliques hétérogènes: dimères, oligomères ou polymères du flavanes, flavan-3-ols, 5-flavanols, 5-deoxy-3-flavanols et flavan-3,4-diols. Les deux groupes majeurs de pro anthocyanidines sont les procyanidines et les prodelphinidines (Figure 4B) (Kou *et al.*, 2015).

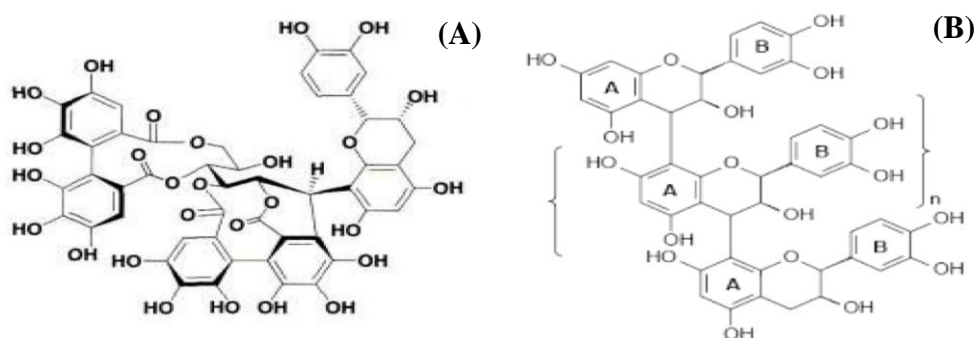


Figure 5: Structure des tanins hydrolysables (A) et des tanins condensés (B)
(Bruneton, 1999).

II.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des constituants membranaires des chloroplastes et forment un groupe de pigments liposolubles. Ils contribuent à la coloration jaune, orange ou rouge des fruits et légumes. Ils se retrouvent souvent dans les plantes alimentaires; le β -carotène est le caroténoïde le plus abondant dans les aliments et ils ont la capacité de diminuer les risques de certains types de cancers.

Les caroténoïdes réagissent avec l'oxygène singulet, les radicaux peroxy et alkoxy en fixant les radicaux libres (Krinsky, 1989). Ils sont des pigments synthétisés par les végétaux notamment *Zizyphus jujuba*. Les plus importants sont le bêta-carotène,

l'alpha-carotène, la lutéine, la zéaxanthine et le lycopène (Figure 6). Ces derniers confèrent aux fruits des couleurs orange, rouge et jaune ; le β -carotène est un précurseur de la vitamine A.

L'activité antioxydante des caroténoïdes est liée à leur longue chaîne polyénique qui leur permet de réagir avec les radicaux ROO° , HO° , O_2° , R° par simple addition électrophile et transfert d'électron (Valko *et al.*, 2006).

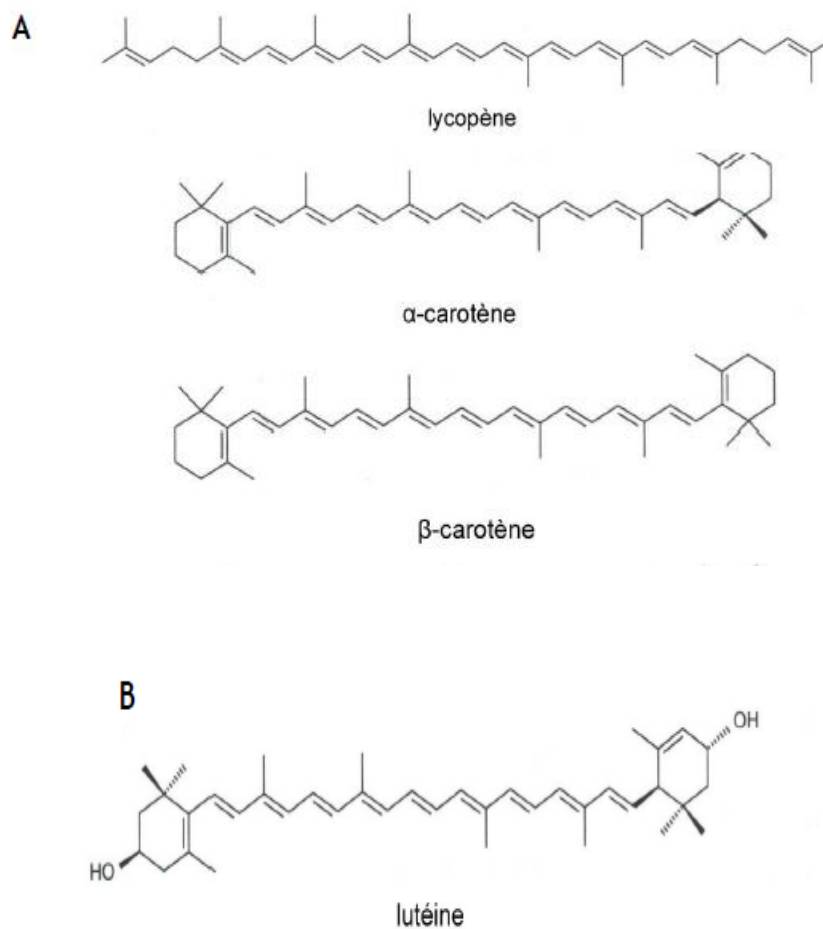


Figure 6: Structure des principaux caroténoïdes synthétisés par les végétaux et retrouvés chez les animaux. (A): Carotènes; (B): Xanthophylles (Britton and Khachik, 2009).

II.3. Vitamines

Les vitamines sont des substances non synthétiques dans l'organisme, elles doivent être apportées par les aliments. Les besoins en vitamines sont impératifs en période de croissance (Evans and Reynhout, 1992).

II.3.1. Acide ascorbique (vitamine C)

La vitamine C ou acide ascorbique empêche l'oxydation des LDL, produite par divers systèmes générateurs d'espèces réactives de l'oxygène. Les fruits du jujubier sont riches en acide ascorbique (Figure 7) (Wang *et al.*, 2013). La vitamine C permet également la régénération du radical tocophéroxyle (Vit E), formé au cours de la réaction de protection anti-radicalaire, en tocophérol. Elle réduit la glycosylation et augmente l'activité des enzymes antioxydants (Kojo, 2004).

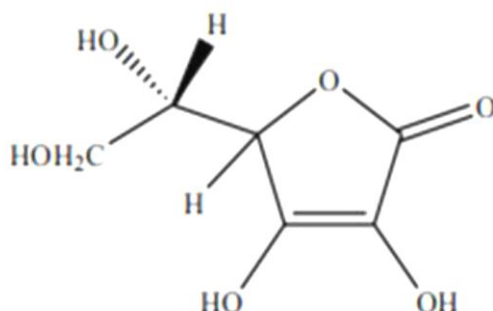


Figure 7: Structure de la vitamine C (Potters *et al.*, 2002).

II.3.2. Tocophérols

Les tocophérols ou vitamine E sont très connus pour leurs propriétés anti-oxydantes parmi les quelles on trouve l'alpha (α), le bêta (β), le gamma (γ) et le delta (δ) tocophérols (Figure 8). Ces composés possèdent des propriétés anticancéreuses et ils sont utilisés à divers fins médicales et cosmétiques pour la protection de la peau. Ils peuvent traiter également les maladies cardiovasculaires et immunitaires (Daood *et al.*, 1996). L' α -tocophérol a été détecté dans les fruits de *Z. jujuba* avec des taux de 0,04 à 0,07 mg/100 g (Laamouri, 2009).

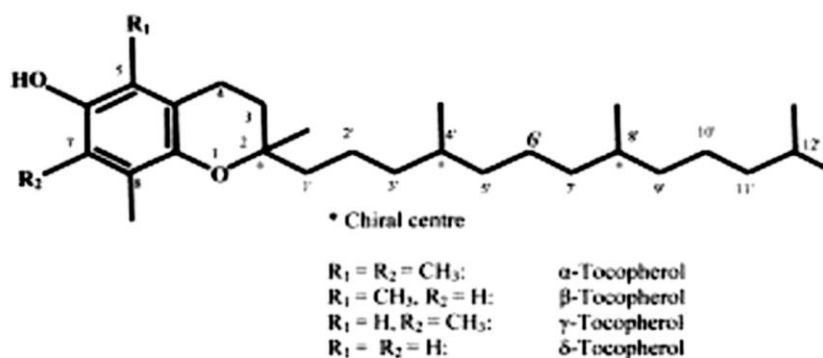


Figure 8: Structures des tocophérols (Vitamine E) (Laamouri, 2009).

II.4. Activités biologiques du jujubier

Plusieurs études ont montré que les composés phénoliques du fruit du jujubier possèdent plusieurs propriétés biologiques (Antioxydantes, antibactériennes, antifongiques, anti-inflammatoires.... etc). L'ensemble de ces propriétés sont résumées dans le (Tableau IV).

Tableau IV: Principales activités biologiques des composés phénoliques du jujubier.

Polyphénols	Activités	Références
Acides Phénoliques (cinnamiques et benzoïques)	Antibactériennes Antifongiques Antioxydantes	(Halliwell, 1994) (Cotelle, 2001) (Muanda, 2010)
Flavonoïdes	Antitumorales Anticarcinogènes Anti-inflammatoires Hypotenseurs et diurétiques Antioxydantes	(Milane, 2004) (Cotelle, 2001) (Marfak, 2003) (Balasundram <i>et al.</i> , 2006)
Tannins galliques et catéchiques	Antioxydantes Antibactériennes	(Bruneton, 1999) (Perret, 2001) (Peronny, 2005)

II.4.1 Activité antimicrobienne et antifongique

Les recherches en laboratoire ont permis de mieux comprendre les effets des extraits de *Z. lotus* L. sur la croissance de différentes espèces de bactéries et de champignons. Les études ont révélé que les extraits etheriques et méthanoliques des fruits, présentent des propriétés bactéricides très efficaces ;(Rsaissi *et al.*, 2013, Ghazghazi *et al.*, 2014) .

II.4.2. Activité gastroprotectrice

De multiples études *In vivo* menées sur des animaux ont observé les effets protecteurs des extraits aqueux de *Ziziphus* (issus des écorces des racines, des feuilles et des fruits) administrés par voie orale, dans le cadre de différentes lésions ulcérogènes chez des rats wistar (Wahida *et al.*, 2007, Bakhtaoui *et al.*, 2014) . Ces rapports indiquent que les extraits de cette plante peuvent agir comme des agents antiulcéreux en réduisant l'acidité gastrique (Abdoul-Azize *et al.*, 2013).

II.4.3. Activité analgésique et antispasmodique

Des recherches menées sur le duodénum isolé du rat ont démontré, grâce à des études *In vivo*, que l'extrait aqueux des feuilles, des écorces des racines de *Z. lotus* L. présentent des propriétés antispasmodiques. Ces effets sont observés par le biais d'une modulation de la signalisation de calcium (Ca^{2+}) via les récepteurs cholinergique (Borgi *et al.*, 2007).

II.4.4. Activité anti-inflammatoire

Les flavonoïdes et les saponines dans l'écorce des racines de *Zizyphus lotus* ont démontré une activité anti-inflammatoire significative (Borgi *et al.*, 2007) . Cette plante est également capable d'inhiber la production de monoxyde d'azote (NO), principalement grâce des extraits méthanoliques des écorces racinaires, qui pourrait être la source potentielle d'un agent anti-inflammatoire lors de réaction d'hypersensibilité retardée induites par l'oxazolone (Borgi *et al.*, 2008).

II.4.5. Activité antioxydante

Le *Zizyphus lotus* L. est plante riche en composé antioxydants tels que les acides phénoliques et les flavonoïdes, qui ont la capacité de prévenir le stress oxydant (Mothana, 2011). Les recherches réalisés par (Benammar C., 2014)) confirment la richesse de la plante en polyphénols et en flavonoides , qui présentent des propriétés antioxydants in vitro . D'autres travaux mentionnent que l'acide oléique des fruits du jujubier est responsable des propriétés antioxydantes (Ochoa *et al.*, 2002) .

Partie

expérimentale

Matériel
et
méthodes

III. Matériel et méthodes

La partie expérimentale de ce travail a été effectuée au niveau du laboratoire pédagogique de Génie Alimentaire du département de Génie des Procédés de la Faculté de Technologie à l'université de Bejaia.

III.1. Matériel végétal

Le fruit de jujubier *Zizyphus jujuba* étudié provient de la région Ait laaziz, kherrata dans la wilaya de Bejaia. Les fruits ont été récoltés à deux stades de maturité différente (vert et mûr) (Figure 9). Les deux échantillons sont coupés en petits morceaux puis congelés à une température de -18°C afin d'éviter toutes réactions de dégradation (brunissement non enzymatique) et de développement des moisissures.

