

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

ⵜⴰⵎⴰⵎⵓⵔⵉⵜ ⵏ ⵍⵎⵓⵍⵓⵔ ⵎⴰⵎⵎⵉⵔⵉ ⵏ ⵜⵉⴷⵉ ⵓⵣⵣⵓ

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI OUZOU
FACULTE DES SCIENCES BIOLOGIQUES ET DES SCIENCES AGRONOMIQUES
DEPARTEMENT DES SCIENCES ALIMENTAIRES



Mémoire de fin de cycle

En vue d'obtention du diplôme de Master académique en Sciences Alimentaires

Spécialité : Agroalimentaire et Contrôle de Qualité

Thème

Caractérisation physicochimique des graines de caroube

Présenté par :

M^{lle} BERZANE Elicia

M^{lle} BERRABAH Manel

Devant le jury :

Présidente : *M^{me}* BOUDAOU D S. Maitre de conférences à l'UMMTO

Examinatrice : : *M^{me}* DOUFENE I. Maitre de conférences à l'UMMTO

Encadreur : M. MOHAND KACI H. Maitre-Assistant à l'UMMTO

Année universitaire : 2024/2025

REMEIRCEMENT

Avant tout, nous exprimons notre profonde gratitude à Dieu, qui nous a accordé la force, la patience et la persévérance tout au long de ces années d'études, et qui nous a guidées jusqu'à la concrétisation de ce mémoire.

*Nos remerciements les plus sincères vont à notre promoteur, **Monsieur MOHAND Kaci Hamid**, pour son encadrement précieux. Merci pour votre disponibilité, vos conseils avisés, votre orientation éclairée et vos encouragements constants tout au long de ce travail.*

*Nous tenons également à remercier chaleureusement les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer notre mémoire. Nous adressons une reconnaissance particulière à la professeur M^{me} **BOUDAUD Sonia**, pour l'honneur qu'elle nous fait en présidant ce jury, ainsi qu'à Madame la Professeure M^{me} **DOUFENE Imane**, pour avoir accepté d'être examinatrice de ce travail.*

Nous exprimons toute notre reconnaissance à l'ensemble des enseignants du département des Sciences Alimentaires, pour les connaissances qu'ils nous ont transmises tout au long de notre parcours universitaire.

*Un grand merci également à toute l'équipe du laboratoire du département des Sciences Alimentaires, en particulier à **Madame Bouazzouni Khadija** pour leur soutien constant et leur disponibilité sans faille.*

Enfin, nous adressons nos plus chaleureux remerciements à nos familles, nos proches et nos amis, pour leur soutien moral, leur patience et leur présence bienveillante tout au long de l'élaboration de ce mémoire.

Dédicace

À ma chère maman,

Merci pour ton amour inconditionnel, ton courage, ta tendresse et tes prières silencieuses. Tu as toujours cru en moi, même dans les moments où je doutais de moi-même. Tu es mon pilier, mon modèle et ma plus grande source d'inspiration.

À mon papa,

Merci pour ta sagesse, ta patience, et ton soutien discret mais essentiel. Ta force tranquille m'a appris à rester humble, à avancer avec dignité et à croire en mes capacités.

À mes frères Walid et Wassil,

Merci pour votre présence, vos encouragements et vos petites attentions qui m'ont souvent redonné le sourire. Vous êtes bien plus que des frères, vous êtes des alliés fidèles, sur qui je peux toujours compter.

À la mémoire de ma grand-mère,

Tu n'es plus là, mais ton amour continue de m'accompagner. Tes mots, ta bienveillance, et tes bénédictions résonnent encore en moi. Ce travail je te le dédie comme un hommage à la femme exceptionnelle que tu étais.

À toute ma famille mes tantes, oncles, et cousines,

Merci pour votre chaleur, vos encouragements et votre soutien constant tout au long de mon parcours. Votre présence à mes côtés m'a donné la force d'aller au bout de ce projet.

À ma binôme Manel, ce travail, c'est aussi le reflet de notre belle complicité, merci pour tout.

À mes amies Feriel, daya, Lydia, Lamiya, Chanez, Basma,

Merci d'avoir été là, dans les moments de stress comme dans les éclats de rire. Merci pour votre patience, vos conseils, vos appels et vos messages d'encouragement. Vous avez joué un rôle précieux dans cette aventure.

A tous les étudiants de la Section M2 Contrôle de Qualité 2024 /2025(AACQ). A mes enseignants et professeurs.

À toutes ces personnes chères à mon cœur,

Je vous dédie ce mémoire avec toute ma gratitude, mon amour et mon profond respect.

ELICIA BERZANE

Dédicace

Grâce à Dieu, le Tout-Puissant, lui qui m'a donné la force, pour avancer, lui qui a guidé mes pas vers ce chemin de réussite, Je Lui rends hommage en premier.

Avec toute ma gratitude, tout mon respect, Je dédie ce mémoire, fruit de plusieurs années d'effort et de persévérance :

À mon paradis sur terre, la prunelle de mes yeux, ma maman chérie, ma lumière, mon refuge.
C'est par ton amour et tes prières que j'ai trouvé la force d'avancer.

À mon père bien-aimé, Celui qui m'a donné confiance, courage et stabilité. Merci d'avoir cru en moi, d'avoir toujours été là, silencieux mais présent, fort et rassurant.

À mes frères Ayman, Rayan+, vos gestes m'ont portée plus que vous ne l'imaginez, Anis même loin de moi, tu es toujours présent dans mon cœur. Ta présence, invisible mais constante, m'a donné de la force.

À mes tantes, mes cousines Lina, Ikram, Anais, Roufaïda, vos encouragements et votre amour inconditionnel.

À mon grand-père Amer, Que Dieu te garde encore longtemps à nos côtés,

À mes amies précieuses dounia cylvia, Merci d'avoir rendu ce chemin plus doux, plus léger, plus humain.

À ma binôme Elicia, Pour les fous rires, les moments de stress, les cafés et les réussites partagées. Merci pour cette belle complicité.

À mes petits anges Aksel, Momoh, votre joie est mon souffle.

À tous ceux que j'aime et qui m'aiment, Cette réussite, je la partage avec vous, de tout cœur.

MANEL BERRABAH

Liste des abréviations

- °C Degré Celsius
- ml Millilitre
- mg Milligramme
- kg Kilogramme
- g Gramme
- L Litre
- mL Millimètre
- min Minutes
- nm Nanomètre
- µl Microlitre
- µg Microgramme
- % Pourcentage
- E Equivalent
- N° Numéro
- V Volume
- V/v Volume par volume
- PH Potentiel d'Hydrogène
- DO Densité Optique
- P Poids
- FAOSTAT: Food and Agriculture Organization of the United Nations.
- FAO : Food and Agriculture Organizations (Organisation Alimentaire et Agricole).
- MS : Matière Sèche.
- OMS : organisation mondiale de la santé.
- QX : quintaux.
- DSA : Direction des Services Agricoles.
- TC : Teneur en Cendre.
- TST : Teneur en Sucres Totaux.
- TP : Teneur en protéines.
- TL : Teneur en Lipides.
- TPT : Teneur en Polyphénols Totaux.
- TTC : Teneur en Tanins Condensés.

Liste des abréviations

- **TFT** : Teneur en Flavonoïdes Totaux.
- **AT**: Acidité Titrable.
- **CBG**: Carob bean gum.
- **Var** : variété.
- **EAG** : Equivalant acide gallique.

Liste des tableaux

Tableau 1: Taxonomie du caroubier <i>Ceratonia siliqua</i> L.....	8
Tableau 2: Surface cultivée, production et rendement de la caroube en Algérie, année 2009.	10
Tableau 3: Composition chimique de la poudre de graines de caroube en métabolites primaires.....	31
Tableau 4: Composition chimique de la poudre de graines de caroube en métabolites secondaires.....	31
Tableau 5: Résultats du screening phytochimique effectué sur la poudre de graines de caroube.....	34

Liste des figures

Figure. 1: Aspect de l'arbre (<i>Ceratonia siliqua</i>).....	3
Figure. 2: Feuille de caroubier (<i>Ceratonia siliqua</i>).	4
Figure. 3: Fleurs de caroubier (<i>Ceratonia siliqua</i>).	5
Figure. 4: Stade de développement du fruit.	6
Figure. 5: Gousses et graines de caroubier (<i>Ceratonia siliqua</i>).....	7
Figure. 6: Répartition géographique et origine de la caroube.	9
Figure. 7: Meilleurs producteurs mondiaux de caroube entre l'année 2006 et 2014.	10
Figure. 8: Structure de la graine de caroube.....	12
Figure. 9: préparation de la poudre de graines de caroube.....	15
Figure. 10: La détermination de la matière sèche.	17
Figure. 11: L'incinération de la poudre de graines de caroube.....	18
Figure. 12: La détermination de la teneur en sucres totaux par spectrophotométrie.	19
Figure. 13: Dosage des fibres alimentaires par hydrolyse acido-basique.	20
Figure. 14: La détermination de la teneur en protéines.....	21
Figure. 15: dosage des polyphénols totaux.	23
Figure. 16: Détermination du pH.	25
Figure. 17: l'extraction de la gomme.	26
Figure. 18: Recherche des polyphénols et les flavonoïdes dans la poudre de caroube.....	27
Figure. 19: L'analyse qualitative des flavonoïdes.	28
Figure. 20: L'analyse qualitative des polyphenols.....	28
Figure. 21: Recherche des tanins dans la poudre de graines.....	29
Figure. 22: L'analyse qualitative des tanins.	30

SOMMAIRE

Remerciement

Dédicace

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction 1

Etude bibliographique

Chapitre I : La caroube

1. Description botanique 3

1.1. Arbre 3

1.2. Feuilles..... 3

1.3. Fleurs 4

1.4. Fruit 5

1.5. Les graines 6

2. Taxonomie..... 7

3. Répartition Géographique 8

4. Production du caroubier 9

4.1. Au monde 9

4.2. En Algérie..... 10

5. Intérêt et utilisations de la caroube..... 11

Chapitre II : Composition chimique de la graine de caroube

1. Anatomie de la graine de caroube 12

2. Composition chimique de la graine..... 13

2.1. Composition chimique des enveloppes 13

2.2. La composition chimique de l'endosperme 13

2.3. La composition chimique du germe 14

Etude expérimentale

Matériels et méthodes

1. Matériel végétal.....	15
2. Préparation de la poudre de graine de caroube	15
3. Caractérisations physicochimiques de la graine de caroube	16
3.1. Analyses quantitatives	16
3.1.1. Les métabolites primaires	16
3.1.1.1. Détermination de la matière sèche	16
3.1.1.2. Détermination de la teneur en cendres (Matière minérale)	17
3.1.1.3. Détermination de la teneur en sucres totaux	18
3.1.1.4. Dosage des fibres alimentaires	19
3.1.1.5. Détermination de la teneur en protéines.....	20
3.1.2. Métabolites secondaires	22
3.1.2.1. Techniques d'extractions.....	22
3.1.2.2. Dosage des polyphénols totaux (méthode de Folin-Ciocalteu).....	22
4. Détermination du pH.....	23
5. Détermination de l'acidité titrable	24
6. Extraction de la gomme.....	25
7. Analyses qualitatives « screening phytochimique »	26
7.1. Test des flavonoïdes et des polyphénols.....	27
7.2. Test des tanins	29

Résultats et discussions

1. Résultats des analyses physicochimiques de la farine de graines de caroube.....	31
2. Résultats du screening phytochimique effectué sur la poudre de graines de caroube	34
Conclusion.....	36

Références bibliographiques

Annexes

Résumé



Introduction

Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) est un arbre à feuilles persistantes qui appartient à la famille des Fabaceae, originaire de la région méditerranéenne. Il a été largement exploité depuis l'antiquité en raison de ses fruits comestibles (**Brassesco et al., 2021**).

En Algérie, le caroubier reste largement sous-estimé et n'occupe pas encore la place qu'il mérite, malgré son intérêt économique. Cependant, ces dernières années, son exploitation a commencé à se développer, notamment dans la région de Mascara, où une unité se charge de la récolte, du broyage et de la transformation des pulpes en farine de caroube (**DSA de Tlemcen, 2009**).

Les pays du bassin méditerranéen sont les producteurs potentiels de la caroube sachant que la production annuelle dans cette partie du monde est estimée à 135 000 tonnes (**FAO, 2019**).

Les producteurs majeurs de la pulpe et des graines sont respectivement : Espagne (36%, 28%) Maroc (24%, 38%), Italie (10%, 8%), Portugal (10%, 8%), Grèce (8%, 6%), Turquie (4%, 6%), Chypre (3%, 2%) (**Ait Chitt et al., 2007**).

La gousse de caroube comprend deux parties importantes à savoir : la pulpe (90%) et les graines (10%) (**Tous et al., 1995**).

La graine de caroube est constituée de trois portions distinctes : les enveloppes (30-33%), le germe (23-25%) et l'endosperme (42-46%). Les graines sont utilisées pour produire la farine de téguments, de germe et de l'endosperme (**Laaraj et al., 2023**).

Très appréciées, les graines de caroube sont dotées de multiples usages industriels. L'utilisation dans l'industrie alimentaire, du polyphénol antioxydant contenu dans l'enveloppe tégumentaire des graines de caroube (**Makris et Kafalas, 2004**).

Par ailleurs, l'endosperme est employé afin d'extraire la gomme de caroube. Grâce à ses propriétés techno-fonctionnelles stabilisante, épaississante, agglomérante, et gélifiante, la gomme mucilagineuse de caroube a conquis des domaines de plus en plus pointus comme l'industrie alimentaire, pharmaceutique, et textile et cosmétique (**Bouazizi et al., 2020**).

La gomme de caroube est employée dans la fabrication d'un grand nombre de denrées alimentaires comme les crèmes glacées, les soupes, les sauces, les biscuits, les tartes, les confiseries, les produits de boulangerie (**Bouazizi et al., 2020**).

Introduction

La pulpe de caroube est riche en sucres (48-56%) y compris le saccharose, fructose, glucose et maltose. De plus, elle contient 18% cellulose et hémicellulose, 3,5% protéines et 0,6% lipides (Santos et al., 2005).

Ce mémoire vise à étudier les caractéristiques physico-chimiques des graines de caroube afin de mieux comprendre leurs propriétés intrinsèques, leurs potentiels d'utilisation dans diverses applications industrielles (alimentaire, pharmaceutique, cosmétique) et d'optimiser leur valorisation dans des contextes économiques et environnementaux.

