

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun–Tiaret

Faculté des Sciences de la nature et de la vie

Département Nutrition et Technologie Agroalimentaire

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences alimentaires

Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité

Présenté par :

SADIKI Aicha

KALBAZA Imen

GUERCHI Moulay Ali Cherif



## Analyse et valorisation des propriétés texturantes de la caroube

Soutenu publiquement le : 20 /06 /2023

Jury :

Président: M. METTAI Kamel.. (MAA) ..... Université de Tiaret

Encadreur: M. ACEM Kamel... (Pr). ..... Université de Tiaret

Examineur: M. BENBEGUARA Mourad... (MAA)..... Université de Tiaret

Année universitaire 2022-2023



## Remerciements



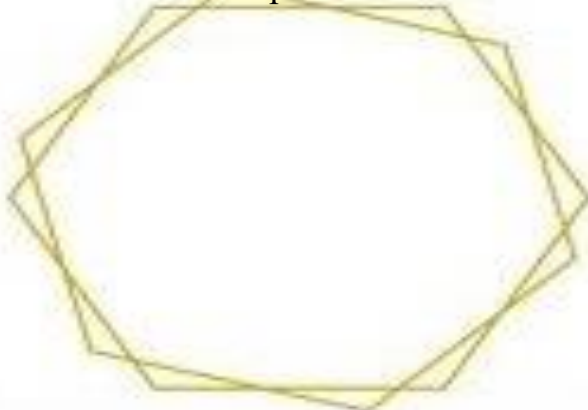
Avant tout nous remercions « **Allah** » tout puissant qui nous a donné le courage, la volonté et la force pour accomplir ce modeste travail. Merci de nous avoir éclairé le chemin de la réussite.

Nos reconnaissances vont tout d'abord au Professeur **Acem Kamel** qui nous a honoré en acceptant de diriger ce travail, pour son encadrement rigoureux et méthodique et les compétences dont elle nous fait bénéficier au long de tous nos études. Nous lui adressons également nos gratitude pour son aide précieuse et d'avoir été la pour nous, par ses conseils fructueux, son soutien continu et ses encouragement permanents .merci de nous avoir guidés avec patience et d'avoir consacré autant d'heures pour les corrections de ce manuscrit.

Nous exprimons nos et nos remerciements et notre estime aux membres de jury **Mr Benbagara Mourad** et **Mr Mettai kamel** qui ont pris de leur temps et ont bien voulu accepté de juger ce modeste travail.

Un grand merci à l'ensemble de laboratoire de technologie alimentaire spécialement l'ingénieur de laboratoire **Mr Mostapha** et **Mme Oum Elkhir** pour leurs entière disponibilité, coopération ainsi pour l'ambiance et les bonnes conditions.

Finalement, nous remercions tous ceux ou celles qui ont contribué de près ou loin à l'accomplissement de ce mémoire.



## Dédicaces

Je dédie ce travail :

A mon chère père (**Omar**) qui a sacrifié beaucoup pour moi ;

A ma chère mère (**Halima**) qui m'a toujours offert son amour et son affection ;

A mes sœurs « **Nour el houda, Khouloud, Abrar et Ghofrane** » ;

A mes frères et mes cousines ;

A tout ma famille ;

A tous mes enseignants

A ma chère sœur et copine « **Imen** » ;

Toute la promotion de Master (2) AACQ qui va vraiment me manquer sans oublier tous les professeurs de l'enseignement supérieur et surtout mon encadreur **Mr Acem Kamel** ;

A tous ceux qui ont contribué de loin ou près à ce travail

*Aicha*



## Dédicaces

Je dédie ce modeste mémoire de fin d'étude à ma grande famille « **Kalbaza** »

A mes très chers parents : mon père « **Slimane** » et ma mère « **Khaira** »

Pour leur dévouement, leur amour, leur soutien moral et financier durant tout un long de mes études.

A mes chers frères « **Adel** » et « **Mourad** »

A mes chères sœurs « **Sabrina** » et « **Sarah** »

A mon mari « **Farouk** » et ma belle famille « **Ouahabi** »

Pour leur encouragement, qui m'a toujours donné la force d'aller de l'avant.

A ma proche copine « **Aicha** » qui m'a aidé dans ce travail.

Mes remerciements à tous les responsables du laboratoire pour nous accordés.

En fin à toutes les personnes qui m'ont soutenu.

*Imen*





## Dédicaces

JE tiens à dédier ce modeste travail à :

A mes chers parents, qui m'ont soutenu tout au long de ces années, avec leur affection et

Leur amour, que dieu leurs offres une bonne santé et longue vie.

A mon unique frère « **Mohamed** »

A ma sœur « **Sarah** » que Dieu ait pitié d'elle.

A toute ma famille.

A tous ce qui m'ont aidé de près ou de loin.

A toute la promotion du Master 2 agroalimentaire et contrôle de qualité  
2022/2023.



**Moulay**

## Table des matières

### Introduction

Introduction : ..... **Error! Bookmark not defined.**

*Étude expérimentale*

### Chapitre 1

Chapitre 1 : Matériel et Méthodes ..... **Error! Bookmark not defined.**

1.1: Lieu du travail..... 7

1.2 : Matériel et produits utilisés ..... 7

1.2.1 : Matériel végétal ..... 7

1.3 : Méthodes d'analyses ..... 8

1.3.1 : Protocole expérimental..... 8

1.3.2 : Caractéristique morphologiques ..... 9

1.3.4 : Sélection d'extrait aqueux ..... 11

1.3.5 : Préparation de la mélasse ..... 11

1.3.6 : Rendement de mélasse ..... 12

1.3.7 : Analyses physiques ..... 12

1.3.8 Criblage phytochimique ..... 16

1.3.9 : Analyses Chimiques ..... 20

1.3.10 : Analyses microbiologiques ..... 24

1.3.11 : Analyses sensorielles : ..... 26

### *Chapitre 2*

2.1 : Etude morphologique .....	29
2.2 : Rendement de mélasse par rapport à volume d'extrait .....	30
2.3 :Analyses physicochimiques de la mélasse.....	31
2.3.1 : Degré de Brix.....	31
2.3.2 : Détermination du pH.....	32
2.3.3 : Conductivité électrique .....	33
2.3.4 : Teneur en cendres .....	34
2.4 : Criblage phytochimique .....	34
2.5 : Analyses chimiques.....	41
2.5.1 : Polyphénols totaux.....	41
2.5.3 : Sucres totaux.....	42
2.6 : Analyse microbiologique .....	43

## **Conclusion**

<b>Conclusion</b> .....	49
-------------------------	----

<b><i>Références Bibliographiques</i></b> .....	51
---	----

***liste des Annexes***

**Résumé**



## Liste des abréviations

- °B : Degré de Brix
- CE : Conductivité électrique
- CT : Coliformes totaux
- IR : Indice de réfraction
- Fru : Fructose
- G : Gousse
- G(29) : Gousse Mascara
- G(43) : Gousse Mila
- GMAT : Germe Mésophile Aérobie Totale
- FMAT : Flore Mésophile Aérobie Totale
- FAOSTAT : Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database
- Glu : Glucose
- P : Pulpe
- P(29) : Pulpe Mascara
- P(43) : Pulpe Mila
- Pbs : Phosphate buffered saline
- pH : Potentiel d'hydrogène
- PPT : Poly phénols totaux
- ST : Sucres totaux
- UFC : Unité formant colonie

- **Liste des Figures**

- Figure 01 : Gousses et Pulpes de caroube des deux régions. ----- 06
- Figure02 : Protocole expérimentale ----- 07
- Figure 03 : Echantillons des gousses choisis pour l'étude morphologique. ----- 08
- Figure 04 : Extrait aqueux par macération. ----- 09
- Figure 05 : Extrait aqueux par Décoction. ----- 10
- Figure 06 : Préparation des mélasses. ----- 11
- Figure 07 : Réfractomètre ----- 07
- Figure 08 : PH – mètre ----- 13
- Figure 09 : Conductimètre. ----- 14
- Figure 10 : Four à moufle. ----- 15
- Figure 11 : Préparation des Sucres totaux----- 19
- Figure 12 : Préparation des solutions mères. ----- 23
- Figure 13 : Préparation des boites de pétri contenant les solutions mères et les différentes dilutions de la mélasse de caroube avant l'incubation (GMAT). ----- 24
- Figure 14 : Préparation des boites de pétri contenant les solutions mère et les différentes dilutions de la mélasse de caroube avant l'incubation (Coliforme totaux). ----- 24
- Figure 15 : Test dégustation / évaluation hédonique.----- 26
- Figure 16 : Caractéristique morphologique de quelque échantillon de caroube. -- 28
- Figure 17 : Valeur de degré de Brix des mélasses pendant la cuisson ----- 30
- Figure 18 : Valeurs de pH des mélasses au cours du temps. ----- 31
- Figure 19 : Valeurs de la conductivité électrique des mélasses des leur formation et Pendant leur conservation. ----- 32
- Figure 20 : Teneur en cendre des mélasses des caroubes des deux régions. ----- 33
- Figure 21: Teneur en poly phénol des gousses et des pulpes de mélasse de caroube De deux régions ----- 40
- Figure 22 : Teneur en protéine de la mélasse de gousse et pulpe de caroube Des deux régions. ----- 41
- Figure (23) : Teneur de sucre total de la mélasse de gousse et pulpe de caroube - 42

- **Liste des Tableaux**

- Tableau 1 : Prises d'essais ----- 10
- Tableau 2 : Evaluation hédonique par l'échelle de 6 points ----- 26
- Tableau 3 : Rendement de mélasse par rapport au extrais aqueux ----- 29
- Tableau 4 : Criblage phytochimique des extrais aqueux et mélasses des caroubes de deux régions. ----- 34
- Tableau 5 : Résultats d'analyses microbiologiques des mélasses fraiche ----- 43
- Tableau 6 : Résultats d'analyses sensorielles des mélasses préparées ----- 44

- **Liste des annexes**
- Annexe 01 : Appareillage, Verrerie, Produits chimiques et milieux de cultures.-- 63
- Annexe 2 : Tableaux caractéristiques morphologiques de quelques échantillons de la caroube de deux régions. ----- 64
- Annexe 03 : Paramètres de dégustation. ----- 65
- Annexe 04 : Valeurs de degré de Brix et indice de réfraction des mélasses pendant leur conservation. ----- 66
- Annexe 05 : Valeurs de conductivité et pH des mélasses pendant leur conservation. ----- 67
- Annexe 06 : Valeurs de cendre des mélasses des caroubes des deux régions. ----- 68
- Annexe 07 : Photos de Moulin à farine électrique et Balance.----- 68
- Annexe 08 : Photos d'Etuve et Centrifugeuse. ----- 68
- Annexe 09 : Photos d'Agitateur magnétique et Plaque chauffante.----- 69
- Annexe 10 : Photos d'Autoclave. ----- 69
- Annexe 11 : Photo de Spectrophotomètre.----- 70
- Annexe 12 : Présentation de la courbe d'étalonnage pour le dosage des ST----- 70
- Annexe 13 : La courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols----- 71
- Annexe 14 : La courbe d'étalonnage pour le dosage des protéines----- 71

# **Introduction**

## Introduction

---

Le caroubier est une essence agro-sylvo-pastorale offrant de nombreux avantages et intérêts socio-économique et écologique, il est cultivé depuis longtemps, surtout pour ses fruits comestibles et sucrés qui sont riches en calcium, phosphore, potassium, magnésium et pectine (Benmahiole et al., 2011).

D'abord, le nom scientifique de caroube c'est *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 200 ans (Batlle et al., 1997 ; Rejeb et al., 1995).

Visuellement, le caroubier est un arbre ou arbuste mesurant de 7 à 20 mètres de hauteur et une circonférence à la base du tronc de 2 à 3 mètres, il se caractérise par la présence d'une écorce lisse et grise lorsqu'il est jeune et une écorce brune rugueuse lorsqu'il grandit, son bois de couleur rougeâtre est très dur (Ait chitt et al., 2007), sa croissance est lente et sa longévité est grande (Rejeb et al., 1991 ; Ait chitt et al., 2007), cet arbre a un système racinaire rotatif pouvant atteindre une profondeur de 18 m (Aafi., 1996 ; Gharmit., 2001). Encore, son feuillage est ovale de couleur vert luisant à la face dorsale et vert pâle à la face ventrale, caractérisés par un pétiole de 10 à 20 cm de longueur composés 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, tandis que les vieilles feuilles mesurant 12 à 30 cm chutent en juillet (Diamantogoulou et Mitrakos, 1981).

Il contient également des fleurs 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 fruits sont appelés caroube c'est une gousse indéhiscence, de 10 à 20 cm de longueur, de 1,5 à 3 cm de largeur, d'ailleurs, verte puis brune et au moment de la maturité devient brune foncée à noire selon les variétés, il est constitué principalement par la pulpe et les graines contenues dans les logettes de la gousse (Simon, 2010).

Le fruit du caroubier ou la gousse de caroube, est formé principalement de pulpe et des graines qui représentent respectivement 90% et 10% de son poids total, la graine est utilisée pour l'extraction de galactomannanes (Haddarah et al., 2013), tandis que la pulpe de caroube est riche en hydrates de carbone ( Saccharose, Fructose, Glucose ), ainsi qu'en fibres alimentaires, Tanins et Polyphénols, également une faible quantité de protéines et lipides (Bengoechea et al., 2008), la composition chimique précise varie selon la période de récolte, l'origine du cultivar et les facteurs environnementaux.