Les échantillons de jujube vert et mûr congelés sont ensuite lyophilisés puis broyés à l'aide d'un broyeur électrique en vue d'obtention des poudres dont la taille des particules est de $150\ \mu\text{m}$ (Figure 10). Les poudres obtenues ont été conservées dans des bocaux en verres à une température ambiante à l'abri de la lumière et d'humidité.

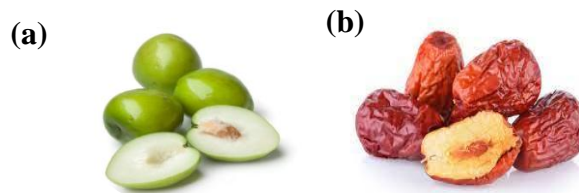


Figure 9: Photographie du jujubier vert (a) et mûr (b).

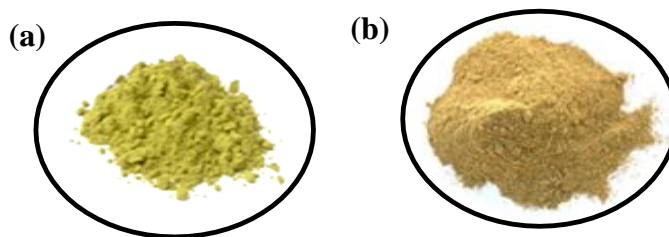


Figure 10: Photographie des poudres du jujubier vert (a) et mûr (b).

III.2. Détermination des paramètres physico-chimiques

III.2.1. pH

Le pH est déterminé à l'aide d'un pH mètre selon la méthode Afnor (1982). Un aliquote de 0,5 g de chaque échantillon est dilué dans 25 mL d'eau distillée. Le mélange est maintenu sous agitation magnétique pendant 30 min, pour permettre une meilleure homogénéisation et suivie d'une filtration. Le filtrat récupéré permet de mesurer les valeurs du pH à l'aide d'un pH mètre.

III.2.2. Teneur en eau

La teneur en eau des échantillons des fruits du jujubier (vert et mûr) est déterminée après une dessiccation de 2 g de chaque poudre dans une étuve portée à 103 ± 2 °C pendant 4 heures (Doymaz, 2004). La teneur en eau est calculée selon la formule suivante :

$$\mathbf{H(\%) = (M_1 - M_2) / p * 100}$$

D'où :

H (%) : Humidité en pourcentage ;

M₁ : Masse de la capsule + masse de la matière fraîche (g) ;

M₂ : Masse de la capsule + masse de la matière sèche (g) ;

P : Masse de la prise d'essai (g).

III.2.3. Acidité titrable

L'acidité du jujubier vert et mûr est déterminée par la méthode Afnor (1974). 2 g de poudres sont placés dans une fiole conique avec 25 mL d'eau distillée chaude, récemment bouillie, refroidie, puis bien mélanger jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène. Après avoir chauffé le contenu au bain marie pendant 30 min, refroidir puis transvaser le contenu dans une fiole conique jaugée de 250 mL et ajuster le volume avec l'eau distillée récemment bouillie suivi d'une filtration.

Afin de déterminer l'acidité, prélever 25 mL du filtrat et les verser dans un bécher ensuite ajouter deux à trois gouttes de la phénolphtaléine tout en agitant et verser à l'aide d'une burette la solution d'hydroxyde de sodium à N/9 jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante et noter le volume de la soude versée. L'acidité est déterminée par la formule suivante :

$$\mathbf{Acidité\ titrable\ (\%) = (250 \cdot V_1 \cdot 100) / (V_0 \cdot M \cdot 10)}$$

D'où :

M : Masse du produit prélevé (g);

V₀ : Volume de prise d'essai (mL) ;

V₁ : Volume de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé (0,1N) (mL).

III.2.4. Degré Brix

Le degré Brix ou le résidu sec soluble déterminé à l'aide d'un réfractomètre est la concentration en saccharose d'une solution aqueuse ayant le même indice de réfraction que le produit analysé, dans des conditions déterminées de préparation et de température. Le Brix est déterminé par la méthode de normalisation AFNOR (1970) exprimé en pourcentage de masse. Elle consiste à mélanger une quantité de poudre dans un volume d'eau distillée et bien mélanger. Après filtration, prendre une goutte de mélange et la placer sur la surface du prisme du réfractomètre. Ensuite, baisser le deuxième prisme sur le premier, puis le réfractomètre sera réglé jusqu'à l'obtention d'une zone claire et une autre obscure. La fin de séparation entre deux zones correspond à l'indice de réfraction.

III.2.5. Dosage des sucres

Le taux de sucres des différents échantillons a été déterminé selon la méthode Afnor (1982). Une masse de chaque échantillon est introduite dans un bécher de 200 mL, 5 mL d'acétate de zinc (30%) sont additionnées, le volume est ajusté à 2/3 du volume de bécher avec l'eau distillée. Le mélange ensuite est agité pendant 20 min et laissé reposer pendant 15 min, puis ajusté avec l'eau distillée jusqu'à 200 mL suivie d'une homogénéisation. La solution est filtrée et le filtrat obtenu est récupéré.

III.2.5.1. Dosage des sucres réducteurs

Prélever 5 mL de la solution Fehling I et de la solution de Fehling II puis ajuster le volume jusqu'à 100 ml avec l'eau distillée. Après un chauffage jusqu'à ébullition, titrer la solution de Fehling avec le filtrat obtenu précédemment jusqu'à ce que la couleur bleu disparaisse, puis ajouter quelques gouttes de bleu de méthylène et continuer le titrage jusqu'à l'apparition de la couleur rouge brique. Noter le volume de filtrat dépensé pour le titrage et calculer le taux de sucre réducteur selon la formule suivante :

$$\text{Sucre réducteur} = [240/V(V_1-0,05)].10/100$$

D'où :

V : Volume de la solution mère (mL) ;

V₁ : Volume de filtrat dépensé (mL).

III.2.5.2. Dosage des sucres totaux

Afin de déterminer la teneur en sucres totaux, ajouter à un volume du filtrat 5 mL d'HCl pure porter au bain marie à 70 °C pendant 5 min. En présence de la phénolphtaléine à 1%, neutraliser avec la soude à 10 N. Les taux des sucres totaux des différents échantillons sont déterminés par la formule suivante :

$$\text{Sucres totaux} = [500/V(V_2-0,05)]. 10/ 100$$

D'où :

V : Volume de la solution mère (mL) ;

V₂ : Volume du filtrat dépensé (mL).

III.3. Screening phytochimique

Des tests en tube sont réalisés sur les poudres du fruit de jujube (vert et mûr) afin de déterminer de manière préliminaire la nature des différents métabolites secondaires qu'elles contiennent. Il s'agit d'une analyse qualitative basée sur des réactions de coloration et/ou de précipitation.

➤ **Identification des irridioïdes** : Ajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique à un volume d'infusé puis chauffer le mélange sur une plaque chauffante. Une coloration bleue est obtenue en leur présence.

➤ **Identification des mucilages** : Introduire un volume d'extrait dans un bécher puis ajouter un volume d'alcool absolu et laisser agir pendant 10 min. La réaction positive se traduit par l'apparition d'un précipité floconneux.

➤ **Terpénoïdes** : Un volume d'extrait est ajouté à 2 mL de chloroforme et 3 mL d'acide sulfurique concentré. La formation de deux phases et une couleur marron à l'interphase indique la présence des terpénoïdes.

➤ **Composés réducteurs** : Introduire un volume d'extrait dans un tube à essai, ajouter 2 mL de liqueur de Fehling (1 mL réactif A et 1 mL réactif B), incuber l'ensemble pendant 8 min dans un bain marie bouillant . L'apparition d'un précipité rouge brique indique la présence des composés réducteurs.

➤ **Tanins** : Un volume d'extrait est ajouté à 200 µl de FeCl₃ (1%). La présence des tanins est indiquée par une coloration verdâtre au bleu noire.

➤ **Quinones libres** : Sur un volume de chaque extrait, on ajoute quelques gouttes de NaOH (1%). L'apparition d'une couleur jaune, rouge qui vire au violet indique la présence des quinones libres.

➤ **Glucosides** : Ajouter quelques gouttes de l'acide sulfurique sur la poudre des deux échantillons. La formation d'une coloration rouge brique ensuite violette indique leur présence.

➤ **Amidon** : Ajouter quelques gouttes de la solution d'iode (I₂) à la poudre du végétal. On observe l'apparition d'une coloration bleue violette lorsque la réaction est positive.

➤ **Anthocyane** : Ajouter quelques gouttes d'HCl à un volume d'infusé. La réaction donne une coloration rouge en présence d'anthocyanes.

III.4. Extraction et dosage des antioxydants

III.4.1. Préparation des extraits

L'extraction des composés phénoliques consiste à mélanger 2,5 g d'échantillons (jujube vert, jujube mûr) avec 250 mL du méthanol pur, suivi d'une agitation pendant 40 min ensuite la solution est filtrée, le filtrat ainsi obtenu est récupéré et conservé au réfrigérateur jusqu'au moment d'utilisation.

III.4.2. Dosage des antioxydants

III.4.2.1. Dosage des composés phénoliques

Les polyphénols ont été déterminée par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu Singleton *et al.*, (1999): ce réactifs de couleur jaune est constitué par un mélange d'acides phosphotungestique et phosphomolybdique. Lorsque les polyphénols sont oxydés, ils réduisent le réactif Folin-Ciocalteu en un complexe ayant une couleur bleu constituant d'oxyde de tungstène et de molybdène. L'intensité de la couleur est proportionnelle au taux des composés phénoliques oxydés (Boizot and Charpentier, 2006).

La teneur en composés phénolique est déterminée selon le protocole de Mojab *et al.*, (2008). 400 µl de chaque extrait sont mélangés à 2 mL du réactif Folin-Ciocalteu (dilué 1/10) et incubé à température ambiante. Après 10 min, 1 mL de solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3) (75 g/L) sont ajoutés. La solution finale est bien mélangée et gardée à l'obscurité pendant 1 heure à température ambiante.

L'absorbance est mesurée à 765 nm et la teneur en composée phénolique est exprimée en milligrammes Equivalent d'acide gallique par 100 g de matière sèche (mg EAG/100 g MS) on se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique (Annexe).

III.4.2.2. Dosage des flavonoïdes

La quantification des flavonoïdes a été effectuée par une méthode basée sur la formation d'un complexe coloré très stable, entre le chlorure d'aluminium et les atomes d'oxygène présent sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes (Lagnika, 2005). Le taux des flavonoïdes est déterminé par la méthode spectrophotométrie (Djeridane *et al.*, 2006). Un volume de 2 mL de chaque extrait est additionné à 2 mL de chlorure d'aluminium (2%). Après 15 min, l'absorbance est mesurée à 420 nm et les résultats sont exprimés en mg Equivalent Quercétine par 100 g de matière sèche (EQ/100 g MS) on se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec la Quercétine (Annexe II).

III.4.2.3. Dosage des flavonols

La teneur en flavonols est déterminée selon la méthode de Djeridane *et al.*, (2006). A 500 µL de chaque extrait (vert, mûr) sont ajoutés 500 µL d'eau distillée, 500 µL de chlorure d'aluminium (2%) et 500 µL d'acétate de sodium (50g/L). Après 30 min d'incubation, l'absorbance est mesurée à 440 nm. Les concentrations en flavonols ont été exprimées en milligramme Equivalent Quercétine par 100 g de matière sèche (EQ/ 100 g MS) et déterminés on se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec la Quercétine (Annexe II).

III.4.2.4. Dosage des tanins totaux

Nous avons adopté la méthode à la vanilline avec HCL, cette méthode dépend de la réaction de la vanilline avec le groupement flavonoïde terminal et la formation d'un complexe rouge dont l'intensité est mesurée à 500 nm (Price *et al.*, 1978).

Les teneurs en tanins totaux sont déterminées selon la méthode de (Price *et al.*, 1978). 1 ml de chaque extrait est ajouté à 2 mL de la vanilline (1 g/100 mL d'acide sulfurique 70%). L'ensemble est mélangé, les tubes sont incubés pendant 20 min dans le bain marie à une température de 50°C. La lecture est faite à l'aide d'un spectrophotomètre avec une longueur d'onde égale à 500 nm. Les concentrations des tanins totaux des différents extraits sont déterminées à l'aide d'une courbe d'étalonnage établie avec l'acide tannique (Annexe II).