Ce travail est subdivisé en une étude bibliographique qui porte sur le caroubier, la caroube et la composition chimique de la graine. Une partie expérimentale qui mis en relief les méthodes et les protocoles de caractérisation de la graine. Une partie qui permet d'étayer les résultats et les interpréter, et enfin on termine avec une conclusion et des recommandations.



Chapitre I
La caroube

1. Description botanique

1.1. Arbre

Le caroubier est un arbuste ou un arbre sclérophylle à feuillage persistant (**Battle et Tous, 1997**). Il peut atteindre une hauteur variant de 6 à 12 mètres, voire dépasser les 20 mètres dans certains cas. Ses branches peuvent s'étendre jusqu'au sol (**Kumazawa et al., 2002**), et son tronc présente une circonférence de 2 à 3 mètres à la base. À l'état juvénile, son écorce est lisse et grise, tandis qu'elle devient brune et rugueuse avec l'âge. Son bois, très dur, est d'une teinte rougeâtre. Le caroubier possède une longévité remarquable, pouvant vivre jusqu'à 200 ans (**El Kahkahi et al., 2016**).



Figure. 1: Aspect de l'arbre (*Ceratonia siliqua*) (**Benmahioul & Kaid-Harche, 2011**).

1.2. Feuilles

Les feuilles du caroubier (*Ceratonia*) mesurent entre 10 et 20 cm de long. Elles sont persistantes, coriaces et disposées de manière alterne. Leur pétiole, distinctement sillonné, porte

de 4 à 10 folioles, parfois dépourvues de foliole terminale. Les folioles, longues de 3 à 7 cm, sont de forme ovale ou elliptique, opposées, avec une face supérieure vert luisant et une face inférieure vert pâle (Rejeb et al., 1991 ; Batlle et Tous, 1997 ; Ait Chitt et al., 2007). Bien que ses feuilles soient persistantes, le caroubier les renouvelle tous les deux ans, en juillet (Aafi, 1996 ; Gharnit, 2003).



Figure. 2: Feuille de caroubier (*Ceratonia siliqua*) (Benmahioul & Kaid-Harche, 2011).

1.3. Fleurs

Le caroubier est un arbre principalement dioïque, mais il peut également présenter un caractère hermaphrodite. Il existe trois types de fleurs : mâles, femelles et hermaphrodites, chacune étant portée par des individus différents. À l'origine, les fleurs sont bisexuées, mais au cours de leur développement (ontogenèse florale), l'un des sexes est progressivement avorté (Rejeb, 1995 ; Konaté et al., 2007).



Figure. 3: Fleurs de caroubier (*Ceratonia siliqua*) (Benmahioul & Kaid-Harche, 2011).

1.4. Fruit

Le fruit du caroubier, appelé caroube, se présente sous forme d'une gousse allongée, indéhiscente et à bords irréguliers. Sa forme peut être rectiligne ou courbée, avec des dimensions variant de 10 à 20 cm de long, 1,5 à 3 cm de large et 1 à 2,5 cm d'épaisseur. La gousse est constituée de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et les graines. Elle est compartimentée intérieurement par des cloisons pulpeuses transversales et contient entre 4 et 16 graines (Rejeb, 1995 ; Ait Chitt et al., 2007 ; Sidina et al., 2009).

La maturation du fruit est lente, nécessitant généralement entre neuf et dix mois. À maturité, entre juillet et septembre, le fruit prend une teinte brun foncé à noire. Son développement se déroule en trois phases principales (Ilahi et Vardar, 1976 ; Rejeb et al., 1991 ; Batlle et Tous, 1997). Les figures 2a et 2b de la figure 4 montre les couleurs et les trois phases principales de la maturation la caroube.

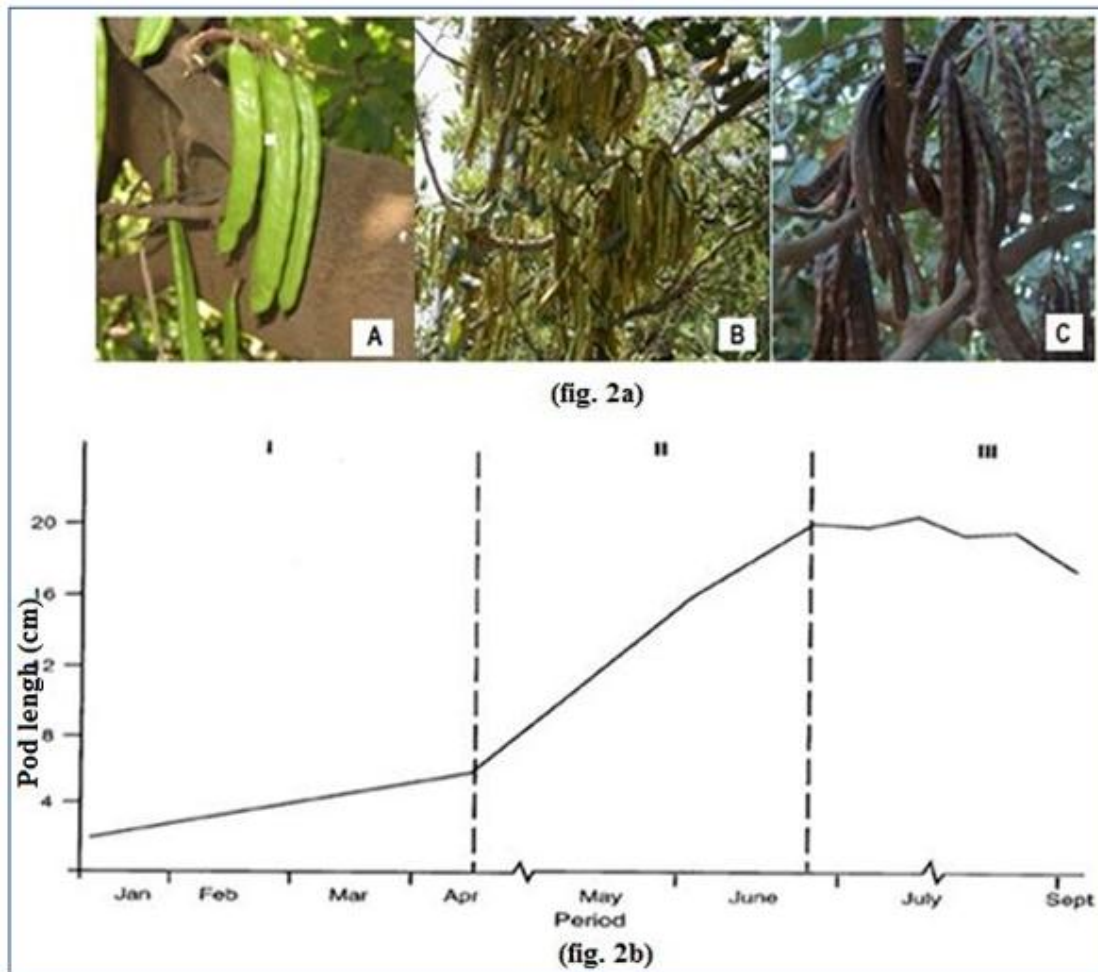


Figure. 4: Stade de développement du fruit. Figure 2a : fruits du caroubier (A) fruits verts non mûrs, (B) fruits moitié-mûrs, (C) fruits mûrs. Figure 2b : Développement du fruit de caroubier en fonction de la saison (I) Croissance lente avec une légère augmentation.

1.5. Les graines

Les graines du caroubier sont petites, très dures et aplaties, présentant une forme presque ovoïde avec un pôle basal tronqué et une zone apicale écrasée. Leur tégument est généralement lisse, dur, d'un brun rougeâtre brillant (Albanell, 1990). Elles mesurent entre 8 et 10 mm de long, 6 à 8 mm de large et ont une épaisseur de 3 à 5 mm. Les graines représentent environ 10 % de la masse de la gousse de caroube (Petit et al., 1995 ; Bouzouita et al., 2007).

Selon Melgarejo et Salazar, (2003), la graine de la caroube se compose de trois parties distinctes :

- **L'épisperme ou tégument :**

Il entoure la graine et est principalement constitué de cellulose, de lignine et de tanin. Ce tégument se divise en deux enveloppes : une externe, appelée testa, qui est colorée et dure, et

une interne, nommée tegmen, plus claire et plus souple. Le tégument représente environ 30 à 33 % de la graine.

- **L'endosperme ou albumen :**

Situé sous l'épisperme, il sert de réserve pour la germination de la graine. C'est la partie la plus économiquement intéressante en raison de sa forte teneur en galactomannanes, ou gomme de caroube. L'endosperme représente entre 42 et 46 % de la graine.

- **Le germe ou embryon :**

Constitue environ 23 à 25 % de la graine.



Figure. 5: Gousses et graines de caroubier (*Ceratonia siliqua*) (Benmahioul & Kaid-Harche, 2011).

1. Taxonomie

Le caroubier est un arbre fruitier appartenant au règne des Plantes, embranchement des Tracheobionta, sous-embranchement des Angiospermes, classe des Magnoliosida, sous classe des Rosidae, ordre des Rosales, famille des Fabaceae des Caesalpinoideae, genre *Ceratonia* et espèce *siliqua* (Sbay, 2008).

Tableau 1: Taxonomie du caroubier *Ceratonia siliqua* L (Sbay H., 2008).

Règne	Plante
Embranchement	<i>Tracheobionta</i>
Sous-embranchement	<i>Angiospermes</i>
Classe	<i>Magnoliosida</i>
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Rosales</i>
Famille	<i>Fabaceae (Legumineuses)</i>
Sous-famille	<i>Caesalpinioideae</i>
Genre	<i>Ceratonia</i>
Espèce	<i>Ceratonia siliqua</i> L

2. Répartition Géographique

Selon **Hillcoat et al. (1980)**, le caroubier se trouve naturellement en Algérie, Maroc, Tunisie, Portugal, Espagne, Italie, Turquie, Chypre, Liban. Il a été introduit aussi en Australie et aux Etats-Unis et l'Amérique Latine comme illustre la figure (**Evreinoff, 1947 ; dans Batlle et Tous, 1997**). Dans les zones méditerranéennes de faible altitude (0-500 m, parfois jusqu'à 900 m), le caroubier est une essence dominante et caractéristique du maquis de végétation sclérophylle (**Zohary et Orshan, 1959 ; Folchi Guillen, 1981**).

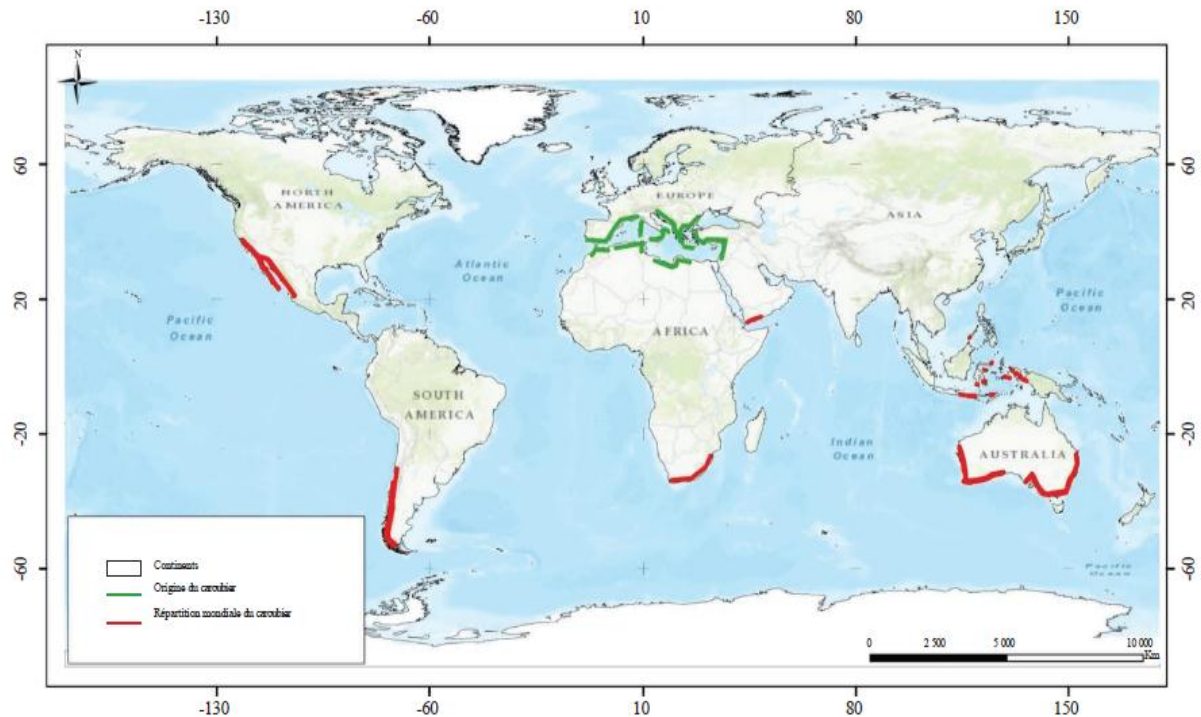


Figure. 6: Répartition géographique et origine de la caroube (Fidan & Sapundzhirov, 2015).

3. Production du caroubier

3.1. Au monde

Selon l'Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture (FAO), la superficie mondiale consacrée à la récolte de la caroube en 2006 était estimée à environ 102 000 hectares, l'Espagne occupant la première place avec 44 % de cette superficie, suivie du Maroc (13 %) et de l'Italie (10 %). En termes de production, le Maroc se classait en troisième position, derrière l'Espagne et l'Italie, avec une production mondiale estimée à environ 200 000 tonnes, soit une moyenne de 1,22 tonne par hectare. En 2014, le Portugal est devenu le principal producteur mondial, occupant ainsi la première place, suivi de l'Espagne, de l'Italie et du Maroc en quatrième position. La production mondiale a alors atteint environ 226 000 tonnes, récoltées sur une superficie de 80 000 hectares. Selon les statistiques les plus récentes de la FAO, datant de 2017, la production mondiale de caroube (pulpe) est estimée à 136 540 tonnes, le Portugal étant le premier producteur mondial avec 30,69 % de la production, suivi de l'Italie (21,17 %) et du Maroc (16,10 %), comme montre **la figure 7**.