## Introduction

---

Selon les données du FAOSTAT ( 2019) ,la production mondiale de caroube est estimée à 136539 tonnes , elle est essentiellement concentrée en Espagne , Italie , Maroc , Portugal , Grèce , Turquie , suivi de Chypre , Algérie , Liban , et en dernier la Tunisie.

La majorité de la production se concentre principalement au Portugal premier producteur avec 41909 Tonnes, Par ailleurs, les faibles productions ont été enregistrées par le Liban , la Tunisie l'Australie et l'Afrique du sud (Benamer , Kaid – Harch et Guin ;2011).

Le caroubier est distribué , à l'état sauvage , en Turquie , Chypre ,Syrie , Liban , Palestine , Sud de Jordanie , Egypte, Arabie Saoudite , Tunisie et Libye avant d'atteindre l'ouest de la méditerranéen , il a été disséminé par les grecs en Grèce et en Italie et par les Arbres le long de la cote nord de l'Afrique , du sud du Portugal et du sud –est de la France (Batlle, 1997).

En Algérie, selon les critères de production, la caroube est répartie dans les provinces suivantes : Bejaia, Blida, Tipaza, Boumerdés, Ain Defla, Bouira, Tlemcen, Mascara, Tizi Ouzo, et selon les critères climatiques, la préférence de la caroube est côtière ou sub - soleil côtier Ample collines : Sahel algérien, Dahra, Grande Kabylie et Petite Kabylie, vallée de Sommam (1074 ha) et Oued-Isser, collines d'Oran et de Mostaganem, plaines semi-chaudes arides de la Mitidja osseuse et vallées intérieures (1054 ha) .il descend jusqu'à Boussaâda et dans la zone de Traras au nord de Tlemcen (276 ha) (Quezel, 1962).

En Algérie, le caroubier est très négligé et n'a pas eu place qu'il mérite malgré sa valeur économique non négligeable et en dépit de récolte et de transformation qui ne sont pas coûteuses. Mais , au cours de ces derniers années, l'Algérie a commencé à marquer sa présence dans le marché de la caroube par l'installation au niveau de Mascara d'une unité qui assure la récolte , le broyage et l'exportation de la farine de caroubes vers près de 20 pays à travers le monde, l'Algérie est aussi occupée le huitième rang avec 1,95% de la production (Batlle et tous , 1988) , La superficie cultivée totale de caroubier en Algérie à fortement baissé passant de 11000 ha en 1961 en 1000 ha en 2011 (FAOSTAT ).

En 2009, cette superficie totale se trouve dans la wilaya de Béjaia , suivi par la wilaya de Blida 23,79% et Tipaza avec 16,55% (FAOSTAT, 2023).

La production nationale de la caroube est estimée à 3655 tonnes (FAO, 2014). La superficie cultivée du caroubier dans le Nord -Ouest de l'Algérie (comprenant la wilaya de Tlemcen et Mascara ) ne représente que 6 ha, soit 0,65 %de la superficie nationale, tandis que la production de la caroube et seulement 0,39% (FAO, 2014).

Le caroubier est une arbre d'importance écologique , industrielle et ornementale indiscutable ,En terme de produits , l'Arbre est utilisé pour le reboisement et la reforestation

## Introduction

---

des zones affectées par l'érosion et la désertification (Rejeb et al, 1991), Il est également utilisé comme plante ornementale en bordure des routes et dans les jardins (Batlle et tous, 1997), Le bois de caroubier appelé carouge est dur à grain fin, il est utilisé pour la fabrication d'ustensiles et la production de combustible (Batlle, 1997). L'écorce de l'arbre est utilisée en tannerie, particulièrement dans l'achèvement et l'émaillage des peaux (Batlle, 1997).

Pour les fruits de caroubier ou la caroube, se compose d'une pulpe enveloppant des graines régulières, En effet la pulpe sucrée de la caroube est employée depuis longtemps comme nourriture de bétail à côté d'autres aliments comme la farine d'orge (Ait chitt, 2007). La farine est employée surtout en agro-alimentaire (Sbay, 2006), dans la préparation de jus sucrés, du chocolat, de biscuits et comme remplaçant de cacao, selon (Rejeb, 1995), la pulpe est recommandée contre la tuberculose pulmonaire et les affections des bronches, étant riche en antioxydants (composés phénoliques). En sucres, en protéines, fibres, potassium et calcium, cette plante est connue en thérapeutique pour son effet hypocholestérolémiant, antiprolifératif, anti-diarrhéique et trouble digestifs (Berrougui, 2007). La gomme extraite de l'endosperme blanc et translucide de la graine, est utilisée dans l'industrie agro-alimentaire E 410. pharmaceutique, cinématographique, textile et cosmétique 100 Kg de graine donnent en moyenne 20Kg de gomme pure et sèche (Ait chitt et al., 2007), et les autres parties de l'arbre de caroube sont (les fleurs) utilisées par les apiculteurs pour la production du miel de caroube, les feuilles sont utilisées pour l'alimentation des animaux, l'écorce et les racines sont et les racines sont utilisées en tannerie grâce à leur teneur en tanins (Rejeb al, 1991).

La mélasse ou le sirop est une sorte de concentré de jus de fruits généralement produite à partir de différents fruits riches en sucre, c'est un aliment traditionnel bien connu dans de nombreux pays méditerranéens sous le nom « Rub » en Tunisie, « Debs » au Liban et « Pekmez » en Turquie, elle est généralement produite par deux : l'extraction du jus et la concentration (Tounsi, 2020). La concentration de jus se fait jusqu'à 65°- 80° Brix (le taux de sucre) sans addition de sucre ou autres additifs alimentaires (Tounsi, 2017).

Dans ce contexte, la présente étude vise à caractériser et valoriser les extraits aqueux des farines des caroubes issues de deux sites biogéographiques d'Algérie (Mascara et Mila) dans le domaine alimentaire par formulation d'une mélasse.



*Étude expérimentale*

# **Chapitre 1**

## **Matériel et Méthode**

### 1.1: Lieu du travail

Notre expérimentation a été réalisée au sein du laboratoire de recherche « Physiologie Végétale Appliquée Aux Culture Hors Sol » et du laboratoire de pédagogie « Microbiologie » de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie à l'université Ibn Khaldoun de Tiaret.

### 1.2 : Matériel et produits utilisés

#### 1.2.1 : Matériel végétal

Dans ce travail, nous avons choisi seulement les gousses mures (gousses entières et pulpes) du caroubier, récoltées entre Août et Septembre 2022 dans deux régions d'Algérie (Wilaya de Mila et Wilaya de Mascara) (Figure 1).

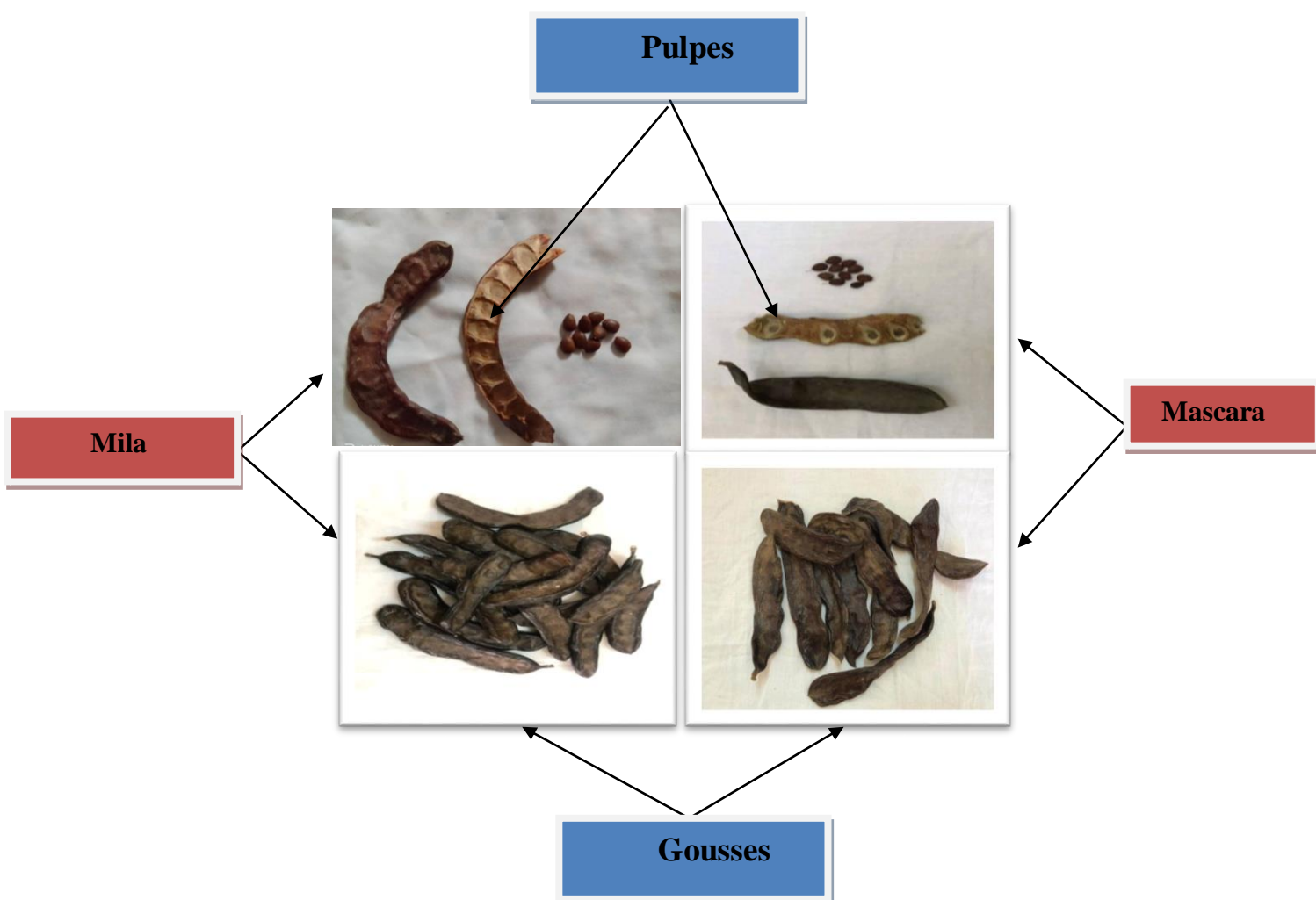


Figure 01 : Gousses et pulpes de caroubier des deux régions.

### 1.3 : Méthodes d'analyses

#### 1.3.1 : Protocole expérimental

Les différentes étapes du protocole expérimental sont illustrées dans la (figure 2).

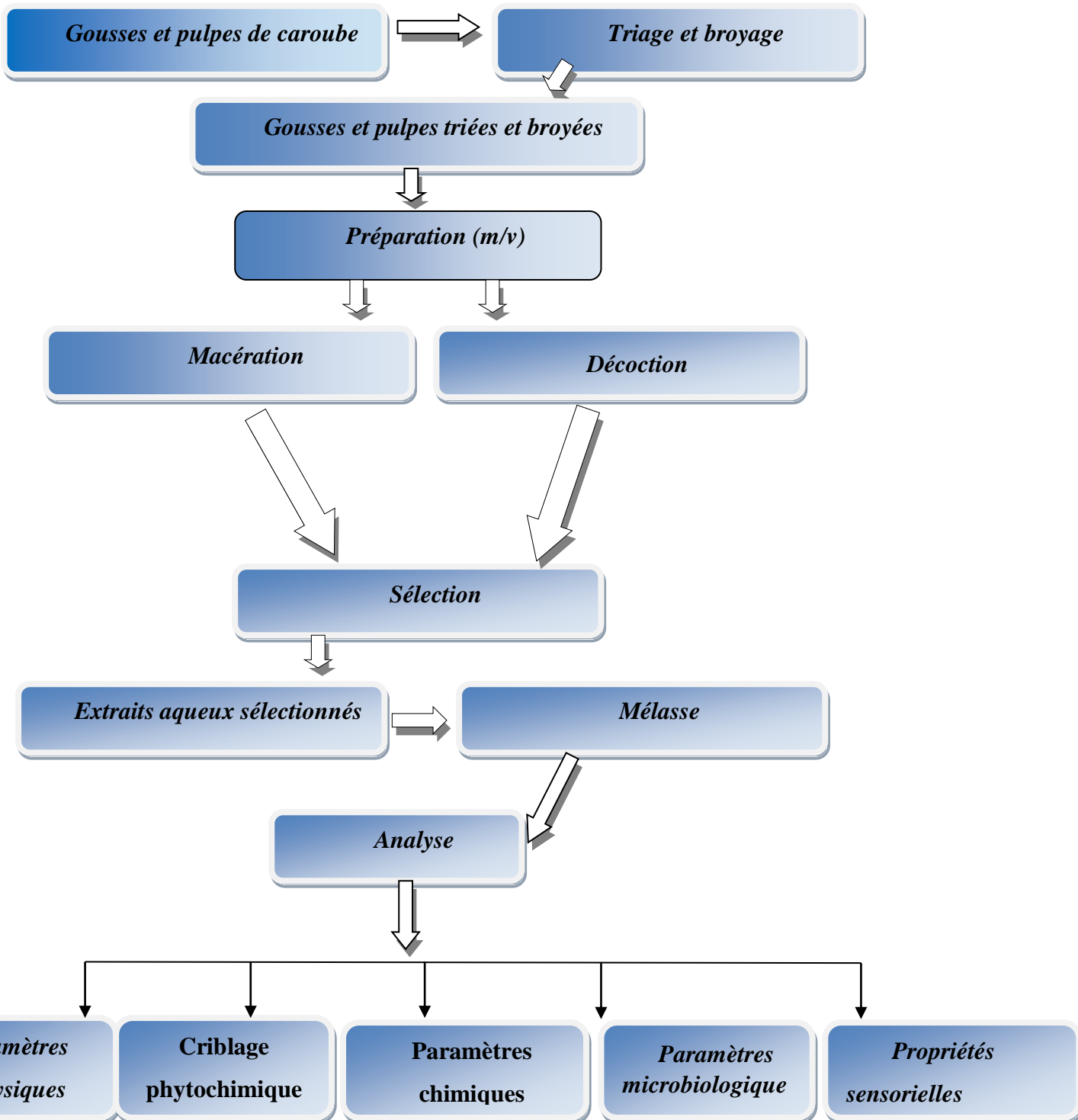


Figure02 : Protocole expérimental

### **1.3.2 : Caractéristique morphologiques**

Dix gousses de caroube ont été choisies au hasard dans chaque région pour mesurer les différents paramètres : Largeur, Longueur, Densité, Volume, Masse et l'indice de taille (longueur /largeur), ainsi que le nombre de graines / et poids des graines de chaque gousse (Figure 3).



