

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou

**Faculté des Sciences Biologique et des Sciences
Agronomiques**



**En vue de l'obtention du diplôme de Master en Science Alimentaire
Option : Agroalimentaire et Contrôle de Qualité**

**Contribution physico chimique de la gousse de caroube
(*Cératonia silliqua*)**

Réalisé par :

Dahim Imene

Nait Larbi Anouar

Membres de jury :

Président : Mr Sadoudi Rabah

Maître de conférences A.

Promoteur : Mr Amir Youcef

Professeur.

Examineur : Mme Bentayeb Saida

Maître assistante A

Examineur : Mr Bengana Mohamed

Maître de conférences B

Promotion 2017/2018

Remerciements

Tout d'abord, on exprime nos remerciements au bon dieu de nous avoir donné le courage et la force d'aller au bout de nos fins pour terminer notre travail et pour sa bienveillance.

Nos profondes gratitude vont à notre promoteur M^rAMIR. Y, pour l'honneur qui nous a fait de nous encadrer et d'avoir accepté notre thème.

On tient également à exprimer nos sincères remerciements a :

- _ M^R SADOUDI. R d'avoir accepté de présider le jury et de juger notre travail.*
- _ Mme BEN TEYEB d'avoir accepté d'examiner notre travail.*
- _ M^R BEN GANA d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

L'ensemble des personnel de laboratoire de technologie alimentaire spécialement l'ingénieur de labo M^{me}IAZZOURENE Khadija et M^{elle}SARNI Chafiaa pour leur entière disponibilité, coopération ainsi pour l'ambiance et les bonne conditions.

Un spécial remerciement pour Mr SMAIL pour son orientation et ses précieux conseils

Nos spéciaux remerciements aux doctorants M^{ELLE} OURRAD Ouiza et Mr RAMDINI Ramadan pour toute l'aide qui nous ont fournis et pour leur temps précieux qui ont perdu juste pour la réussite de ce modeste travail qu'on a fait.

Dédicaces

Au nom de Dieu, le Très Miséricordieux, le Tout Miséricordieux Louange à Allah, Seigneur des univers de nous avoir donné la faculté de penser, de raisonner, et d'étudier.

La mémoire de ma grand-mère maternelle NOUARA et ma tante maternelle OUIZA que dieu les accueille dans son vaste paradis et leur accorde sa miséricorde.

*Aux deux êtres qui me sont plus précieux que tout le reste dans ce monde afin de les Remercier pour toute leur bonté, leur générosité, leur soutien et leur patience ainsi que leur Grand amour à l'égard de leurs enfants. Ces deux êtres **ma mère** et **mon père** pour lesquels aucun mot ne saurait exprimer mes profonds sentiments ont leur égard.*

A mes très chères frères AZIZ et DJAFFAR

A mes grands-parents ; DJAFFARllahirahmou et HORIA

A mes tantes et oncles maternelle et paternelle ; fatima ,sabrina , minoucha , saloua, assia, kahina, arezki, youyou, riyad, aymen, lotfi, karima, celia.

A mesami(e)s.mohand, norddine. k, zoumel, katia, thiziri, seddik, halim, nacereddine, bouboul.

A ma cher binôme Imene et sa famille.

A tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin.

DEDICACES

Je dédie ce modeste mémoire de fin d'études à toute la famille

DAHIM ainsi que la famille HAMMA

A mes très chers parents, pour leur dévouement, leur amour, leur soutien moral et financier durant tout le long de mes études.

Mes frères « Amar et Adel », à ma grand-mère Fettouma et à mes grands-parents maternels « Ourdia et Mouloud », mes oncles et mes tantes, cousins et cousines paternels et maternels.

A mes copines (Lylia, Lola, Wiwiz, Saada) à mes amis (Ramadan, Imad, Moh, Yacine et Samir) qui m'ont aidé dans ce travail, à mon binôme, avec qui j'ai partagé ce travail.

Enfin à toutes les personnes qui m'ont soutenu et aidé sans attendre rien au retour.

Ami

Sommaire

Introduction

Chapitre 1 : Partie bibliographique

1. Description botanique.....	3
2. Taxonomie	4
3. L'écologie du caroubier.....	5
4. Répartition du caroubier.....	6
5. Production du caroubier.....	7
6. Composition chimique du caroubier.....	9
7. Intérêt et utilisation du caroubier.....	9

Chapitre 2 : Matériels et méthodes

I. Préparation du matériel végétal	11
II. Analyse physico-chimique.....	11
1. Détermination des métabolites primaire.....	11
a) Détermination de la matière sèche.....	11
b) Dosage des cendres.....	12
c) Dosage des fibres totaux.....	13
d) Dosage des protéines.....	14
e) Dosage des sucres totaux et sucre réducteurs.....	15
2. Détermination des métabolites secondaire.....	17
a) Dosage des polyphénols totaux.....	17
b) Dosage des tanins totaux.....	18

Chapitre 3 : résultats et discussion

I. Détermination des métabolites primaires.....	19
1. Détermination de la matière sèche.....	19
2. Détermination de la teneur en cendre.....	19
3. Détermination de la teneur en fibre.....	20
4. Détermination des sucre totaux et réducteur.....	21
5. Détermination de la teneur en protéines.....	21

II.	Détermination des métabolites secondaires.....	22
1.	Détermination de la teneur en polyphénols totaux.....	23
2.	Détermination de la teneur en tanins totaux	24

Conclusionet Perspectives

Références bibliographique

Annexes

Liste des tableaux

Tableau N°1	Production mondiale de caroube (FAOSTAT 2010).
Tableau N°2	Surface cultivée, production et rendement de la caroube en Algérie, année 2009 (DSA de Tlemcen, 2009).
Tableau N°3	composition chimique de la caroube (Biner et al., 2007).

Liste des figures

Figure N°1	L'arbre du caroubier.
Figure N°2	Feuilles et fleurs du caroubier.
Figure N°3	Gousses vertes et gousses mûrs du caroubier.
Figure N°4	Distribution du caroubier en Algérie suivant les domaines bioclimatiques (A.N.R.H, 2004)
Figure N°5	Centre d'origine et distribution du caroubier dans le monde (Battle et Tous, 1997).
Figure N°6	Produits dérivés du caroubier.
Figure N°7	Broyage et tamisage du caroubier.
Figure N°8	Farine de caroube séchée.
Figure N°9	Les fibres du caroubier à la sortie de l'étuve.
Figure N°10	Dosage des protéines.
Figure N°11	Dosage des sucres totaux.
Figure N°12	Dosage des tanins.
Figure N°13	Les métabolites primaires du caroubier en %.
Figure N°14	Les métabolites secondaires du caroubier en mg/g.

Le caroubier, dont le nom scientifique : *Cératoniasiliqua*, appartenant à la famille des Fabacées, est un arbre typiquement méditerranéen de croissance lente et peut atteindre jusqu'à quinze mètres de hauteur, il a une grande longévité peut aller jusqu'à 200 ans. C'est une espèce xérophile s'adapte à différents types de sols : pauvre, sableux, rocailloux, calcaires, schisteux, gréseux et des pH de 6,2 jusqu'à 8,6 ; mais il craint les sols acides et très humides (**Zouhair, 1996**). On le trouve sur les pentes rocheuses, des escarpements peu accessibles et collines incultes aussi, il s'installe favorablement dans l'étage humide, subhumide, aride et semi-aride.

Le caroubier (*Cératoniasiliqua*) possède une importance économique et écologique considérable, d'abord il n'est pas exigeant vis-à-vis du climat et du sol, mais aussi tous ses composants (feuilles, fleurs, fruits, bois, écorces, racines) sont utilisés dans plusieurs domaines, dans le reboisement et contre l'érosion, aussi utilisé comme plante ornementale planté aux bordures des routes, son bois est de qualité favorisée en menuiserie et charbonnerie, les fleurs sont appréciées en apiculture et la production du miel.

Par ailleurs, la grande valeur de la caroube est connue grâce aux gousses et aux graines. La pulpe du caroubier est très riche en sucre, même plus riche que la canne à sucre et la betterave sucrière, elle est aussi riche en composés phénoliques ce qui lui donne un pouvoir anti oxydant remarquable (**Hariri et al., 2009**) mais aussi en fibres et en minéraux. La pulpe est souvent grillée et broyée pour obtenir une poudre de couleur marron à arôme de chocolat qui est utilisée comme substituant de cacao. La pulpe de caroube, après broyage, peut être utilisée aussi dans l'extraction de jus sucrés (la mélasse de caroube qui est très efficace contre la toux), la préparation d'alcools, la production de farine et dans l'alimentation animale.