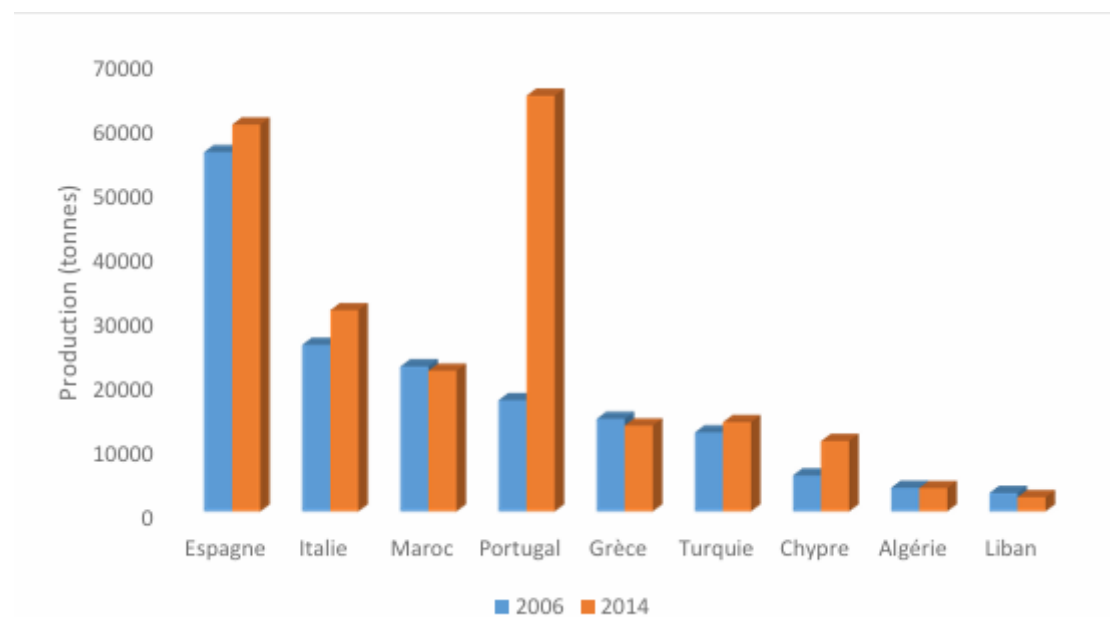


Figure. 7: Meilleurs producteurs mondiaux de caroube entre l'année 2006 et 2014 selon (FOASTAT, 2017).

3.2. En Algérie

L'Algérie se classe au huitième rang mondial avec une production de 4000 tonnes, représentant 1,95 % de la production mondiale (Battle et tous, 1997). En 2009, cette superficie était de 927 ha, dont 645 ha (soit 69,58 %) se trouvaient dans la wilaya de Bejaia, suivie par les wilayas de Blida (23,79 %) et Tipaza (16,55 %) (FAOSTAT, 2013). Le tableau 2 détaille la production nationale de caroube.

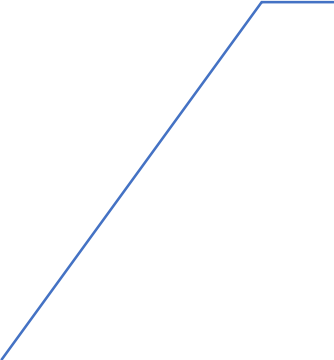
Tableau 2: Surface cultivée, production et rendement de la caroube en Algérie, année 2009 (données fournies par la DSA).

Wilaya*	Surface cultivée (ha)	Production (qx)	Rendement (qx/ha)
Bejaia	645	18417	28,6
Tipaza	105	5600	53,3
Blida	100	8050	80,5
Boumerdes	32	1080	40,0
Bouira	22	144	6,9
Mila	10	80	8,0
Tlemcen	5	100	20,0
B.B. Arreridj	4	20	5,0
Ain-Defla	2	300	150
Mascara	1	30	30,0
Tizi-Ouzou	1	20	20,0
Total	927	33841	36,5

4. Intérêt et utilisations de la caroube

Les gousses de caroube sont utilisées depuis longtemps comme matière première pour la production d'additifs alimentaires (**Biner et al., 2007**).

La gomme de caroube, également connue sous le code E-410, est largement employée dans l'industrie agro-alimentaire en tant qu'épaississant, stabilisant, liant, gélifiant ou agent dispersant. Elle trouve également des applications dans des secteurs tels que l'impression, la photographie, le textile, la pharmacie et la cosmétique (**Batlle et Tous, 1997**). Grâce à sa douceur et à sa saveur proche du chocolat, ainsi qu'à son faible coût, les gousses moulues en farine sont couramment utilisées dans le bassin Méditerranéen comme substituant du cacao dans les confiseries, les biscuits et les produits transformés, ainsi que pour la production de boissons (**Ayaz et al., 2009**). Un autre avantage de la poudre de caroube est qu'elle ne contient ni caféine ni théobromine, contrairement au cacao (**Bengoechea et al., 2008**). Elle est également un aromatisant naturel, fréquemment ajoutée à une large gamme de produits, tels que les crèmes glacées, les bonbons et les soupes (**Biner et al., 2007**).



Chapitre II
***Composition chimique de
la graine de caroube***

1. Anatomie de la graine de caroube

Les graines du caroubier sont de petite taille, de forme ovoïde, aplatie et biconvexe. Elles mesurent entre 8 et 10 mm de longueur, 6 à 8 mm de largeur et 3 à 5 mm d'épaisseur. Leur tégument est lisse, dur, brillant et de couleur brun rougeâtre. Très dures, ces graines possèdent une grande résistance. Elles sont logées à l'intérieur de la gousse, séparées les unes des autres par des cloisons pulpeuses. On en dénombre entre quinze et vingt par gousse (**Dakia et al., 2007**).

La graine de caroube est constituée de trois parties principales :

1. Les téguments : ce sont des enveloppes externes résistantes de couleur brune (**Dakia et al., 2007**). Ils représentent environ 30 à 35 % du poids sec de la graine (**Neukom, 1988**).

2. Germe : Il constitue entre 15 et 30 % du poids sec de la graine (**Neukom, 1988**). Cette partie est particulièrement riche en protéines solubles dans l'eau, ainsi qu'en lipides majoritairement insaturés, ce qui lui confère une valeur énergétique élevée (**Dakia et al., 2007**).

3. L'endosperme : situé entre les téguments et le germe, il représente entre 40 et 50 % du poids sec de la graine. Cette partie est essentielle, car elle constitue la matière première utilisée pour la fabrication de la gomme de caroube (**Neukom, 1988**).

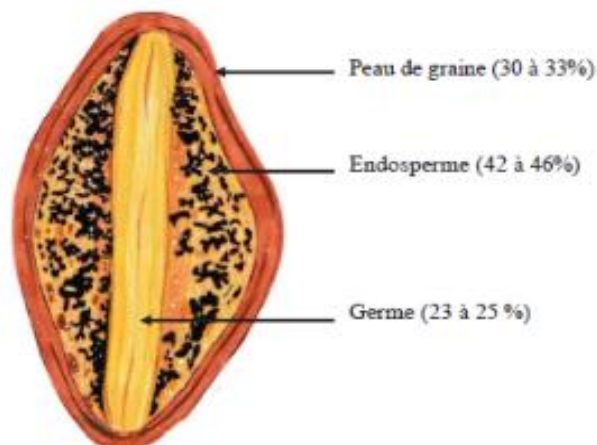


Figure. 8: Structure de la graine de caroube (**Laarj et al., 2023**).

2. Composition chimique de la graine

La graine de caroube est constituée de trois composants majeurs : la gomme, les polyphénols et les protéines (Zhu et al., 2019). L'étape initiale de la production de CBG consiste à séparer les téguments des graines par des méthodes thermomécaniques et chimiques (Barak et Mudgil, 2014). Les graines de caroube ont une couleur marronne, et elles sont plutôt dures et solides, mesure 10 mm de long et pèse 0.2 g chacune (Fidan et al., 2020).

2.1. Composition chimique des enveloppes

Les enveloppes sont constituées de 0.12-15.30% d'eau, 3.71-4.86 % de protéines, 0.31-0.54% de lipides, 75.83-93.29% de glucides, 2.34-3.70 de sels minéraux et 6.8°Brix de solides solubles totaux (Dakia et al., 2017 ; Lakkab et al., 2019 ; Rico et al., 2019).

Les polyphénols s'accumulent dans les enveloppes de la graine de caroube et atteignent une teneur de 9573 ± 1 mg EAG/100g MS, par comparaison à l'écorce de la pomme de terre qui ne contient que 68.7 ± 5.7 mg EAG/100 g MS (Farvin et al., 2012) et la pulpe contient 4.53 ± 0.8 mg/100g MS.

Les enveloppes des graines de caroube ont montré une grande capacité à inhiber la décoloration d'e β -carotène en la comparant à la BHT (58.3% contre 46%). Cela est dû à leur richesse en composés phénoliques (Lakkab et al., 2022).

D'une part, les enveloppes ont une concentration élevée en arabinose (20.29%) et en xylose (6%), cependant, elles ont une faible concentration en rhamnose (1.11%), mannose (0.67%), glucose (1.23%) et galactose (1.58%). D'autres parts, les téguments sont très riches en fibres alimentaires insolubles ($61.64 \pm 0.32\%$), qui excèdent même la teneur en fibres des sous-produits comme les épiluchures de pomme (Laaraj et al., 2023).

2.2. La composition chimique de l'endosperme

L'endosperme qui est blanc et translucide est connu sous le nom « gomme de caroube, CBG ou E410 » et il se trouve à l'intérieur de la graine de caroube et il est recouvert par les téguments (Nehra et al., 2022). La préparation LBG (E410) implique le broyage de l'endosperme, une fois séparé des enveloppes (Brassesco et al., 2021). La séparation des différents constituants de la graine de caroube engendre un endosperme jaunâtre avec un haut rendement 46.04%, tandis que, la gomme purifiée obtenue est une poudre blanche, avec un rendement de 23.31% (Mekhoukhe et al., 2019).

Par ailleurs, **Lagha-Benamrouche et al. (2022)** ont obtenu les valeurs suivantes la gomme brute (39.44%) et la gomme pure (4.026%). Composé de galactose et mannose avec un rapport 1 : 3.1 - 1 : 3.9 (**Zhu et al., 2019**), le constituant principal est le galactomannane, qui représente 80% de la masse totale de l'endosperme, associé à des protéines et des impuretés lipidiques, qui contribuent aux 20% restants (**Brassesco, 2021**). Les protéines de LBG sont formées d'albumines et de globulines (32%) et le pourcentage restant est attribué aux glutelines (**Barak & Mudgil, 2014**). Les impuretés comprennent les cendres et les substances insolubles dans l'acide.

Le LBG raffiné de haute qualité exhibe une composition chimique similaire à LBG brute de qualité basse excepté pour la teneur en protéines qui est basse et qui n'excède pas 5-6%. En effet, le LBG brute de basse qualité a une teneur plus élevée en protéines oscillant entre 13.4-21.4% (**Laaraj et al., 2023**). **Verma et al. (2019)** expliquent que cette variation significative en protéines entre les deux types de LBG est attribuée à l'existence des protéines structurales et des enzymes en conjonction avec l'inclusion possible de germes de graines comme contaminants.

2.3. La composition chimique du germe

Appelé aussi embryon, le terme germe se réfère à la portion résiduelle et restante obtenue après extraction de la couche tégumentaire externe et la couche endospermique interne durant la séparation thermomécanique ou chimique. Il représente 33-50% du poids de la graine (**Siano et al., 2018**). Les protéines, les lipides et les polyphénols sont parmi les composants fonctionnels et nutritionnellement importants que l'on trouve dans les germes (**Siano et al., 2018 ; Basharat et al., 2023**).

Le germe a un profil nutritionnel hautement significatif (**Basharat et al., 2023**). Le germe contient une quantité considérable en protéine, comptant pour plus de 50% de son poids. De plus, la moitié de ces protéines sont hydrosolubles (**Mamone et al., 2019**).

La **FAO** et **OMS** ont révélé que le germe de caroube est riche en acides aminés essentiels tels que la lysine, leucine, thréonine, phénylalanine et en acides aminés banals tels que l'arginine et alanine. De plus, le germe a une faible concentration en acides aminés soufrés tels que la méthionine et cystéine et une concentration moyenne en acides aminés aromatiques tels que phénylalanine et tyrosine (**Mamone et al., 2019**).



Matériels et Méthodes

1. Matériel végétal

Les gousses de caroube utilisées dans cette recherche ont été récoltées à **Iferhounene**, située dans la wilaya de Tizi Ouzou. Ces gousses ont été cueillies en août 2024 et ont par la suite été stockées dans des sacs à une température ambiante, protégées de la lumière et de l'humidité jusqu'à leur emploi.

2. Préparation de la poudre de graine de caroube

Les gousses de caroube ont été sélectionnées aléatoirement, lavées, puis séchées naturellement au soleil. Elles ont ensuite été concassées, et les graines ont été séparées de la pulpe.

Par la suite, les graines ont été réduites en poudre à l'aide d'un moulin à café électrique, puis tamisées et conservées dans des boîtes en plastique, à l'abri de la lumière et de l'humidité, à température ambiante, jusqu'à leur analyse physicochimique, comme le montre **la figure 9**.

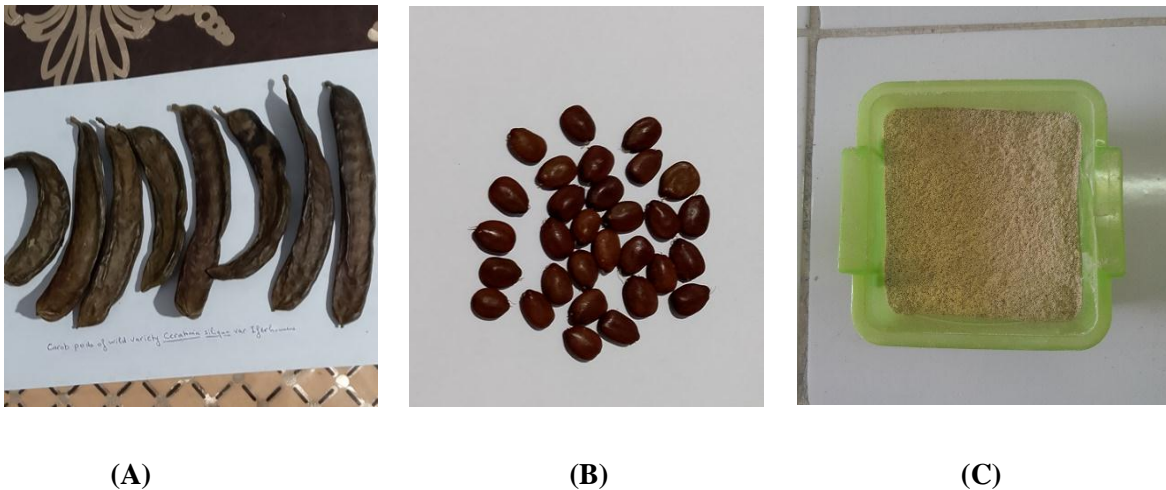


Figure. 9: préparation de la poudre de graines de caroube. (A). Les gousses de caroube ;(B). Les graines de caroube ; (C). La poudre de graines de caroube.