**Figure 03 : Echantillons des gousses choisis pour l'étude morphologique.**

#### **1.3.2.1 : Longueurs, Largeur et Indice de taille**

La longueur de chaque gousse a été déterminée en cm à l'aide d'un fil. Ce dernier est ensuite mesuré par une règle graduée. Tandis que ,la largeur en cm de ces gousses( les deux bouts ainsi que et le centre )a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse. Trois mesures ont été effectuées dont la moyenne est considérée comme étant la largeur. L'indice de taille est le rapport de la longueur sur la largeur.

#### **1.3.2.2 : Épaisseurs**

A l'aide d'un pied à coulisse, 3 épaisseurs (cm) été mesurés les deux latérales et le centre et la moyenne des 3 mesures a été considérée comme étant la mesure des épaisseurs moyenne.

## *Etude expérimentale*

### **1.3.2.3 : Volumes**

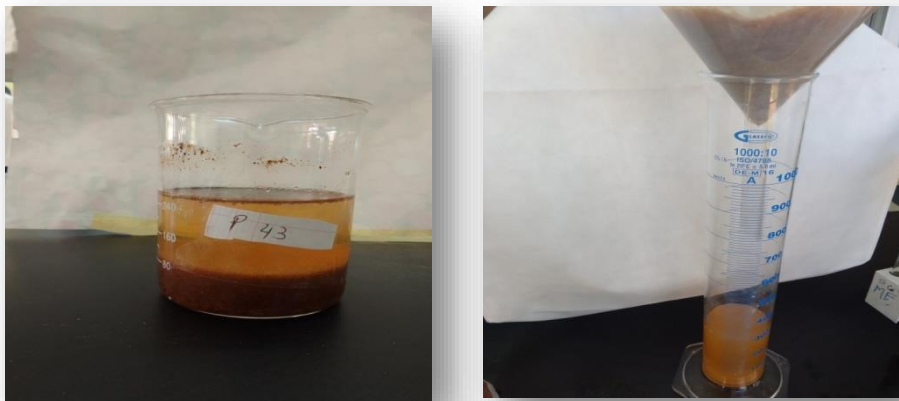
Le volume a été estimé en cm<sup>3</sup> (ml) en plongeant la gousse irrégulière de caroube dans un volume connu d'eau à l'intérieur d'une éprouvette graduée. Le volume est donc la quantité d'eau déplacée.

### **1.3.3 : Préparation d'extrait aqueux**

Après le triage et le broyage des gousses de caroube, l'extrait aqueux est préparé selon les modes opératoires suivants :

#### **1.3.3.1 : Préparation d'extrait aqueux par macération**

- Une série de préparation (masse des pulpes et des gousses de caroube /eau distillé) à été réalisée selon les prises d'essais (tableau 1).
- Chaque suspension a été couverte par un papier aluminium, le tout est mis sous température ambiante pendant 24h.
- Ensuite, chaque extrait est séparé en utilisant un papier filtre.
- Les portes d'extrait aqueux obtenu sont couvertes par un papier aluminium.



**Figure 04 : Extrait aqueux par macération.**

#### **1.3.3.2: Préparation d'extrait aqueux par décoction**

- Une série de préparation (masse des pulpes et des gousses de caroube /eau distillé) a été effectuée selon les prises d'essais (Tableau 1).

## Etude expérimentale

Tableau 1 : Prises d'essais

La farine (g)	Eau distillée (ml)
25	100
25	100
25	100
5	50

- Chaque suspension a été chauffée sur une plaque chauffant durant 5 min compté dès l'ébullition.
- Ensuite, chaque extrait est séparé en utilisant un papier filtre.
- Les portes d'extrait aqueux obtenues sont couvertes par un papier aluminium et laisser les refroidis sous une température ambiante.

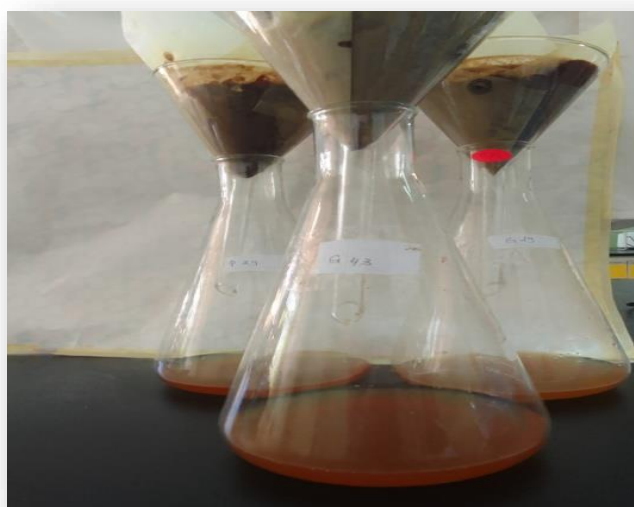


Figure 05 : Extrait aqueux par Décoction.

### 1.3.4 : Sélection d'extrait aqueux

La sélection d'extrait aqueux obtenu par macération et décoction a été faite selon leur degré de Brix et l'indice de réfraction le plus élevé.

### 1.3.5 : Préparation de la mélasse

Après la sélection d'extrait aqueux, nous avons préparé la mélasse de caroube (ou Dabs el Khartoum), un substitut au sucre qui présente l'aspect d'un sirop brun épais. La fabrication de

## Etude expérimentale

cette mélasse suit un procédé d'extraction liquide/solide à l'eau, suivi par une concentration par chaleur (évaporation) qui varie entre (90°-100 °C +/-2°C), jusqu'à l'obtenir d'un sirop brun visqueux (Figure6).



Figure 06 : Préparation des mélasses.

### 1.3.6 : Rendement de mélasse

Après la préparation de mélasse nous avons calculés le rendement de mélasse par rapport le volume d'extrait, poids de farine par formule suivante :

$$R = \frac{V_m}{V_e} \times 100$$

Ou

**R** : Rendement de mélasse

**V<sub>m</sub>** : Volume de mélasse

**V<sub>e</sub>** : Volume d'extrait

### 1.3.7 : Analyses physiques

#### 1.3.7.1 : Indice de réfraction et degré de Brix

La mesure de degré de Brix et l'indice de réfraction est effectuée au laboratoire grâce à un réfractomètre (Bernard et al.,2012).

- **Principe**

Le degré de Brix (%) exprime le pourcentage de la concentration des solides solubles contenus dans un échantillon, le contenu des solides solubles représente le total de tous les solides dissous dans l'eau, incluant les sucres, les protéines, acides.(Cendres, 2011).



## *Etude expérimentale*

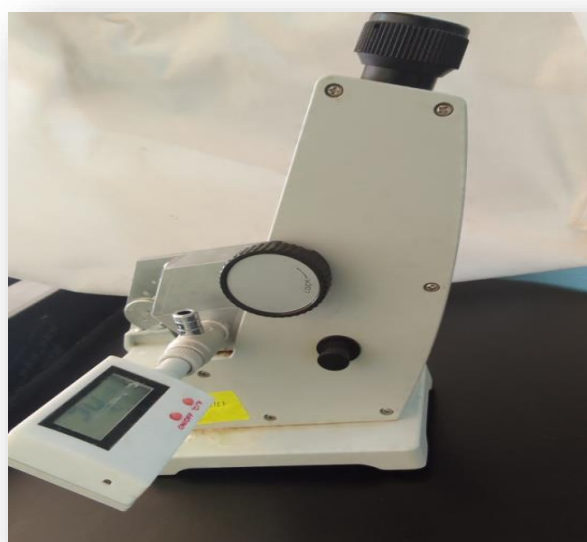
L'indice de réfraction qui caractérise la capacité d'une espèce chimique à dévier le trajet de la lumière (Lydie et Grégory,2013). Il permet de connaître le degré de pureté d'un liquide ou de connaître la dose de solide dissout dans une solution, il est mesuré à l'aide d'un réfractomètre muni d'un thermomètre (Velsseyre, 1975).

### **Mode opératoire**

Selon la méthode **AFNOR « NF ISO-279.(1999) »**,l'indice de réfraction est mesuré comme suit :

- Etalonner le refractomètre avec l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1.333et 0% degré de Brix .
- Laver les prismes du refractomètre avec l'acétone et les essuyer avec un papier absorbant.
- Verser entre les prismes 2 à 3 gouttes de l'échantillon.
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de plage claire et de plage sombre se situe à la croisée des fils de réticule.
- Lire l'indice de réfraction du corps étudié.
- **Expression des résultats**

L'indice de réfraction et le degré de Brix ont été notés directement sur les deux échelles à l'intersection de la limite entre la frange claire et la frange foncée (AOAC.,2000).



**Figure 07 : Réfractomètre**

## Etude expérimentale

### 1.3.7.2 : Détermination du pH

#### • Principe

Le pH est mesuré par un pH- mètre dont sa valeur est en fonction de la concentration des ions hydronium présents dans la solution (**Geoffrey ,2011**).

#### Mode opératoire

La mesure a été réalisée en plongeant l'électrode du pH mètre dans la solution (**AOAC. ,2002**)

Le mode opératoire est le suivant :

- Rincer l'électrode par de l'acétone et nettoyer avec du papier absorbant ;
- Etalonner le pH-mètre à l'aide des solutions tampons (pH=7,12 ; pH=4,4) ;
- Plonger l'électrode du pH-mètre dans un volume suffisant de l'échantillon et lire le pH indiqué sur l'écran de l'affichage du pH-mètre ;
- Attendre la stabilisation puis relever la valeur du pH de la solution à la température désirée.

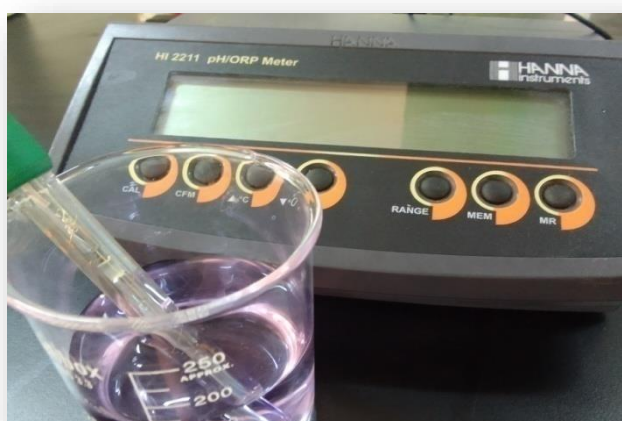


Figure 08 : PH – mètre

### 1.3.7.3 : Conductivité électrique

#### ➤ Principe

La conductimétrie est une technique d'analyse quantitative, permettant d'accéder aux concentrations des ions en solution, cette technique est basée sur la connaissance de la conductivité  $\sigma$  de la solution, grandeur directement liée à la conductance  $G$  (l'inverse de la résistance  $R$ ), mesurée avec un appareil appelé conductimètre (**Bernard et al.2012**).

#### ➤ Mode opératoire

- Rincer la cellule à l'eau distillée ;

## *Etude expérimentale*

- Plonger la cellule conductimétrique dans la solution à analyser qui est laissée au repos sans agitation ;
- Une fois la valeur affichée par le conductimètre est stabilisée, on la note puis enlever la cellule de la solution, la rincer à l'eau distillée ;

### ➤ **Expression des résultats**

La lecture de la conductivité a été faite directement sur l'afficheur du conductimètre (**Amellal ,2008**).



**Figure 09 : Conductimètre.**

### **1.3.7.4 : Détermination des Cendres :**

#### ➤ **Principe (NF V 05-113 ,1972)**

Le dosage des cendres est basé sur la destruction de toute matière organique sous l'effet de température élevée ( $500 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ).