III.4.2.5. Dosage des tanins condensés (proanthocyanidines)

Les teneurs en proanthocyanidines des extraits du jujubier vert et mûr sont déterminées selon la méthode décrite par Vermerris and Nicholson (2008). Un volume de 2 mL de sulfate de ferest ajouté à 200 µL d'extrait. Les tubes sont incubés à 95°C pendant 15 min. L'absorbance est mesurée à 530 nm. Les résultats obtenues sont exprimés en mg Equivalent Cyanidine 3-Glucoside par 100 g de matière sèche (mg EC3G/100 g MS), sont calculés selon la formule suivante :

$$C \text{ (mg EC3G/100 g)} = \text{Abs} \cdot \text{MM} \cdot \text{FD} \cdot 1000 / \epsilon \cdot L$$

D'où :

Abs : Absorbance à 530 nm ;

MM : Masse molaire de la Cyanidine (287, 24 g / mol) ;

FD : Facteur de dilution ;

L : Trajet optique ;

ε : Coefficient d'extinction molaire de la Cyanidine($\epsilon = 34700 \text{ l. mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$).

III.4.3. Extraction et dosage des caroténoïdes, de la chlorophylle a et b

La détermination de la teneur en chlorophylle et en caroténoïdes est réalisée par la méthode de (Hartmut *et al.*, 2001). A 1 g de poudre de chaque fruit (vert et mûr) sont ajoutés 10 mL d'acétone. Le mélange est agité pendant 30 min, puis centrifugé pendant 15 min à 3000 rpm. La lecture de l'absorbance du surnageant est effectuée à trois longueurs d'ondes : 470 nm, 645 nm et 662 nm. Les concentrations de l'extrait en chlorophylle a (Chl_a), en chlorophylle b (Chl_b) et en caroténoïdes (C_{car}), sont calculées par les formules suivantes :

$$\text{Chl}_a (\mu\text{g/mL}) = 11,24 \cdot A_{662} - 2,04 \cdot A_{645}$$

$$\text{Chl}_b (\mu\text{g/mL}) = 20,13 \cdot A_{645} - 4,19 \cdot A_{662}$$

$$\text{C}_{\text{Car}} (\mu\text{g/mL}) = (1000 \cdot A_{470} - 1,90 \cdot \text{Chl}_a - 63,14 \cdot \text{Chl}_b) / 214$$

III.4.5. Evaluation des activités antioxydantes

III.4.5.1. Inhibition du radical DPPH°

L'activité antiradicalaire des extraits est déterminée par une méthode basée sur la réduction du radical diphenyl picryl-hydrazyl (DPPH°), par don d'atomes d'hydrogènes ou d'électron (Molyneux, 2004). Le protocole utilisé dans cette méthode est celui de Milardović *et al.*, (2006). Il consiste à mélanger 2,9 mL de la solution DPPH° avec 100 µL de chaque extrait; la mesure de la réaction de réduction de la solution du DPPH° est faite à 515 nm après 30 min d'incubation. Les résultats sont exprimés par la moyenne de trois mesures. Le pourcentage de neutralisation du radical de DPPH° est calculé selon la formule suivante Prieto *et al.*, (1999) :

$$\text{Activité antiradicalaire (\%)} = [(\text{Abs}_{\text{contrôle}} - \text{Abs}_{\text{Echantillon}}) / \text{Abs}_{\text{Contrôle}}] \cdot 100$$

D'où :

Abs_{contrôle} : Absorbance de contrôle à 515 nm ;

Abs_{Echantillon} : Absorbance de l'échantillon à 515 nm.

III.4.5.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur des extraits est basé sur la réaction de réduction du (Fe³⁺) présent dans le complexe ferrocyanure de potassium en (Fe²⁺), la réaction est révélée par le virement de couleur jaune du fer ferrique (Fe³⁺) en couleur bleu vert du fer ferreux (Fe²⁺), l'intensité de cette coloration est mesurée par spectrophotomètre à 700 nm (Bougandoura and Bendimerad, 2013).

Le pouvoir réducteur des extraits du jujubier vert et mûr sont déterminés selon la méthode de Li and Lin (2010). Un millilitre d'extrait est additionné de 2,5 mL du tampon de phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 2,5 mL de ferricyanure de potassium (1%). Après incubation à 50°C pendant 20 min, 2,5 mL d'acide trichloracétique (10%) sont ajoutés au mélange avant d'être centrifugé à 3000 g pendant 10 min. 2,5 mL de surnageant sont mélangés dans un tube à essai avec 2,5 mL d'eau distillé et 0,5 mL de chlorure ferrique (0,1%). L'absorbance est mesurée à 700 nm. Le pouvoir réducteur est exprimé en absorbance à 700 nm.

III.4.5.3. Activité antioxydante totale

L'activité antioxydante totale des extraits est évaluée par la méthode de phosphomolybdène, le test est basé sur la réduction de molybdène Mo présent sous la forme d'ions molybdate MoO_4^{2-} à molybdène MoO^{2+} en présence de l'extrait ou d'un agent antioxydant. Cette réduction se traduit par la formation d'un complexe verdâtre (phosphate/ Mo) à un pH acide Prieto *et al.*, (1999).

L'estimation de l'activité antioxydante avec le réactif de phosphomolybdate a été réalisée en utilisant la méthode de (Prieto *et al.*, 1999). Elle consiste à ajouter 1 mL du réactif de phosphomolybdate (0,6 M d'acide sulfurique, 28 mM de phosphate de sodium et 4 mM de Molybdate d'ammonium) à 100 μL d'extrait. Après 90 min d'incubation dans le bain marie à 95°C, l'absorbance est mesurée à 595 nm.

III.5. Etude statistique

Les données représentent la moyenne de trois essais. La comparaison des résultats est réalisée par le test de student (STATISTICA 5.5) et le degré de signification des données est pris à la probabilité $p < 0,05$. Tous les résultats ont été exprimés en moyennes \pm écart type à l'aide de Microsoft Excel 2013.

Résultats

et

discussion

IV. Résultats et discussion

IV.1. Paramètres physico-chimiques

Les résultats des analyses physico-chimiques de la poudre du fruit de jujubier vert et mûr (*Zizyphus jujuba* L) sont présentés dans le Tableau V.

IV.1.1. pH

Le pH est un paramètre déterminant l’aptitude des aliments à la conservation, il constitue l’un des principaux obstacles, que la flore microbienne doit franchir pour assurer sa prolifération. D’après les résultats présentés dans le Tableau V, le pH augmente significativement ($p < 0,05$) dans le jujubier mûr comparativement au jujubier vert; ceci indique que les deux échantillons montrent que le fruit est de nature légèrement acide. Des résultats similaires ont été rapportés par Tilahun *et al.*, (2019); Getinet *et al.*, (2008) dans la tomate au cours de la maturation. En outre, la valeur du pH notée dans le fruit mûr est proche à celle rapportée par Gao *et al.*, (2011) qui est de l’ordre de 6,1. L’augmentation du pH dans le stade mûr peut s’expliquer par les réactions enzymatiques et la dégradation des pectines entraînent ainsi des changements mineurs du pH qui entraînent des modifications dans le processus physiologique du fruit Iqbal *et al.*, (2022).

IV.1.2. Acidité titrable

L’acidité est un paramètre de qualité qui est liée à la stabilité des composés bioactifs présents dans l’aliment. La valeur de l’acidité du fruit de jujubier vert ($0,28 \pm 0,02$ %) est significativement supérieure à celle de jujubier mûr ($0,20 \pm 0,00$ %) (Tableau V). Des résultats similaires ont été rapportés par Rubinskiene *et al.*, (2006) dans leur étude portée sur la maturation des fruits de cassis.

Tableau V: Paramètres physico-chimiques du fruit de jujubier vert et mûr (*Zizyphus jujuba* L).

Paramètre	Vert	Mûr
pH	$6,06 \pm 0,01^a$	$6,11 \pm 0,00^b$
Acidité	$0,28 \pm 0,02^b$	$0,20 \pm 0,00^a$
Humidité	$4,95 \pm 0,07^a$	$5,05 \pm 0,04^a$
Sucres totaux	$5,08 \pm 0,15^a$	$8,78 \pm 0,03^b$
Sucres réducteurs	$3,89 \pm 0,03^a$	$4,38 \pm 0,01^b$
Sucres non réducteur	$1,19 \pm 0,16^a$	$4,40 \pm 0,01^b$
Brix	$2,07 \pm 0,02^a$	$2,13 \pm 0,06^a$

Cependant, Zarei *et al.*, (2011) ont rapporté une diminution de la teneur d'acidité dans le fruit de grenadier (*Punica grantum*) au cours de maturation. Selon Robinson (2015), la diminution de l'acidité titrable au cours de maturation attribué au fait que pendant le développement, la concentration de solides solubles s'accumule, la concentration d'acides organique diminue en raison de la simple dilution et de l'utilisation des acides dans le processus de respiratoire des plantes. En outre, Le taux d'acidité enregistré dans le fruit mûr est inférieure à celle rapportée par El Cadi *et al.*, (2020), qui ont obtenu une valeur de $1,5 \pm 0,06$ %. Cette différence peut s'expliquer par des différences dans les conditions de croissances, la saison, l'origine géographique et des différences variétales.

IV.1.3. Humidité

Le test d'humidité permet de connaître la teneur en eau des poudres du fruit de jujubier vert et mûr. Les résultats obtenus montrent des différences significatives entre les teneurs en eau des deux poudres. Le taux d'humidité enregistré dans la poudre du fruit vert mûr avec des taux respectifs $4,95 \pm 0,07$ % et $5,05 \pm 0,04$ % (Tableau V). Iqbal *et al.*, (2022) ont rapporté qu'au cours de la maturation des tomates le taux d'humidité augmente ceci est dû à la réduction du poids des fruits frais, ainsi qu'à la déshydratation ce qui traduit par une teneur plus élevée en taux de solide soluble dans l'eau. En outre, Li *et al.*, (2007) et Wang *et al.*, (2013) ont noté dans le jujubier mûr des taux d'humidité respectifs de $22,52 \pm 1,43$ % et $64,4 \pm 0,6$ %. La variation du taux d'humidité des fruits peut être attribué à des différences des conditions environnementales: exposition aux différentes conditions pédoclimatiques et répartition géographique.

IV.1.4. Sucres totaux

Les teneurs en sucres totaux des échantillons analysés sont présentées dans le Tableau V. La teneur en sure totaux varie significativement entre les deux échantillons analysés, le taux de sucres totaux augmente dans le fruit de jujubier mûr ($8,78 \pm 0,03$ %) comparativement au jujubier vert ($5,08 \pm 0,15$ %). Ces résultats sont en accord à ceux rapporté par Smati *et al.*, (2017) qui ont noté une augmentation du taux de sucres dans le citron au cours de maturation. Cette augmentation peut s'expliquer par une dégradation de l'amidon contenu dans leur pulpe. En outre, la teneur en sucre totaux enregistrée dans le jujubier mûr est inférieure à celle rapporté par Gao *et al.*, (2011) qui ont enregistré un taux de $12,9 \pm 0,6$ %.

IV.1.5. Sucres réducteurs

La teneur en sucre réducteur des différents échantillons présentent différences significatives ($p < 0,05$). Le Tableau V montre que le taux de sucres réducteurs augmente au cours de maturation avec un taux de 11,18 %. Ces résultats similaires ont été obtenus dans la banane au cours de maturation par Marchal *et al.*, (1988). L'augmentation des sucres réducteurs peut s'expliquer par le ramollissement des parois cellulaire et la dégradation des sucres complexes au cours de la maturation favorisant ainsi une libération des sucres simples réducteurs. Le taux de sucres réducteurs enregistrés dans le fruit mûr est inférieur à celui rapporté par Danthu *et al.*, (2000).

III.1.6. Sucres non réducteurs

Le Tableau V indique qu'il y'a une augmentation significative du taux de sucres non réducteurs dans le fruit de jujubier mûr ($4,40 \pm 0,01$ %) comparativement au fruit de jujubier vert ($1,19 \pm 0,16$ %). Aucun résultat n'a été rapporté dans la littérature sur la teneur en sucres non réducteurs et l'effet de la maturation sur du fruit de jujubier. Les différences enregistrées dans les teneurs en sucres (totaux, réducteurs) entre l'échantillon du jujubier mûr analysé et les résultats obtenus par d'autres chercheurs peuvent s'expliquer par des différences variétales ou des différences des techniques de d'extraction et/ou de dosage utilisées.

IV.1.7. Brix

L'indice de réfraction est défini comme étant le rapport entre le déplacement du parcours d'un faisceau lumineux dans une solution et celui dans l'eau pure. Plus la solution est concentrée en sucre plus la réfraction de la lumière est important et par conséquent les valeurs de l'indice de réfraction et de Brix sont élevées (Florentin, 2004) .

Le Tableau V montre qu'il ne y'a aucune différence significative ($p < 0,05$) du taux de Brix entre les deux échantillons du jujube analysés (vert et mûr). Cependant, Al-Maiman and Ahmad (2002) et Rubinskiene *et al.*, (2006) ont enregistré une augmentation des solides solubles des dans le fruit de grenade et dans le cassis. En outre, le taux de Brix de fruit de jujubier mûr est supérieur à celui rapporté par Wang *et al.*, (2013) et Aissa (1999) avec une de valeur de $0,27 \pm 0,001$. Ces différences notées dans le taux de Brix s'explique par l'âge de la plante et leurs charges en fruits.