Les graines quant à elles, elles étaient utilisées au part avant comme unité commerciale pour le poids des substances et du matériel précieux, aussi utilisé pour l'extraction de la gomme de caroube E410, utilisée dans la formulation des aliments (alimentation, confiserie,...), la cosmétique et l'industrie pharmaceutique comme agent épaississant, gonflant, liant et stabilisant dans les préparations des émulsions (**Calixto et Canellas, 1982 ; Sandolo et al., 2007**).

En Algérie le caroubier est très négligé et n'a pas encore eu la place qu'il mérite malgré sa valeur économique. Mais au cours de ces dernières années on a commencé l'exploitation au niveau de Mascara où il y'a une unité qui fait la récolte, le broyage et l'exportation de la farine du caroubier extraite des pulpes et des graines à 20 pays dans le monde. Par contre à Tizi-Ouzou le caroubier est tellement négligé au point que la surface cultivée est estimée de 1ha et la production de 20(qx) (**DSA de Tlemcen, 2009**).

Introduction

Ce mémoire a pour but l'étude de la composition physico-chimique de la pulpe de caroube originaire de la de la région d'Azeffoune wilaya de Tizi-Ouzou. Dans ce présent travail, nous aborderons en premier lieu une étude bibliographique brève sur le caroubier, son importance économique et écologique et son utilisation dans divers domaines, une partie expérimentale vient ensuite pour montrer les méthodes utilisées afin d'atteindre notre but. En dernier lieu, nous exposerons les résultats obtenus afin de les comparer à d'autres travaux cités dans la bibliographie.

1. Description botanique :

Le caroubier (*Ceratonia siliqua*) appartient à la famille des légumineuses (Fabacées) de l'ordre des Rosales, de la sous famille des Césalpiniciacées. C'est un arbre de croissance lente et d'une longévité dépassant souvent 200ans (Batlle et al., 1997 ; Rejeb et al., 1995). Il peut atteindre 7 à 20m de hauteur et une circonférence à la base du tronc de 2 à 3m. Il a une écorce lisse et grise lorsque la plante est jeune et brune rugueuse à l'âge adulte. Son bois de couleur rougeâtre est très dur (Ait Chitt et al., 2007).



Figure1 :L'arbre du caroubier.

Son feuillage est ovale de couleur vert luisant à la face dorsale et vert pâle à la face ventrale, caractérisées par un pétiole de 10 à 20 cm de longueur composées de 4 à 10 folioles (Rejeb et al., 1991 ; Batlle et al., 1995 ; Ait Chitt et al., 2007). En outre, le caroubier ne perd pas ces feuilles en automne mais il les renouvelle partiellement au printemps tous les deux ans. Les vieilles feuilles mesurant 12 à 30 cm tombent en juillet (Diamantogulou et Mitrakos, 1981).

Les fleurs sont verdâtres, de petite taille de 6 à 16 mm de longueur, spiralées regroupées en un grand nombre pour former des grappes droites et axillaires plus courtes que les feuilles à l'aisselle desquelles elles se sont développées (Batlle et al., 1997). Les fleurs sont bisexuelles il y a suppression d'un axe durant le développement et le fonctionnement des cellules pour aboutir à des fleurs mâles ou femelles (Ait Chitt et al., 2007).



Figure 2 : Feuilles et fleurs du caroubier.

Le fruit appelé caroube, est une gousse indéhiscente à bords irréguliers, de forme allongée, rectiligne ou courbée, de 10 à 20 cm de longueur, 1.5 à 3 cm de largeur et de 1 à 1.25 cm d'épaisseur. La gousse est composée de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et les graines, elle est séparée à l'intérieur par des cloisons pulpeuses transversales et renferme de 4 à 16 graines dont la longueur et la largeur sont respectivement de 8 à 10 mm et de 7 à 8 mm. Sa couleur est d'abord verte, puis elle devient brune foncée à maturité (Rejeb *et al.*, 1995 ; Batlle *et al.*, 1997 ; Ait Chitt *et al.*, 2007).



Figure 3 : Gousses vertes et gousses mûres du caroubier.

2. Taxonomie :

Le nom scientifique du caroubier, *Ceratonia Siliqua*, est dérivé du mot grec "Keras" signifiant petite corne et le nom de l'espèce "siliqua" désigne en latin une siliqua ou gousse, en allusion à la dureté et la forme du fruit (Batlle *et al.*, 1997).

La dénomination de l'espèce *Ceratoniasiliqua* dans différents pays et langues découle d'une forme générale du nom arabe *Al kharroub* ou *kharroub*, comme c'est le cas de *l'algarroboougarrofero* en espagnol. On attribue aux arbres l'utilisation des graines entières du

Partie théorique

caroubier comme unité de poids dans le commerce de substances et matériels précieux. Il apparaît donc que "elkilate" en espagnol ou "carat" en français (0.2g) vient du nom arabe (Al-karat ou qirat) donné à la graine, laquelle est caractéristique par sa relative constance de poids (Albanell, 1990).

3. L'écologie du caroubier :

Le caroubier s'adapte à plusieurs types de sol à l'exception des sols hydromorphes et salés et les croûtes schisteuses. On le rencontre sur sols marneux, sur solspauvres superficiels et rocaillieux calcaires, sur des pentes rocheuses, des escarpements peuaccessibles et des collines incultes (Nabli, 1989). C'est une espèce typique de la flore méditerranéenne, bien définie dans l'étage humide, subhumide et semi- aride. Il croît généralement à l'état disséminé dans l'étage du thuya et dugénévrier de Phénicie, dans les peuplements de chêne vert et en association avec *Oleauropeaet Pistacialentiscus*(Boudy, 1950 ; Rejeb et al., 1991).

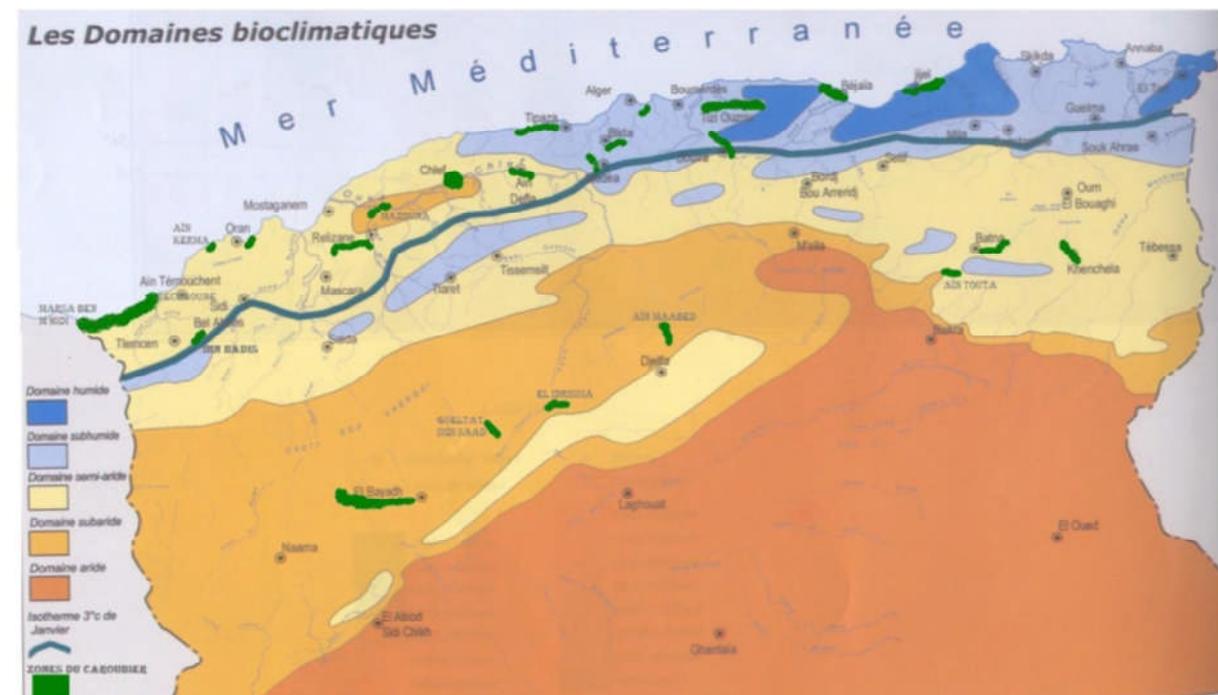


Figure 4:Distribution du caroubier en Algérie suivant les domaines bioclimatiques

(A.N.R.H, 2004).

Les études de Rejeb (1995) confirment que le caroubier se comporte comme une véritable espèce résistante à la sécheresse en s'adaptant morphologiquement et physiologiquement aumanque d'eau.De par ses aptitudes d'adaptation aux stress du sol et du

Partie théorique

climat, le caroubier pourrait contribuer au développement des zones défavorisées (**Gharnit et al., 2006**). La sécheresse cyclique a révélé que le caroubier résiste mieux au manque d'eau que le chêne vert, le thuya et l'oléastre qui lui sont associés. C'est une essence très plastique, héliophile, thermophile, très résistante à la sécheresse (200 mm/an). Il joue un rôle important dans la protection des sols contre la dégradation et l'érosion et dans la lutte contre la désertification (**Zouhair, 1996**).