#### ➤ **Mode opératoire**

- On pèse les creusets vides, avant d'ajouter 5 g de mélasse dans ces derniers,
- Ensuite on les met dans un four à moufle pendant 3-5 h à  $550^{\circ}\text{C}$ , à la sortie du four les creusets sont mis dans un dessiccateur pour le refroidissement.
- On pèse les creusets après qu'ils aient refroidis.
- On réchauffe les creusets à nouveau pendant une demi-heure ou plus, cette opération n'est répétée jusqu'à ce que le poids devienne constant (de couleur blanche ou blanc grisâtre) (**Doukani et Tabek, 2015**).

La teneur en cendres est exprimée en pourcentage du poids frais du produit, et est donnée par la formule suivante :

$$C \% = (M2 - M0 / M1 - M0) \times 100$$

Où

**M0** : Masse en grammes de la capsule vide.

**M1** : Masse en grammes de la capsule et de la prise d'essai (échantillon frais).

**M2** : Masse en grammes de la capsule et des cendres obtenues (cendre).

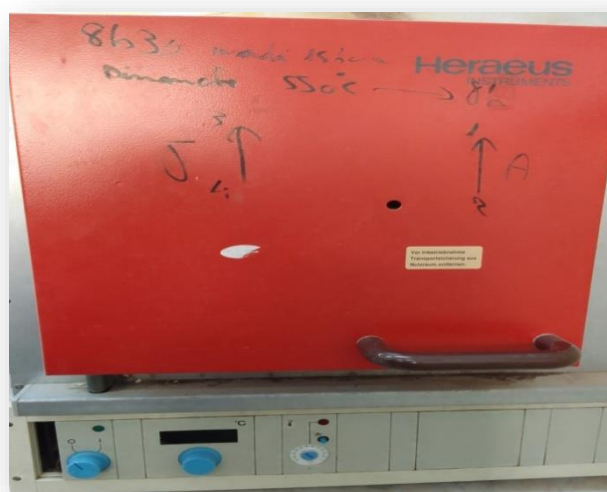


Figure 10 : Four à moufle.

### 1.3.8 Criblage phytochimique

Dans cette partie on a analysé l'extrait aqueux et mélasse de caroube (diluée 1g/20ml) .

#### 1.3.8.1 Mucilages.

1ml d'extrait est ajouté à 5 ml d'éthanol absolu. L'apparition d'un précipité floconneux indique la présence des mucilages (**Noudogbessi et al.2013**)

#### 1.3.8.2 Flavonoïdes.

A 3ml d'extrait on a ajouté quelques gouttes de solution d'acétate de plomb. La formation de précipité jaune indique la présence de flavonoïdes (**Tiwari et al.2011**).

### 1.3.8.3 Anthocyanes.

Les anthocyanes sont révélées par l'ajout de 1 ml d'extrait, 3 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 10 % et 1 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  à 10 %, si la coloration s'accroît par acidification puis vire au bleu en milieu basique, on peut conclure la présence des anthocyanes (**Dialla, 2000**)

### 1.3.8.4 Glycosides cardiaques.

2ml de chaque extrait sont dissous avec 2 ml de chloroforme, ensuite 3 ml d'acide sulfurique concentré sont ajoutés avec précaution. La formation d'une couche rouge foncé à brunâtre, à l'interface de l'anneau indique la présence de glycosides cardiaques (**Soni et Sosa, 2013**).

### 1.3.8.5 Saponines.

Introduire 10ml de chacun des extraits dans un tube à essai. Le tube est agité pendant 15s puis laissé au repos 15 min. Une hauteur de mousse persistante, supérieure à 1cm indique la présence de saponosides (réaction positive) (**Bidie et al, 2011**).

### 1.3.8.6 Tanins

La recherche des tanins, en ajoutant à 2 ml de chaque extrait 1à2 gouttes de solution de chlorure ferrique ( $\text{FeCl}_3$ ) dilué à 0,1 %. Le virement de couleur vers le vert foncé indique la présence de tanins catéchiques alors que le bleu-vert, signifie la présence des tanins galliques (**Harborne, 1998**).

### 1.3.8.7 Alcaloïdes.

- **Test Bouchardât :**

2ml des différents extraits (méthanoïques, éthanoïques et aqueux) de chaque plante sont additionnés à 2 gouttes du réactif de Bouchardât (**0.2g d'Iode +0.2 g d'Iodure de potassium dans 100 ml d'eau distillé**). Le résultat positif est révélé par une précipitation de couleur brun rougeâtre (**Soni et Sosa, 2013 ; Bagre et al.2007**).

- **Test de Mayer :**

A quelques ml d'extrait d'échantillon, deux gouttes de réactif de Mayer (**1.3 g Chlorure de Mercure +5 g d'Iodure de Potassium dans 100 ml d'eau distillé**) sont ajoutées le long des cotés de tube à essai. L'apparition d'un précipité crémeux blanc indique la présence d'alcaloïdes.

- **Test de Wagner :**

Quelques ml gouttes de réactif de Wagner (**0.2g d'Iodure de potassium +1.27 g d'iodure dans 100ml d'eau distillé**) ont ajoutées à quelques ml d'extrait le long des parois du tube à essai. Un précipité brun rougeâtre confirme le test comme positif.

## *Etude expérimentale*

---

### 1.3.8.8 : Protéines.

- **Test de Biuret (test général) :**

A 3ml d'extrait de NaOH à 4% et quelques gouttes de solution de  $\text{CuSO}_4$  à 1% ont été ajoutés. Observé pour la couleur violette ou rose.

- **Test de Xanthoprotéine (pour les protéines contenant de la tyrosine ou du tryptophane) :**

**Test 1 :** 3 ml d'extrait ont été mélangés avec 1 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré, observé pour le blanc précipité.

**Test 2 :** Dans 2ml de  $\text{HNO}_3$  concentré l'observation de la couleur orange indique la présence de protéines.

- **Protéines contenant du soufre :**

5 ml d'extrait ont été mélangés avec 2 ml de NaOH à 40% et 2 gouttes de solution d'acétate de plomb à 10%. La solution a été bouillie, elle est devenue noire ou brunâtre en raison de la formation de pds.

### 1.3.8.9 : Test de Carbohydrates :

- **Test de Molisch :**

Le test de Molisch est un test général utilisé pour détecter la présence de glucides. Si un résultat de test négatif est obtenu, la présence de sucres dans l'échantillon est omise. C'est un utile pour identifier tout composé qui peut être déshydraté en furfural ou en hydroxy méthylfurfural en présence de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

L'alpha naphthol réagit avec l'aldéhyde cyclique pour former des produits de condensation de couleur violette.

➤ **Protocole :**

- Ajouter 2 gouttes de réactif de Molisch (dissolvant préparé 0.1 g de naphHtol dans 2 ml d'éthanol) à 2 ml de la solution sucrée à tester et mélanger.

- Inclinez le tube et ajoutez doucement 2 ml d'acide sulfurique concentré sur le côté du test tube.

- Une couleur violette à l'interface entre le sucre et l'acide indique un résultat positif.

### 1.3.8.10 : Sucres réducteurs.

- **Test de Fehling**

1ml d'A de Fehling (7g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dans 100 d'eau distillé) et 1ml de B de Fehling (3.5g de tarâtes +10 g de NaOH dans 100ml d'eau distillé.) Les solutions ont été mélangées et bouillies pendant une minute Un volume égal de solution d'essai a été ajouté, chauffé dans

## ***Etude expérimentale***

---

un bain d'eau bouillante pendant 5 à 10 min et observé pour un précipité jaune, puis rouge brique.

- **Sucre hexose :**
- **Test au chlorure de cobalt :** 3 ml d'extrait d'éthanol ont été mélangés avec 2 ml de chlorure de cobalt, bouilli et refroidi. Les gouttes  $\text{FeCl}_3$  et une solution de NaOH a été ajoutée. Solution observée pour bleu verdâtre (glucose), violacé (fructose) ou couche supérieure bleu verdâtre et couche inférieure violacée (Mélange de glucose et de fructose).

### **1.3.8.11 : Test pour les acides aminés.**

Test à la ninhydrine (test général) 3ml de filtrat et 3 gouttes de solution de ninhydrine à 5% ont été portées à ébullition bain - marie 10 min. Observé pour le violet ou le bleuâtre couleur.

### **1.3.8.12 : Huiles essentielles.**

A 2 ml de chaque extrait sont ajouté à 100  $\mu\text{L}$  de NaOH 10 % et 100  $\mu\text{L}$  d'HCL. 10%. Formation précipitation blanche.(Cahyono,2015).

### **1.3.8.13 : Quinones libre.**

2 gouttes d'HCL concentré et 500  $\mu\text{L}$  d'hydroxyde d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{OH}$  dilué deux fois) sont mélangés avec 1 ml chaque extrait puis agités. Apparition de couleur rouge ou précipité violette ou bleu.(Dohou,2003)

### **1.3.8.14 : Coumarines.**

- **Méthode 1 :**

2 ml de chaque l'extrait sont ajoutés avec 3 ml d'hydroxyde de sodium (NaOH 10% dans l'eau distillée) avec agitation. Apparition de couleur jaune.

- **Méthode 2 :**

2 ml de chaque l'extrait sont ajouté avec 10 gouttes d'hydroxyde de sodium (NaOH 10% dans l'eau distillée) à 10% et 5 gouttes d'HCL à 10%. Apparition de couleur rouge. (El Yahyaoui et al .2017).

### **1.3.8.15. : Test pour les triterpénoides (test de Salkowski).**

Dans 2 ml d'extrait, ajouter 1 ml de chloroforme suivi de quelques gouttes de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré sur le coté du tube à essai et bien agité, la formation de couleur jaune à la couche inférieure indique la présence de triterpénoides.

### **1.3.8.16 : Test de gélatine**

L'extrait (50mg) est dissous dans 5 ml d'eau distillée et 2 ml d'une solution de gélatine à 1% contenant 10% de NaCl sont ajoutés. Un précipité blanc indique la présence de composés phénoliques.

### **1.3.9 : Analyses Chimiques**

#### **1.3.9.1 : Sucres totaux :**

##### ➤ **Principe :**

Les teneurs en glucides totaux sont déterminées par la méthode de **Dubois et al. (1956)**. Les glucides, à chaud et en présence d'acide fort, se déshydratent et forment des dérivés furaniques (furfural dans le cas des pentoses et hydroxy méthyle-furfural dans le cas des hexoses), qui se condensent avec le phénol pour donner un complexe jaune – orangé qui présente un maximum d'absorption entre 480 et 490 nm.

##### ➤ **Mode opératoire**

On additionne à 0.125 g de confiture, 5ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) 0.5M, puis on transpose l'ensemble dans une étuve réglée à 105°C pendant 3 heures. Puis on transpose la solution dans une fiole de 500ml tout en ajustant le volume par de l'eau distillée jusqu'à 500ml. Ensuite, on filtre la solution avant de réaliser trois dilutions au 1/3.

Dans des tubes, on met 1ml de chaque dilution, ensuite on ajoute dans chaque tube 1ml de phénol à 5% et 5ml d'acide sulfurique  $H_2SO_4$  à 98%. On maintient tubes dans l'étuve pendant 5 minutes à 105°C, puis laissés dans l'obscurité pendant 30 minutes. Enfin, à l'aide d'un spectrophotomètre on lit la densité optique à une longueur d'onde de 485 nm.



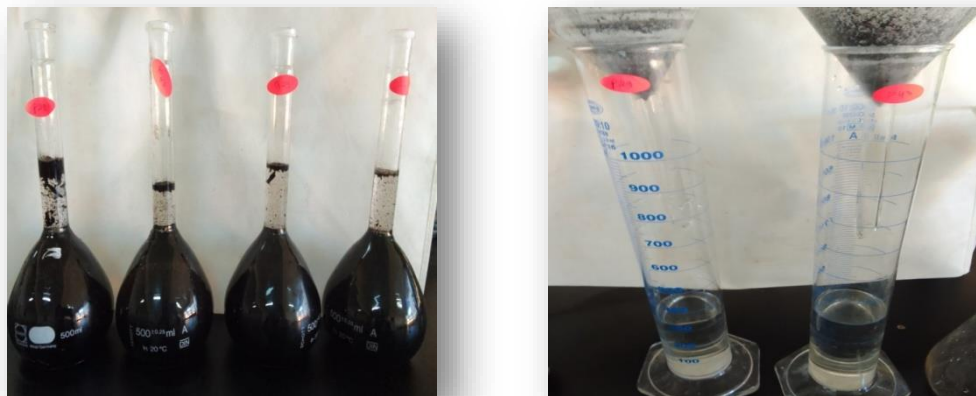


Figure 11 : Préparation des sucres totaux

### 1.3.9.2 : Protéines

#### ➤ Principe

En milieu alcalin, le biuret ( $\text{NH}_2\text{-CO-NH-CO-NH}_2$ ) se combine avec le cuivre pour donner une coloration violette, cette coloration révèle en effet la présence de deux radicaux  $\text{CO-NH}$ -ou- $\text{CH-NH}$  séparés par un atome d'azote ou de carbone.

La réaction de Biuret est assez peu sensible et s'applique difficilement à des solutions diluées de protéines, toutefois c'est une des méthodes les plus fiables, pratiques et rapides utilisées pour le dosage des protéines totales d'un milieu biologique, l'avantage de la méthode réside dans la non influence de la nature des protéines mais l'inconvénient majeur en est la faible sensibilité (Loncle, 1992).