IV.2. Tests préliminaires

Les résultats de la caractérisation phytochimique des poudres du jujubier (vert et mûr) (Tableau VI) a révélé la présence des tanins totaux, des mucilages, des irridoïdes,

des terpénoïdes, des quinones libres, des anthocyanes et des composés réducteurs. Cependant, nous avons constaté l'absence des glucosides et d'amidon.

Tableau VI: Caractérisation phytochimique des extraits du fruit de jujubier vert et mûr.

Composés	Fruit vert	Fruit Mûr
Tanins	+	+
Mucilages	+	+
Irridoïdes	+	+
Terpénoïdes	+	+
Quinones libres	+	+
Glucosides	-	-
Anthocyanes	+	+
Amidon	-	-
Composés réducteurs	+	+

(-): Absence; (+): Présence.

IV.3. Antioxydants

IV.3.1. Composés phénoliques

La Figure 11 montre qu'il y'a une différence significative du taux de polyphénols entre les deux échantillons du jujube analysés. Le fruit mûr présente un taux plus élevé ($968,23 \pm 58,26$ mg EAG/100 g MS) comparativement au fruit vert ($545,91 \pm 53,67$ mg EAG/100 g MS).

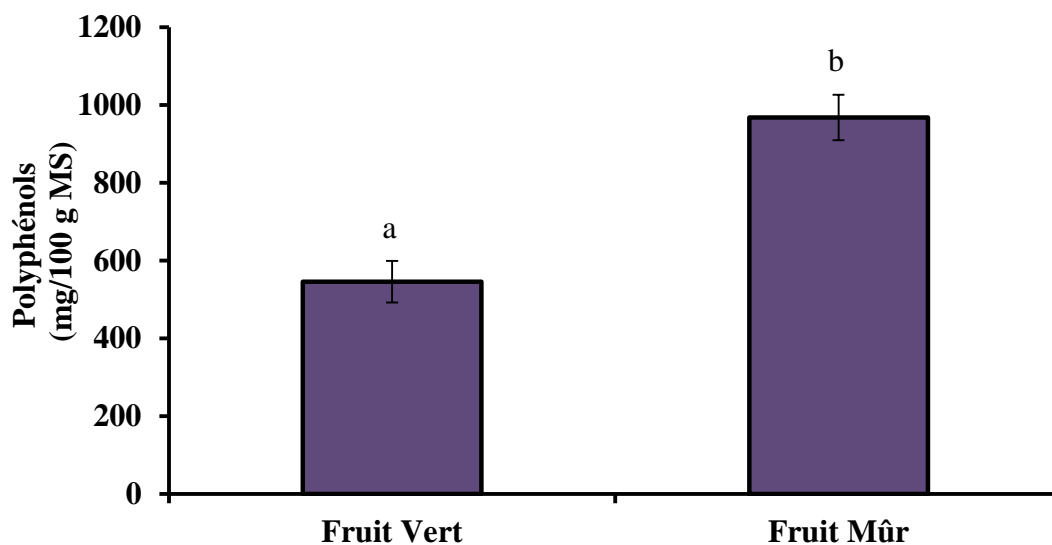


Figure 11: Teneurs en composés phénoliques du jujubier (vert et mûr).

Des résultats similaires à celle rapportée par Mbama *et al.*, (2018), ceci est dû à une forte activité de synthèse dans le fruit et l'acquisition leur potentiel élevé. Cependant, Mpika (2022) et Shin *et al.*, (2008) ont observé une diminution des composés phénoliques dans les fraises au cours de maturation.

L'étude entreprise par El Cadi *et al.*, (2020), sur le fruit de jujubier mûr a montré que la teneur en polyphénols est $480 \pm 1,05$ mg GAE/ 100g, cette dernière est inférieure à celle enregistrée dans la présente étude ceci est probablement attribué à des différences dans l'origine géographique de l'échantillon, la saison de récolte et la variété.

IV.3.2. Flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes des poudres de jujubier (vert et mûr) étudiées sont illustrées dans la Figure 12. Les taux de flavonoïdes varient significativement ($p < 0,05$) entre les deux échantillons étudiés, la teneur la plus élevée en flavonoïdes est observée dans le jujubier mûr avec une valeur de $816,911 \pm 42,563$ mg EQ/100 g MS, suivie de la poudre de jujubier vert avec un taux de $219,91 \pm 5,90$ mg EQ/100 g MS). Des résultats similaires ont été rapportés par Fulufhelo *Et Al.*, (2019) dans le cassis (*Carissa edulis*). L'augmentation des teneurs des flavonoïdes au cours de la maturation s'explique par l'enrichissement du fruit en flavonoïdes, substances bioactives à usages thérapeutiques multiples d'où l'usage en médecine traditionnelle. Cependant, Mohammedi (2020); Amaral *et al.*, (2010); Wang *et al.*, (2016) ont rapporté une diminution de la teneur des flavonoïdes au cours de la maturation dans l'arboise, les noisettes et le jujube.

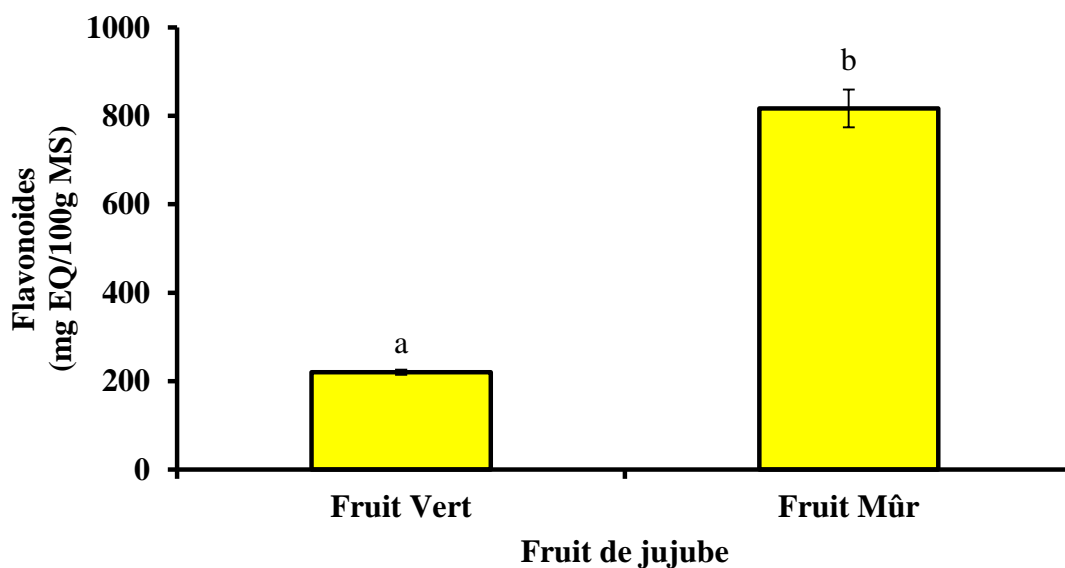


Figure 12: Teneurs en flavonoïdes du jujubier (vert et mûr).

IV.3.3. Flavonols

Les résultats obtenus montrent des différences significatives à $p < 0,05$ entre le jujubier vert et mûr (Figure 13). Le taux le plus élevé est noté dans le jujubier mûr ($106,64 \pm 2,106$ mg EQ/100g MS) comparativement au jujubier vert dont on a enregistré le taux le plus faible ($43,724 \pm 0,468$ mg EQ/100g MS). Ces résultats sont en accord aux résultats rapporté par Mahmood *et al.*, (2012) sur les fraises au cours de la maturation et qui ont noté une augmentation des teneurs en flavonols de 19,9 à 98,1 mg/100g. Cette augmentation est probablement due à la synthèse des flavonols dans les fruits au cours de la maturation. En outre, le taux de flavonols noté dans l'échantillon de jujube mûr analysé est supérieur aux résultats enregistrés par Franke *et al.*, (2004) avec des taux variant de 0,6 à 1,3 mg/100g.

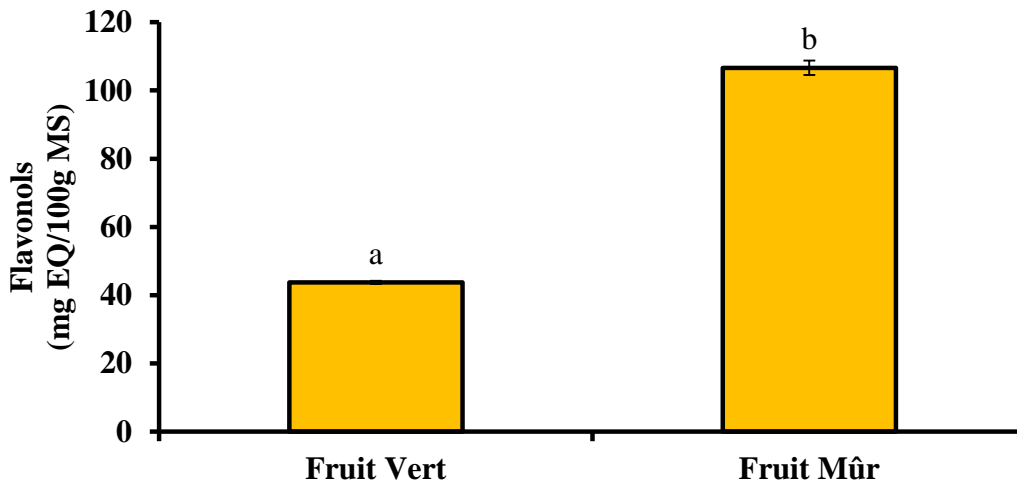


Figure 13: Teneurs en flavonols du jujubier (vert et mûr).

IV.3.4. Caroténoïdes et chlorophylles

La Figure 14 montre que les taux de caroténoïdes enregistrés dans les fruits de jujubier vert et mûr varient significativement à $p < 0,05$. Le taux de caroténoïdes dans le jujubier mûr ($0,96 \pm 0,01$ mg E β C/100g MS) a augmenté d'une manière significative comparativement au jujubier vert ($0,36 \pm 0,01$ mg E β C/100g MS). Ces résultats sont largement inférieurs à ceux rapporté par Guil-Guerrero *et al.*, (2004) qui ont enregistré dans le jujube un taux qui oscille entre 4,12 et 5,98 mg/100g. Cette différence peut s'expliquer par des différences variétales et/ou à la sensibilité des méthodes d'extraction et de dosage des caroténoïdes. L'augmentation de la teneur en caroténoïdes dans le jujubier mûr est probablement due à la dégradation de la chlorophylle et à la synthèse des caroténoïdes au cours de la maturation du fruit de jujubier.

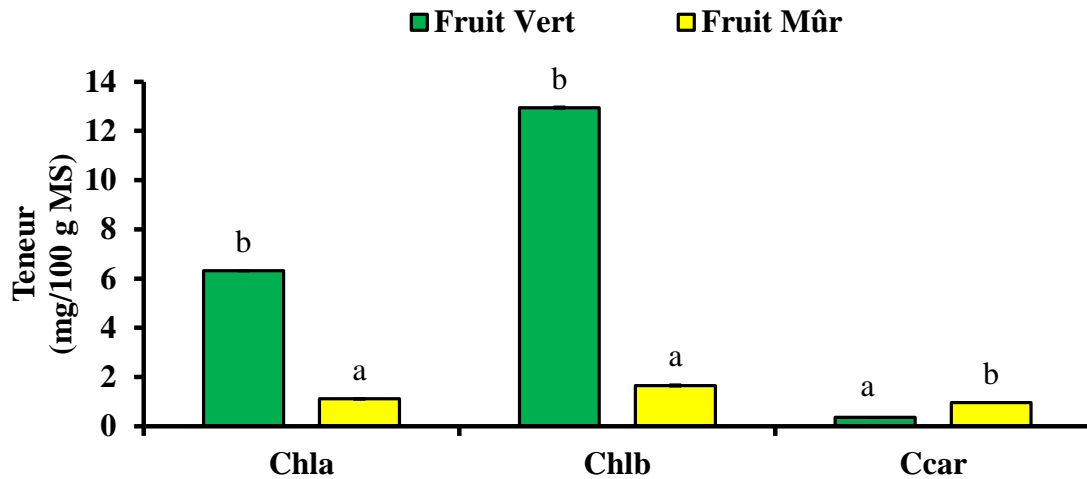


Figure 14: Teneurs en chlorophylles (a et b) et caroténoïdes du jujubier (vert et mûr).