4. Répartition du caroubier :

Le caroubier est distribué dans toute la région du bassin méditerranéen. On le rencontre actuellement dans une zone allant de l'Espagne et du Portugal jusqu'en Turquie, en Syrie, en passant par le Maroc, l'Algérie, la Tunisie, la Lybie, l'Egypte, le Liban, la Grèce, l'Italie et la France. Plus récemment, le caroubier a été introduit dans de nombreux autres pays à climats chauds et semi-arides, principalement aux Etats-Unis (Floride et Californie), l'Australie et l'Argentine, l'Arizona, le Chili, le Mexique et l'Afrique du Sud (**Battle et al, 1997**).



Figure 5 : Centre d'origine et distribution du caroubier dans le monde

(Battle et Tous, 1997)

En fonction du critère climatique, l'aire de répartition du caroubier en Algérie est comme suite: Les collines bien ensoleillées des régions littorales ou sub-littorales : Sahel algérois,

Partie théorique

Dahra, Grande Kabylie et Petite Kabylie, vallée de la Soummam (1074 ha) et de l'Oued-Isser, collines d'Oran et des coteaux Mostaganem à étage semi-aride chaud, plaines de Bône, Mitidja et les vallées intérieures (1054 ha). Il descend jusqu'à Boussaâda, mais n'y porte pas de fruit, et dans la zone de Traras au Nord de Tlemcen (276 ha) (**Zitouni, 2010**).

Il est fréquemment cultivé dans l'Atlas Saharien et il est commun dans le tell (**Quezel et Santa, 1962**).

5. Production du caroubier :

La production mondiale annuelle de caroube essentiellement méditerranéenne, est estimée à 310 000 tonnes dont les principaux producteurs sont l'Espagne (42%), l'Italie (16%), le Portugal (10%), le Maroc (8%), la Grèce (6,5%), la Chypre (5,5%) et la Turquie (4,8%) (**FAOSTAT, 2010**).

Ainsi, L'Espagne étant le plus grand pays producteur et exportateur des gousses de caroube avec une production d'environ 150.000 t/an, couvre 57,5% de la superficie cultivée, et 47,6% de la production mondiale (**Petit & Pinilla, 1995 ; Matthausa & Ozcan, 2011**). La différence en rendement dépend de la récolte, de la région et des pratiques de culture (**Makris et Kefalas, 2004**).

Pays	Production en tonne(2004)	Production en tonne(2008)
Espagne	76000	72000
Italie	24000	21224
Maroc	40000	25000
Portugal	20000	23000
Grèce	19000	15000
Turquie	14000	12100
Chypre	7000	3915
Algérie	4600	3600
Liban	3200	2800
Tunisie	1000	1000
Monde	182680	191167

Tableau1 :Production mondiale de caroube (**FAOSTAT 2010**).

Selon les statistiques fournies par l'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (**FAO**), en 2000 la surface de caroubier cultivé en Algérie était de l'ordre de 1210 ha. 12 ans plus tard, la surface s'est rétrécie à 821 ha seulement. La production, quant à

Partie théorique

elle, est passée de 3952 tonnes en 2000 à 3136 en 2012. Malgré son vaste territoire et ses capacités, l'Algérie est à la traîne parmi les pays méditerranéens producteurs de caroube, loin derrière l'Espagne, le Maroc, l'Italie et les autres pays. Le tableau ci-dessous représente la production et le rendement du caroubier en Algérie.

Wilaya	Surface cultivée (ha)	Production (qx)
Bejaia	645	18417
Tipaza	105	5600
Blida	100	8050
Boumerdes	32	1080
Bouira	22	144
Mila	10	80
Tlemcen	5	100
B.B. Arreridj	4	20
Aïn-Defla	2	300
Mascara	1	30
Tizi-Ouzou	1	20
Total	927	33841

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

6. Composition chimique du caroubier:

La pulpe 90%	La graine 10%
Glucides 48 à 72 %	L'enveloppe tégumentaire (cuticule) 30-33%
Protéines 1-2%	
Matières grasses 0.5-0.7%	
Cellulose et hémicellulose 18 %	L'endosperme (albumen) 42-46 %
Minéraux (Ca, Mg, K, P)	
Pectines et fibres 4.2 à 9.6%	L'embryon (germe) 23-25%
Cendres 1.5-2.4%	
Polyphénols 16 – 20 %	

Tableau3: composition chimique de la caroube (**Biner *et al.*, 2007**).

7. Intérêt et utilisation du caroubier :

Le caroubier est cultivé depuis longtemps pour divers usages, il est considéré comme l'un des arbres fruitiers et forestiers les plus performants, puisque toutes ses parties ou organes (feuilles, fleurs, fruits, bois, écorce et racines) sont utiles et ont des valeurs dans plusieurs domaines (**Aafi, 1996**).

L'arbre, est souvent utilisé pour le reboisement des zones affectées par l'érosion, pour la forestation ou reboisement et aussi utilisé comme plante ornementale en bordure des routes et des jardins (**Battle *et al.*, 1997 ; Rejeb *et al.*, 1995**). Son bois est très apprécié en menuiserie et en charbonnerie grâce à sa dureté et à sa couleur rougeâtre, quand à l'écorce et aux racines sont utilisés dans le tannage grâce à leur richesse en tannins. Les fleurs sont exploitées en apiculture de la production du miel de caroube alors que les feuilles sont utilisées pour l'alimentation des animaux (**Hariri *et al.*, 2009**).

Partie théorique

La poudre de caroube tirée des gousses est un édulcorant naturel, qui a la saveur et l'apparence semblable du chocolat. C'est pourquoi il est souvent utilisé comme substitut du cacao. L'avantage d'utiliser la caroube réside dans le fait que contrairement au chocolat, il ne contient pas de stimulants puisque il est dépourvu de caféine et de théobromine (**Bengoechea, 2008**). Par ailleurs, différents aliments pour l'homme peuvent dériver de la pulpe de caroube tels que lessirops de sucre ou de mélasse, la poudre de caroube non torréfié et torréfié utilisés comme substituts de cacao dans les pâtes, les barres de céréales, les confiseries au chocolat, les crèmes glacées et les produits légers (**Marakis, 1996; Loeb, 1989**).

La caroube est utilisée aussi (plus au domaine alimentaire) dans le domaine :

-Médical : Actuellement, la caroube est considérée comme une plante d'investigation de nouveaux antioxydants naturels contenus dans l'enveloppe de la graine et la pulpe du fruit. Cette activité anti-oxydante est attribuée à la présence de composés phénoliques et fibres (**Custódio, 2011**).

-Et aussi dans la cosmétique : La gomme de caroube est utilisée en cosmétique pour sa capacité à former une solution très visqueuse, à une faible concentration en raison de ses propriétés épaississantes, émulsifiantes et stabilisantes (**Batlle et al., 1997 ; Sandolo et al., 2007**).



Figure 6 : Produits dérivés du caroubier.

Matériel et méthode

1. Préparation du matériel végétal :

Le fruit du *Cératoniasiliquaa* été récolté d'une manière aléatoire dans la région d'Ait Naïm commune d'Azzefoun wilaya de Tizi-Ouzou en Aout Septembre 2017.

Les gousses de caroube ont été d'abord séchées au soleil, concassées pour séparer la pulpe et les graines. La pulpe est broyée à l'aide d'un broyeur électrique, tamisé avec des tamis de différents calibres pour obtenir une poudre très fine et à la fin conservé dans des bocaux en verres et garder dans un endroit sec.



Figure7: Broyage et tamisage du caroubier.

2. Détermination de la matière sèche :

Principe :

On procède à une dessiccation de l'échantillon à analyser dans une étuve réglé à 100°C sous pression atmosphérique jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante.

Mode opératoire :

- nous pesons 5g de l'échantillon (m_0) ;
- les échantillons sont ensuite placés dans l'étuve réglée à 105°C pendant 3 à 4 h jusqu'à l'obtention d'un poids constant ;
- après l'incubation, ils sont sortis vers un dessiccateur ;
- marquer en suite le poids m_1 .

Matériel et méthode

Expression des résultats :

$$\text{Teneur en eau (TE) \%} = (m_0 - m_1)100$$

$$\text{Matière sèche (MS) \%} = 100 - \text{TE}\%$$



Figure8: Farine de caroube séchée.