#### ➤ Mode opératoire

- Dans une fiole de 50 ml met 1g d'échantillon et on complète le volume en ajoutant l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, ramener à  $\text{PH}=8$  avec  $\text{NaOH}$  (0.3N) ;
- Centrifuger pendant 30min à 400 tours/min ;
- Récupérer le surnageant ;
- Préparer 4 tube à essais ;
- Prendre de chaque tube 2ml, puis ajouter 3ml de réactif de Biuret ;
- Homogénéiser et placer les tubes 30 min à l'obscurité pour développer la coloration ;
- Mesurer l'absorbance à 540 nm en remplissant la cuve de l'échantillon et la placer dans le spectrophotomètre ;
- Noter les valeurs obtenues pour tracer la courbe ;

## *Etude expérimentale*

---

- Les résultats sont extrapolés à partir d'une courbe d'étalonnage.

### ➤ **Expression des résultats**

Le calcul de la concentration de protéines est donné par la formule suivante :

$$\text{Protéines g/l} = (A.D)/P$$

**D'où :**

**A :** Absorbance d'échantillon.

**D :** Facteur de dilution.

**P :** Pente de la courbe d'étalonnage.

### **1.3.9.3 : Polyphénols totaux**

#### ➤ **Principe**

Le dosage des poly phénols totaux est réalisé par la méthode décrite par **Singleton et Rossi (1965)** en utilisant le réactif Folin – Ciocalteu, l'acide gallique est utilisé comme standard et les résultats sont exprimés par rapport à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (**Kratchanova, 2010**).

La quantification des poly phénols totaux est réalisée par une méthode à base de Folin-Ciocalteu, ce réactif est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique (H3PW12O40) et l'acide phosphomolybdique (H3PMO12O40), il est réduit lors de l'oxydation des phénols en un mélange d'oxyde bleu de tungstène et de molybdène (**Ardestani et al.,2007**).

La coloration bleue produite possède une absorption maximum aux environs de 750-760 nm, elle est proportionnelle à la quantité de composés phénoliques oxydés.

#### ➤ **Mode opératoire**

#### ➤ **Extraction des poly phénols**

Plusieurs solvants organiques peuvent être utilisées pour l'extraction des composés phénolique (**Owen et Johns,1999**).

## *Etude expérimentale*

---

L'extraction des poly phénols a été faite à partir de 10g de l'échantillon additionné à 50 ml du méthanol, après agitation pendant deux heures à l'obscurité, une filtration a été réalisée et le filtrat a été récupéré.

### ➤ **Dosage**

- Dans un tube à essai, 2.5ml de Folin-Ciocalteu (dilué dix fois) a été ajouté à 0.5ml de l'extrait ;
- Après 3min, 1ml de carbonate de sodium (20%) a été ajouté ;
- Le mélange a été incubé pendant 15 min à une température ambiante et à l'obscurité (**Singleton et Rossi, 1965**).

### ➤ **Préparation de la gamme d'étalonnage**

La solution mère a été préparée à partir de 0,1g d'acide gallique additionné à 100 ml d'eau distillée ; les dilutions ont été réalisées comme suit : 5ml de la solution mère (S) a été ajouté à 5 ml d'eau distillée (Dilution S/2) par la suite 5ml de la solution S/2 a été ajouté à 5ml d'eau distillée (dilution S/4) et la même procédure a été refaite pour les autres dilutions.

### ➤ **Traçage de la courbe d'étalonnage d'acide gallique**

Dans des tubes à essais, 0,5ml de chaque dilution a été prélevé et 2,5ml de réactif Folin-Ciocalteu ont été ajoutés, après 3min, 1ml de carbonate de sodium (20%) a été ajouté par la suite les tubes ont été incubés pendant 15 min à température ambiante et à l'obscurité.

La lecture des absorbances a été faite à 760 nm, la concentration en composés phénoliques totaux a été déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage (**Singleton et Rossi, 1965**)

### ➤ **Expression des résultats**

La teneur en composés phénoliques a été exprimée en acide gallique équivalent (mg GAE/100g d'extrait), selon la formule (**Gaouar, 2011**).

$$T = [(C \cdot V \cdot D) / P] \cdot 100$$

**Dont :**

**T :** Teneur en poly phénols totaux en (mg GAE /100g d'extrait) ;

## *Etude expérimentale*

**C** : Concentration des poly phénols en équivalent d'acide gallique déduit de la courbe ;

**D** : Facteur de dilution ;

**V** : Volume de l'échantillon en ml ;

**P** : Poids de l'échantillon en g .

### **1.3.10 : Analyses microbiologiques**

#### **1.3.10.1 : Préparation de la solution mère**

- On prépare d'abord les échantillons pour l'analyse.
- Pour ce faire, on prélève, dans des conditions d'asepsie totale, à l'aide d'une spatule stérilisé eau bec bunsen 10g d'échantillon.
- Ensuite, on ajoute 90 ml d'eau physiologique qui a pour but de revivifier les germes.
- Après on homogénéise la totalité et on laisse reposer pendant 15 minutes.



**Figure 12** : Préparation des solutions mères.

## *Etude expérimentale*

### **1.3.10.2. : Germes Aérobie Mésophile Totaux ( NF EN ISO 6222)**

La **GMAT** ou **FMAT** = La Flore Mésophile Aérobie Totale correspond à un bon nombre de microbes qui se développent à température ambiante. La **FMAT** est un indicateur d'hygiène important. En effet, elle permet d'évaluer le nombre d'UFC présent dans un produit ou sur une surface.

Les germes aérobie mésophile totaux sont recherchés et dénombrés comme suit :

- 1 ml de la suspension mère contenue dans un erlenmeyer et ses dilutions prélevées à l'aide d'une pipette graduée estensemencé dans les boites pétri et puis en ajoutes une mince couche du milieu gélosé PCA d'incubation à 30°C.
- La lecture a été faite après 72 heures d'incubation à 30°C dans une étuve. Les colonies présentes dans chaque boite de pétri sont comptées et le nombre estimé d'unités formant colonies (UFC) présentes dans 1 ml d'échantillon est calculé. (Figure13)



**Figure 13 : Préparation des boites de pétri contenant les solutions mères et les différentes dilutions de la mélasse de caroube avant l'incubation**

### **1.3.10.3 : Coliforme totaux (ISO 4832)**

La numération des coliformes totaux est réalisée en milieu solide Violet Red Bile Agar (**VRBL**) comme suit : 1 ml de la solution mère continu dans erlenmeyer et ses dilution (jusqu'à 10<sup>-7</sup>) prélevé à l'aide d'une pipete gradué a étéensemencé dans boites de pétrie et puis en ajoutes une mince couche de milieu gélosé VRBL d'incubation se fait à 37°C pendant 24 h.(Figure14)



**Figure 14 : Préparation des boîtes de pétri contenant les solutions mère et les différentes dilutions de la mélasse de caroube avant l'incubation (Coliforme totaux).**

### 1.3.11 : Analyses sensorielles :

L'analyse sensorielle est un examen des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens. Elle permet d'étudier les caractéristiques sensorielles des produits en faisant intervenir l'homme comme « instrument de mesure » à partir de ses 5 sens : odorat, goût, vue, ouïe et toucher.

Dix dégustations ont été sélectionnés pour cette évaluation sensorielle où l'analyse est menée en suivant la procédure décrite par (Meilgaard et al. 1999).

Les quatre échantillons de mélasses de caroube sont codés comme suit :

**A** : Mélasse de gousses Mila

**B** : Mélasse de pulpe Mila

**C** : Mélasse de gousses Mascara

**D** : Mélasse de pulpe Mascara

Pour comparer les qualités organoleptiques évaluées concernant le goût, la texture, l'arôme, l'aspect, l'acidité des différentes recettes préparées, deux types de méthodes ont été utilisés : Test de préférence et Test hédonique. (Figure15).

## Etude expérimentale

### 1.3.11.1 : Test de préférence

Comme son nom l'indique le test de préférence a pour objectif de déterminer un classement de préférence entre les produits dégustés. Le test de classement consiste à présenter directement l'ensemble des produits au sujet qui doit donner un classement de ces produits selon son appréciation.

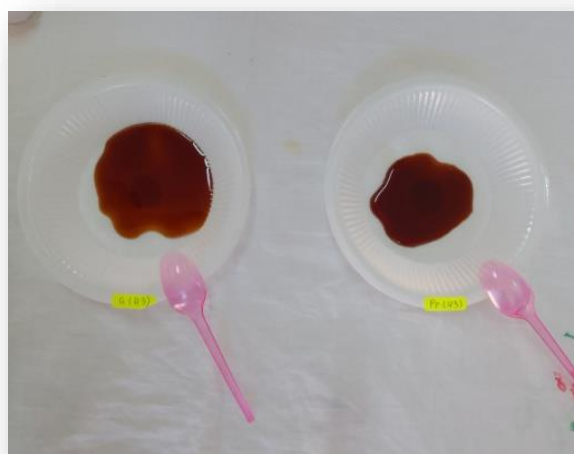
### 1.3.11.2 : Test hédonique

Au cours du processus d'évaluation hédonique, les dégustateurs ont goûté chaque échantillon de mélasse de caroube et ont donné un nombre compris entre 0 et 5 : chaque attribut est mesuré selon une échelle d'acceptabilité universelle de points, 0 : désagréable et 5 : très agréable.

Ce qui représente combien il aimait ou n'a pas aimé chaque attribut. Les bénévoles ont reçu de l'eau entre chaque échantillon. Au cours du processus d'évaluation, les volontaires ont été libres de commenter chaque échantillon de mélasse de caroube et les commentaires ont été enregistrés au bas du questionnaire (**Zhang et al.2016**).

**Tableau 2** : Evaluation hédonique par l'échelle de 6 points

0	1	2	3	4	5
Désagréable	Peu désagréable	Ni désagréable Ni agréable	Peu agréable	Agréable	Très Agréable



**Figure 15** : Test dégustation / évaluation hédonique.

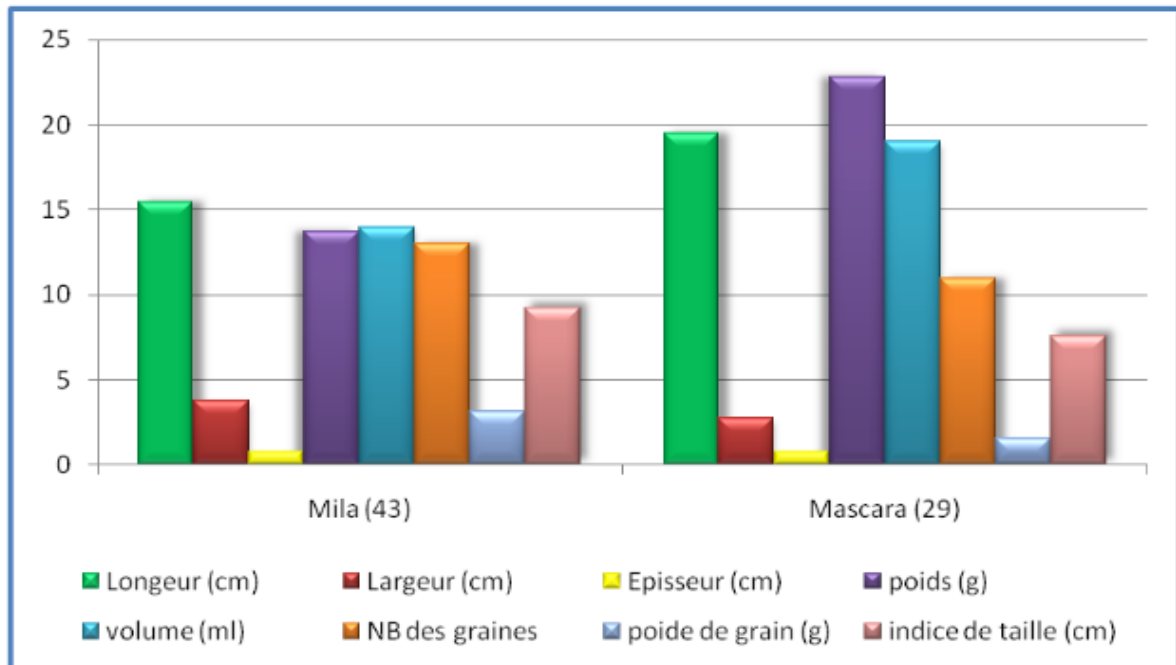
*Chapitre 2*

*Résultats et Discussion*



## 2.1 Etude morphologique

La figure16, indique les caractéristiques morphologiques étudiée sur dix gousses de caroube choisies :



**Figure 16 : Caractéristique morphologique de quelque échantillon de caroube.**

On remarque une grande différence morphologique sur dix gousses choisies de caroube des deux régions (**Mascara – Mila**) et on observe divers formes droites, légèrement courbée avec une surface lisse de largeur variante entre **1,4 à 3,78** cm, une longueur allant de **10,46 à 19,5** cm, de pois différents varient entre **6,354 à 24,579** g et épaisseur variante entre **0,52 à 0,79** cm , à partir cette étude la gousse du caroubier peut renfermer entre **4 à 13** graines, Les graines de couleur brunâtre et brillante, se caractérisent par une texture dure , comprimées, ayant la forme ovale.