3. Caractérisations physicochimiques de la graine de caroube

3.1. Analyses quantitatives

3.1.1. Les métabolites primaires

3.1.1.1. Détermination de la matière sèche (Audigie et al.,1982)

Principe

L'échantillon est soumis à une dessiccation dans une étuve ajustée à 100°C, sous pression atmosphérique, jusqu'à ce qu'un poids stable soit atteint. Pour prévenir toute absorption d'humidité, il est recommandé de travailler avec des creusets en aluminium mis dans un dessiccateur.

Mode opératoire

- Mettre 5 g de poudre de graines de caroube trois creusets ;
- Placer les trois creusets dans une étuve réglée à 105°C jusqu'à avoir un poids constant ;
- Enlever les creusets de l'étuve, placez-les dans un dessiccateur, laissez-les refroidir, puis peser-les comme illustre **la figure 10**.

Expression des résultats

La teneur en eau (%) de la poudre végétale est donnée par la formule suivante :

$$\text{Teneur en eau (\%)} = [(p_1 - p_2) \div p_1] \times 100$$

P_1 : poids initial en (g) de la prise d'essai avant séchage.

P_2 : poids final en (g) de la prise d'essai après séchage.

A partir de la teneur en eau, on détermine le taux de la matière sèche qui est donnée par la formule suivante :

$$\text{Taux de matière sèche (\%)} = 100 - \text{Teneur en eau (\%)}$$

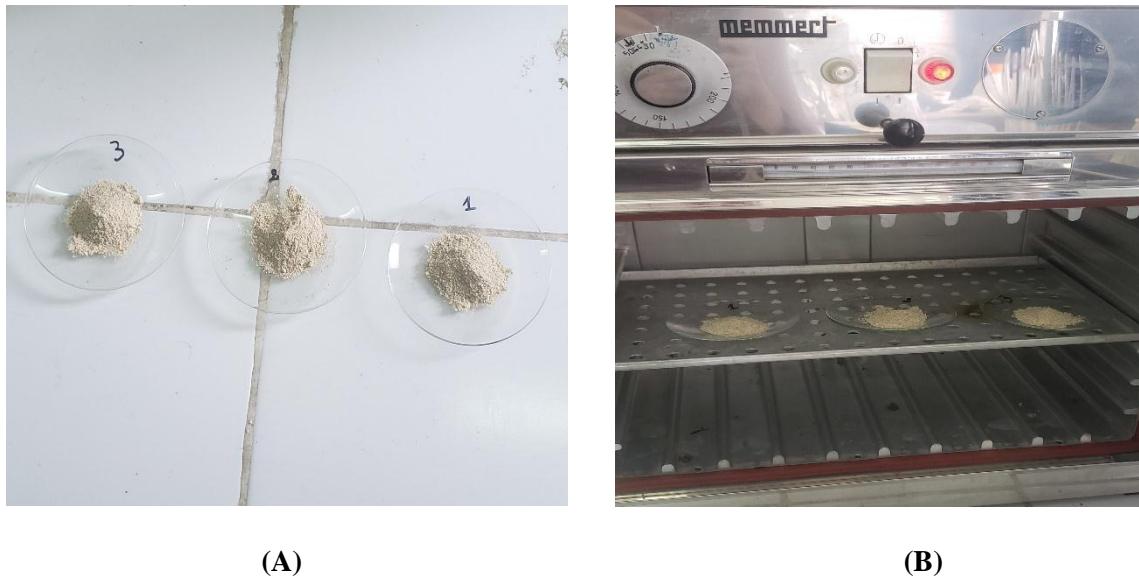


Figure. 10 : La détermination de la matière sèche. (A). La poudre de graines de caroube avant séchage, (B). Le séchage de la poudre de graines dans l'étuve.

3.1.1.2. Détermination de la teneur en cendres (Matière minérale) (Audigie et al., 1982)

Principe

La méthode implique la combustion de la poudre des graines caroube à l'intérieur d'un four à moufle, dans des creusets en porcelaine, à 550°C. Le processus se termine quand la couleur des résidus devient grisâtre, qui ensuite évolue en couleur blanche après refroidissement.

Mode opératoire

- Noter le poids M_0 des trois creusets en porcelaine ;
- Préincinérer les creusets vides pour prévenir le choc thermique.
- Mettre 5g de poudre de graines et noter le poids du creuset avec la prise d'essai M_1 ;
- Placez-les dans un four à moufle chauffé à 550°C pendant cinq heures ;
- A la fin de l'incinération, on mesure le poids des trois creusets contenant les cendres M_2 ;

La **figure 11** montre les phases de détermination du contenu en cendres.

Expression des résultats

Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$TC (\%) = [(M_2 - M_0) / (M_1 - M_0)] \times 100$$

TC : Taux de cendre en %.

M_0 : La masse du creuset vide en (g).

M_1 : La masse du creuset et l'échantillon avant incinération en (g).

M_2 : La masse de creuset et l'échantillon après incinération en (g).

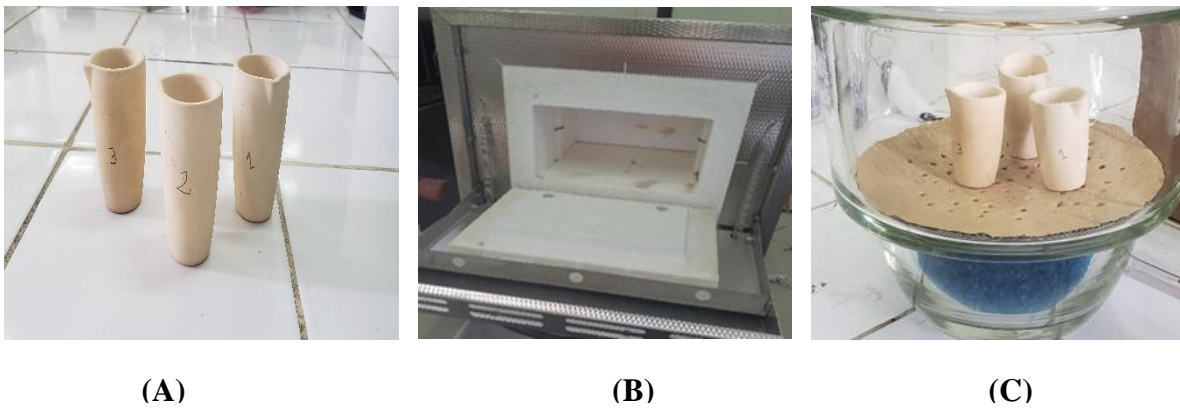


Figure . 11: L'incinération de la poudre de graines de caroube. (A). La préparation et la pesée des creusets en porcelaines, (B). L'incinération des trois creusets dans le four à moufle, (C). Les creusets après l'incinération dans le dessiccateur.

3.1.1.3. Détermination de la teneur en sucres totaux

Principe

La teneur en sucres totaux a été déterminée selon la méthode **Dubois et al. (1956)**. Cette technique repose sur le principe de déshydrater les sucres avec l'acide sulfurique concentré en furfural. On fait réagir ce dernier avec le phénol qui résulte la couleur jaune orangé caractéristique dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en oses.

Mode opératoire

On place successivement 0,2 g de poudre des graines de caroube dans trois tubes à essai. Ensuite, on ajoute 5 mL d'acide sulfurique (96%). On laisse réagir à température ambiante pendant 10 minutes. Puis, on rajoute 1 mL de phénol (5%). Pour déterminer la teneur en sucre, il faut élaborer une gamme étalon en préparant six solutions de glucose à concentrations croissantes (0-0,2-0,4-0,6-0,8-1 mg/mL), comme le montre **la figure 12**. Enfin, on lit la densité optique dans le spectrophotomètre à 490 nm.



(A)



(B)

Figure. 12: La détermination de la teneur en sucres totaux par spectrophotométrie. (A). Préparation de la gamme d'étalonnage ; (B). Lecteur au Spectrophotomètre.

3.1.1.4. Dosage des fibres alimentaires (ALIM et al., 2023)

Principe

Cette technique consiste en une hydrolyse acidobasique à chaud de la poudre de graine qui permet la dissolution du contenu cellulaire à l'exception des fibres alimentaires et les minéraux. Ensuite on procède au séchage et l'incinération la première est à base d'acide sulfurique (H_2SO_4) à 1,25% et l'autre à partir de l'hydroxyde de potassium (KOH) à 1,25%.

Mode opératoire

Dans un creuset, mettre 1g de poudre de caroube dans l'erlenmeyer, puis verser 150 mL d' H_2SO_4 à 1,25%. Chauffer à 40°C pendant 30 minutes. Puis, filtrer et laver le résidu trois fois avec 25 mL d'eau distillée pour se débarrasser de l'acide fort.

Placer le résidu obtenu dans un erlenmeyer et le traiter à chaud avec du KOH (1.25%). Filtrer et laver de la même façon que précédemment. Ensuite, sécher le résidu humide contenant les fibres et les minéraux dans une étuve à 100°C pendant une heure (1h) jusqu'à ce qu'ils

atteignent un poids stable (M_2). Enfin, incinérer le résidu sec dans un four à Moufle à 550°C pendant quatre heures (4h) jusqu'à ce que les résidus prennent une teinte blancheâtre et refroidir dans un dessiccateur et effectuez la pesée (M_3), comme illustre **la figure 13**.

Expression des résultats

La teneur des fibres brut est calculer par la formule présentée ci-dessous :

$$F (\%) = (M_2 - M_3) \times 100$$

F% : Pourcentage des fibres.

M_2 : poids de la poudre à la sortie de l'étuve.

M_3 : poids de la poudre à la sortie du four (fibres seulement).

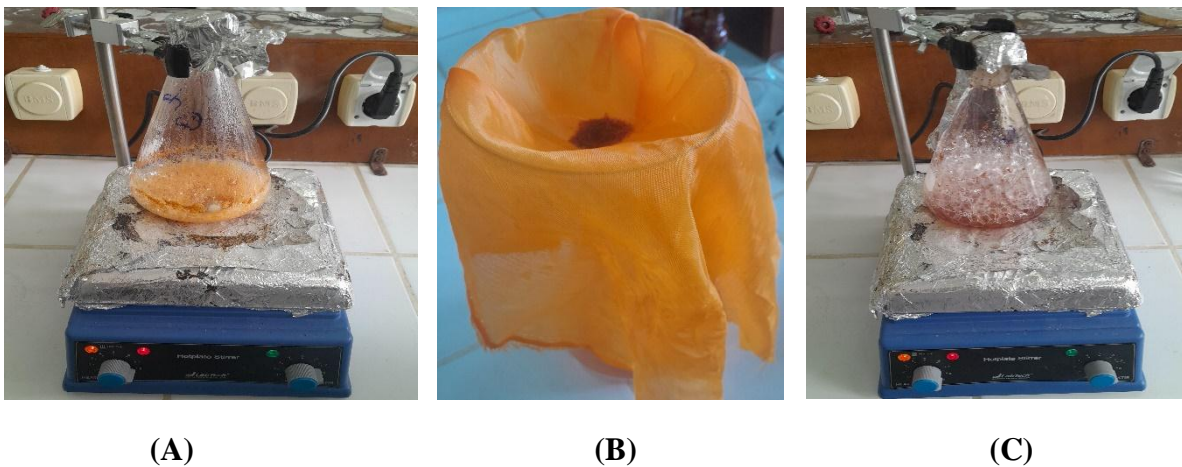


Figure. 13: Dosage des fibres alimentaires par hydrolyse acido-basique. (A). Hydrolyse acide, (B). Filtration, (C). Hydrolyse basique.

3.1.1.5. Détermination de la teneur en protéines (Lowry, 1951)

Principe

La méthode du biuret est une technique d'analyse des protéines qui se base sur la teinte bleu-violet visible en milieu alcalin entre les composés ayant deux ou plusieurs liaisons peptidiques -CO-NH- (comme le biuret NH₂-CO-NH-CO-NH₂), incluant les peptides et les protéines, ions de cuivre, acides aminés aromatiques et Folin-Ciocalteu. La méthode est très sensible.

Mode opératoire

On prépare d'abord les réactifs A, B et C.

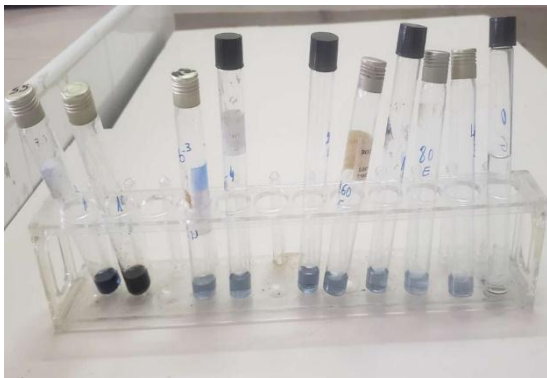
- Réactif A : Na_2CO_3 à 2% dans du NaOH à 0,1N ;
- Réactif B : Sulfate de cuivre penta hydrate à 0,5% dans du tartre de K et de Na à 1% ;
- Réactif C : 50 ml de réactif A+1 ml de réactif B ;
- Réactif D : Folin dilué de moitié ;
- Extrait salin de farine de caroube (1 g est dilué dans 100 ml d'une solution de NaCl à 2% utiliser le filtrat obtenu par papier filtre) ;
- Solution mère de BSA (Sérum Albumine Bovine) ;
- Préparer une gamme étalon de différentes concentration (0- 40-80-120-160-200 $\mu\text{g/ml}$), comme révèle la **figure 14** ;

Utiliser la formule suivante : $C1V1=C2V2$ à cet effet

Pour chaque tube à essai (l'échantillon et la gamme étalon), on prélève 0,2 ml, puis on ajoute 1 ml du réactif C et on agite. Ensuite, on incorpore 0,1 ml du réactif D et on mélange à nouveau avant d'incuber à l'obscurité pendant 30 minutes. Pour terminer, l'absorbance est déterminée à l'aide d'un spectrophotomètre réglé sur 750 nm.