I. Analyse physico-chimique :

1. Détermination des métabolites primaires :

a) Dosage des cendres :

Mode opératoire :

Nous pesons une quantité $m_0=5\text{g}$ de l'échantillon qui sera déposée dans des creusets en porcelaine, déjà pesé vide est marqué le poids m_1 , ensuite l'ensemble est déposé dans un four à moufle réglé à 550°C pendant 4à5heure jusqu'à ce que le contenu des creusets prend une couleur blanc grisâtre qui blanchit après refroidissement, placer les creusets dans un dessiccateur après la sortie du four et pesé après refroidissement le poids m_2 .

Expression des résultats :

$$cr\% = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

Cr : taux des cendres %,

m_0 :masse du creuset vide en g,

m_1 :masse du creuset et échantillon avant séchage en g,

m_2 :masse du creuset et échantillon après séchage en g.

Matériel et méthode

b) Dosages des fibres totaux :

Principe :

Elle consiste à traiter l'échantillon à analyser successivement avec de l'acide sulfurique et de la potasse. L'hydrolyse acide/ basique (à chaud) permet de solubiliser la quasi-totalité du contenu cellulaire à l'exception des fibres alimentaires et des sels minéraux.

Mode opératoire :

- Préparer deux solutions : l'une d'acide sulfurique à 1.25 % et l'autre de l'hydroxyde de potassium (KOH) à 1,25 % ;
- introduire dans un creuset 1g d'échantillon séché et broyé puis ajouter 150ml de H₂SO₄ à 1.25% ;
- après préchauffage et compter exactement 30 minutes ;
- vidanger l'acide sulfurique tout en lavant trois fois avec 30ml de l'eau distillée chaude ;
- ensuite ajouter 150 ml de KOH à 1.25 % ; préchauffer et compter encore une fois 30 minutes ;
- procéder à un deuxième lavage trois fois avec 30 ml d'eau distillée chaude ;
- effectuer un dernier lavage avec de l'eau distillée froide (30 ml) ;
- la dernière étape consiste à rincer les résidus contenus dans les creusets 3 fois avec 25 ml d'acétone ;
- introduire les creusets dans une étuve réglée à 105°C pendant une heure (1h) jusqu'à un point constant (M₂) ; ce poids représente les fibres brutes plus la teneur en cendres par rapport au poids initial ; pour cela, il est nécessaire de poursuivre l'opération en plaçant les creusets dans un four à moufle à 550°C jusqu'à ce que la couleur des résidus devienne blanc grisâtre ;
- laisser les creusets refroidir dans un dessiccateur et peser les (M₃).

Expression des résultats :

La teneur des fibres brutes est calculée par la formule présentée ci-dessous :

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

F : pourcentage des fibres brutes,

M₂ : poids de l'échantillon à la sortie de l'étuve (fibres + les cendres),

Matériel et méthode

M3 : poids de l'échantillon à la sortie du four (fibre seulement).

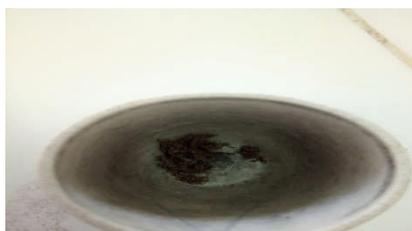


Figure 9: Les fibres du caroubier à la sortie de l'étuve.

c) Dosage des protéines par la méthode de Lowry :

Principe :

La méthode du biuret est une technique de dosage des protéines reposant sur la coloration bleue violette qui apparaît en milieu alcalin entre les composés possédant deux ou plusieurs liaisons peptidiques -CO-NH- (dont le biuret NH₂-CO-NH-CO-NH₂)) tels que les peptides et les protéines et les ions cuivriques et les acides aminés aromatiques et le FolinCiocalteu. La méthode est très sensible.

Réactifs :

- Réactif A : Na₂CO₃ à 2% dans du NaOH a 0.1N,
- Réactif B : sulfate de cuivre pentahydrate a 0.5% dans du tartre de K et Na 1%,
- Réactif C : 50ml de A +1ml de B,
- Réactif D : Folin dilué de moitié,
- extrait salin de farine (1g a dilué dans 100ml d'une solution de NaCl 2% utiliser filtrats obtenus par papier filtre)
- Solution mère étalon de BSA (sérum albumine bovine).

Mode opératoire :

Préparer une gamme étalon de concentration avec 20ml de chacune des concentrations suivantes : 0, 40,80, 120, 160 et 200 $\mu\text{g/ml}$. Utiliser la formule $C_1V_1=C_2V_2$ à cet effet :

A chaque tube a essais, échantillon et gamme étalon, on pipete 0.2ml ajouter 1ml du réactif C, agiter puis ajouter 0.1ml du réactif D. agitation puis incubation a l'obscurité durant 1/2h puis lecture de DO sur spectrophotomètre à 750nm contre le témoin contenant le réactif sans protéine. Tracer la courbe étalon DO en fonction de la conception. La courbe doit être une

Matériel et méthode

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



Figure10:Dosage des protéines.

d) Dosage des sucres totaux et des sucres réducteurs :

On a essayé la méthode de Dubois et al 1956 et on a pu aboutir à des résultats fiables, alors on a utilisé la méthode colorimétrique, en suivant le protocole suivant :

Préparation du filtrat 1 :

À 20g de caroube on ajoute 20ml d'ED, c'est la solution de caroube.

Nous prenons 20ml de cette solution auquel on ajoute 5ml d'acétate de plomb. Ajuster jusqu'à 100ml avec de l'ED ensuite nous filtrons le mélange.

Préparation du filtrat 2 :

Mélanger 50ml du filtrat 1 et 5ml d'HCL. Nous laissons Incuber au bain marie à 70°C pendant 5min, puis on ajoute 2 gouttes de phénolphtaléine2%.

Ensuite il faut neutraliser par NaOH 10N jusqu'à virage de couleur rose.

✓ Sucre réducteur :

- Dans un bécher on prend 5ml de Fehling A et 5ml de Fehling B,
- chauffer à la plaque chauffante jusqu'à disparition de la couleur bleu,
- ajouter 2 à 3 gouttes de bleu de méthylène,

Matériel et méthode

- titrer avec le filtrat 1 jusqu'à virage de couleur au rouge brique,
- puis marqué la chute de burette V_1 .

Expression des résultats :

$$SR = \frac{240}{V(V_1-0.05)} \times 10$$

SR : sucre réducteur.

V : prise d'échantillon 20ml.

V1 : chute de burette.

✓ Sucres totaux :

- Dans un bécher on prend 5ml de Fehling A et 5ml de Fehling B,
- chauffer à la plaque chauffante jusqu'à disparition de la couleur bleu,
- ajouter 2 à 3 gouttes de bleu de méthylène,
- titrer avec le filtrat 2 jusqu'à virage de couleur au marron cuivré,
- puis marqué la chute de burette V_2 .



Figure 11 : Dosage des sucres totaux.

Expression des résultats :

$$SR = \frac{500}{V(V2-0.05)} \times 10$$

SR : sucre réducteur.

V : prise d'échantillon 20ml.

V2 : chute de burette.

2. Détermination des métabolites secondaires :

a) Dosage des polyphénols totaux :

On a essayé plusieurs protocoles mais à la fin on a obtenu des résultats avec le protocole suivant :

Extraction :

On a macéré un gramme de caroube dans de l'hexane pendant 30 à 40 min avec agitation pour le dégraisser, versé le solvant et laissé séché. Ensuite on a mis l'échantillon dégraisé dans de l'acétone (20ml acétone et 20ml ED) et agité pendant une heure à température ambiante à l'aide d'un agitateur. On a filtré et récupéré le surnageant et compléter le volume avec l'ED.

Mode opératoire :

-On a fait deux différents dilutions pour la solution récupéré après extraction, la première a la dixième (on a pris 1ml de solution à qui on a ajouté 9ml d'ED) la deuxième dilution est à la vingtième (on a pris 1 ml de la solution dans 19ml d'ED).

- on prépare la gamme étalon de l'acide gallique avec les concentrations suivantes : 0, 20, 40, 60, 80, 100 mg /l. on utilisant la formule $C_1V_1=C_2V_2$.

b) Dosage des composés phénoliques :

Dans chaque tube à essai on pipete 1ml (échantillon, gamme) on rajoute 0.5 ml de folincocalteu laisser reposer 3min ajouté 1ml de carbonate de sodium (35%). Compléter le volume des tubes jusqu'à 25ml avec l'ED. Laisser à l'obscurité pendant 1heure, ensuite lire la densité optique à 650nm.

Matériel et méthode

Remarque :

On a procédé au protocole sans faire la dilution jusqu'à 25ml à la fin mais on n'a pas obtenue des résultats lors de la lecture au spectrophotomètre, donc on a refait le protocole on faisant la dilution et sa a donné de bon résultats.

b) Dosage des tanins :

Extraction : (Bruneton, 1999)

10g de caroube broyé sont mis en présence de 180ml d'ED et 100ml d'acétone l'ensemble est porté à macération à froid à 4°C pendant 4jours.