Sachant que nous avons remarqué que la graine de caroube dans l'état de Mascara est plus grande que Mila, et le nombre de graines de caroube dans l'état de Mila est supérieur aux autres, et la couleur de la graine de caroube est marron foncé par rapport à Mascara.

## 2.2 Rendement de mélasse par rapport à volume d'extrait

Le tableau(3) représente le rendement en mélasse par rapport au volume d'extrait aqueux des caroubes préparées.

Ces résultats montrent que la mélasse de G(43) présente un rendement de **14,4231%** supérieurs aux autres résultats de rendement en mélasse, et on remarque aussi que le rendement en mélasse à base d'extrait aqueux macérés sont inférieurs à ceux trouvés pour les extraits aqueux décocté, ces résultats peuvent être dus aux divers facteurs tels que : la composition chimique, les conditions opératoires de la préparation de la mélasse et le procédé d'extraction.

**Tableau 3 : Rendement de mélasse par rapport à l'extrait aqueux.**

	<b>Volume d'extrait (ml)</b>	<b>Volume de mélasse (ml)</b>	<b>Rendement %</b>
<b>P(43)</b>	310	20	6,4516
<b>G(43)</b>	520	75	14,4231
<b>P(29)</b>	640	90	14,0625
<b>G(29)</b>	465	60	12,9032

## 2.3 Analyses physicochimiques de la mélasse

### 2.3.1 Degré de Brix

La figure(17) indique les valeurs de degré de Brix des mélasses formulées en fonction du temps de la cuisson.

D'après la **figure 17** les valeurs de degré de Brix des gousses et pulpes obtenus varient entre **56,50 %** et **75%** ces valeurs sont proches à celles obtenues par **Monrose(2006)**, de **0** à **50°** Brix pour les jus, nectars et fruits frais de **50°** à **90°** Brix pour les confitures, gelées, sirops.

On remarque que pendant la cuisson des mélasses, le degré de Brix augmente en fonction du temps de chauffage et même le temps de cuisson des mélasses se varie en fonction de volume d'extrait aqueux mis en expérience, donc la mélasse décocté **P(29)** dure **240** min, la mélasse décocté **G(29)** dure **255** min et la mélasse décocté **G(43)** dure **330** min pour avoir la formulation totale et que la mélasse macérés **P(43)** nécessite **90** min pour qu'elle soit formulée.

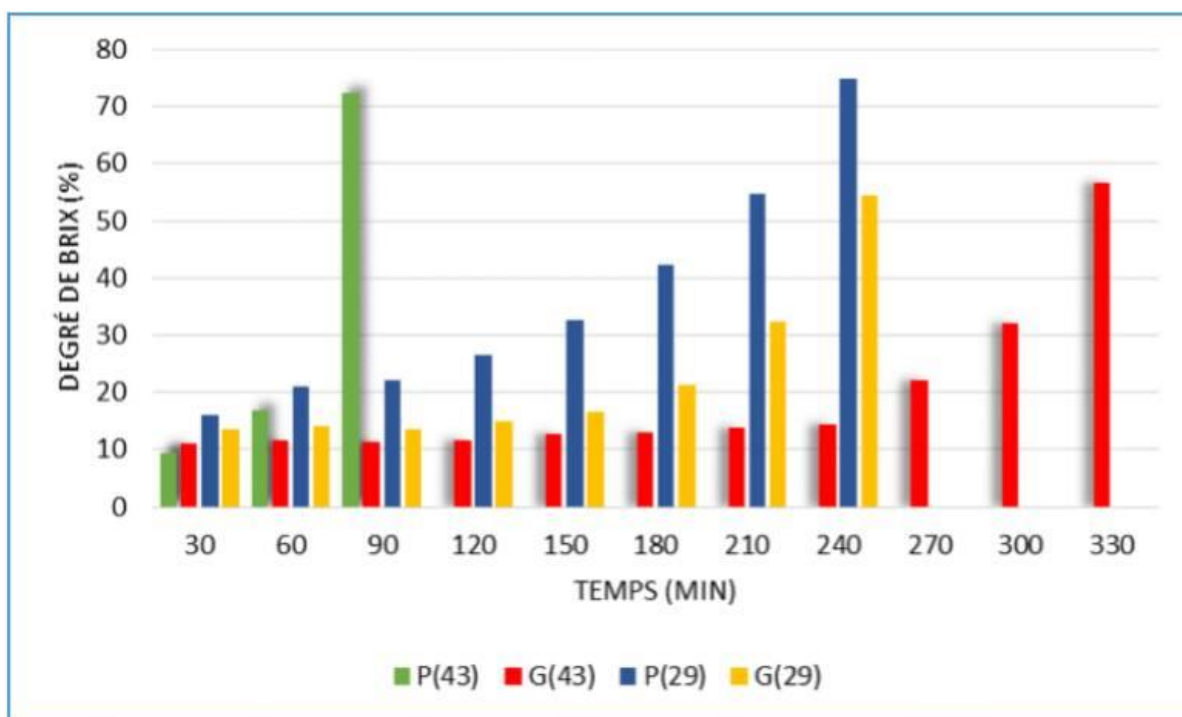


Figure 17 : Valeur de degré de Brix des mélasses pendant la cuisson

Indice de réfraction varie suivant la température et la composition chimique des corps étudiés (Adrian et al. 1981).

### 2.3.2 Détermination du pH

La figure présentée les résultats de pH des mélasses dès leur formulation et durant leur conservation (Figure18).

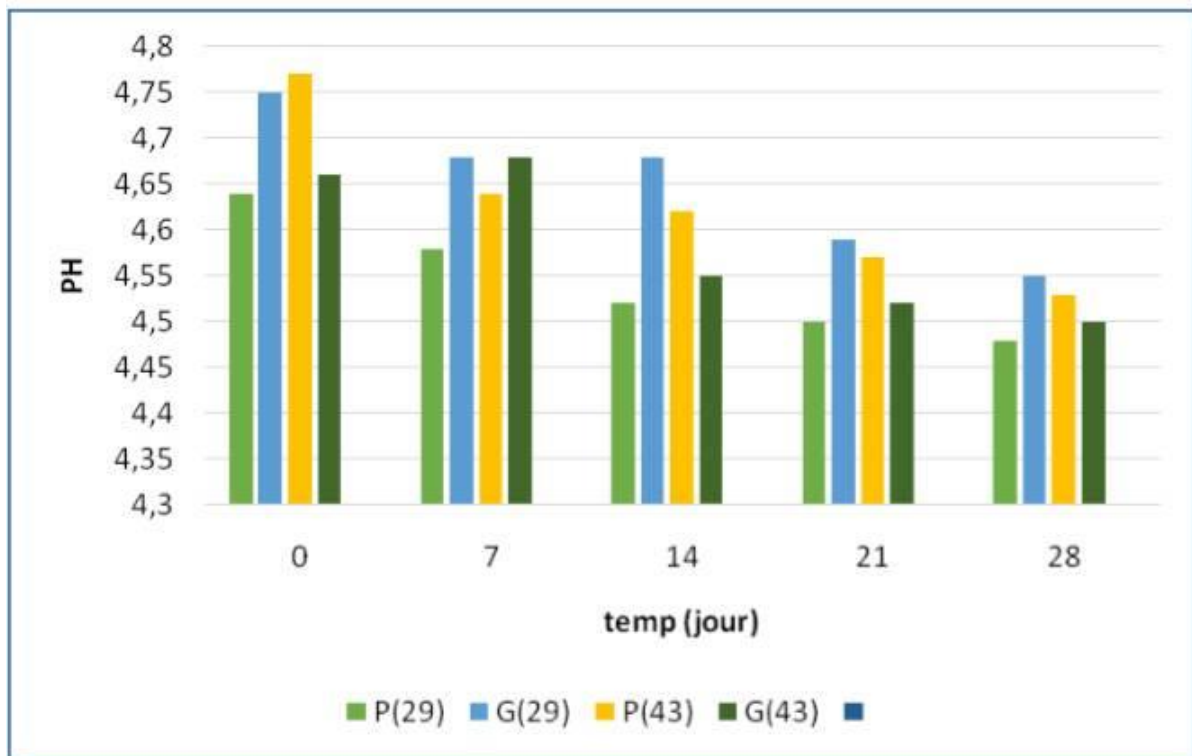


Figure 18 : Valeurs de pH des mélasses au cours du temps.

Dès leur formulation et à la fin de leur conservation, les mélasses conservées à l'étuve et à la température ambiante (20 à 25°C) sont manifestées par des valeurs de pH légèrement stables et inférieures à 7 ; elles sont acides.

A partir de ces résultats on trouve que nos échantillons ont un pH acide se situant en général entre 4,48 et 4,77 ces résultats sont en accord avec ceux de Benahmed (2012) qui a trouvé un PH=5,64 pour le sirop de Ghars.

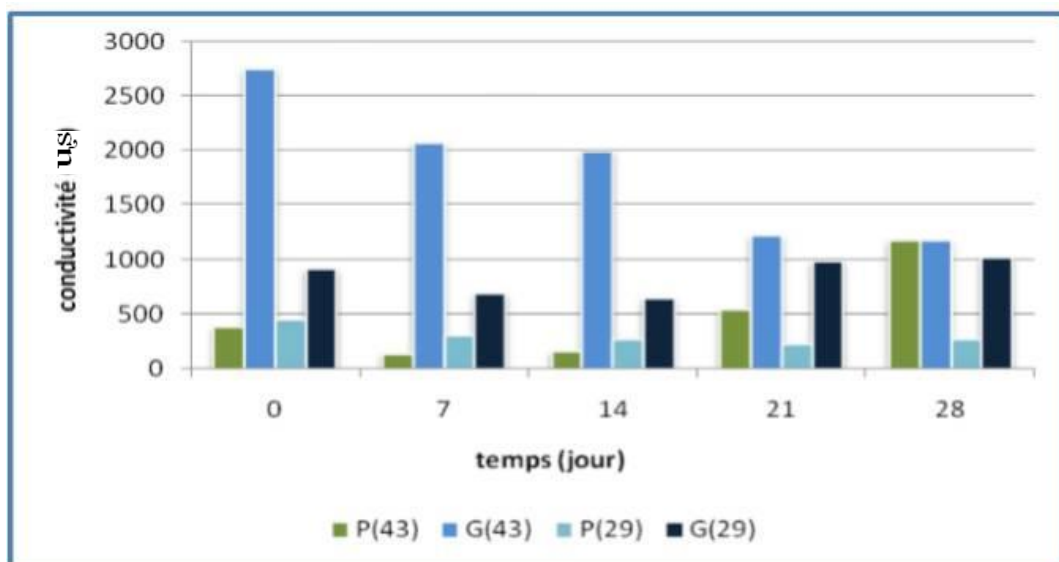
### 2.3.3 Conductivité électrique

Les résultats de la conductivité électrique des mélasses dès leur formulation et durant leur conservation sont donnés dans (**Figure 19**).

Dès leur formulation et à la fin de leur conservation, les mélasses conservées à l'étuve et à la température ambiante (20 à 25°C) sont manifestées par des valeurs de conductivité électrique varie du entre **137,3 uS/cm** et **2750 uS/cm**.

Selon **Rodier et Mallein (1973)** , la conductivité électrique est liée à la présence des ions en solution.

la conductivité électrique exprime l'aptitude d'une solution aqueuse à conduire un courant électrique : elle est en corrélation avec la teneur en sel solubles (**Amellal, 2008**).



**Figure 19 : Valeurs de la conductivité électrique des mélasses des leur formation et Pendant leur conservation.**

Nous remarquons que la conductivité électrique de différentes mélasses de la poudre de gousse est supérieure à celle de la poudre de pulpe entière de chaque région.

### 2.3.4 Teneur en cendres

La figure(20) illustrée la teneur en cendre des mélasses préparées :

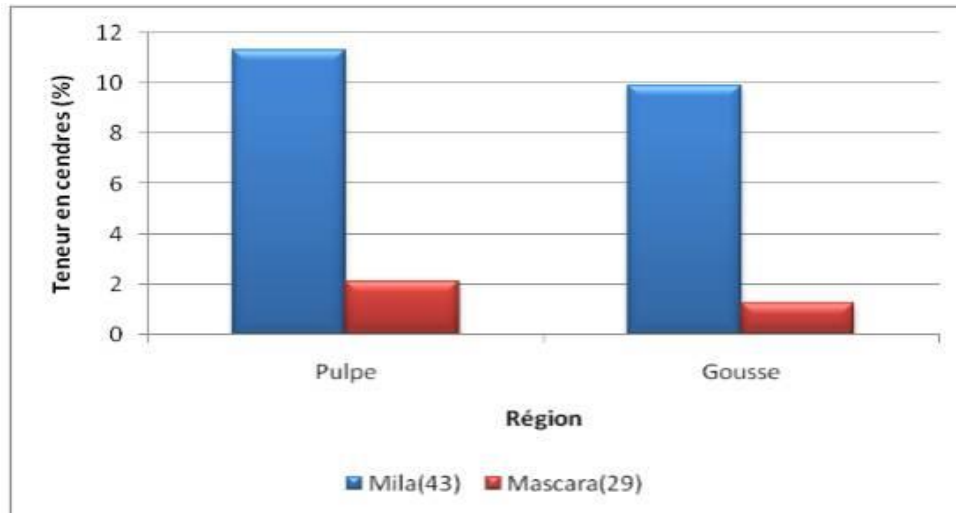


Figure 20 : Teneur en cendre des mélasses des caroubes des deux régions.