En outre, le jujubier vert présente des teneurs en chlorophylles (a et b) supérieures par rapport au fruit du jujubier mûr (Figure 15), ceci est dû à la dégradation de la chlorophylle au cours de la maturation ce qui induit des changements de couleur dans les fruits mûr. Des résultats similaires rapportés par Trudel and Ozbun (1970) et Ait Braham (2016). Selon Ezhilarasi C (2009), le changement de couleur des fruits de jujube au cours de la maturation est attribué à la perte de la chlorophylle et de l'accumulation d'une grande quantité de caroténoïdes dans les plastes lorsque la chloroplaste présent dans les fruits vert mûr est transformé en chromoplaste.

IV.3.5. Tanins totaux

La Figure 15 montre qu'il y'a une différence significative des taux de tanins condensés enregistrés dans les deux échantillons de jujubier analysés (vert et mûr). La teneur la plus faible est enregistré dans le fruit mûr avec un taux de $64,84 \pm 2,49$ mg EC/100g comparativement au fruit de jujubier vert dont on a enregistré le taux le plus élevé avec une valeur de $190,25 \pm 11,98$ mg EC/100 g. Des résultats similaires ont été notés par Mpika (2022) qui ont constaté une diminution de la teneur en tanins totaux dans fruit safoutier (*Dacryodes edulis*) au cours de la maturation. Cette diminution est attribuée à l'activation des synthèses protéiques et lipidique pendant le mûrissement Djédjé et al., (2020). En outre, selon Mohammedi (2020) cette réduction peut se justifier par les changements des composés phénoliques entre les étapes de maturité et l'astringence du fruit due aux tanins diminue au cours de la maturation.

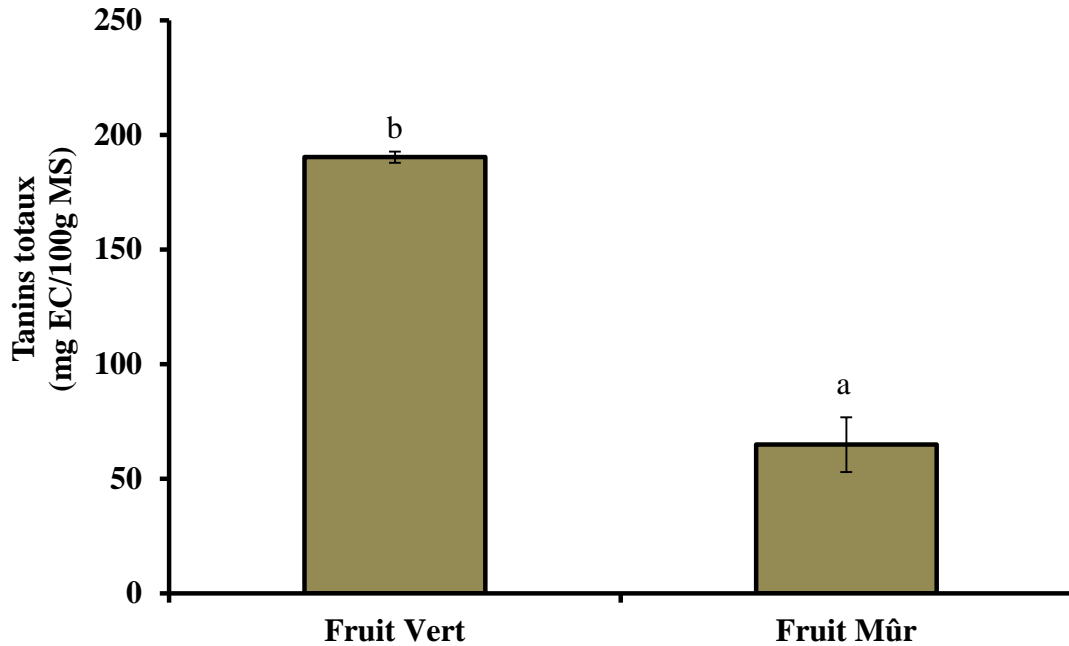


Figure 15: Teneurs en tanins totaux du jujubier (vert et mûr).

IV.3.6. Les tanins condensés

Les teneurs en tanins condensés des différents extraits du jujubier vert et mûr analysés sont indiquées dans la Figure 16. Le taux de tanins condensés enregistré dans le jujubier vert est de l'ordre de $1,03 \pm 0,03$ mg EC/100g MS qui est significativement supérieure à celle notée dans le jujubier mûr avec un taux de $0,96 \pm 0,00$ mg EC/100g MS. Ces résultats sont en accord avec les résultats rapportés par Mohammedi (2020). Cette diminution des teneurs de tanins condensés peut être due aux changements des composés phénoliques et à la diminution de l'astringence du fruit due à la diminution de la teneur en tanins condensés au cours de la maturation du fruit Mohammedi (2020); Alarcão-E-Silva *et al.*, (2001).

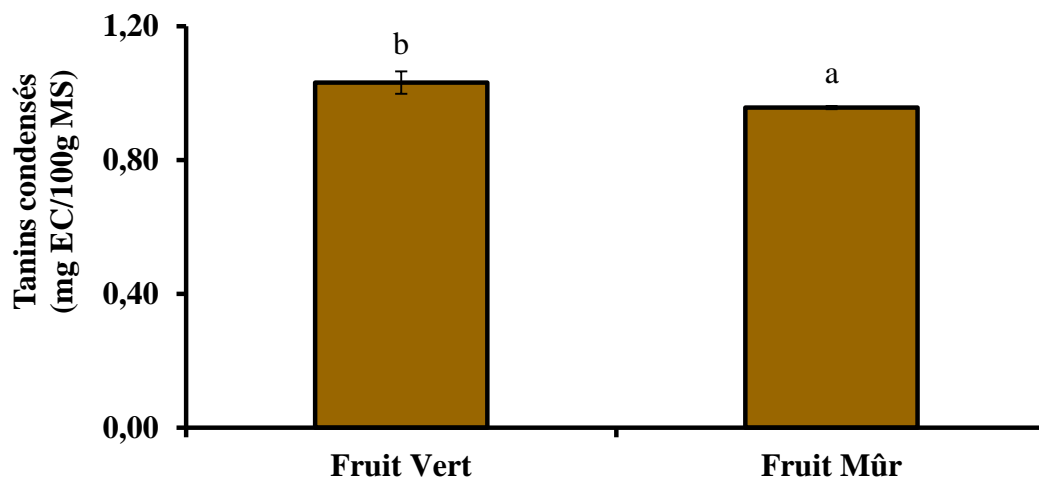


Figure 16 : Teneurs en tanins condensés du jujubier (vert et mûr).

IV.4. Activités antioxydants

L'activité antioxydante des extraits de jujubier vert et mûr a été évaluée par trois méthodes: l'activité antiradicalaire DPPH, l'activité antioxydante totale et le pouvoir réducteur.

IV.4.1. Activité antiradicalaire (DPPH)

Le DPPH° (diphényl picrylhydrazyl) est un radical libre organique, toujours utilisé comme un réactif pour évaluer l'activité anti radicalaire des antioxydants Hidayat *et al.*, (2017). Il est caractérisé par son adaptation à plusieurs échantillon dans une courte durée, aussi il est assez sensible pour détecter les ingrédients actifs à des bases concentration, à cet effet, il a été employé pour le ciblage des activités antiradicalaire des extraits végétaux Yi *et al.*, (2008).

Les résultats enregistrés dans le Tableau VII montrent des différences significatives ($p < 0,05$) entre les extraits jujubier vert et mûr. En outre, ces résultats indiquent que les extraits du fruit mûr a donné le pourcentage d'inhibition le plus élevé ($51,98 \pm 3,70$ %) comparativement au fruit vert ($34,02 \pm 0,66$ %). Ces résultats sont identiques à ceux notés par Wang *et al.*, (2016) et Zozio *et al.*, (2014). L'augmentation de l'activité antiradicalaire au cours de la maturation est due à l'augmentation des teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes et flavonols dans les fruits mûrs Bougandoura and Bendimerad, (2013); Anis and Younes (2018). Cependant, Mainland C.M (2002) ont enregistré une diminution de la l'activité antioxydante au cours de la maturation.

Tableau VII: Activités antioxydantes des extraits du jujubier (vert et mûr).

Activité	Fruit vert	Fruit mûr
Activité antiradicalaire (%)	$34,02 \pm 0,66^a$	$51,98 \pm 3,70^b$
Activité antioxydante totale (Abs à 595 nm)	$0,142 \pm 0,002^a$	$0,343 \pm 0,043^b$
Pouvoir réducteur (Abs à 700 nm)	$0,145 \pm 0,015^a$	$0,349 \pm 0,019^b$

IV.4.2. Activité antioxydante totale

Le Tableau VII montre que le fruit mûr possède l'activité antioxydante totale la plus élevée par rapport au fruit vert. Des résultats similaires ont été rapporté par Ouerghemmi *et al.*, (2017) dans le fruit de tomate au cours de maturation. Cette augmentation est due à l'augmentation de la teneur en polyphénols qui peuvent être corrélées positivement avec la capacité antioxydante totale. Cette capacité ne dépend donc pas seulement de la concentration en flavonoïdes et tanins mais aussi d'autres antioxydants

et des interactions moléculaires entre les différents composés antioxydants Sabir and Rocha (2008).

IV.4.3. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur des extraits est la capacité de ces extraits à réduire le fer ferrique en fer ferreux. Les résultats du pouvoir réducteur des extraits du jujubier vert et mûr sont regroupés dans le Tableau VII, le pouvoir réducteur du jujubier mûr ($0,349 \pm 0,019$) est significativement ($p < 0,05$) supérieur à celui noté dans le jujubier vert ($0,145 \pm 0,015$). Ces résultats sont en accord aux résultats rapportés par Houda *et al.*, (2014) de le fruit de morelle jaune (*Solanum elaeagnifolium*). L'augmentation du pouvoir réducteur dans les extraits du fruit mûr s'explique par l'augmentation des teneurs en molécules réductrices dans le fruit mûr. Cependant, Bounatirou *et al.*, (2007) ont signalé que la diminution du pouvoir réducteur des extraits du fruit d'olive au cours de la maturation.

Conclusion

CONCLUSION

L'objectif principal de cette étude est d'évaluer les propriétés physico-chimiques (pH, humidité, acidité, Brix, sucres totaux et réducteur) ainsi que d'identifier certains métabolites secondaires potentiellement présent dans les extraits de la poudre du jujubier à deux stades de maturités du fruit du jujubier (*Zizyphus jujuba* L.) vert et mûr par des tests phytochimique. En outre, une évaluation des teneurs en antioxydants (polyphénols, flavonoïdes, flavonols, caroténoïdes, chlorophyll, tanins totaux et condensé) et des propriétés antioxydantes *In vitro* utilisant trois méthodes: l'activité antiradicalaire (DPPH), l'activité antioxydante totale et le pouvoir réducteur.

Les résultats obtenus ont montré que le fruit du jujubier mûr présente la valeur du pH ($6,11 \pm 0,00$), sucres totaux ($8,78 \pm 0,03$ %) et sucre réducteurs ($4,38 \pm 0,01$ %) les plus élevées comparativement au fruit vert. En outre, dans le fruit du jujubier vert on a enregistré le taux d'acidité le plus élevé avec un pourcentage de $0,28 \pm 0,02$ %. Cependant, aucune différence significative n'a été notée dans les taux d'humidité et le degré Brix.

De plus, les résultats obtenus montrent que le fruit mûr possède les teneurs les plus importantes en composés phénoliques, flavonoïdes, flavonols et caroténoïdes avec des taux respectifs de $968,23 \pm 58,26$ mg EAG/100 g MS, $816,911 \pm 42,56$ mg EQ/100 g MS, $106,64 \pm 2,10$ mg EQ/100g MS et $0,96 \pm 0,01$ mg E β C/100g MS. Cependant, dans le fruit vert on a enregistré des teneurs les plus importantes en chlorophylle, tanins totaux et tanins.

L'activité antioxydante des extraits du jujubier vert et mûr a été estimée par différentes méthodes et les résultats obtenus ont montré que l'activité antiradicalaire l'activité antioxydante totale et le pouvoir réducteurs des extraits du jujubier mûr sont les importantes comparativement aux activités des extraits du jujubier vert ceci est probablement dû à la richesse des extraits du jujubier mûr en antioxydants très puissant tels que les polyphénols, flavonoïdes, flavonol et caroténoïdes.

Afin de compléter ce travail, d'autres études plus poussées sont souhaitables pour plus d'efficacité, de nombreuses perspectives peuvent être envisagées :

- D'étudier l'effet de la maturation sur d'autres variétés existantes en Algérie afin d'appuyer nos résultats;
- D'identifier les composés antioxydants dans le jujubier vert et mûr par des techniques plus avancées comme l'HPLC et l'UPLC.