Filtrer et extraire la solution deux fois avec 50ml de dichlorométhane afin d'éliminer les pigments et les lipides.

Dosage des tanins : (Burns, 1971)

Préparer la gamme étalon de la catéchine 100mg dans 50ml de méthanol avec les concentrations suivante : 1000, 1200, 1400, 1600, 1800, 2000. On utilisant la formule $C_1V_1=C_2V_2$.

Préparer le réactif spécifique : mélange à volume égale d'HCL8% dans le méthanol et de vanilline à 4% dans le méthanol.

Introduire 1ml de la solution ou d'échantillon dans un tube à essai, rajouter rapidement 5ml du réactif spécifique puis incubation durant 20min à température ambiante. Ensuite lire la densité optique à 500nm.

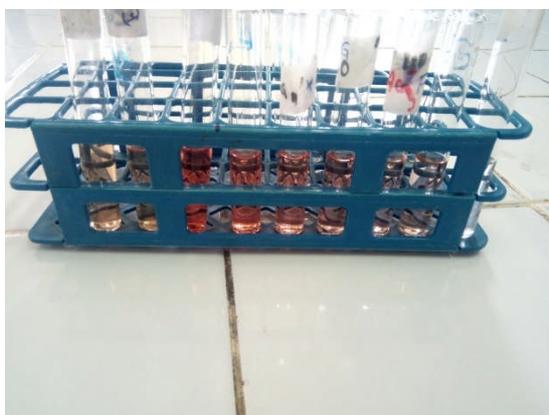


Figure12 :Dosage des tannins.

Résultats et discussions

1. Détermination de la matière sèche :

L'appréciation de la matière sèche repose sur la détermination de la teneur en eau des échantillons.

Le taux de matière sèche trouvé dans nos échantillons est d'environ 70%, en le comparant aux résultats trouvés par (Gaouar,2011), estimés entre 88.68% et 90.40%, la teneur en MS est faible. Cette différence peut être causée par la durée du stockage qui estimée entre 6 et 7 mois avant le broyage et commencement des analyses, ou bien due au conditionnement de nos échantillons après le broyage

I. Détermination des métabolites primaires :

Métabolites primaires sont des molécules organiques qui se trouvent dans toutes les cellules de l'organisme d'une plante pour y assurer sa survie. Ils sont classés en quatre grandes catégories: les glucides, les lipides, les acides aminés et les acides nucléiques.

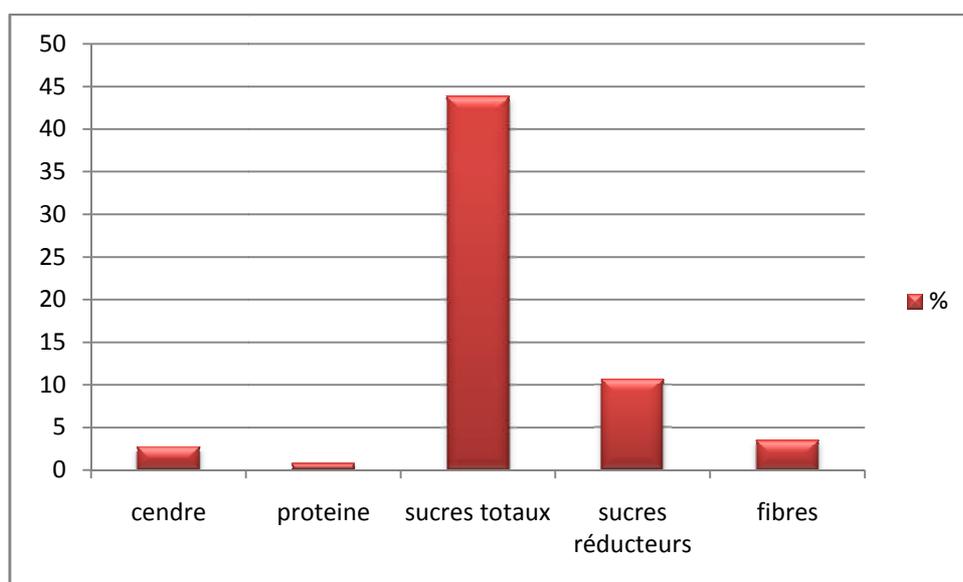


Figure 13 : Les métabolites primaires du caroubier en %

1. Détermination de la teneur en cendre :

Le taux de cendre trouvé à partir de 5g d'échantillon de poudre de caroube est de 2.76%, qui est pareille aux résultats trouvés (Gaouar, 2011) estimé entre 1.83% et 2.67%.

La teneur en matière minérale nous informe sur la qualité nutritionnelle de l'échantillon analysé. Quant au caroubier est connue d'avoir une teneur appréciable en minéraux estimée entre 2% et 3% (Puhan et Wielinga, 1996).

D'après Ozcan et al. (2007) et Petit et Pinilla (1995) la gousse est une bonne source de potassium (802 mg/100g), de calcium (440.05 mg/100g), de sodium (10.1 mg/100g). Demême, les oligo-éléments sont présents à des quantités importantes : fer (2.34

Résultats et discussions

mg/100g), magnésium (66.9 mg/100g), de manganèse (0.56 mg/100g), de zinc (0.70 mg/100g), du cuivre (0,62 mg/100g), et du phosphore P (31,58 mg/100g).

2. Détermination de la teneur en fibre :

Les fibres alimentaires sont des polymères glucidiques d'origine végétale, qui résistent à la digestion et à l'absorption dans l'intestin grêle et subissent une fermentation partielle ou totale dans le colon, elles incluent des polysaccharides, des oligosaccharides, de la lignine et des substances végétales associées. En effet, ces fibres alimentaires peuvent être classées en deux groupes majeurs, en fonction de leur solubilité dans l'eau, leurs propriétés chimiques et leurs qualités nutritionnelles : les fibres insolubles et solubles. La consommation des fibres alimentaires peut influencer la faim, la satiété, et l'apport énergétique chez les humains.

Le fruit du caroubier représente une teneur élevée en fibre de 4.2% à 9.6% (**Biner et al. 2007**). Selon l'étude faite par **Zunft (2003)**, a indiqué une teneur très élevée en fibres insolubles supposant être bénéfique pour la santé humaine, tout en réduisant le taux du rapport LDL: HDL de $7,9 \pm 2,2\%$ et permet également de réduire les triglycérides chez les femmes de $11,3 \pm 4,5\%$, en plus ces fibres ont un rôle important au niveau de la régulation de l'insulinémie postprandiale (**Gruendelet al., 2007**).

Les dosages des fibres alimentaires effectués sur les échantillons de caroube ont donné des teneurs très basses d'environ 3.5%, en comparant avec d'autres travaux **Yousif et Alghzawi en 2000** (10,99% de MS), aussi (**Gaouar, 2011**) qui a comparé entre 3 variétés algériennes a trouvé des valeurs estimées entre 10,83% MS, 10,33% MS et 10,17% MS. On remarque que il y a une différence significative qui est due aux conditions de manipulation et une grande perte de masse causée par l'indisponibilité du creuset spécifique au dosage des fibres.

Plusieurs travaux ont été réalisés sur les fibres de caroube et ont révélé les résultats suivants: Les fibres de caroube augmentent le métabolisme des lipides en favorisant leur utilisation donc leur oxydation ; par conséquent ; les fibres de caroube exercent une bonne influence sur l'énergie ingérée et le poids corporel (**Gruendel et al., 2007**) ; L'ingestion des fibres de caroube diminue le taux de glucose postprandiale dans le sang et l'insulinémie chez les sujets ayant le diabète de type 2 (**Gruendel et al., 2007**) ;

La consommation des fibres de caroube réduit les taux de cholestérol HDL et LDL et de triglycérides dans le sang, donc ils contribuent à la prévention et au traitement de l'hyperlipidémie (**Zunft et al., 2001** ; **Ruiz-Roso et al., 2010**).

Résultats et discussions

3. Détermination de la teneur en sucres totaux et en sucres réducteurs :

Le caroubier est un fruit caractérisé par sa teneur élevée en sucre (environ 500g/kg) (40-60%) plus élevée que celle présente dans la betterave sucrière et la canne à sucre (environ 200g/kg) (Petit et Pinilla, 1995). Les recherches scientifiques ont démontré que le sucre le plus abondant est le saccharose (27-40%) suivi par le glucose (3-5%) et le fructose (3-8%) (Shaw, 1988). La teneur des autres sucres est très faible (xylose et maltose, la cellulose et hémicellulose est d'environ 15%). Cependant, ces proportions varient selon les auteurs (Karkacier et Artik, 1995; Kumazawa et al., 2002 ; Biner, 2007). Ces différences au sein de la littérature sont attribuées à de nombreux facteurs tels l'origine géographique, les conditions climatiques, la diversité entre les variétés, la récolte et le stockage, et les facteurs technologiques (Owen et al., 2003; Papagiannopoulos et al., 2004).