D'après les résultats obtenus ; la teneur en cendre des pulpes des caroubes pour les deux régions sont supérieures à celles calculées dans des gousses entières (**P (43) :11,34% ; G(43) :9,932% ; P(29) :2,142% ; G(29) :1,254%**).

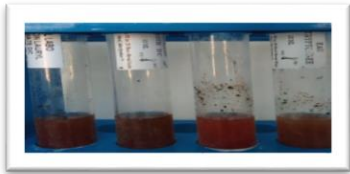
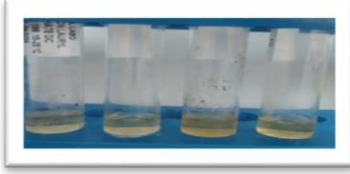
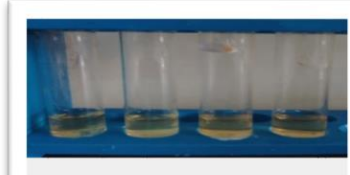
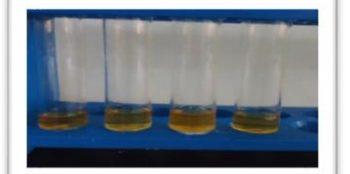
On remarque que il existe une prédominance de la pulpe de Mila par rapport aux autres échantillons. Nos résultats presque identique a ceux de **Biner et al.,(2007)** ;ceux-ci ont trouvé la teneur en cendre varie du **1,5 à 2,4%** et supérieurs à ceux de **Albanell et al., (1991)** elle est entre **2,7 % à 6%**

## 2.4 Criblage phytochimique

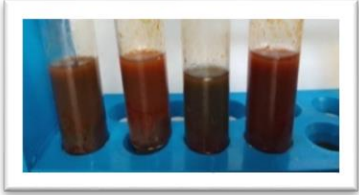
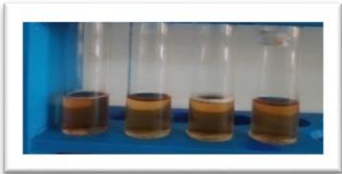
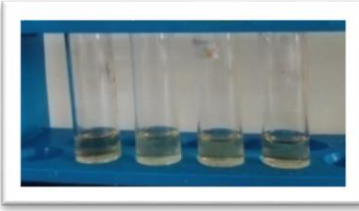

Le criblage phytochimique nous a permis de mettre en évidence la présence de métabolite primaire et secondaire dans les extraits aqueux et les mélasses des farines des caroubes étudiées. En effet, selon leur intensité de couleur, les tests qui se produisent sont classées de : négatif(-) ou positif (+).

Le tableau 4 regroupe les résultats des différents tests de caractérisation de quelques métabolites primaires ainsi secondaires dans les extraits aqueux et les mélasses étudiées.

**Tableau 4 : Criblage phytochimique des extrais aqueux et des mélasses des caroubes des deux régions.**

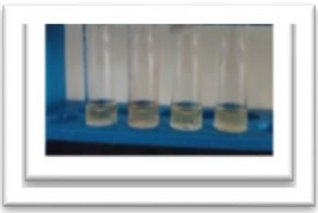
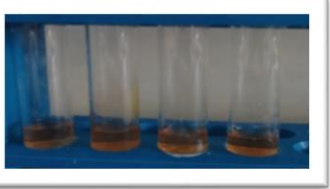
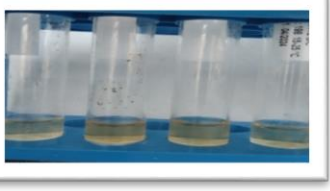
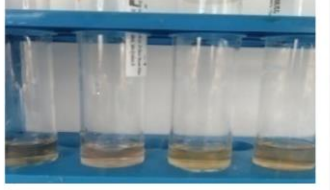
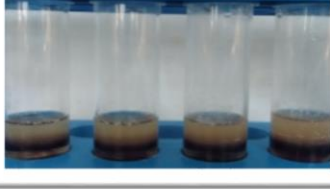
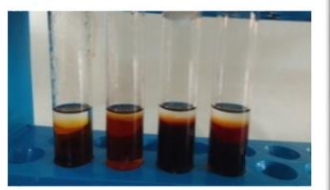
Classe du composé chimique	G/P	Présence +/ Absence -		Résultats de mélasse
		Extrait aqueux	Mélasse	
Sucres réducteurs (Test de Fehling)	P(43)	+	+++	
	G(43)	+++	+++	
	P(29)	++	+++	
	G(29)	-	+++	
Les acides aminés	P(43)	-	-	
	G(43)	-	-	
	P(29)	-	-	
	G(29)	-	-	
Les huiles Essentielles	P(43)	+++	++	
	G(43)	-	++	
	P(29)	+	++	
	G(29)	+	++	
Quinones libres	P(43)	-	-	
	G(43)	-	-	
	P(29)	-	-	
	G(29)	-	-	

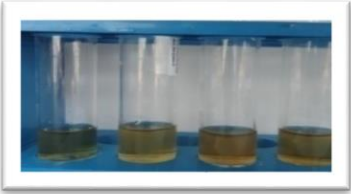
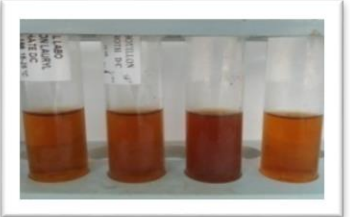
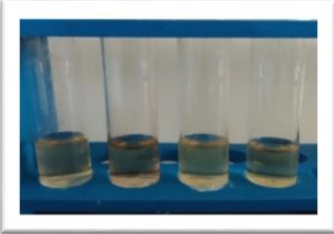
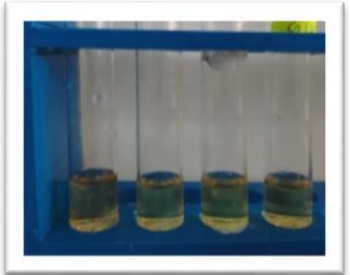

## Chapitre 2 Résultats et Discussion

<b>Sucres hexoses</b>		<b>P(43)</b>	+++	+++	
		G(43)	+++	+	
		P(29)	+++	++	
		G(29)	+++	++	
<b>Coumarines</b>	<b>Méthode 1</b>	<b>P(43)</b>	+	+++	
		G(43)	-	+++	
		P (29)	-	+++	
		G 29)	-	+++	
	<b>Méthode 2</b>	P(43)	-	-	
		G(43)	-	-	
		P(29)	-	-	
		G(29)	-	-	
<b>Anthocyanes</b>		P(43)	-	-	
		G(43)	-	-	
		P(29)	-	-	
		G(29)	-	-	

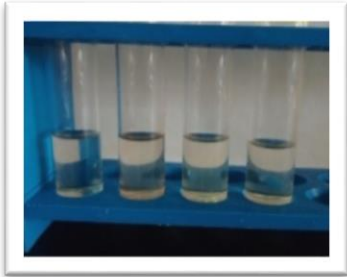
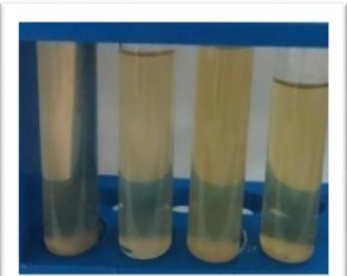
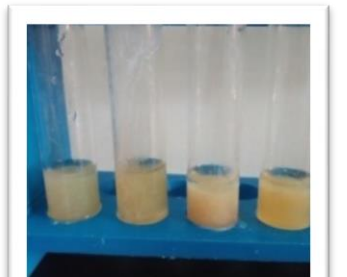


## Chapitre 2 Résultats et Discussion


<b>Triterpénoides</b>		P(43)	+++	+++	
		G(43)	+	+++	
		P(29)	+++	+++	
		G(29)	+++	+++	
<b>Alcaloïdes</b>	<b>Test Bouchar- rdât</b>	P(43)	++	+++	
		G(43)	-	+++	
		P(29)	+	+++	
		G(29)	-	+++	
	<b>Test de Mayer</b>	P(43)	-	+	
		G(43)	-	+	
		P(29)	-	+	
		G(29)	-	++	
<b>Test de Wagner</b>	P(43)	-	-		
	G(43)	-	-		
	P(29)	-	-		
	G(29)	-	-		
<b>Test de Carbohydrates (Test de Molisch)</b>		P(43)	++	+++	
		G(43)	+	+++	
		P(29)	+++	+++	
		G(29)	+++	+++	
<b>Glycosides cardiaque</b>		P(43)	+	+++	
		G(43)	+++	+++	
		P(29)	+++	+++	
		G(29)	++	+++	

<b>Protéine</b>	<b>Test de Biuret</b>	P(43)	-	-		
		G(43)	-	-		
		P(29)	-	-		
		G(29)	-	-		
	<b>Protéines contenant du soufre</b>	P(43)	+	++		
		G(43)	+	++		
		P(29)	+	++		
		G(29)	+	++		
	<b>Xanthos Protéine</b>	<b>Test 1</b>	P(43)	-	+	
			G(43)	-	+	
			P(29)	+	+	
			G(29)	-	+	
		<b>Test 2</b>	P(43)	-	-	
			G(43)	++	-	
			P(29)	+++	+	
			G(29)	+++	-	
<b>Saponines</b>	P(43)	+	+++			
	G(43)	+++	+++			
	P(29)	++	+++			
	G(29)	++	+			

## *Chapitre 2 Résultats et Discussion*

<b>Mucilages</b>	P(43)	-	+	
	G(43)	+	+	
	P(29)	+++	+	
	G(29)	++	+	
<b>Test de gélatine</b>	P(43)	-	+	
	G(43)	+	+	
	P(29)	+	+	
	G(29)	+	+	
<b>Flavonoïdes</b>	P(43)	+++	+++	
	G(43)	+++	+++	
	P(29)	+++	+++	
	G(29)	+++	+++	

## *Chapitre 2 Résultats et Discussion*

<b>Tanins</b>	<b>Galliques</b>	+++	+++	+	
		G(43)	+++	+++	
		P(29)	+	+	
		G(29)	+	+	
	<b>Catéchiques</b>	P(43)	+	+++	
		G(43)	+	+	
		P(29)	+++	+++	
		G(29)	+++	+++	

D'après, les résultats trouvés, nous remarquons que l'ensemble d'extrait aqueux et les mélasses que nous étudions.

Comportent certaines substances notamment (des Carbohydrates, des Triterpénoïdes, des Tanins (gallique, catéchiques), des Glucosides cardiaques, Flavonoïdes).

Par ailleurs ces résultats montrent une absence totale des acides aminés, les Quinones libres, les Coumarines par la 2<sup>ème</sup> méthode, les Anthocyanes, les Alcaloïdes par test Wagner, et les Protéines par le Test de Biuret de même nous avons enregistré une présence moyenne des Sucres Hexoses dans la mélasse par rapport à l'extrait aqueux elle est fortement positive.

Pour les protéines Contenant du soufre et les Saponines on remarque qu'elles sont faiblement positives dans les extraits par rapport à la mélasse.

Dans l'extrait aqueux, Nous avons noté aussi l'absence des Coumarines par méthode 01 dans **G(43)**, **P(29)**, **G(29)**, les Alcaloïdes par Test Mayer et par Test Bouchardât négatives sauf dans **P(43)**, **P(29)** par contre elles sont positives dans les mélasses.

On remarque aussi que les Sucres réducteurs (Test de Fehling) les Huiles essentielles, Xanthoprotéine par Test 1, les Mucilages et la Gélatine sont présents dans les mélasses par contre dans l'extrait (les sucres réducteurs) négatives dans **(G29)**, les Huiles dans **(G43)**, Xanthoprotéine test 01 négatives dans **(P43),(G43,29)**. Les Mucilage et la Gélatine sont positifs sauf dans **(P43)** pour les Xanthoprotéine par test 02. Nous avons enregistré la présence dans l'extrait aqueux sauf dans **P(43)**, l'absence dans la mélasse sauf dans **(P29)**.

## 2.5 Analyses chimiques

### 2.5.1 Polyphénols totaux

La figure (21) affichées la teneur en polyphénols totaux de la mélasse de la pulpe et la gousse de caroube de deux régions :

Non enregistrons que la mélasse de la gousse de caroube est très riche en polyphénols par rapport à la pulpe, la teneur en polyohénols totaux de la région de Mascara est supérieure aux autres régions. Nos résultats sont inférieurs à ceux trouvés par **Ayzat et al .,(2007)** 13,57 mg/g

Les polyphénols totaux de caroube possèdent une propriété anticancérigène : cela a été démontré dans les travaux de **Klenow et al.(2009)**.