Le témoin contenant le réactif sans protéine. Tracer la courbe d'étalon DO en fonction de la conception, la courbe doit être une droite ;

La DO des échantillons (en double essais) sera projetée sur celle-ci puis sur l'axe des abscisses c'est-à-dire des concentrations en pourcentages (%) afin de déduire les concentrations inconnues.



(A)



(B)

Figure. 14: La détermination de la teneur en protéines. (A). Préparation de la gamme d'étalonnage ; (B). Lecteur au spectrophotomètre.

3.1.2. Métabolites secondaires

3.1.2.1. Techniques d'extractions (Fadel et al., 2011)

Pour isoler les composés phénoliques, nous avons opté pour une technique d'extraction solide-liquide qui dure 24 heures. Cette technique implique de laisser reposer la poudre des graines de caroube est mise en contact prolongé avec un solvant, à savoir (50 mL d'acétone), afin d'obtenir un extrait sec de 0,43 g à partir de 1 g de la poudre de graines.

Suite à la filtration des macérats, les filtrats obtenus sont soumis à une évaporation de la phase acétonique à une température de 100°C dans un bain-marie.

3.1.2.2. Dosage des polyphénols totaux (méthode de Folin-Ciocalteu)

Principe

La détermination de la teneur en polyphénols a été réalisée en utilisant le réactif colorimétrique Folin Ciocalteu, conformément à la méthode de **Singleton et al. (1999)**. Ce réactif constitué de l'acide phosphotungstique et phosphomolybdique qui oxydent tous les composés phénoliques qui engendre une coloration bleue. Ce complexe a une absorbance maximale à 760 nm et l'intensité de la couleur est directement proportionnelle avec la teneur en polyphénols présents dans la farine de graines de caroube.

Mode opératoire

- ✓ On dissout 0,43 g de l'extrait sec dans 3 mL d'eau distillée. Cette solution est à une dilution de 10^{-1} .
- ✓ On prélève 40 μ L de la solution 10^{-1} , puis on ajoute 3,16 mL d'eau distillée, 0,2 mL du Folin Ciocalteu et 0,6 mL de Na_2CO_3 7,5 %.
- ✓ On laisse agir à température ambiante et à obscurité durant 1 heure.

L'absorbance est mesurée en utilisant un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 nm. Ensuite, une courbe d'étalonnage est réalisée à l'aide d'acide gallique à diverses concentrations (0-25-50-100-250-500 mg/L).

L'expression de la concentration totale de polyphénols se fait en milligrammes d'équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait sec.

Expression des résultats

On détermine la teneur totale en polyphénols en se basant sur l'équation de régression établie à partir de la gamme d'étalonnage utilisant l'acide gallique (AG). Elle est indiquée en milligrammes d'EAG par gramme.

MS conformément à l'équation ci-dessous :

$$T_{pt} = C \times V / M$$

T_{pt} : Teneur en polyphénols totaux (mg EAG/g MS).

C : Concentration de l'extrait équivalent à l'acide gallique, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (mg/mL).

V : Volume de l'extrait (mL).

M : Poids sec de l'extrait de la graine (g).



Figure. 15: dosage des polyphénols totaux.

4. Détermination du PH

Principe

La mesure du pH se fait par la méthode conventionnelle en se servant d'un pH-mètre calibré avec deux solutions de référence, pH_4 et pH_7 selon **Lapointe Vignola, 2002**.

Mode opératoire

- ✓ Deux solutions ont été préparées avec des masses différentes de poudre de graine de caroube. Solution 1 : Dissoudre 1g g de poudre de graine de caroube dans 100 mL d'eau distillée.
- ✓ Solution 2 : Dissoudre 2g de poudre de graine de caroube dans 100 mL d'eau distillée.
- ✓ Mettre l'électrode du pH-mètre dans les mélanges, comme l'indique **la figure 16**, il faut lire la valeur directement sur le pH-mètre.

5. Détermination de l'acidité titrable

Principe

La détermination de l'acidité titrable s'effectue par titrage au moyen de l'hydroxyde de sodium NaOH 0,1 N, qui vise à quantifier la concentration d'acide dans la solution (**Lapointe Vignola, 2002**).

Mode opératoire

- ✓ Versez 10 mL de la solution de graine de caroube dans un bécher de 50 mL.
- ✓ Ajouter 4 gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine) à la préparation.
- ✓ Chargez la burette graduée avec la solution titrante (hydroxyde de sodium NaOH 0,1 N).
- ✓ Effectuez la titration progressivement goutte à goutte tout en remuant manuellement jusqu'à que la solution devient rose, c'est le point d'équivalence (pH=8,2). Consignez le volume de la solution titrante ajouté à l'échantillon (V), comme démontré par la figure 16.

Expression des résultats

L'acidité titrable est donnée par la relation suivante :

$$AT\% = [N \times V \times Eqwt / W \times 1000] \times 100$$

AT : Acidité titrable en %.

N : normalité de la solution titrante exprimée en (N ou mEq / mL).

V : volume de la solution titrante exprimée en (mL).

Eqwt : équivalent poids de l'acide prédominant exprimée en (mg /mEq) = 0,06404.

W : poids de l'échantillon exprimé en (g).



Figure. 16: Détermination du pH.

6. Extraction de la gomme

- Une masse de 1,00 g de poudre de graines de caroube a été pesée à l'aide d'une balance de précision ;
- La poudre a été introduite dans un erlenmeyer de 250 mL ;
- Ensuite, la gomme a été extraite avec 197 mL d'eau distillée chauffée à 97°C pendant 38 minutes.
- Filtrer la solution aqueuse qui contient la gomme extraite ;
- Faire précipiter la gomme extraite avec un volume en excès d'éthanol ;
- Enfin sécher la gomme fibreuse blanche dans l'étuve réglée à 30 °C overnight.

Expression des résultats

Le rendement d'extraction est calculé en utilisant la relation ci-dessous :

$$RE = GS \times 100$$

RE : le rendement d'extraction

GS : gomme sèche



(A)

(B)

(C)

Figure. 17: l'extraction de la gomme. (A). Le filtrat de la gomme extraite. (B). La gomme après séchage dans l'étuve. (C). La gomme sèche.

7. Analyses qualitatives « screening phytochimique »

Le screening phytochimique se réfère à une méthode de « criblage », c'est-à-dire l'exploration systématique des molécules naturelles présentes dans le produit alimentaire. L'identification des principaux groupes chimiques se fait par une analyse phytochimique basée sur des tests de coloration caractéristiques, pour se faire, divers types de réactifs ont été employés, comme montrent **les figures 18, 19, 20, 21, 22.**

7.1. Test des flavonoïdes et des polyphénols

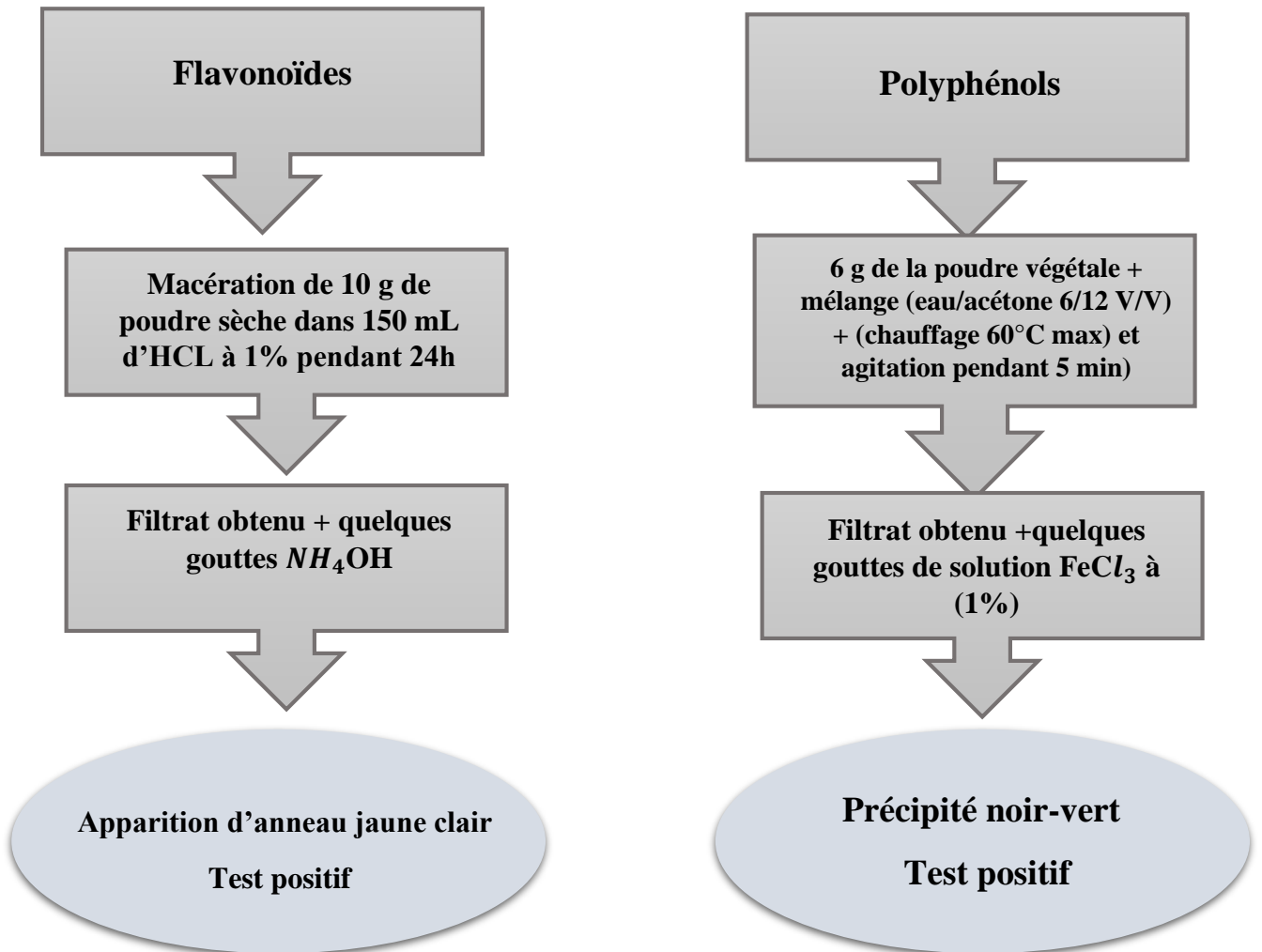
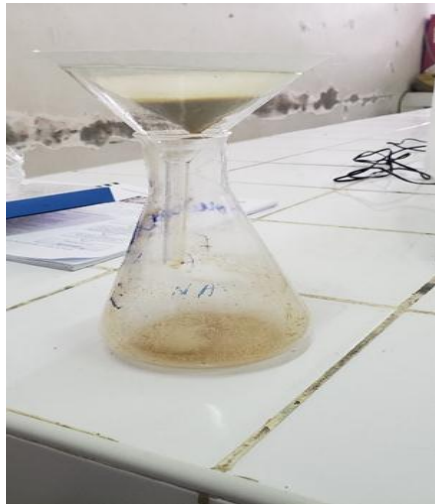


Figure. 18: Recherche des polyphénols et les flavonoïdes dans la poudre de caroube.

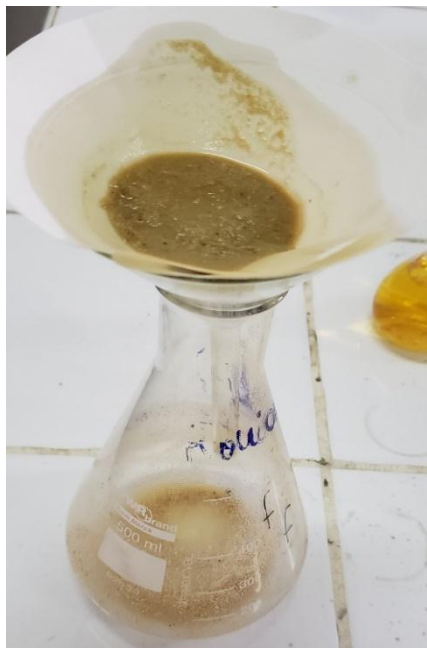


(A)



(B)

Figure. 19: L'analyse qualitative des flavonoïdes. (A). Le filtrat avant l'ajout de trichlorure d'aluminium ; (B). Le filtrat après l'ajout de trichlorure d'aluminium.



(A)



(B)

Figure. 20: L'analyse qualitative des polyphenols. (A). Le filtrat avant l'ajout de quelques gouttes de solution FeCl_3 a (1%), (B). Le filtrat après l'ajout quelques gouttes de solution FeCl_3 a (1%).

7.2. Test des tanins

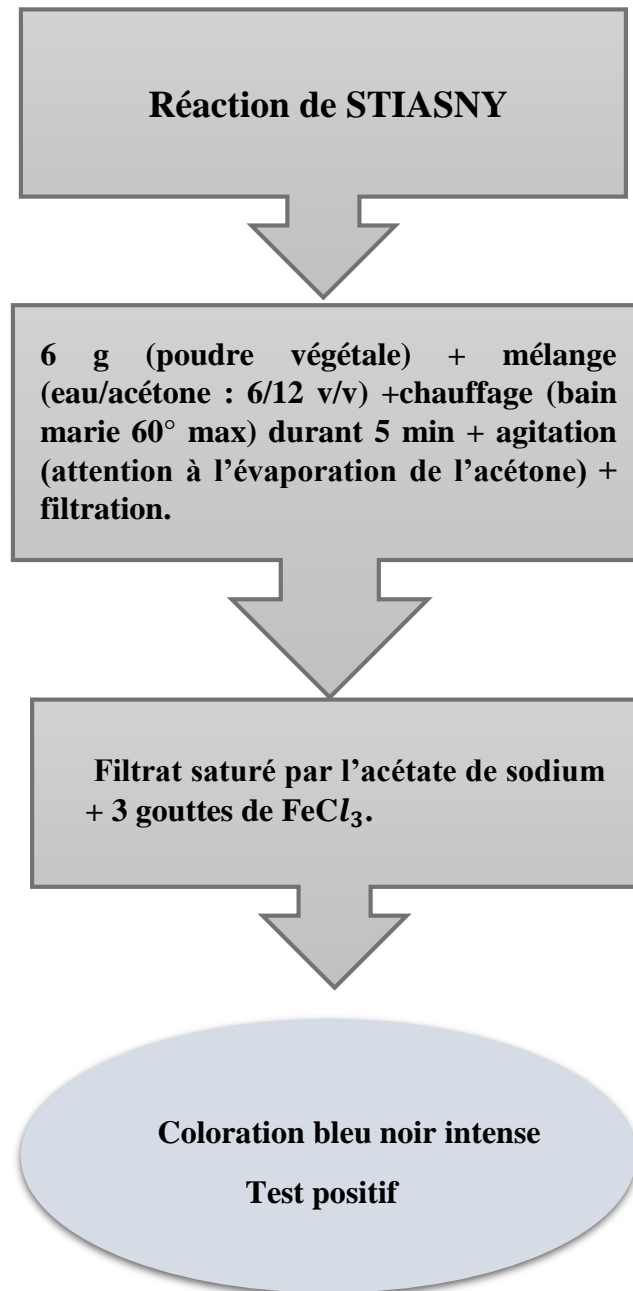


Figure. 21: Recherche des tanins dans la poudre de graines.