Les résultats qu'on a obtenus (10.66% pour les sucres réducteurs et 43,85% pour les sucres totaux) en utilisant la méthode colorimétrique sont conformes aux résultats trouvés par d'autres auteurs (Biner et al., 2007 ; Avallone et al., 1997) 65-75%, et ceux trouvés par (Gouar, 2011) entre 37.5% et 45.3%.

4. Détermination de la teneur des protéines :

Les protéines tiennent une place importante dans notre alimentation. En effet, pour l'Homme et l'animal, le besoin en protéines est d'environ 12 à 15% de la matière sèche du régime alimentaire, suivant l'espèce et l'état physiologique. Elles sont fournies essentiellement par les graines de céréales et des légumineuses.

Le taux de protéines estimé pour nos échantillons est d'environ 0.73%, ce qui est inférieur aux résultats trouvés par d'autres travaux, (Gaouar, 2011) a trouvé des valeurs estimées entre 6,38%, 6,5%, 6,56%. Ces différences peuvent être expliquées soit par la méthode d'analyse utilisée, nous avons utilisé la méthode colorimétrique de Lowry et pour Gaouar (2011) a utilisé la méthode de Kjeldahl (1883), soit par rapport aux conditions climatiques et géologiques des différentes régions.

De nombreuses études ont démontré que la composition en acides aminés varie d'un fruit à l'autre suivant l'espèce, l'origine géographique, le stade de maturation et la méthode de culture. Les travaux de Ayaz et al., (2007) ont été réalisés afin de démontrer la composition en acides aminés de la caroube, il a été démontré que la pulpe de caroube contenait 18 acides aminés représentés en majorité par l'acide aspartique suivi de l'alanine, l'acide glutamique, la leucine, la valine et l'arginine ; la cystéine et le tryptophane sont les acides aminés qui ont montré la plus faible concentration. Pour cela, Ayaz et al., (2009) ont comparé ces résultats avec le taux standard des protéines selon l'OMS (Organisation Mondiale de la Santé),

Résultats et discussions

afind'évaluer la qualité nutritionnelle de cette dernière, il en ressort que le taux d'acides aminés essentiels dans la caroube était bien raisonnable sauf pour la lysine qui est en dessous du taux requis, ce qui nous permet de conclure que la caroube est un fruit ayant une bonne qualité nutritionnelle, ce qui a été confirmé par **Flynn et al., (2002)** qui stipule que la caroube étant riche en acide glutamique et en arginine, elle peut constituer un excellent ingrédient dans la nourriture des sportifs, car ces deux acides aminés augmentent la masse musculaire, la synthèse de collagène ainsi que la production de glycogène.

I. Détermination des métabolites secondaires :

Les métabolites secondaires sont des composés biosynthétisés naturellement par les végétaux pour leur défense contre les agressions extérieures, en d'autres termes, ils constituent l'immunité des plantes. Ils possèdent des vertus thérapeutiques et sont utilisés en médecine humaine.

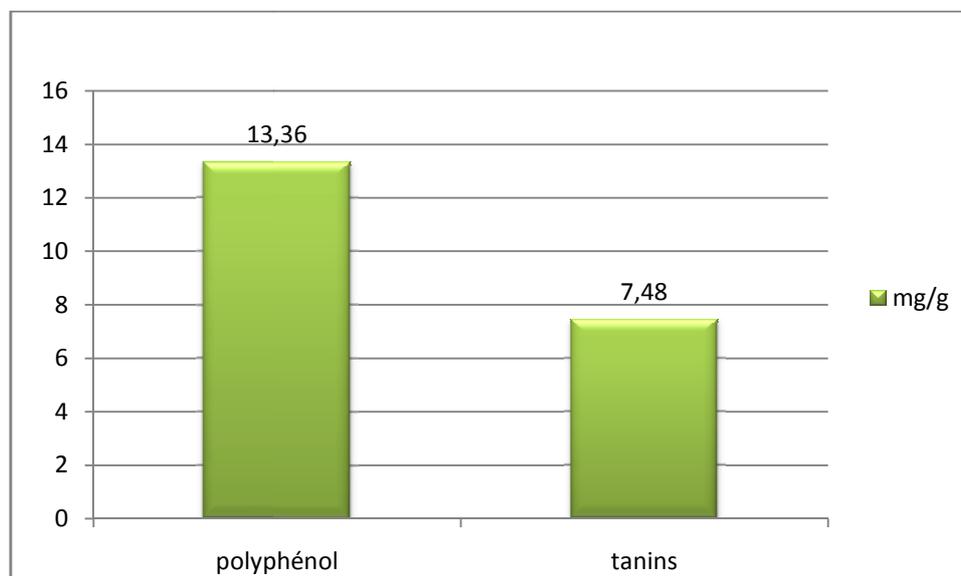


Figure14 :Les métabolites secondaires du caroubier en mg/g.

1. Détermination de la teneur en polyphénols totaux :

Nos résultats obtenus sont d'environ 13.36mg/100g d'échantillon, ils sont supérieurs à ceux trouvés par **Gaouar(2011)** (5.67mg/g et 50.9mg/g) et ceux trouvés par **Avallone et al 1997**(1.19mg/g). Outre nos résultats sont conformes aux travaux qui ont montré que la teneur en polyphénols totaux peut atteindre 13.51mg/g (**Ayaz et al., 2007**) ou même jusqu'à 19.2mg/g (**Glew et al., 2003**).

D'après ces données ; on peut déduire que la caroube de la région d'Azeffoun est plus riche en composés phénoliques que celle de Tlemcen et Blida. Cette différence observée dans

Résultats et discussions

les différentes études peut s'expliquer par la provenance géographique, le cultivar, la variété et surtout le degré de maturité. Cela a été prouvé par les travaux d'**AbiAzar (2007)**, réalisés sur des gousses de caroube vertes et qui ont montré que ces dernières contenaient 45,2 g/l de polyphénols totaux. En effet, **Joslyn et al., (1968)** constatent que par extraction à l'eau chaude et au méthanol, les gousses vertes contiennent beaucoup plus de polyphénols totaux que les gousses mûres (67 mg/g de matière sèche pour les gousses mûres et 204,3 mg/g de matière sèche pour les gousses vertes).

La caroube étant riche en polyphénols, elle a suscité l'intérêt de plusieurs chercheurs notamment **Doha et al., (2008)** qui a trouvé que les polyphénols de la caroube réduisaient le taux de glucose dans le sang et qu'ils avaient un index glycémique de 83,4%. Selon les travaux de **Ben Hsouna et al., (1986)**, les polyphénols de caroube possèdent une activité antioxydante ainsi qu'antibactérienne et antifongique, de plus ils agissent contre le stress oxydatif au niveau des cellules du colon, ce qui leur confère la propriété anti-cancérogène ; cela a été démontré dans les travaux de **Klenow et al., (2009)**.

2. Détermination de la teneur en tanins totaux :

La teneur en tanins totaux est estimée à environ 7.48 mg/g, cette valeur est bien faible que celle de la littérature qui se situe entre 16% et 20% (**Würschet al., 1984**), **Saura Calixto (1988)** rapporte aussi une teneur de 17,9% de tanins condensés et de 1.3% pour les tanins hydrolysables, par ailleurs ces résultats sont plus élevés que ceux trouvés par **Avallone et al., 1997**, 2.75 mg/g pour les tanins condensés et 0.95 mg/g pour les tanins hydrolysables.

Les tanins condensés ont suscité l'intérêt de plusieurs études, dont les recherches de **Priolo et al., (2002)** qui rapportent que ces derniers exercent un effet néfaste sur le bétail qui se traduit par la diminution de la digestibilité des protéines alimentaires à cause de leur interaction, cela explique l'effet hypocholestérolémiant des tanins condensés.

Les travaux de **Zulim Botega et al., (2009)** mettent en évidence un effet bénéfique des tanins condensés de la caroube qui est d'être utilisé comme additif dans l'huile de tournesol afin de prolonger la vie de l'huile de friture et diminuer la toxicité potentielle de l'huile chauffée, ce qui confère aux tanins condensés de la caroube la propriété d'être bénéfiques sur le plan santé comme sur le plan économique.