Références

bibliographiques

- ABDOUL-AZIZE, S., BENDAHMANE, M., HICHAMI, A., DRAMANE, G., SIMONIN, A.-M., BENAMMAR, C., SADOU, H., AKPONA, S., EL BOUSTANI, E.-S. and KHAN, N.A. 2013. Effects of Zizyphus lotus L.(Desf.) polyphenols on Jurkat cell signaling and proliferation. *International immunopharmacology* **15**, 364-371.
- ADZU, B., AMOS, S., AMIZAN, M. and GAMANIEL, K. 2003. Evaluation of the antidiarrhoeal effects of Zizyphus spina-christi stem bark in rats. *Acta tropica* **87**, 245-250.
- AFNOR 1974. Recueil des Normes Françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits.ED.AFNOR. 1-322.
- AFNOR. 1982. Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. *AFNOR* **325**.
- AISSA, F.B. 1999. Encyclopédie des plantes utiles. *Flore d'Algérie et du Maghreb. Librairie Moderne, Alger.*
- AIT BRAHAM, S., BELHAMEL C. 2016. Propriétés antioxydantes d'extraits d'une plante médicinale: Urtica dioica L. Mèmoire de Master, Spécialité:Bioprocédés et technologies alimentaires Université Abderrahmane Mira-Bejaia., 60.
- AL-MAIMAN, S.A. and AHMAD, D. 2002. Changes in physical and chemical properties during pomegranate (Punica granatum L.) fruit maturation. *Food Chemistry* **76**, 437-441.
- ALARCÃO-E-SILVA, M., LEITÃO, A., AZINHEIRA, H. and LEITÃO, M. 2001. The Arbutus Berry: Studies on its color and chemical characteristics at two mature stages. *Journal of food composition and analysis* **14**, 27-35.
- AMARAL, J.S., VALENTÃO, P., ANDRADE, P.B., MARTINS, R.C. and SEABRA, R.M. 2010. Phenolic composition of hazelnut leaves: Influence of cultivar, geographical origin and ripening stage. *Scientia Horticulturae* **126**, 306-313.
- ANIS, B. and YOUNES, B. 2018. tude de l'activité antioxydante des extraits de la plante médicinale Atriplex halimus ssp. schweinfurthii. In.
- BABA AISSA, F. 1999. Encyclopédie des plantes utiles. *Flore d'Algérie et du Maghreb. Substances végétales d'Afrique, d'Orient et d'Occident", Librairie Moderne Rouiba, EDAS, Alger.*
- BAKHTAOUI, F.-Z., LAKMICHI, H., MEGRAUD, F., CHAIT, A. and GADHI, C.-E.A. 2014. Gastro-protective, anti-Helicobacter pylori and, antioxidant properties of Moroccan Zizyphus lotus L. *Journal of Applied Pharmaceutical Science* **4**, 081-087.
- BALASUNDRAM, N., SUNDRAM, K. and SAMMAN, S. 2006. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry* **99**, 191-203.

- BEKIR, S. and ADHAN, N. 2010. Phenolic, alpha-tocopherol, beta-carotene and fatty acid composition of four promising jujube (*Zizipus vulgaris* L.) selections. *J Food Compos Analys* **23**, 706-710.
- BENAMMAR, C., HICHAMI, A., YESSOUFOU, A., SIMONIN, A.-M., BELARBI, M., ALLALI, H. and KHAN, N.A. 2010. *Zizyphus lotus* L.(Desf.) modulates antioxidant activity and human T-cell proliferation. *BMC complementary and alternative medicine* **10**, 1-9.
- BENAMMAR C., B.C., BELARBI M.,SUBRAMANIAM S., HICHAMI A. &KHAN N. A., 2014. Antidiabetic and antioxidant activities of *Zizyphus lotus* L aqueous extracts in Wistar rats.S8-004. *Journal of Nutrition & Food Sciences*.
- BLOOR, S.J. 2001. Overview of methods for analysis and identification of flavonoids. *Methods in enzymology* **335**, 3-14.
- BOIZOT, N. and CHARPENTIER, J.-P.J.-P. 2006. Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA*, 79-82.
- BONNET, J. 2001. Larousse des arbres-Dictionnaire des arbres et des arbustes P. 512. In, Larousse.
- BORGI, W., GHEDIRA, K. and CHOUCANE, N. 2007. Antiinflammatory and analgesic activities of *Zizyphus lotus* root barks. *Fitoterapia* **78**, 16-19.
- BORGI, W., RECIO, M.-C., RÍOS, J. and CHOUCANE, N. 2008. Anti-inflammatory and analgesic activities of flavonoid and saponin fractions from *Zizyphus lotus* (L.) Lam. *South African Journal of Botany* **74**, 320-324.
- BOUGANDOURA, N. and BENDIMERAD, N. 2013. Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* ssp. *Nepeta* (L.) Briq. *Nature & Technology*, 14.
- BOUNATIROU, S., SMITI, S., MIGUEL, M.G., FALEIRO, L., REJEB, M., NEFFATI, M., COSTA, M., FIGUEIREDO, A., BARROSO, J. and PEDRO, L. 2007. Chemical composition, antioxidant and antibacterial activities of the essential oils isolated from Tunisian *Thymus capitatus* Hoff. et Link. *Food Chemistry* **105**, 146-155.
- BRITTON, G. and KHACHIK, F. 2009. Carotenoids in food. *Carotenoids: Volume 5: Nutrition and Health*, 45-66.
- BRUMMELL, D.A. 2006. Cell wall disassembly in ripening fruit. *Functional Plant Biology* **33**, 103-119.
- BRUNETON, J. 1999. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 3ème éd. *Lavoisier, Paris* **1120**.

- CATOIRE, C., ZWANG, H. and BOUET, C. 1999. Les jujubiers ou le Ziziphus. *Fruits oubliés, article du*.
- CHEVALIER, A. 1947. Les Jujubiers ou Ziziphus de l'Ancien monde et l'utilisation de leurs fruits. *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée* **27**, 470-483.
- COLLADO-GONZÁLEZ, J., CRUZ, Z.N., MEDINA, S., MELLISHO, C., RODRÍGUEZ, P., GALINDO, A., EGEA, I., ROMOJARO, F., FERRERES, F. and TORRECILLAS, A. 2014. Effects of water deficit during maturation on amino acids and jujube fruit eating quality. *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering* **33**, 105-119.
- COTELLE, N. 2001. Role of flavonoids in oxidative stress. *Current topics in medicinal chemistry* **1**, 569-590.
- CROZIER, A., CLIFFORD, M.N. and ASHIHARA, H. 2008. *Plant secondary metabolites: occurrence, structure and role in the human diet*. John Wiley & Sons.
- DACOSTA, E. 2003. Les phytonutriments bioactifs. Yves Dacosta (éd). *Paris, p317*.
- DANGLES, O., STOECKEL, C., WIGAND, M. and BROUILLARD, R. 1992. Two very distinct types of anthocyanin complexation: Copigmentation and inclusion. *Tetrahedron letters* **33**, 5227-5230.
- DANTHU, P., SOLOVIEV, P. and TOURE, M. 2000. La domestication du jujubier (*Ziziphus mauritiana* Lam.) au Sénégal: quelques résultats concernant sa propagation végétative.
- DAOOD, H.G., VINKLER, M., MARKUS, F., HEBISHI, E. and BIACS, P. 1996. Antioxidant vitamin content of spice red pepper (paprika) as affected by technological and varietal factors. *Food Chemistry* **55**, 365-372.
- DE NORMALISATION-AFNOR, A.F. 1970. Directives générales pour le dosage de l'azote avec minéralisation selon la méthode Kjeldahl (produits agricoles alimentaires). *Standard NF 3*, 050.
- DEPOMMIER, D. 1988. *Ziziphus mauritiana* Lam. Culture et utilisation en pays Kapsiki (Nord Cameroun). *BOIS & FORETS DES TROPIQUES* **218**, 57-62.
- DJÉDJÉ, B.P.G., EKISSI, E.S.G., KADJI, B.R.L., KONÉ, F.M.T. and DABONNÉ, S. 2020. Assessment effects of post-harvest softening on the quality of safou (*Dacryodes edulis*) produced in Agboville (South-East, Côte d' Ivoire). *GSC Biological and Pharmaceutical Sciences* **11**, 080-090.
- DJERIDANE, A., YOUSFI, M., NADJEMI, B., BOUTASSOUNA, D., STOCKER, P. and VIDAL, N. 2006. Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food Chemistry* **97**, 654-660.

- DOYMAZ, I. 2004. Convective air drying characteristics of thin layer carrots. *Journal of food engineering* **61**, 359-364.
- EL CADI, H., EL CADI, A., KOUNNOUN, A., EL MAJDOUB, Y.O., LOVILLO, M.P., BRIGUI, J., DUGO, P., MONDELLO, L. and CACCIOLA, F. 2020. Wild strawberry (*Arbutus unedo*): Phytochemical screening and antioxidant properties of fruits collected in northern Morocco. *Arabian Journal of Chemistry* **13**, 6299-6311.
- EVANS, R. and REYNHOUT, G. 1992. Alternates to synthetic antioxidants. In *Developments in Food Science*, Vol 29 pp. 27-42, Elsevier.
- EZHILARASI C, T.A. 2009. Influence of paddy husk on the ripening fruit of *Ziziphus mauritiana* L. *ARPN Journal of Agricultural and Biological Science.*, 29-42.
- FLEURIET, A. 1982. Expression et régulation du métabolisme des dérivés hydroxycinnamiques au cours de la croissance, de la maturation et de la réaction aux blessures du fruit de la tomate "cerise" (*Lycopersicon esculentum*, var. *cerasiforme*). *Thèse Doct. Etat, Montpellier, France*.
- FLORENTIN, E. 2004. Le réfractomètre. *Bulletin de l'Union des physiciens*, 1761-1770.
- FONFRÍA, M.A. 2008. Crecimiento y maduración del fruto. In *Fundamentos de fisiología vegetal* pp. 519-535, McGraw-Hill Interamericana de España.
- FRANKE, A.A., CUSTER, L.J., ARAKAKI, C. and MURPHY, S.P. 2004. Vitamin C and flavonoid levels of fruits and vegetables consumed in Hawaii. *Journal of food composition and analysis* **17**, 1-35.
- FULUFHELO ET AL. 2019. Polyphenolic and Physicochemical Properties of Simple-Spined Num-Num (*Carissa edulis*) Fruit Harvested at Ripe Stage of Maturation.
- GAO, Q.-H., WU, P.-T., LIU, J.-R., WU, C.-S., PARRY, J.W. and WANG, M. 2011. Physico-chemical properties and antioxidant capacity of different jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) cultivars grown in loess plateau of China. *Scientia Horticulturae* **130**, 67-72.
- GETINET, H., SEYOUM, T. and WOLDETSADIK, K. 2008. The effect of cultivar, maturity stage and storage environment on quality of tomatoes. *Journal of food engineering* **87**, 467-478.
- GHAZGHAZI, H., AOUADHI, C., RIAHI, L., MAAROUFI, A. and HASNAOUI, B. 2014. Fatty acids composition of Tunisian *Ziziphus lotus* L.(Desf.) fruits and variation in biological activities between leaf and fruit extracts. *Natural product research* **28**, 1106-1110.
- GHEDIRA, K. 2013. *Zizyphus lotus* (L.) Desf.(Rhamnaceae): jujubier sauvage. *Phytothérapie* **11**, 149-153.

- GIOVANNONI, J. 2001. Molecular biology of fruit maturation and ripening. *Annual review of plant biology* **52**, 725-749.
- GIROTTI-CHANU, C. 2006. Etude de la lipolyse et de la synthèse de composés du derme sous l'effet de la cirsimarine, flavone extraite de *Microtea debilis*. In, Lyon, INSA.
- GUIGNARD, J. and POTIER, P. 2000. Biochimie végétale, 2ème ED, ed. In, T.
- GUIL-GUERRERO, J., DELGADO, A.D., GONZALEZ, M.M. and ISASA, M.T. 2004. Fatty acids and carotenes in some ber (*Ziziphus jujuba* Mill) varieties. *Plant Foods for Human Nutrition* **59**, 23-27.
- GUO, S., TANG, Y.P., DUAN, J.A., SU, S.L. and DING, A.W. 2009. Two new terpenoids from fruits of *Ziziphus jujuba*. *Chinese Chemical Letters* **20**, 197-200.
- HALLIWELL, B. 1994. Free radicals and antioxidants: a personal view. *Nutrition reviews* **52**, 253-265.
- HAVSTEEN, B.H. 2002. The biochemistry and medical significance of the flavonoids. *Pharmacology & therapeutics* **96**, 67-202.
- HIDAYAT, M.A., FITRI, A. and KUSWANDI, B. 2017. Scanometry as microplate reader for high throughput method based on DPPH dry reagent for antioxidant assay. *Acta pharmaceutica sinica B* **7**, 395-400.
- HOUDA, M., DERBRÉ, S., JEDY, A., TLILI, N., LEGAULT, J., RICHOMME, P., LIMAM, F. and SAIDANI-TOUNSI, M. 2014. Combined anti-ages and antioxidant activities of different solvent extracts of *Solanum elaeagnifolium* Cav (Solanaceae) fruits during ripening and related to their phytochemical compositions. *EXCLI journal* **13**, 1029.
- IQBAL, H.M., AKBAR, Q.U.A., ARIF, S., YOUSAF, S., KHURSHID, S., JABBAR, S., HAMID, N. and SITARA, U. 2022. Maturity dependent changes in post-harvest physiological, antioxidant and anti-microbial attributes of tomato. *Pakistan Journal of Agricultural Research* **35**, 144.
- JAWANDA, J. and BAL, J-S., Mann S-S., 1981. Ber cultivation in Punjab. *Punjab horticultural journal*.
- KOJO, S. 2004. Vitamin C: basic metabolism and its function as an index of oxidative stress. *Current medicinal chemistry* **11**, 1041-1064.
- KOU, X., CHEN, Q., LI, X., LI, M., KAN, C., CHEN, B., ZHANG, Y. and XUE, Z. 2015. Quantitative assessment of bioactive compounds and the antioxidant activity of 15 jujube cultivars. *Food Chemistry* **173**, 1037-1044.
- KRINSKY, N.I. 1989. Antioxidant functions of carotenoids. *Free Radical Biology and Medicine* **7**, 617-635.