(A)

(B)

Figure. 22: L'analyse qualitative des tanins. (A). Le filtrat avant l'ajout de l'acétate de sodium, (B). Le filtrat après saturation par l'acétate de sodium + 3 gouttes de FeCl_3 .



Résultats et Discussions

1. Résultats des analyses physicochimiques de la farine de graines de caroube

Le **tableau 3** détaille l'analyse compositionnelle de la farine de graines de caroube en termes de métabolites primaires.

Tableau 3: Composition chimique de la poudre de graines de caroube en métabolites primaires.

Métabolites primaires	Teneurs en %
Taux d'humidité	10%
Taux de matière sèche	90%
Taux de cendres	3,4%
Taux de sucre totaux	27,5%
Taux de fibres brutes	58%
Teneur en protéines	21,5%

Le **tableau 4** détaille l'analyse compositionnelle de la farine de graines de caroube en termes de métabolites secondaires.

Tableau 4: Composition chimique de la poudre de graines de caroube en métabolites secondaires.

Métabolites secondaires et paramètres physico-chimiques.	Teneurs
Taux de polyphénols (mg EAG/g MS)	25,5
PH (1% et 2% poudre de caroube)	$PH_1 = 6,42 / PH_2 = 6,30$
Acidité titrable (1% et 2% poudre de caroube) (%)	$AT_1 = 0,0011 / AT_2 = 0,0015$
La gomme (%)	27

Les résultats montrent que le taux d'humidité est de 10%, ce qui correspond à une teneur en matière sèche de 90%. Notre résultat 10% est plus bas que celui rapporté par **Fadel et al. (2020)** qui ont obtenu une teneur en eau 12,45% et la valeur que l'on a obtenue est nettement supérieure à celle enregistrée par **Higazy et al. (2018)** qui ont obtenu une teneur en humidité de 8.42 ± 0.45 . Il y a une différence entre les graines de la variété Iferhounene, les variétés marocaines et les variétés égyptiennes en termes de la teneur en eau. Cette variation est due principalement aux différences entre les cultivars, la durée de maturation, les précipitations, l'humidité, d'autres

conditions environnementales, ainsi que le temps de récolte et de stockage (**Iipumbu et al., 2008**).

Le tableau 3 révèle que les graines de la variété Iferhounene ont une teneur en cendres de 3.40%, qui concorde avec les résultats de (**calixto et canellas ; 1982 ; Avallone et al., 1997 ; Youssif et Al Ghazawi, 2000 ; Ayaz et al., 2007 ; Ozcan et al., 2007 ; Oziyci et al., 2014**) et qui ont obtenu respectivement [1-6%] et $3.47 \pm 0.21\%$. Par ailleurs, notre résultat ne concorde pas avec les valeurs de la variété turque greffée rapportée par (**Oziyci et al., 2014**) et par (**Higazy et al., 2018**), qui ont enregistré une valeur de $3.85 \pm 1.38\%$ et $5.82 \pm 0.03\%$ respectivement. Il y a une similarité entre la variété Iferhounene et les variétés espagnole, italienne, jordanienne, libanaise et turque spontanée et il existe une différence entre la variété algérienne et la variété turque et égyptienne greffées en termes de la teneur en sels minéraux.

Cette similitude peut être expliquée par la ressemblance génétique entre la variété algérienne spontanée et les variétés européennes et moyen-orientales spontanées. Néanmoins, la différence est due la différence dans la distribution géographique, effet variétal, les conditions édaphiques et le microclimat (**Peterson et al., 2006**).

Les minéraux sont des micronutriments essentiels dont l'organisme a besoin en petites quantités. Ils sont importants pour de nombreuses fonctions du corps et pour garder un bon équilibre interne. On les trouve dans l'alimentation (**Loullis & Pinakoulaki, 2018**). D'après **Ayaz et al. (2007)**, il existe quatre minéraux principaux (calcium, phosphore, potassium et magnésium) et quatre oligo-éléments en très petites quantités (fer, cuivre, manganèse et zinc).

Le tableau 3 montre que la teneur de la farine des graines en fibres alimentaires totaux sont de 58% et qui est en désaccord avec les valeurs rapportée par (**Avallone et al., 1997 ; Youssif et Al Ghazawi, 2000 ; Ayaz et al., 2007 ; Ozcan et al., 2007**) et (**Higazy et al., 2018**), qui ont enregistré respectivement 11% et $66.92 \pm 0.04\%$. Il y a une différence entre la variété Iferhounene et les variétés italienne, jordanienne, libanaise, turque et égyptienne en termes de la teneur des graines de caroube en fibres totaux. Cette différence est due essentiellement à la différence génétique, l'origine géographique, cultivar, les conditions climatiques et la composition chimique du sol (**Battle et Tous, 1997 ; Biner et al., 2007 ; Sidina et al., 2009**).

Le tableau 3 montre que la teneur en sucres totaux de la farine des graines de caroube est 27,5%. Ce résultat est nettement supérieur au résultat de (**El Kahkahi et al. 2016**) et (**Fadel et al., 2020**) qui ont trouvé respectivement : ST = [19,23% – 25,17%], 5.2 % et $6,635 \pm 1,838\%$. Il

Il y a une différence entre les graines de la variété Iferhounene et les variétés marocaines. Celle-ci est due à la différence entre les cultivars, l'origine géographique, le stade de maturité du fruit, la durée de l'ensoleillement, l'intensité lumineuse et les conditions édaphoclimatiques (**Ayaz et al., 2007**). De manière générale, les cultivars de caroube domestiqués présentent une teneur en sucre supérieure à celle des variétés sauvages (**Turhan, 2013**).

Les résultats de l'analyse des taux de protéines dans la poudre de la graine de caroube indiquent une teneur 21,59 %. Ces valeurs ne concordent pas avec les résultats de (**Vardar et al., 1972 ; El-Shatnawi et Ereifej, 2001**), (**Avallone et al., 1997**) et (**Laaraj et al., 2023**) qui ont obtenu respectivement : 13.02-16.17%, 1% et 3.71-4.86 %. Il existe une différence significative entre les variétés algériennes, italiennes et égyptiennes en termes de teneur des graines en protéines. Ce résultat s'explique par la différence dans la distribution géographique, effet variétal, le génotype, les facteurs environnementaux, les pratiques culturelles, la teneur du sol en azote minéral, la rusticité de la variété, l'efficacité de fixation de l'azote minéral et sa transformation en protéines par les nitrosomonas et les Nitrobacters qui vivent en symbiose dans les nodosités racinaires.

La teneur en polyphénols totaux des graines de *Ceratonia siliqua* var Iferhounene est de 25,5 mg EAG / g MS, qui est conforme avec la valeur enregistrée par (**Higazy et al., 2018**) et n'est pas en accord avec la valeur obtenue par (**Avallone et al., 1997**) qui ont rapporté respectivement les teneurs suivantes : 19.5-40 et 0,66 mg EAG/ g MS. la concentration en polyphénols dans la caroube est fortement influencée par des facteurs génétiques environnementaux et pratiques agricoles. Par ailleurs, la méthode d'extraction utilisée joue un rôle déterminant, affectant significativement à la fois la teneur en polyphénols et leur profil chimique (**Loullis et Pinakoulaki, 2018**).

D'après nos résultats le potentiel hydrogène de la solution de la poudre des graines de caroube 1% et 2% sont respectivement : 6,42 et 6,30. Les pH des deux solutions sont acides, ce qui s'explique par le fait que la poudre des graines de caroube est riche en acides phénoliques et en acides organiques et en acides aminés acides tels que : acide chlorogénique, acide férulique, acide gallique, acide gentisique, acide syringique, acide aspartique et acide glutamique. (**Custodio et al, 2011 ; Owen et al, 2003 ; Roseiro et al, 2013 ; Papagiannopoulos et al, 2004 ; Custodio et al, 2011 ; Mamone et al, 2019**).

L'acidité titrable nous renseigne sur la concentration totale en acides. D'après les résultats du **tableau 4**, on constate que l'acidité de poudre de graines est estimée AT1= 0,0011%, AT2=

0,0015 % est légèrement supérieur à 0, ce qui indique la présence des acides phénoliques et des acides organiques qui confèrent de l'acidité à la solution de la poudre de caroube comme le révèle (Cavdarova et al.,2014). On remarque que le pH diminue et l'acidité titrable augmente avec le taux d'incorporation de la poudre de graines de caroube dans l'eau distillée.

Le rendement d'extraction de la gomme de caroube brute obtenu dans notre étude est de 27%, il s'agit d'un taux d'extraction très intéressant. Cependant, la gomme que l'on a obtenu une couleur jaune brunâtre et contient beaucoup d'impuretés de nature protéique et lipidique. On suggère de séparer l'endosperme des germes et des téguments, broyer l'endosperme et procéder à l'extraction aqueuse de cette gomme pour avoir un taux d'extraction qui frôlerait les 80%.

2. Résultats du screening phytochimique effectué sur la poudre de graines de caroube

Tableau 5: Résultats du screening phytochimique effectué sur la poudre de graines de caroube.

Paramètres phytochimiques	Résultat du test
Tanins	(+++)
Polyphénols	(+++)
Flavonoïdes	(+++)

Le screening phytochimique nous a permis de mettre en évidence la présence de métabolites secondaires au niveau de la poudre de graines de caroube, qui sont : Les tanins, les polyphénols et les flavonoïdes.

L'analyse phytochimique de la poudre des graines *Ceratonia siliqua* L. var Iferhounene est essentielle, car elle permet d'identifier les composants actifs à l'origine de ses propriétés biologiques.

Les graines de caroube sont riches en polyphénols, en tannins et en flavonoïdes, sachant que ces trois métabolites secondaires se concentrent dans les téguments (Farvin et al., 2012). Lakkab et al., (2022) ont montré que les polyphénols, les tannins et les flavonoïdes qui se trouvent dans les graines de caroube ont une activité antioxydante.



Conclusion

La valorisation des gousses et les graines de caroube en Algérie est encore en son état embryonnaire et la caroube n'a pas encore eu la place qu'il mérite au niveau des industries malgré les retombées économiques et les valeurs thérapeutiques et nutritionnelles qu'il peut avoir.

Les graines de caroube représentent la partie la plus précieuse du fruit du caroubier du fait qu'elles contiennent des composés d'intérêt nutritionnel et industriel, ces composés confèrent aux graines des propriétés épaississantes et stabilisantes très utilisés dans divers domaines comme l'agroalimentaire.

Notre travail avait comme objectif d'analyser les propriétés physico-chimiques des graines de caroube de *Ceratonia siliqua* var *Iferhounene* afin d'évaluer leur potentiel d'exploitation. Les résultats obtenus confirment la richesse de ces graines en éléments valorisables, ce qui ouvre la voie à une meilleure valorisation de cette ressource naturelle.

Les métabolites primaires de la poudre de graines de caroube révèlent une richesse en fibre alimentaire 58%, en sucres totaux 27.5%, en protéines 21.5% et un taux de cendre qui est de l'ordre de 3.4%.

Par ailleurs en termes de métabolites secondaires on a constaté que la poudre de graines de caroube est riche en polyphénols totaux 25 mg EAG/g MS et pH estimé à 6,30/6.40 avec une acidité totale de 0.0011%/0.0015%. De plus, les graines de caroube sont une principale source de gommages alimentaires avec un taux d'extraction de 27%, sachant que 2/3 de ces gommages sont concentrées dans l'endosperme.

Ce travail a permis de mettre en évidence les principales caractéristiques physico-chimiques des graines de caroube, confirmant leur richesse en nutriments (sucres, protéines), composés bioactifs (polyphénols) et fonctionnels (fibres, gommages alimentaires) et leur potentiel valorisable.

Les graines de caroube de *Ceratonia siliqua* var *Iferhounene* peuvent être utilisées pour produire des farines de téguments riches en polyphénols, de farines de germes riches en protéines, et qui servent dans l'alimentation des animaux d'élevage. Quant à l'endosperme des graines de caroube, il représente 60% du poids de la graine et il a un potentiel prometteur et sans égal dans les industries agroalimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques. Le glucomannane qu'on extrait à partir de l'endosperme des graines de caroube peut être utilisé comme additif naturel : émulsifiant, stabilisant et gélifiant dans la préparation d'une large

gamme de produits alimentaires et comme ingrédient dans les systèmes de délivrances ciblées de substances pharmaceutiques.

Dans une perspective future, il serait intéressant d'envisager :

Étudier les propriétés biologiques des extraits (antioxydantes, antimicrobiennes).

Explorer leur incorporation dans des formulations alimentaires innovantes afin d'évaluer leur impact sur la qualité nutritionnelle et sensorielle des produit finis.

Explorer des applications industrielles dans les domaines agroalimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques.



***Références
bibliographiques***

Références bibliographiques

Audigie C.L and Dupont G., (1982). Principes des méthodes d'analyses biochimiques, Paris, pp. 566-567.

Albanell, E. (1990). Caracterización morfológica, composición química y valor nutritivo de distintas variedades de garrofa (*Ceratonia siliqua* L.) cultivadas en España (Thèse de doctorat). Université de Barcelone, Espagne, 209 p.

Aafi, A. (1996). Note technique sur le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.). Centre National de la Recherche Forestière, Rabat (Maroc), 10 p.

Avallone, R., Plessi, M., Baraldi, M., & Monzani, A. (1997). Determination of chemical composition of carob (*Ceratonia siliqua*): Protein, fat, carbohydrates, and tannins. *Journal of Food Composition and Analysis*, 10, 166–172.

Ait Chitt, M., Belmir, H., & Lazrak, A. (2007). Production de plants sélectionnés et greffes de caroubier. In *Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA MAPM/DERD* (n° 153), 1–4.