Conclusion et perspectives

Le caroubier est originaire des pays méditerranéens, actuellement répandu dans de nombreux pays subtropicaux. Le caroubier reste très négligé et n'a pas encore eu la place qu'il mérite dans les programmes de reboisement et ce, malgré les différentes études et résultats qui ont montré que cet espèce est très intéressante aussi bien du point de vue écologique (plasticité, rusticité, résistance à la sécheresse, etc.), que économique (production de fruits ; de bois, création d'emploi, rôle anti-érosif, conservation des sols). Les gousses du caroubier font l'objet de transactions commerciales à l'échelle régionale et internationale. Ceci a un impact positif sur l'économie des pays producteurs, mais surtout comme source de revenus pour les populations rurales. On tire des gousses de caroube deux produits très différents, utilisés abondamment par l'industrie alimentaire: la farine de caroube utilisée comme substitut du cacao et la gomme de caroube.

Nous avons entrepris une étude physico-chimique sur la pulpe du caroubier de la région d'Azeffoune. L'analyse de la composition de cette dernière en métabolites primaires, révèle une richesse en sucres totaux 43,85%, un taux de protéines brutes estimé de 0,73%. La détermination de la teneur en fibres montre des valeurs très faibles aux alentours de 3.5% mais cette différence est causée par la méthode de travail utilisée, l'étude de la teneur en cendres des pulpes de caroube a donné un taux estimé à 2.76%. En ce qui concerne les métabolites secondaires, nous avons remarqué que la pulpe de caroube est riche en polyphénols totaux 13.36 mg/g, et la teneur en tanins totaux estimé de 7.48mg/g.

La caroube est utilisée pour ses vertus médicinales car, grâce à sa teneur élevée en fibres, elle exerce un effet régulateur sur la fonction intestinale et elle est utilisée dans les cas de diarrhée ou de constipation chez les enfants, elle est alors administrée sous forme de préparation instantanée, comme un chocolat chaud. Les recherches scientifiques ont démontré que cette plante est riche en antioxydants (flavonoïdes, iso flavonoïdes, tanins, composés phénoliques), et elle est connue aussi pour son effet hypocholestérolémiant et contre les troubles digestifs, etc.

En terme de perspectives et dans le but de compléter ce travail dans l'avenir, il serait intéressant de :

- Faire une étude comparative sur différentes variétés de la région de Tizi-Ouzou.
- Essayer de formuler des produits issus de la caroube.
- Extraction et purification de la gomme de caroube à partir des graines.

- **Aafi A. (1996)**, Note technique sur le caroubier (*Cératoniasiliqua*), Centre Nationale de la Recherche Forestière, Rabat(Maroc), pp.10.
- **AbiAzar R. (2007)**, Complexassions des protéines laitières par les extraits de gousses vertes de caroubier. Propriété technologiques des coagulums obtenus, Agroparistech Ecole doctorale Abies, thèse de doctorat.
- **Ait Chitt M, et Lazrak A. (2007)**, Production des plantes sélectionnées et greffées du caroubier. Transfert de technologie en Agriculture, N°1533, IAV Rabat, pp. 1-4.
- **Albanell E., Caja G. and Plaixats J. (1991)**, Characterization of Spanish carob pod and nutritive value of carob kibbles, *Options Méditerranéennes* N°16, pp. 135- 136.
- **Avallone R, Plessi M., Baraldi M. and Monzani A. (1997)**, Determination of Chemical Composition of Carob (*Ceratoniasiliqua*): Protein, Fat, Carbohydrates, and Tannins, *Journal*
- **Ayaz F.A, Torun H., Ayaz S., Correia P.J, Alaiz M., Sanz C., Gruz J., Strnad M.,(2007)**, Determination Of Chemical Composition Of Anatolian Carob Pod(*Ceratoniasiliqua L.*): Sugars, Amino And Organic Acids, Minerals And Phenolic Compounds, *Journal of food quality* , vol. 30, No6, pp. 1040-1055.
- **Ayaz F.A., H.Torun, R.H. Glew, Z.D. Bak, L.T. Chuang, J.M. Presley, R.Andrews, (2009)**, Nutrient Content of Carob Pod (*Ceratoniasiliqua L.*) Flour Prepared Commercially and Domestically, *Plant Foods Hum Nutr.*,vol. 64, pp. 286–292.
- **Battle I., Tous J., (1997)**, Carob tree *Ceratoniasiliqua*L., Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. 17, Gatersleben: Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Rome: International Plant Genetic Resources Institute, pp. 92.
- **Ben Hsouna A., M. Trigui, S. Jaoua, (1986)**, Evaluation of antimicrobial and antioxidant activities of the ethyl acetate extract of endemic *Ceratoniasiliqua* leaves *Journal of agricultural and food chemistry*, vol. 34, N° 5, pp. 827-829.
- **Bengoechea, C., Romero, A., Villanueva, A., Moreno, G., Alaiz, M., Milla' n, F., Guerrero,A., Puppo, M.C., (2008)**. Composition and structure of carob (*Ceratoniasiliqua L*) germ proteins. *Food Chemistry* 107, 675–683.
- **Biner B, Gubbuk H., Karhan M., Aksu M. et Pekmezci M., (2007)**, Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratoniasiliqua L.*) in Turkey, *Food Chemistry* N°100, pp.1453-1455.
- **Boudy P., (1950)**, Economie forestière Nord-Africain, Tome II : Monographie et traitement des essences forestières, Ed. Larose, Paris, pp.443-445.
- **Bruneton J., (1999)**, Pharmacologie-Phytochimie-Plantes médicinales, Tech.et Doc.Ed. Lavoisier (3° Edition), Paris.

- **Calixto, F.S., Canellas, J., (1982).** Components of nutritional interest in carob pods *Ceratoniasiliqua*. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 33, 1319–1323.
- **Custódio L., A.L. Escapa, E. Fernandes, A. Fajardo, A. Rosa, F. Albericio, N. Neng, J.M.F. Nogueira, A. Romano, (2011).** Phytochemical profile antioxidant cytotoxic activities of the carob tree (*Ceratoniasiliqua L.*) germ flour extracts, *Plant Foods Human Nutrition* 66 78–84.
- **Diamantoglou and Mitrakos K. (1981).** Leaf longevity in Mediterranean evergreensclerophylls. In *Components of Productivity of Mediterranean Climate Region. Basic and Applied Aspects* (N.S. Margaritis and H.A. Mooney, eds), pp: 17-19. Junk Publishers, The Hague ISBN. 90: 6193-9445.
- **Doha Mohamed A., Hamed Ibrahim M., Al-Okbi Sahar Y., (2008),** *Ceratoniasiliqua* Pods as a Cheap Source of Functional Food Components, *Deutsche Lebensmittel-Rundschau*, Vol. 104, N° 1, pp. 25-29.
FAO Corporate Document Repository, 3. Country reports, 3.8, Lebanon. Retrieved on 12-18-2006 from <http://www.fao.org/docrep/003/Y1797E/y1797e13.htm>.
- **FAOSTAT (2010),** www.fao.org
- **Flynn N.E., C.J. Meininger, T.E. Haynes and G. Wu, (2002),** The metabolic basis of arginine nutrition and pharmacotherapy, *Biomedicine Pharmacotherapy* N°56, pp.427–438.
Food and Agriculture organization of the United Nations, 2003-2004 FAOSTAT Carob Tree. Production Mondiale du Caroubier. (<http://www.fao.org>).
- **Gaouar N. (2011),** Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes; Laboratoire des Produits Naturels du Département des Sciences d'Agronomie et des Forêts; Tlemcen. pp 47- 70.
- **Gharnit N., N. El Mtili, A. Ennabili, F. Sayah, (2006),** importance socioéconomique du caroubier (*Ceratoniasiliqua L.*) dans la Province de Chefchaouen (nord-ouest du Maroc), *Rev. Tela Botanica Base de Données Nomenclaturale de la Flore de France BDNFF*, VOL.4.02 N°33.
- **Gruendel S., Otto B., Garcia A.L., Wagner K., Mueller C., Weickert M.O., Heldwein W., Koebnick C., (2007),** Carob pulp preparation rich in insoluble dietary fibre and polyphenols increases plasma glucose and serum insulin responses in combination with a glucose load in humans, *Br. J. Nutr.*, Vol. 98, N°1, pp.101-5.
- **Hariri A., N.Ouis, Sahnouni F et D.Bouhadi (2009),** mise en oeuvre de la fermentation de certains ferments lactiques dans des milieux à base des extraits de caroube, *rev. microbiol. ind. san et environn.* pp. 37-55.