- LAAMOURI, A. 2009. Contribution à l'étude des jujubiers en Tunisie: Identification, caractérisation, adaptation au déficit hydrique et multiplication. In, Ph. D., National Agronomic Institute. Tunisia, Tunisia.
- LAGNIKA, L. 2005. Etude phytochimique et activité biologique de substances naturelles isolées de plantes béninoises. *France/Bénin: Université Louis Pasteur Starsbourg/Université d'Abomey Calavi*, 280.
- LAHLOU, M., EL MAHI, M. and HAMAMOUCHE, J. 2002. Evaluation of antifungal and molluscicidal activities of Moroccan *Zizyphus lotus* (L.) Desf. In *Annales pharmaceutiques francaises*, Vol 60 pp. 410-414.
- LE CROUÉOUR, G., THÉPENIER, P., RICHARD, B., PETERMANN, C., GHÉDIRA, K. and ZÈCHES-HANROT, M. 2002. Lotusine G: a new cyclopeptide alkaloid from *Zizyphus lotus*. *Fitoterapia* **73**, 63-68.
- LI, C.-C. and LIN, E.-S. 2010. Antiradical capacity and reducing power of different extraction method of Areca catechu seed. *African Journal of Biotechnology* **9**, 7831-7836.
- LI, J.-W., FAN, L.-P., DING, S.-D. and DING, X.-L. 2007. Nutritional composition of five cultivars of Chinese jujube. *Food Chemistry* **103**, 454-460.
- MACIUK, A., LAVAUD, C., THÉPENIER, P., JACQUIER, M.-J., GHÉDIRA, K. and ZÈCHES-HANROT, M. 2004. Four new dammarane saponins from *Zizyphus lotus*. *Journal of natural products* **67**, 1639-1643.
- MAHMOOD, T., ANWAR, F., ABBAS, M. and SAARI, N. 2012. Effect of maturity on phenolics (phenolic acids and flavonoids) profile of strawberry cultivars and mulberry species from Pakistan. *International journal of molecular sciences* **13**, 4591-4607.
- MAINLAND C.M., T.J.W., HEPP R.F., 2002. Blueberry health information – some new mostly review. *Acta Hort.* 574,. 39–43.
- MANACH, C., WILLIAMSON, G., MORAND, C., SCALBERT, A. and RÉMÉSY, C. 2005. Bioavailability and bioefficacy of polyphenols in humans. I. Review of 97 bioavailability studies. *The American journal of clinical nutrition* **81**, 230S-242S.
- MANDAL, S. 2010. Induction of phenolics, lignin and key defense enzymes in eggplant (*Solanum melongena* L.) roots in response to elicitors. *African Journal of Biotechnology* **9**, 8038-8047.
- MARCHAL, J., NOLIN, J. and LETOREY, J. 1988. Influence sur la maturation de l'enrobage de bananes avec du Semper-fresh. *Fruits* **43**, 447-453.
- MARFAK, A. 2003. Radiolyse gamma des flavonoïdes, Etude de leur réactivité avec les radicaux issus des alcools: formation de depsides. *Mémoire, Université de Limoges, Limoges*.

- MBAMA, O., MPIKA, J. and ANDZOUANA, M. 2018. Variation des teneurs en composés phénoliques au cours de la maturation des fruits de *Grewia coriacea*. *International Journal of Innovation and Applied Studies* **24**, 1849-1858.
- MILANE, H. 2004. La quercétine et ses dérivés: molécules à caractère pro-oxydant ou capteurs de radicaux libres; études et applications thérapeutiques. In, Strasbourg 1.
- MILARDOVIĆ, S., IVEKOVIĆ, D. and GRABARIĆ, B.S. 2006. A novel amperometric method for antioxidant activity determination using DPPH free radical. *Bioelectrochemistry* **68**, 175-180.
- MOHAMMEDI, Z. 2006. Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. *Mémoire de Magister. Université Abou Bakr Belkaid Tlemcen*. 105p.
- MOHAMMEDI, Z. 2020. Étude de l'évolution de la capacité anti-radicalaire du fruit de l'*Arbutus unedo* L. à différents stades de maturation. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*.
- MOJAB, F., HAMED, A., NICKAVAR, B. and JAVIDNIA, K. 2008. Hydrodistilled volatile constituents of the leaves of *Daucus carota* L. subsp. *sativus* (Hoffman.) Arcang.(Apiaceae) from Iran. *Journal of Essential Oil Bearing Plants* **11**, 271-277.
- MOLYNEUX, P. 2004. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. sci. technol* **26**, 211-219.
- MOOD, S.G. 2008. A contribution to some ethnobotanical aspects of Birjand flora (Iran). *Pak. J. Bot* **40**, 1783-1791.
- MOTHANA, R.A. 2011. Anti-inflammatory, antinociceptive and antioxidant activities of the endemic Soqotraen *Boswellia elongata* Balf. f. and *Jatropha unicostata* Balf. f. in different experimental models. *Food and chemical toxicology* **49**, 2594-2599.
- MPIKA, J. 2022. Activité antioxydante des composés phénoliques accumulés au cours de la maturation du fruit de *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam).
- MUANDA, F.N. 2010. Identification de polyphénols, évaluation de leur activité antioxydante et étude de leurs propriétés biologiques. *Université Paul Verlaine-Metz*, 238.
- MUNIER, P. 1973. Le jujubier et sa culture. *Fruits* **28**, 377-388.
- NIKHAT, F., SATYANARAYANA, D. and SUBHRAMANYAM, E. 2009. Phytochemistry and Pharmacology of Indian Medicinal Plants *Zizyphus Mauritiana* Lamk. *Research Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry* **1**, 5-10.

- NOUR, A. and DILMI, N. 2017. Utilisation des résidus végétaux secs (noyaux de Rhamnus d'une zone de Hodna. M'sila. Algérie) dans le domaine préservation environnemental. In, Université Mohamed Boudiaf, M'sila.
- OCHOA, J.J., QUILES, J.L., RAMÍREZ-TORTOSA, M., MATAIX, J. and HUERTAS, J.R. 2002. Dietary oils high in oleic acid but with different unsaponifiable fraction contents have different effects in fatty acid composition and peroxidation in rabbit LDL. *Nutrition* **18**, 60-65.
- OUERGHEMMI, I., REBEY, I., HARBAOUI, H., HAMMAMI, M., KSOURI, R. and TOUNSI, M. 2017. Phenolic composition and antioxidant activity of Solanum sodomense fruit extract during two ripening stages. *Journal of New Sciences* **46**, 2517-2526.
- PAREEK, S. and YAHIA, E.M. 2013. Postharvest biology and technology of ber fruit. *Horticultural Reviews Volume 41*, 201-240.
- PATEL, P.R. and RAO, T.V.R. 2009. Physiological changes in relation to growth and ripening of khirni [Manilkara hexandra (Roxb.) Dubard] fruit. *Fruits* **64**, 139-146.
- PERONNY, S. 2005. La perception gustative et la consommation des tannins chez le maki (Lemur catta). In, Museum national d'histoire naturelle-MNHN PARIS.
- PERRET, C. 2001. Analyse de tannins inhibiteurs de la stilbène oxydase produite par Botrytis cinerea Pers.: Fr. In, Université de Neuchâtel.
- POTTERS, G., DE GARA, L., ASARD, H. and HOREMANS, N. 2002. Ascorbate and glutathione: guardians of the cell cycle, partners in crime? *Plant Physiology and Biochemistry* **40**, 537-548.
- PR PECH JEAN-CLAUDE, I.L.A., PR BOUZAYEN and MONDHER 2012. - Maturation des fruit.
- PRASANNA, V., PRABHA, T. and THARANATHAN, R. 2007. Fruit ripening phenomena—an overview. *Critical reviews in food science and nutrition* **47**, 1-19.
- PRICE, M.L., VAN SCOYOC, S. and BUTLER, L.G. 1978. A critical evaluation of the vanillin reaction as an assay for tannin in sorghum grain. *Journal of agricultural and food chemistry* **26**, 1214-1218.
- PRIETO, P., PINEDA, M. and AGUILAR, M. 1999. Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: specific application to the determination of vitamin E. *Analytical biochemistry* **269**, 337-341.
- QUÉZEL, P. and SANTA, S. 1962. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales.

- RECHE, J., ALMANSA, M.S., HERNÁNDEZ, F., AMORÓS, A. and LEGUA, P. 2021. Physicochemical and antioxidant capacity of jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) at different maturation stages. *Agronomy* **11**, 132.
- RHODES, M. 1970. The biochemistry of fruits and their products. by AC Hulme, Academic Press, London and New York, 521.
- ROBINSON, J. 2015. *The Oxford companion to wine*. American Chemical Society.
- RSAISSI, N. and BOUHACHE, M. 2002. La lutte chimique contre le jujubier. Programme national de transfert de technologie en agriculture (PNTTA), DERD. *Rabat* **94**, 4.
- RSAISSI, N., KAMILI, E., BENCHARKI, B., HILLALI, L. and BOUHACHE, M. 2013. Antimicrobial activity of fruits extracts of the wild jujube '*Ziziphus Lotus* (L.) Desf. *Int J Sci Eng Res* **4**, 1521-1528.
- RUBINSKIENE, M., VISKELIS, P., JASUTIENE, I., DUCHOVSKIS, P. and BOBINAS, C. 2006. Changes in biologically active constituents during ripening in black currants. *Journal of fruit and ornamental plant research* **14**, 237.
- SAADOUDI, M., HAMBABA, L., ABDEDDAIM, M., LEKBIR, A., BACHA, A., BOUDRAA, S. and ZIDANI, S. 2017. Nutritional composition, physical properties and sensory evaluation of biscuit produced from jujubes (Fruits of *Ziziphus lotus* L.). *Food Science and Technology* **18**, 385-401.
- SABIR, S. and ROCHA, J. 2008. Antioxidant and hepatoprotective activity of aqueous extract of *Solanum fastigiatum* (false "Jurubeba") against paracetamol-induced liver damage in mice. *Journal of Ethnopharmacology* **120**, 226-232.
- SELVAKUMAR, G., SAHA, S. and KUNDU, S. 2007. Inhibitory activity of pine needle tannin extracts on some agriculturally resourceful microbes. *Indian Journal of Microbiology* **47**, 267.
- SHIN, Y., RYU, J.-A., LIU, R.H., NOCK, J.F. and WATKINS, C.B. 2008. Harvest maturity, storage temperature and relative humidity affect fruit quality, antioxidant contents and activity, and inhibition of cell proliferation of strawberry fruit. *Postharvest Biology and Technology* **49**, 201-209.
- SINGLETON, V.L., ORTHOFER, R. and LAMUELA-RAVENTÓS, R.M. 1999. [14] Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. In *Methods in enzymology*, Vol 299 pp. 152-178, Elsevier.
- SMATI, I., REBEY, I., HAMMAMI, M., HAMDAOUI, G. and TOUNSI, M. 2017. Variation of the quality of lemon (*Citrus limon* L.) juice during stage of fruit maturity. *Journal of New Sciences* **43**, 2334-2344.
- SUN, Y.-F., LIANG, Z.-S., SHAN, C.-J., VIERNSTEIN, H. and UNGER, F. 2011. Comprehensive evaluation of natural antioxidants and antioxidant potentials in