Ayaz, F. A., Torun, H., Ayaz, S., Correia, P. J., Alaiz, M., Sanz, C., Grúz, J., Valentová, K., Ulrichová, J., & Strnad, M. (2007). Determination of chemical composition of Anatolian carob pod (*Ceratonia siliqua* L.): Sugars, amino and organic acids, minerals and phenolic compounds. *Journal of Food Quality*, 30(6), 1040–1055. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4557.2007.00172.x>.

Ayaz, F. A., Torun, H., Glew, R. H., Bak, Z. D., Chuang, L. T., Presley, J. M., & Andrews, R. (2009). Nutrient content of carob pod (*Ceratonia siliqua* L.) flour prepared commercially and domestically. *Plant Foods for Human Nutrition*, 64, 286–292.

Almanasrah, M., Roseiro, L. B., Bogel- Lukasik, R., Carvalheiro, F., Brazinha, C., Crespo, J., Kallioinen, M., Mänttari, M., & Duarte, L. C. (2015). Selective recovery of phenolic compounds and carbohydrates from carob kibbles using water- based extraction. *Industrial Crops and Products*, 70, 443–450. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.02.051>.

Amrani, A., Bouakline, H., Elkabous, M., Brahmi, M., Karzazi, Y., El Bachiri, A., & Tahani, A. (2023). *Ceratonia siliqua* L. seeds extract experimental analysis and simulation study. *Materials Today: Proceedings*, 72, 3705–3711.

<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.09.127>

ALIM, N., KHANOUS, Z. (2023). Production et appréciation de la qualité alimentaire de poudre de la caroube (Doctoral dissertation, Université Ibn Khaldoun).

Battle, I., & Tous, J. (1997). Carob tree. *Ceratonia siliqua* L.: Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops (n° 17). Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Gatersleben / International Plant Genetic Resources Institute.

Biner, B., Gubbuk, H., Karhan, M., Aksu, M., & Pekmezci, M. (2007). Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey. *Food Chemistry*, 100, 1453–1455.

Bouzouita, N., Khaldi, A., Zgoulli, S., Chebil, L., Chekki, R., Chaabouni, M. M., & Thonart, P. (2007). The analysis of crude and purified locust bean gum: A comparison of samples from different carob tree populations in Tunisia. *Food Chemistry*, 101, 1508–1515.

Bengoechea, C., Romero, A., Villanueva, A., Moreno, G., Alaiz, M., Millán, F., Guerrero, A., & Puppo, M. C. (2008). Composition and structure of carob (*Ceratonia siliqua* L.) germ proteins. *Food Chemistry*, 107, 675–683.

Benamer Benmahioul, & Kaid- Harche, M. (2011). Le caroubier, une espèce méditerranéenne à usages multiples. Université Abou Bekr Belkaid de Tlemcen.

Barak, S., & Mudgil, D. (2014). Locust bean gum: Processing, properties and food applications – A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 66, 74–80.

Boublenza, I., El Haitoum, A., Ghezlaoui, S., Mahdad, M., Vasai, F., & Chemat, F. (2019). Algerian carob (*Ceratonia siliqua* L.) populations: Morphological and chemical variability of their fruits and seeds. *Scientia Horticulturae*, 256, Article 108537.

Bouazizi, A., Zidi, I., & Mnif, W. (2020). La gomme de caroube : trésor industriel ? École Supérieure des Sciences et des Techniques de Santé de Sousse.

Brassesco, M. E., Brandão, T. R. S., Silva, C. L. M., & Pintado, M. (2021). Carob bean (*Ceratonia siliqua* L.): A new perspective for functional food. Universidade Católica Portuguesa, CBQF.

Basharat, Z., Afzaal, M., Saeed, F., Islam, F., Hussain, M., Ikram, A., Pervaiz, M. U., & Awuchi, C. G. (2023). Nutritional and functional profile of carob bean (*Ceratonia siliqua*): A comprehensive review. *International Journal of Food Properties*, 26(1), 389–413.
<https://doi.org/10.1080/10942912.2022.2164590>

Calixto, F.S., Canellas, J., (1982). Components of nutritional interest in carob pods *Ceratonia siliqua*. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 33, 1319–1323.

Custodio, L., Escapa, A. L., Fernandes, E., Fajardo, A., Aligue, R., Albericio, F., Neng, N., Nogueira, J. M. F., & Romano, A. (2011). Phytochemical profile, antioxidant and cytotoxic activities of the carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) germ flour extracts. *Plant Foods for Human Nutrition*, 66, 78–84.

Custodio, L., Fernandes, E., Escapa, A. L., Fajardo, A., Aligue, R., Albericio, F., Neng, N. R., Nogueira, J. M., & Romano, A. (2011). Antioxidant and cytotoxic activities of carob tree fruit pulps are strongly influenced by gender and cultivar. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59, 7005–7012.

Cavdarova, M., & Makris, D. P. (2014). Extraction kinetics of phenolics from carob (*Ceratonia siliqua* L.) kibbles using environmentally benign solvents. *Waste and Biomass Valorization*, 5(5), 773–779.

Dubois, M., Gilles, K. A., Hamilton, J. K., Rebers, P. T., & Smith, F. (1956). Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*, 28(3), 350–356.

Dakia, P. A., Wathelet, B., & Paquot, M. (2007). Isolation and chemical evaluation of carob (*Ceratonia siliqua* L.) seed germ. *Food Chemistry*, 102(4), 1368–1374. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.05.059>.

DSA de Tlemcen, (2009). Direction des services agricole de la wilaya de Tlemcen.

Dakia, P., Combo, M., Yapo, B., Brou, D., & Paquot, M. (2017). Carob (*Ceratonia siliqua* L.) seed tegument separation and analysis: Comparison with locust bean gum hot-water-insoluble residue monosaccharide composition. *International Journal of New Technology and Research*, 3(11), Article 263203.

Evreinoff, V. A. (1947). Le caroubier ou *Ceratonia siliqua* L. *Revue de Botanique Appliquée*, 389–401.

El-Shatnawi, M. K. J., & Ereifej, K. I. (2001). Chemical composition and livestock ingestion of carob (*Ceratonia siliqua* L.) seeds. *Journal of Range Management*, 54, 669–673.

El Kahkahi, R., Moustaine, M., Mouhajir, A., Bachir, S., Lemrhari, A., Zouhair, R., & Errakhi, R. (2016). Technical sheet on the culture carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) in Morocco.

- Folch, I., & Guillén, R. (1981).** La vegetació dels Països Catalans. Edicions Keter, Barcelone.
- Farvin, K. H. S., Grejsen, H. D., & Jacobsen, C. (2012).** Potato peel extract as a natural antioxidant in chilled storage of minced horse mackerel (*Trachurus trachurus*): Effect on lipid and protein oxidation. *Food Chemistry*, 131(3), 843–851.
- FAO. (2013).** FAOSTAT [Base de données]. FAO.
- Fidan, H., & Sapundzhieva, T. (2015).** Mineral composition of pods, seeds and flour of grafted carob (*Ceratonia siliqua* L.) fruits. *Scientia Bulletin. Series F. Biotechnologies*, 14.
- FAO. (2017).** FAOSTAT [Base de données]. FAO.
- FAO. (2019).** FAOSTAT [Base de données]. FAO.
- Fadel, F., El Mehrach, K., Chebli, B., Fahmi, F., El Hafa, M., Amri, O., ... Tahrouch, S. (2020).** Morphometric and physicochemical characteristics of carob pods in three geographical regions of Morocco. *SN Applied Sciences*, 2(12), Article 2173. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03963-w>.
- Fidan, H., Stankov, N., Petkova, K., ... (2020).** Evaluation of chemical composition, antioxidant potential and functional properties of carob (*Ceratonia siliqua* L.) seeds. *Journal of Food Science and Technology*, 57(7), 2404–2413.
- FAO. (2023).** Production of locust beans (carobs): Top 10 producers. FAO.
- Gharnit, N. (2003).** Caractérisation et essai de régénération in vivo du caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) originaire de la province de Chefchaouen (Thèse de doctorat). Université Abdelmalek Essaadi, Tanger.
- Hillcoat, D., Lewis, G., & Verdcourt, B. (1980).** A new species of *Ceratonia* (Leguminosae–Caesalpinioideae) from Arabia and the Somali Republic. *Kew Bulletin*, 35(2), 261–271.
- Higazy, M. M. E., El-Derfrawy, A. A. M., Shaltout, O. E., & Abou El-Yazeed, A. M. (2018).** Nutriments des poudres de caroube et de graines et leur application dans certains produits alimentaires. *Journal of Advanced Agricultural Research (Faculty of Agriculture, Saba Basha)*, 23(1), 2018.
- Ilahi, I., & Vardar, Y. (1976).** Studies in Turkish carob (*Ceratonia siliqua* L.). IV. Acidic auxin-like and inhibitory substances in fruit morphogenesis. *Planta*, 129, 105–108.

Kumazawa, S., Taniguchi, M., Suzuki, Y., Shimura, M., Kwon, M. S., & Nakayama, T. (2002). Antioxidant activity of polyphenols in carob pods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(2), 373–377.

Konaté, I., Filali- Maltouf, A., & Berraho, B. (2007). Diversity analysis of Moroccan carob (*Ceratonia siliqua* L.) accessions using phenotypic traits and markers. *Acta Botanica Malacitana*, 32, 79–90.

Lowry O.H., Rosenbrough N.J., Farr A.L., Randall R.I. (1951). Protein measurement with Folin phenol reagent. *Journal Biol Chem.* 193: 265-275.

Lapointe-Vignola, C. (2002). Science et technologie du lait : transformation du lait. Presses inter Polytechnique.

Iipumbu, L., Sigge, G. O., & Britz, T. J. (2008). Compositional analysis of locally cultivated carob (*Ceratonia siliqua*) cultivars and development of nutritional food products for a range of market sectors (Rapport de recherche). Université de Stellenbosch.

Loullis, A., & Pinakoulaki, E. (2018). Carob as cocoa substitute: A review on composition, health benefits and food applications. *European Food Research and Technology*, 244(6), 959–977.

Lakkab, I., El Hajaji, H., Lachkar, N., Lefter, R., Ciobica, A., El Bali, B., & Lachkar, M. (2019). *Ceratonia siliqua* L. seed peels: Phytochemical profile, antioxidant activity, and effect on mood disorders. *Journal of Functional Foods*, 54, 457–465. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2019.01.034>.

Lagha- Benamrouche, F. S., Walid, K. B. R., Mourad, D., & Hezil, D. (2022). Valorization of carob seeds as a functional food. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53(9), 1689–1699.

Lakkab, I., Ouakil, A., El Hajaji, H., & Lachkar, N. (2022). Carob seed peels effect on cognitive impairment and oxidative stress status in methionine- induced mice models of schizophrenia. *Brain Sciences*, 12(12), 1660–1717.

Laaraj, S., Salmaoui, S., Addi, M., El- Rhouttais, C., Tikent, A., Elbouzidi, A., Taibi, M., Hano, C., Noutfia, Y., & Elfazazi, K. (2023). Carob (*Ceratonia siliqua* L.) seed constituents:

A comprehensive review of composition, chemical profile, and diverse applications. *Journal of Food Quality*, 2023, Article 3438179. <https://doi.org/10.1155/2023/3438179>.

Mitrakos, K. (1981). Temperature germination responses in three Mediterranean evergreen sclerophylls. In N. S. Margaritis & H. A. Mooney (Eds.), *Components of productivity of Mediterranean- climate regions: Basic and applied aspects* (pp. 277–279). Dr. W. Junk Publishers.

Melgarejo, P., & Salazar, D. M. (2003). Tratado de fruticultura para zonas áridas y semiáridas.

Makris, D. P., & Kefalas, P. (2004). Carob pods (*Ceratonia siliqua* L.) as a source of polyphenolic antioxidants. *Food Technology and Biotechnology*, 42, 105–108.

Mamone, G., Sciammaro, L., De Caro, S., ... (2019). Comparative analysis of protein composition and digestibility of *Ceratonia siliqua* L. and *Prosopis* spp. seed germ flour. *Food Research International*, 120, 188–195.

Mekhoukhe, A., Kicher, H., & Ladjouzi, A. (2019). Antioxidant activity of carob seeds and chemical composition of their bean gum by- products. *Journal of Complementary and Integrative Medicine*, 16(1), 1–11.

Neukom, H. (1988). Carob bean gum: Properties and applications. In P. Fito & A. Mulet (Eds.), *Proceedings of the II International Carob Symposium* (pp. 551–555). Generalitat Valenciana.

Nielsen, S. S., Harp, T. L., & Johnson, D. M. (1994). Carob pod (*Ceratonia siliqua*): A potential food source for developing countries. *Plant Foods for Human Nutrition*, 46(4), 361–368. <https://doi.org/10.1007/BF01088497>.

Nehra, A., Biswas, D., Siracusa, V., & Roy, S. (2022). Natural gum- based functional bioactive films and coatings: A review. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(1), Article 485.

Owen, R. W., Haubner, R., Hull, W. E., Erben, G., Spiegelhalder, B., Bartsch, H., & Haber, B. (2003). Isolation and structure elucidation of the major individual polyphenols in carob fibre. *Food and Chemical Toxicology*, 41, 1727–1738.

Özcan, M. M., Arslan, D., & Gökçalik, H. (2009). Some compositional properties and mineral contents of carob (*Ceratonia siliqua* L) fruit, flour and syrup. *International Journal of food sciences and Nutrition*, 58 (8), 652-658.