- **Joslyn M.A., Nishira H., Ito S., (1968)**, Leucoanthocyanins and related phenolic compounds of carob pods (*Ceratonia siliqua*), *J. Sci. Food Agric.*, N°19, pp.543-550.
- **Karkacier, M., Artık, N., (1995)**. Determination of physical properties, chemical composition and extraction conditions of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.). *Gıda* 20 (3), 131–136.
- **Kjeldhal J., (1883)**, Neue method zur bestimmung des stickstoffes in organischen korpern. *Z Anal. Chem.*, Vol. 22. Pp.366-382.
- **Klenow S., Jahns F., Pool-Zobel B.L., Gleis M., (2009)**, Does an extract of carob (*Ceratonia siliqua* L.) have chemopreventive potential related to oxidative stress and drug metabolism in human colon cells, *J. Agric Food Chem.*, vol.57, N°7, pp. 2999-3004.
- **Kumazawa S., Taniguchi, Y. Suzuki, M. Shimura, Mi-Sun Kwon, and T.Nakayama, (2002)**, Antioxidant Activity of Polyphenols in Carob Pods. *J. Agric.Food Chem.*, Vol.50. N°2, pp. 373–377.
- **Loeb H., Vandenplas Y., Wursch P., Guesry P. (1989)**, Tannin-rich carob pod
- **Makris D. P., P. Kefalas; (2004)**. Carob Pod as a source of polyphenolic Antioxidants, *Food Technol. Biotechnol.* Vol. 42: 105–108, N° 2.

mineral contents of carob (*Ceratonia siliqua*) fruit, flour and syrup. *Nt. J. Food Sci Nutr.*, vol.58, N°8, pp.652-8.
- **Nabli A. (1989)**. Essai de synthèse sur la végétation et la phyto-écologie tunisienne, 1. *Éléments de botanique et de phyto-écologie*, MAB-FST-Laboratoire de botanique fondamentale et appliqué. 247.
- **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 Chem Toxicol.* 41, 1727–1738.
- **Ozcan M.M., Arslan D., Gökçalik H., (2007)**, Some compositional properties and
- **Papagiannopoulos M., H.R. Wollseifen, A. Mellenthin, B. Haber and R. Galensa (2004)**. Identification and quantification of polyphenols in carob fruits (*Ceratonia siliqua* L.) and derived products by HPLC-UV-ESI/ MSn, *J. Agric. Food Chem.* 52, 3784-3791.
- **Petit M. D. & Pinilla J. M., (1995)**. Production and Purification of a Sugar Pods Syrup from Carob Pods *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.* 28, 145-152.
- **Puhan, Z. and M.W. Wielinga (1996)**. Products derived from carob pods with particular emphasis on carob bean gum (CBG). Report Technical Committee of INEC (unpublished).

- **Quezel P., Santa S. (1963).**Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales (tome1), Editions du centre national de la recherche scientifique.557.
- **Rejeb M. N. (1995),** Le caroubier en Tunisie: Situations et perspectives d'amélioration, in Quel avenir pour l'amélioration des plantes? Edit. AUPELF-UREF. John LibbeyEurotext, Paris, pp. 79-85.
- **Ruiz-Roso B., Quintela J.C., de la Fuente E., Haya J., Pérez-Olleros L., (2010),**Insoluble Carob Fiber Rich in Polyphenols Lowers Total and LDL Cholesterol inHypercholesterolemicSubjects, Plant Foods Hum Nutr., Vol.65. N°1, pp.50-6.
- **SauraCalixto F. (1988),** Effect of condensed tannins in the analysis of dietary fiberin carob pods, J. Food Sci. N°53, pp.1769-1771.
- **Shaw, D.V. (1988).**Genotypic variation and genotypic correlation for sugars and organic acids of strawberries.J. Am. Soc. Hortic. Sci. Vol.113: 770–774.
- **Yousif A.K. etAlghzawi H.M. (2000),** Processing and characterization of carobpowder, Food chemistry, Vol. 69, N°3, pp.283-287.
- **Zitouni A. (2010).** Monographie et perspectives d'avenir du caroubier (*Ceratonia siliqua*) en Algerie. Th.Ing. Agrn, INA, El-Harrach, pp 201.
- **Zouhair O. (1996),** Le caroubier: situation actuelle et perspectives d'avenir, Document interne, Eaux et forêts, Maroc, pp 22.
- **Zunft H.J.F., W. Lüder, A. Harde, B. Haber, H.J. Graubaum, J. Gruenwald, (2001).**CarobPulpPreparation for Treatment of Hypercholesterolemia, Advances In Therapy,Vol.18 N°. 5.

Annexe

➤ Préparation des solutions :

❖ Solution Fehling = Fehling A+ Fehling B.

• Fehling A :

- ✓ Sulfate de cuivre 40 g
- ✓ Acide sulfurique pur 2 ml
- ✓ Eau distillée 1000 ml

• Fehling B :

- ✓ Tartrate double de Na et K 200 g
- ✓ Soude pur (NaOH) 150 ml
- ✓ Eau distillée 1000 ml

❖ Solution de bleu de méthylène :

- ✓ Bleu de méthylène 2 g
- ✓ Eau distillée 1000 ml

❖ Solution d'acétate de plomb :

- ✓ Acétate neutre de plomb 5g
- ✓ Eau distillée 100 ml

❖ Solution de phénolphtaléine à 2% :

- ✓ Phénolphtaléine 2 g
- ✓ Eau distillée 100 ml

❖ Solution de NaOH à 10 N :

- ✓ Soude 40 g
- ✓ Eau distillée 1000 ml

❖ Solution de NaOH à 0.1 N :

- ✓ Soude 4 g
- ✓ Eau distillé 1000 ml

❖ Réactif A : NaCO₃ 2% dans NaOH 0.1N

- ✓ NaOH 0.4g
- ✓ Eau distillé 100ml
- ✓ NaCO₃ 2g
- ✓ NaOH 0.1N 100ml

❖ Réactif B : sulfate de cuivre 0.5% dans du tartrate k⁺, Na⁺ 1%

- ✓ Tartrate k⁺, Na⁺ 1g
- ✓ Eau distillé 100ml

Annexe

✓ Sulfate de cuivre	0.5g
✓ Solution tartrate	100ml
❖ Réactif C : A+B	
✓ Réactif A	50ml
✓ Réactif B	1ml
❖ Réactif D : folin dilué a moitié	
✓ Folin ciocalteu	3ml
✓ Eau distillé	3ml
❖ KoH 1.25% :	
✓ KoH	1.25g
✓ Eau distillé	100ml
❖ H₂SO₄ 1.25% :	
✓ H ₂ SO ₄	1.28 ml
✓ Eau distillé	complété jusqu'à 100ml

Annexe

❖ **Appareillage :**

- ✓ Spectrophotomètre.
- ✓ Bain mari.
- ✓ Balance de précision
- ✓ Etuve
- ✓ Four a moufle
- ✓ Dessiccateur
- ✓ Plaque chauffante
- ✓ Broyeur

❖ **Verrerie :**

- ✓ Des béchers
- ✓ Pipettes graduées
- ✓ Fioles jaugées
- ✓ Entonnoirs
- ✓ Tubes à essais
- ✓ Burettes
- ✓ Creusets en porcelaines

Annexe

❖ Matériels et appareils utilisés au cours de l'expérimentation :

Spectrophotomètre (MD-2000UV)



Balance de précision



L'étuve (BINDER)



Dessiccateur



Résumé:

Le caroubier est considéré comme l'un des arbres fruitiers et forestiers qui présente le plus grand potentiel de valorisation puisque toutes les parties de cette plante sont utilisables dans plusieurs applications industriels.

Le caroubier est cultivé dans plusieurs régions d'Algérie mais peu d'études sont disponibles sur les voies de valorisation et sur les propriétés fonctionnelles et structurales des gousses. Ainsi, dans le cadre d'une démarche qui vise à promouvoir et contribuer à une meilleure valorisation et gestion de cette ressource renouvelable, nous avons entrepris dans cet étude des travaux consacrée à la caractérisation physico-chimiques des gousses de caroube issues de la région d'Azeffoune .

Les résultats obtenus à l'issue de cet étude ont révélé des teneurs variables en métabolites primaires dont des valeurs importantes en sucres totaux et en matière minérale mais de faible teneur en protéine et en fibre. Concernant les métabolites secondaires, nos échantillons continents des teneurs élevées en polyphénols totaux et pauvre en tanins.

Mots clés : Caroube, pulpe, métabolites primaires, métabolites secondaires.

Abstract

The carob tree is considered as one of the fruit and forest trees that has the most great potential for valorization since all parts of this plant can be used in several industrial applications.

The carob tree is cultivated in several regions of Algeria but few studies are available on the recovery methods and on the functional and structural properties of the pods. Thus, as part of an approach aimed at promoting and contributing to a better development and management of this renewable resource, we have undertaken in this study work devoted to the physico-chemical characterization of carob pods from the Azeffoune region.

The results obtained from this study revealed variable contents of primary metabolites, including high values of total sugars and mineral matter but low protein and fibre content. Concerning secondary metabolites, our continental samples show high levels of total polyphenols and low tannin levels.

Keywords: Carob, pulp, primary metabolites, secondary metabolites.