- Ziziphus jujuba Mill. var. spinosa (Bunge) Hu ex HF Chou fruits based on geographical origin by TOPSIS method. *Food Chemistry* **124**, 1612-1619.
- TILAHUN, S., PARK, D.S., SOLOMON, T., CHOI, H.R. and JEONG, C.S. 2019. Maturity stages affect nutritional quality and storability of tomato cultivars. *CyTA-Journal of Food* **17**, 87-95.
- TOMODA, M., SHIMIZU, N. and GONDA, R. 1985. Pectic substances. II. The location of O-acetyl groups and the Smith degradation of zizyphus-pectin A. *Chemical and pharmaceutical bulletin* **33**, 4017-4020.
- TRUDEL, M. and OZBUN, J. 1970. Relationship between chlorophylls and carotenoids of ripening tomato fruit as influenced by potassium nutrition. *Journal of Experimental Botany* **21**, 881-886.
- VALKO, M., RHODES, C., MONCOL, J., IZAKOVIC, M. and MAZUR, M. 2006. Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-biological interactions* **160**, 1-40.
- VEBERIC, R., COLARIC, M. and STAMPAR, F. 2008. Phenolic acids and flavonoids of fig fruit (*Ficus carica* L.) in the northern Mediterranean region. *Food Chemistry* **106**, 153-157.
- VERMERRIS, W. and NICHOLSON, R. 2008. Lignins—Families of Phenolic Compounds and Means of Classification. *Biochemistry of Phenolic Compounds*, Jones, RL (Ed.). Academic Press, London, 20-23.
- WAHIDA, B., ABDERRAHMAN, B. and NABIL, C. 2007. Antiulcerogenic activity of *Zizyphus lotus* (L.) extracts. *Journal of Ethnopharmacology* **112**, 228-231.
- WANG, B., HUANG, Q., VENKITASAMY, C., CHAI, H., GAO, H., CHENG, N., CAO, W., LV, X. and PAN, Z. 2016. Changes in phenolic compounds and their antioxidant capacities in jujube (*Ziziphus jujuba* Miller) during three edible maturity stages. *LWT-Food Science and Technology* **66**, 56-62.
- WANG, C., CHENG, D., CAO, J. and JIANG, W. 2013. Antioxidant capacity and chemical constituents of Chinese jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) at different ripening stages. *Food Science and Biotechnology* **22**, 639-644.
- WANG, H., CHEN, F., YANG, H., CHEN, Y., ZHANG, L. and AN, H. 2012. Effects of ripening stage and cultivar on physicochemical properties and pectin nanostructures of jujubes. *Carbohydrate Polymers* **89**, 1180-1188.
- YAN, M., WANG, Y., WATHARKAR, R.B., PU, Y., WU, C., LIN, M., LU, D., LIU, M., BAO, J. and XIA, Y. 2022. Physicochemical and antioxidant activity of fruit harvested from eight jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) cultivars at different development stages. *Scientific Reports* **12**, 2272.

- YI, Z., YU, Y., LIANG, Y. and ZENG, B. 2008. In vitro antioxidant and antimicrobial activities of the extract of Pericarpium Citri Reticulatae of a new Citrus cultivar and its main flavonoids. *LWT-Food Science and Technology* **41**, 597-603.
- ZAREI, M., AZIZI, M. and BASHIR-SADR, Z. 2011. Evaluation of physicochemical characteristics of pomegranate (*Punica granatum L.*) fruit during ripening. *Fruits* **66**, 121-129.
- ZHANG, H., JIANG, L., YE, S., YE, Y. and REN, F. 2010. Systematic evaluation of antioxidant capacities of the ethanolic extract of different tissues of jujube (*Ziziphus jujuba Mill.*) from China. *Food and chemical toxicology* **48**, 1461-1465.
- ZHAO, J., LI, S., YANG, F., LI, P. and WANG, Y. 2006. Simultaneous determination of saponins and fatty acids in *Ziziphus jujuba* (Suanzaoren) by high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detection and pressurized liquid extraction. *Journal of Chromatography A* **1108**, 188-194.
- ZHAO, Y., ZHU, X., HOU, Y., PAN, Y., SHI, L. and LI, X. 2021. Effects of harvest maturity stage on postharvest quality of winter jujube (*Zizyphus jujuba Mill. cv. Dongzao*) fruit during cold storage. *Scientia Horticulturae* **277**, 109778.
- ZOZIO, S., SERVENT, A., CAZAL, G., MBÉGUIÉ-A-MBÉGUIÉ, D., RAVION, S., PALLET, D. and ABEL, H. 2014. Changes in antioxidant activity during the ripening of jujube (*Ziziphus mauritiana Lamk.*). *Food Chemistry* **150**, 448-456.

Annexes

Annexe I: Appareillages et produits chimiques utilisés.

Produit chimiques	Appareillages
<ul style="list-style-type: none"> ❖ Acétone ❖ Sulfate de fer ❖ Ferricyanure de potassium ❖ Molybdate d'ammonium ❖ Dihydrogénophosphate de sodium (NaH_2PO_4) ❖ Hydrogénophosphate de sodium (Na_2HPO_4) ❖ Folin ciocalteu ❖ Carbonate de sodium ❖ Nitrate de sodium ❖ Butanol ❖ Acide chlorhydrique (HCl) ❖ Acétate de sodium ❖ Chlorure d'aluminium ❖ Hydroxyde de sodium (NaOH) ❖ Phosphomolybdate d'ammonium ❖ Acide sulfurique ❖ Tompon phosphate ❖ Acide sulfurique (H_2SO_4) ❖ DPPH ❖ Chlorure de fer (III) (FeCl_3) ❖ Méthanol ❖ Ethanol ❖ Trichlore acétique (TCA) 	<ul style="list-style-type: none"> ❖ PH mètre ❖ Réfractomètre ❖ Balance de précision ❖ Centrifugeuse ❖ Spectrophotomètre ❖ Plaque magnétique ❖ Micropipette ❖ Agitateur ❖ Etuve ❖ Verrerie: bécher , burette , éprouvette, ❖ Papier watman

Annexe II: Courbes d'étalonnage

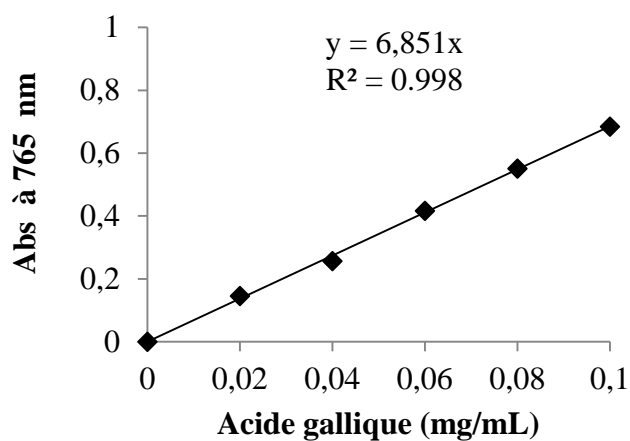


Figure 1: Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols.

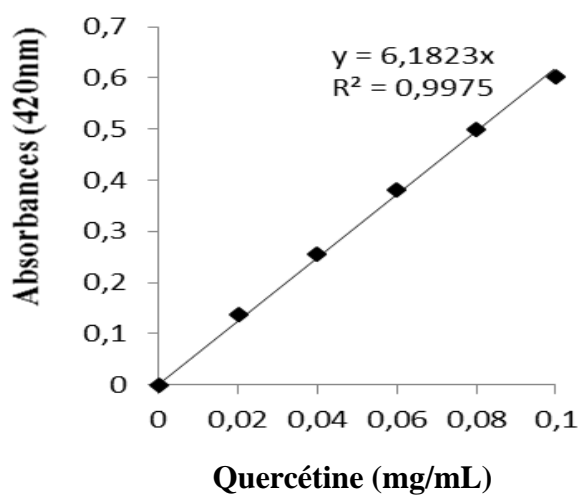


Figure 2: Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes.

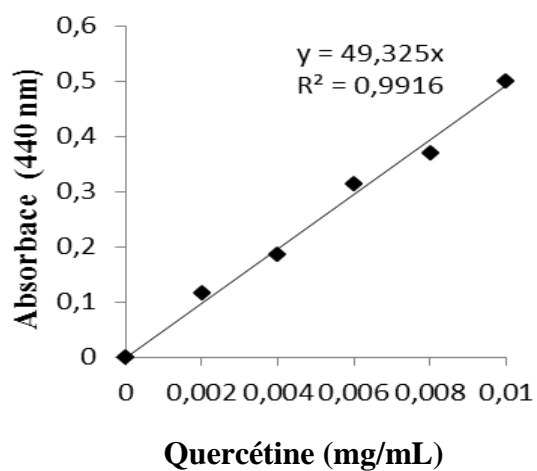


Figure 3: Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonols.

Résumé

La présente étude a pour objectif l'évaluation des propriétés physico-chimiques, les teneurs en substances bioactives et les activités antioxydants du fruit de jujubier à deux stades de maturité (vert et mûr). Les résultats des analyses physico-chimiques obtenus montrent que le pH, l'acidité, l'humidité et la teneur en sucres augmentent dans le jujubier mûr comparativement au jujubier vert. Cependant, aucune différence significative n'a été notée dans le taux de Brix entre les deux échantillons analysés. En outre, les teneurs en polyphénols, flavonoïdes, flavonols et caroténoïdes augmentent dans le jujubier mûr par rapport au jujubier vert. De plus, les teneurs en chlorophylle (a et b), tanins totaux et les tanins condensés diminuent dans le jujubier mûr. Les extraits du fruit mûr ont donné les meilleures activités antioxydantes (activité antiradicalaire DPPH, activité antioxydante totale et pouvoir réducteur). En résumé, le jujubier est source riche en biomolécules et s'enrichit en substances bioactives au cours de maturation impliqué dans son activité antioxydante, ce qui a un intérêt de valoriser ce fruit dans le domaine alimentaire en particulier dans l'élaboration de nouveaux produits à base de ce fruit.

Mots clés : *Zizyphus jujuba*, Propriétés physico-chimiques, Antioxydants, Activité antioxydante, Maturation.

Abstract:

The present study aims to evaluate the physico-chemical properties, the levels of bioactive substances and the antioxidant activities of jujube fruit at two stages of maturity (green and ripe). The result of the physico-chemical analyzes obtained show that the pH, the acidity, the humidity and the sugar content increase in the ripe jujube compared to the green jujube. However, no significant difference was noted in the Brix level between the two samples analyzed. Also, the contents of polyphenols, flavonoids, flavonols and carotenoids increase in mature jujube compared to green jujube. In addition, chlorophyll (a and b), total tannins and condensed tannins levels decrease in mature jujube. The extracts of the ripe fruit gave the best antioxidant activities (DPPH antiradical activity, total antioxidant activity and reducing power). In summary, the jujube fruit is a good source of biomolecules and it is enriched with bioactive substances during maturation involved in their antioxidant activity, which has an interest in valuing this fruit in the food field, in particular in the development of new products basis of this fruit.

Key words: *Zizyphus jujuba*, Physico-chemical properties, Antioxidants, Antioxidant activity, Maturation.

ملخص

تهدف الدراسة الحالية إلى تقييم الخصائص الفيزيائية والكيميائية ومستويات المواد النشطة بيولوجيا والأنشطة المضادة للأكسدة لفاكهة العناب في مرحلتين من النضج (الأخضر والناضج). أظهرت نتائج التحليلات الفيزيائية والكيميائية التي تم الحصول عليها أن درجة الحموضة والحموضة والرطوبة ومحتوى السكر تزداد في شجرة العناب الناضجة مقارنة بشجرة العناب الأخضر. ومع ذلك، لم يلاحظ أي اختلاف كبير في مستوى السكر بين العينتين اللتين تم تحليلهما. كما أن محتوى البوليفينول والفلافونويد والفلافونول والكاروتينات يزيد في العناب الناضج مقارنة بالعناب الأخضر. بالإضافة إلى ذلك، ينخفض الكلوروفيل (أ و ب)، ومستويات التانينات الكلية والعفص المكثف في العناب الناضج. أعطت مستخلصات الثمار، نشاط مضاد للأكسدة الكلي وقوة مخفضة. باختصار، تعتبر شجرة العناب الناضجة أفضل الأنشطة المضادة للأكسدة نشاط مضاد للتأكسد مصدرًا غنيًا للجزيئات الحيوية وهي غنية بالمواد النشطة بيولوجيًا أثناء النضج التي تشارك في نشاطها المضاد للأكسدة، والتي لها مصلحة في تقييم هذه الفاكهة في مجال الغذاء، ولا سيما في تطوير منتجات جديدة. هذه الفاكهة، الخصائص الفيزيائية والكيميائية، مضادات الأكسدة، نشاط الكلمات المفتاحية: *Zizyphus jujube*، مضادات الأكسدة، النضج