- Oziyci, H. R., Tetik, N., Turhan, I., Yatmaz, E., UGUN, K., Akgul, H., ... & Karhan, M. (2014).** Mineral composition of pods and seeds of wild and grafted carob (*Ceratonia siliqua* L.) fruits. *Scientia Horticulturae*, 167, 149-152.
- Petit, M. D., & Pinilla, J. M. (1995).** Production and purification of a sugar pods syrup from carob pods. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*, 28, 145–152.
- Papagiannopoulos, M., Wollseifen, H. R., Mellenthin, A., Haber, B., & Galensa, R. (2004).** Identification and quantification of polyphenols in carob fruits (*Ceratonia siliqua* L.) and derived products by HPLC- UV- ESI/MSⁿ. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 3784–3791.
- Peterson, A. (2006).** Uses and requirements of ecological niche models and related distributional models. *Biodiversity Informatics*, 3, 59–72.
- Rejeb, M. N., Laffray, D., & Louguet, P. (1991).** Physiologie du caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) en Tunisie. In *Physiologie des arbres et arbustes en zones arides et semi-arides* (p. 417–426). Groupe d'étude de l'Arbre, Paris.
- Rejeb, M. N. (1995).** *Le caroubier en Tunisie : Situation et perspectives d'amélioration*. In *Quel avenir pour l'amélioration des plantes ?* (Pp. 79–85). AUPELF-UREF / John Libbey Eurotext.
- Roseiro, L. B., Duarte, L. C., Oliveira, D. L., Roque, R., Bernardo- Gil, M. G., Martins, A. I., ... Rauter, A. P. (2013).** Supercritical, ultrasound and conventional extracts from carob (*Ceratonia siliqua* L.) biomass: Effect on the phenolic profile and antiproliferative activity. *Industrial Crops and Products*, 47, 132–138.
- Rico, D., Martín- Diana, A. B., Martínez- Villaluenga, C., ... (2019).** In vitro approach for evaluation of carob by- products as source bioactive ingredients with potential to attenuate metabolic syndrome (MetS). *Heliyon*, 5(1), Article e01175.
- Santos, M., Rodrigues, A., & Teixeira, J. A. (2005).** Production of dextran and fructose from carob pod extract and cheese whey by *Leuconostoc mesenteroides* NRRL B512(f). *Biochemical Engineering Journal*, 25(1), 1–6.
- Srivastava, M., & Kapoor, V. P. (2005).** Seed galactomannans: An overview. *Chemistry & Biodiversity*, 2, 295–317.

Références bibliographiques

Sbay, H. (2008). Le caroubier au Maroc, un arbre d'avenir. CRF Collection Maroc Nature, 50 p.

Sidina, M. M., El Hansali, M., Wahid, N., Ouatmane, A., Boulli, A., & Haddioui, A. (2009). Fruit and seed diversity of domesticated carob (*Ceratonia siliqua L.*) in Morocco. *Scientia Horticulturae*, 123, 110–116.

Singleton, Collin S. and Couzet J. (2011). Polyphénols et procédés. Lavoisier. Tec et doc, Paris, 336.

Siano, F., Sciammaro, L., Volpe, M. G., Mamone, G., Puppo, M. C., & Picariello, G. (2018). Integrated analytical methods to characterize lipids from *Prosopis* spp. and *Ceratonia siliqua* seed germ flour. *Food Analytical Methods*, 11(12), 3471–3480.

Tous, J., Battle, I., & Romero, A. (1995). Prospección de variedades de algarrobo en Andalucía. *Información Técnica Económica Agraria*, 91V (3).

Turhan, I. (2014). Relationship between sugar profile and D- pinitol content of pods of wild and cultivated types of carob bean (*Ceratonia siliqua L.*). *International Journal of Food Properties*, 17(2), 363–370.

Vardar, Y., Seçuren, Ö., & Ahmed, M. (1972). Preliminary results on the chemical composition of the Turkish carob beans. *Qualitas Plantarum et Vegetables*, 21(4), 318–327.

Verma, A., Tiwari, A., Panda, P. K., Saraf, S., Jain, A., & Jain, S. K. (2019). Locust bean gum in drug delivery application. In *Natural Polysaccharides in Drug Delivery and Biomedical Applications* (vol. 52, pp. 203–222).

Zohary, M., & Orshan, P. (1959). The maquis of *Ceratonia siliqua* in Palestine. *Journal of Botany, Jerusalem*, 8, 385–397.

Zhu, B. J., Zayed, M. Z., Zhu, H. X., Zhao, J., & Li, S. P. (2019). Functional polysaccharides of carob fruit : A review. *Chinese Medicine*, 14(1), 40–10

Références bibliographiques

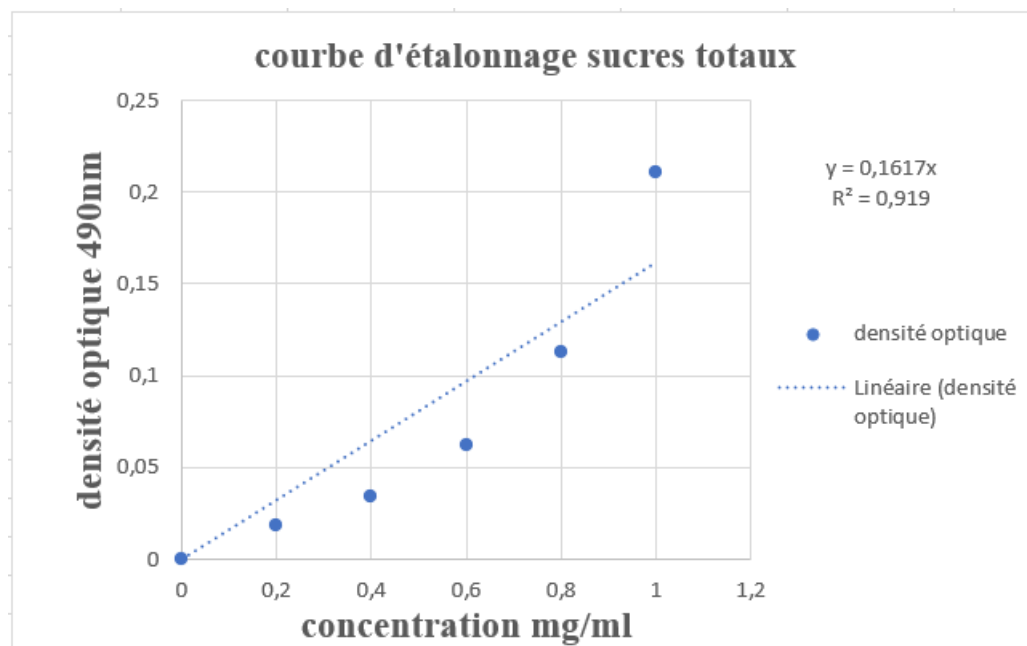
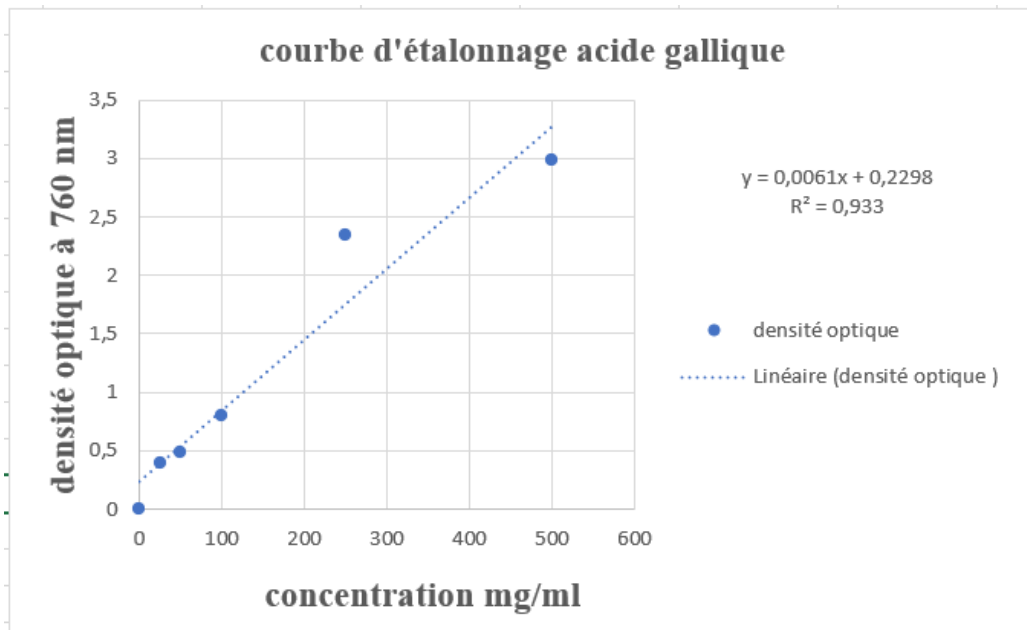


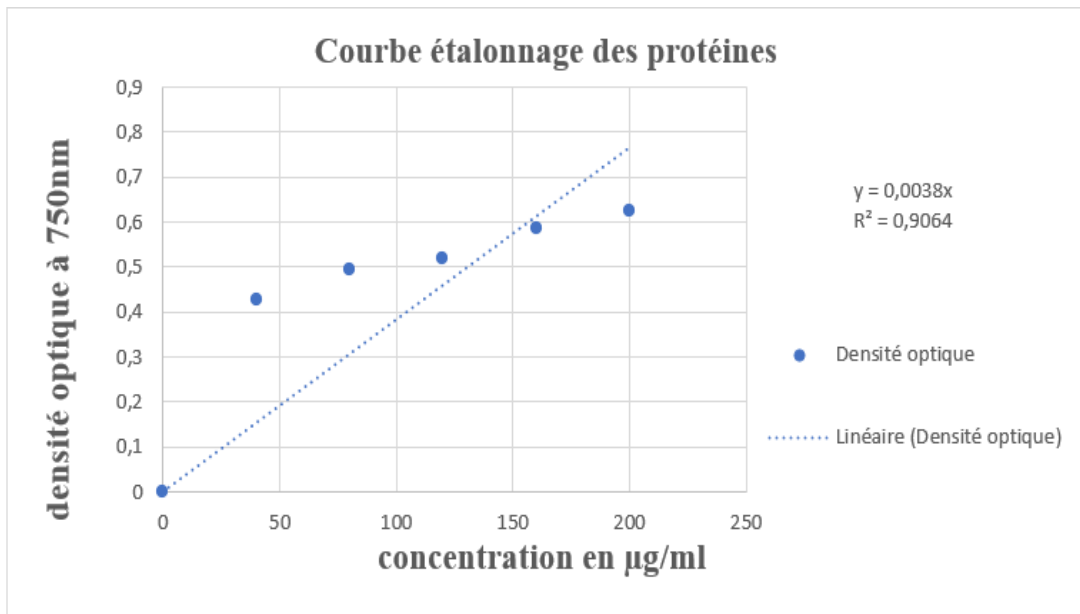
Annexes

Annexe 1 : Inventaire du matériel, des appareils, des produits.

Matériels et appareils	Produits
-Spectrophotomètre. -Micropipette. - Pipette. -PH-mètre. -Balance de précision. -plaque chauffante. -Agitateur magnétique. - Barreau magnétique. -Dessiccateur. -Four à moufle. -Etuve. -Creusets en porcelaine. -Papier filtre. -Portoir. -Spatule. -Fiole de 100ml. -Tubes à essai -Bécher. -pissette d'eau distillée. -cristalliseur	-Phénol à 5%. -Hexane. -Folin – Ciocalteu. -Acétone. - Eau distillée. -Acide gallique. -Ethanol -Carbonate de sodium à 7,5%. -Acide sulfurique.

Annexe 2 : Les courbes d'étalonnages.





Résumé

Ce travail de recherche porte sur l'étude physicochimique des graines de caroube (*Ceratonia siliqua* L.), une espèce méditerranéenne encore peu valorisée en Algérie. Des graines récoltées dans la région de Tizi Ouzou ont été analysées afin d'évaluer leur composition en métabolites primaires (taux d'humidité, matières sèches, sucres totaux, protéines, fibres) ainsi qu'en métabolites secondaires (polyphénols). Les résultats révèlent une composition nutritionnelle intéressante, marquée par une teneur élevée en fibres (58 %), en protéines (21,5 %), en sucres totaux (27,5 %) et en polyphénols totaux (25,5 mg EAG/g MS). Le rendement d'extraction de la gomme de caroube atteint 27 %, ce qui est prometteur pour des applications industrielles. Le pH mesuré des solutions à base de poudre de graines était légèrement acide (6,42 et 6,30), avec une acidité titrable respectivement de 0,0011 et 0,0015%, indiquant la présence d'acides organiques et phénoliques. Ces résultats soulignent le fort potentiel nutritionnel, fonctionnel et technologique des graines de caroube, et soutiennent leur valorisation dans les domaines agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

Mots clés : Graines de Caroubes, caractérisation physico-chimique, métabolites primaires et secondaires, la gomme de caroube.

Abstract

This research focuses on the physicochemical study of carob seeds (*Ceratonia siliqua* L.), a Mediterranean species that remains underexploited in Algeria. Seeds collected from the Tizi Ouzou region were analyzed to evaluate their content of primary metabolites (moisture, dry matter, total sugars, proteins, fibers) and secondary metabolites (polyphenols). The results revealed a rich nutritional composition, with high levels of fibers (58%), proteins (21.5%), total sugars (27.5%), and total polyphenols (25.5 mg GAE/g DM). The extraction yield of carob gum reached 27%, which is promising for industrial applications. The pH of the seed powder-based solutions was slightly acidic (6.42 and 6.30), with a titratable acidity of 0.0011 and 0.0015 % respectively, indicating the presence of organic and phenolic acids. These results highlight the nutritional, functional, and technological potential of carob seeds, supporting their valorization in the agri-food, pharmaceutical, and cosmetic industries.

Keywords: Carob seeds, physicochemical characterization, primary and secondary metabolites, carob seed

الملخص

وهي نوع نباتي متوسطي لا يزال قليل (*Ceratonia siliqua* L.) يهدف هذا البحث إلى دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية لبذور الخروب الاستغلال في الجزائر. تم جمع البذور من منطقة تيزي وزو، وتحليلها لتحديد محتواها من المركبات الأولية (الرطوبة، المادة الجافة، السكريات الكلية، البروتينات، الألياف) والمركبات الثانوية (البوليفينولات). أظهرت النتائج تركيبة غذائية غنية، حيث سجلت نسبة عالية من الألياف (58%)، البروتينات (21.5%)، السكريات الكلية (27.5%)، والبوليفينولات الكلية (25.5 ملغ مكافئ حمض الغاليك/غ مادة جافة). كما بلغ مردود استخلاص صمغ الخروب 27%، وهو مؤشر واعد للتطبيقات الصناعية. وكان الرقم الهيدروجيني للمحاليل المحضرة من مسحوق البذور حمضياً على التوالي، مما يشير إلى وجود أحماض عضوية وفينولية. تبرز % 0,0015 و 0,0011 (6.42 و 6.30)، مع حموضة قابلة للمعايرة بلغت قليلاً. هذه النتائج الإمكانات الغذائية والوظيفية والتكنولوجية لبذور الخروب، وتدعم توجه استخدامها في الصناعات الغذائية، الصيدلانية، والتجميلية.

الكلمات المفتاحية: بذور الخروب، التوصيف الفيزيائي-الكيميائي، المستقلبات الأولية والثانوية، الصمغ