Le caroube étant riche en poly phénols totaux, elle a suscité l'intérêt de plusieurs chercheurs notamment celui de **Doha et al.(2008)** qui ont trouvé que les polyphénols totaux de la caroube réduisaient le taux de glucose dans le sang et qu'ils avaient un index glycémique de 83,4%

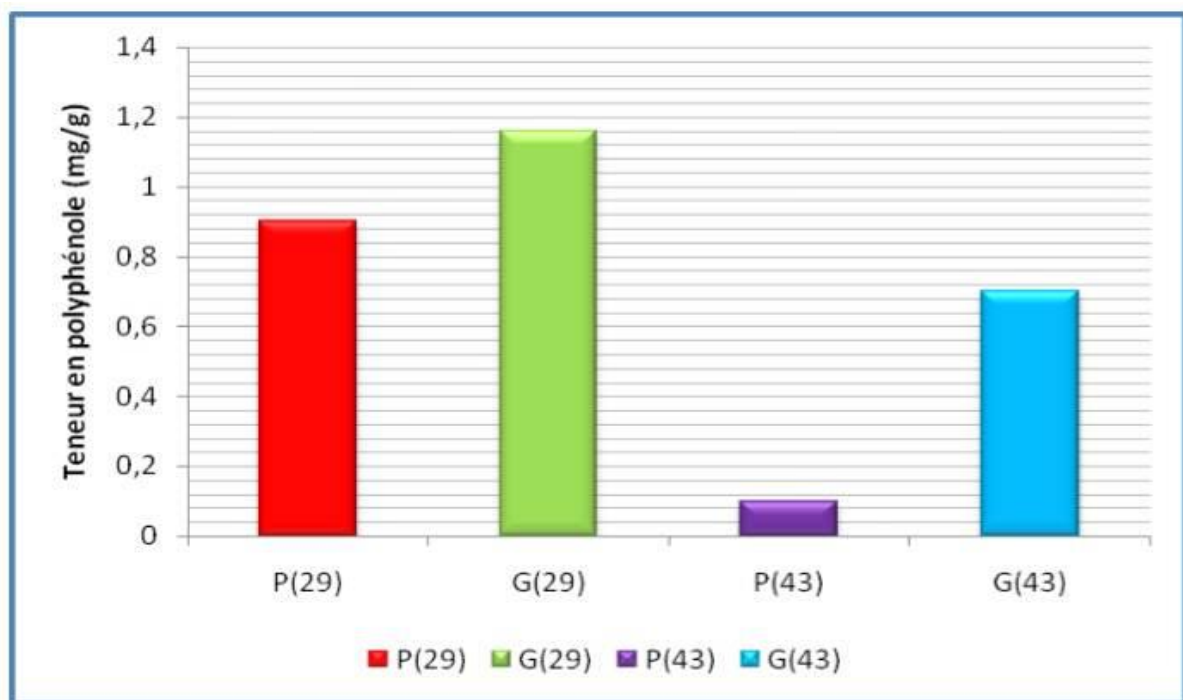
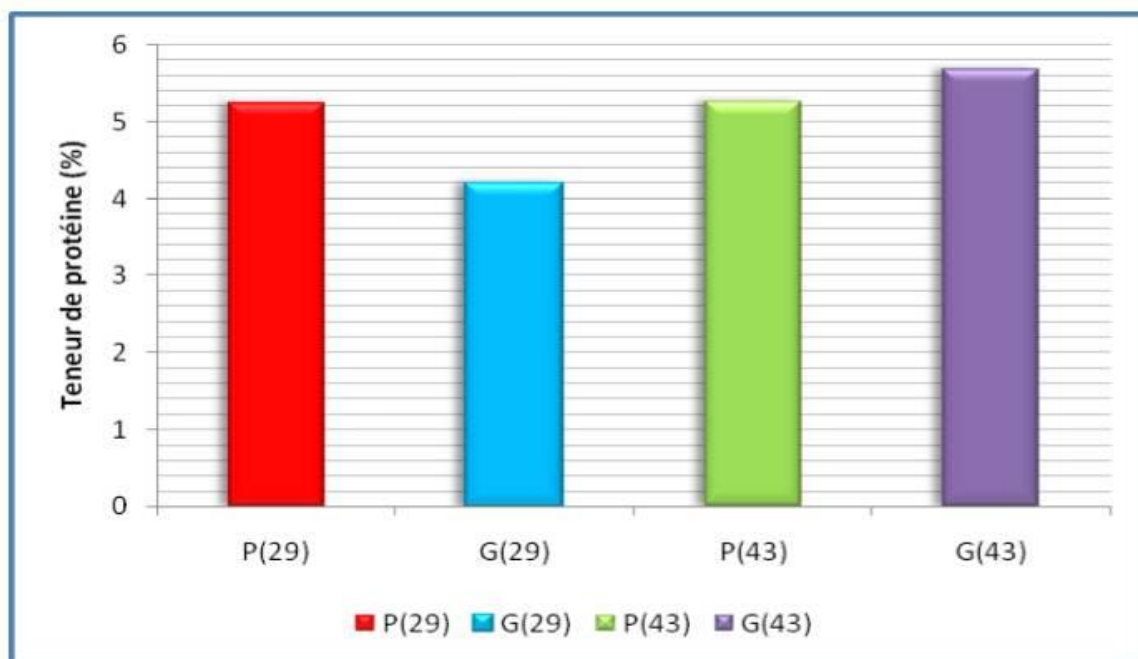


Figure 21: Teneur en polyphénol des gousses et des pulpes de mélasse de caroube De deux régions

La figure (22) réalisée la teneur de protéine de la mélasse, de la pulpe et la gousse de caroube des deux régions.

Ces résultats montrent que la teneur en protéines varie du 4,18 à 5,69%, il existe une prédominance de la gousse de Mila par rapport aux autres échantillons. Nos résultats sont inférieurs aux résultats trouvés par **Gaouar (2011)** qui a trouvé des valeurs estimées entre 6,38 et 6,56%.

Cette différence peut être expliquée par les conditions climatiques et géologiques des différentes régions.



**Figure 22 : Teneur en protéine de la mélasse de gousse et pulpe de caroube Des deux régions.**

### 2.5.3 Sucres totaux

La figure (23) représentée les résultats du dosage des sucres totaux aux niveaux des pulpes et des gousses de caroube.

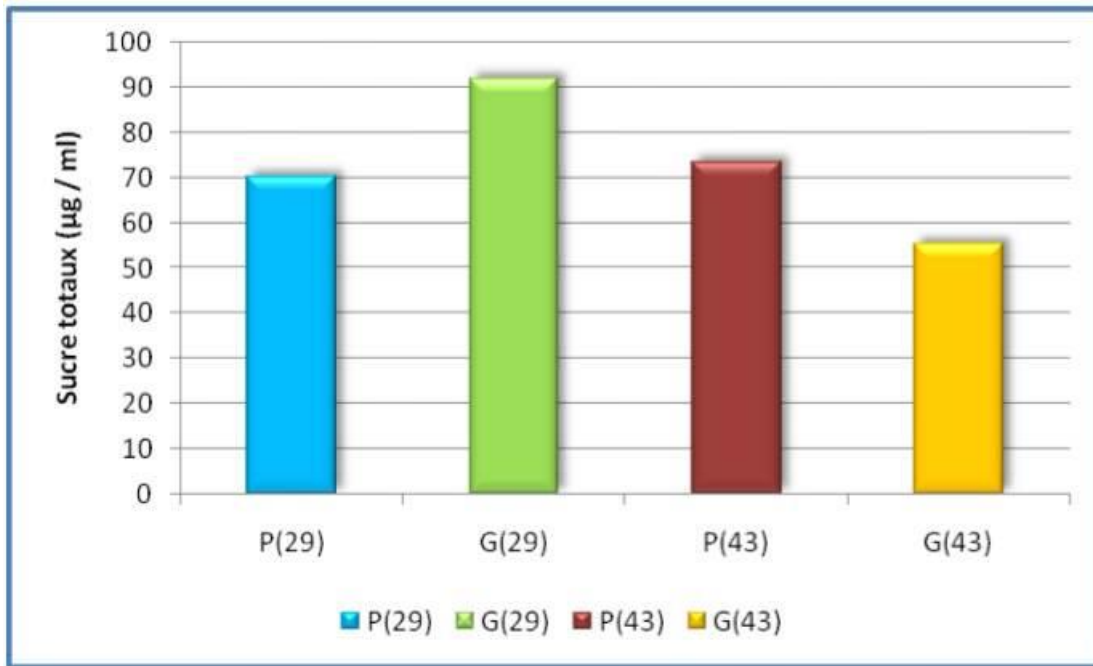


Figure (23) : Teneur de sucres totaux de la mélasse de gousse et pulpe de caroube

Selon les résultats de notre étude. La teneur en sucres totaux de mélasse de la farine de la pulpe de Mila( 73,36ug/ml) est plus élevée par rapport à celle trouvée dans celle de la pulpe de Mascara (70,30 ug/ml), par contre la teneur en sucre de mélasse des gousses de Mascara (91,73 ug/ml ) est plus élevée par rapport a la gousse de Mila (55,40ug/m).Nos résultats concernant la teneur de la mélasse de caroube en sucre s'accordent parfaitement avec la littérature, ainsi les études effectuées par **Biner et al.,(2007)** qui ont montré que les sucres sont représentés majoritairement par le sucrose avec 384 mg/g de matière sèche, le glucose avec 33mg/g de matière sèche et le fructose avec 115 mg/g de matière sèche. Concernant la composition des graines en sucre elle a été étudiée par **Dakia et al., en 2008**, elle est représentée par le mannose avec 64,9%, le galactose 17,9%, le glucose 2,5%, l'arabinosel 1,2%, le xylose 0 ,7%, le rhamnose 0,1%et 82,8% de galactomannenes.

## 2.6 Analyse microbiologique

Le nombre de micro-organismes est calculé selon la formule suivante :

$$N = \frac{\sum c}{v(n_1 + 0,1n_2)d}$$

## Chapitre 2 Résultats et Discussion

- **C** = Somme des colonies des boites comptées.
- **V** = Volume de l'inoculum.
- **n<sub>1</sub>** = nombre des boites comptées à la plus faible dilution.
- **n<sub>2</sub>** = nombre des boites comptées à la plus forte dilution.
- **d** = dilution correspondant à la dilution la plus faible.

La flore microbienne de FMAT et CT de la mélasse de caroube de deux régions dans (t=0) cité dans (tableau 5).

**Tableau 5 : Résultats d'analyses microbiologiques des mélasses fraîches.**

	FMAT (UFC/g)	CT(UFC/g)
Echantillon 1 (G43)	<15	Absence
Echantillon 2 (P43)	< 15	Absence
Echantillon 3 (G29)	< 15	Absence
Echantillon 4 (P29)	< 15	Absence
NORME	<10 <sup>5</sup> (JORA,2017)	Absence (JORA,2017)

D'après les tests microbiologiques que nous avons faits ; on a trouvé une absence totale des Coliformes totaux dans tous les échantillons de mélasse selon les normes établies par le **JORA (2017)**.

On note aussi le nombre des colonies dans tous les échantillons de la mélasse sont inférieurs à 15 qui présente une présence légère de la flore microbienne ne dépasse pas les normes citées dans le **JORA(2017)**.





## Chapitre 2 Résultats et Discussion

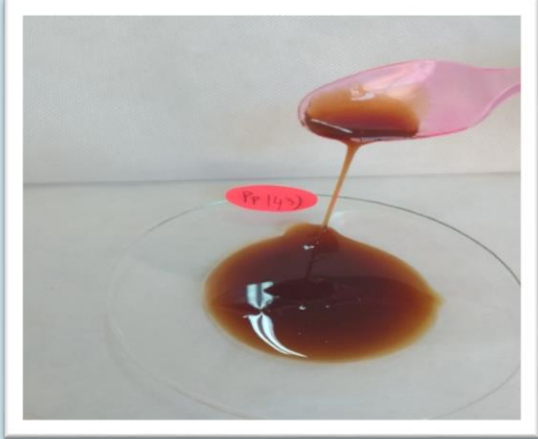

D'après ces résultats ; les mélasses que nous avons préparé sont des produits satisfaisants et conformes aux normes.

### 2.7 Analyse sensorielle

Le tableau 6 représente les résultats d'analyse sensorielle des mélasses préparées.

**Tableau 6 : Résultats d'analyses sensorielles des mélasses préparées.**

Classement de mélasse	Aspect macroscopique	Caractères sensoriels
P(29)		La mélasse est caractérisé de : <b>Couleur :</b> Marron claire. <b>Texture :</b> Viscosifiant, Homogène, filant. <b>Odeur :</b> Caroube. <b>Saveur :</b> Doux, Sucré. <b>L'appréciation globale</b> par les bénévoles a été de <b>80%</b> très agréable.
G(29)		La mélasse est caractérisé de : <b>Couleur :</b> Marron claire. <b>Texture :</b> Viscosifiant, Homogène, filant. <b>Odeur :</b> Caroube. <b>Saveur :</b> Doux, Sucré. <b>L'appréciation globale</b> par les bénévoles a été de <b>60%</b> agréable.

P(43)		<p>La mélasse est caractérisé de :</p> <p><b>Couleur :</b> Marron foncée.</p> <p><b>Texture :</b> Viscosifiant, Homogène, filant.</p> <p><b>Odeur :</b> Caroube.</p> <p><b>Saveur :</b> Doux, Sucré.</p> <p><b>L'appréciation globale</b> par les bénévoles a été de <b>90%</b> très agréable.</p>
G(43)		<p>La mélasse est caractérisé de :</p> <p><b>Couleur :</b> Marron foncée.</p> <p><b>Texture :</b> Viscosifiant, Homogène, filant.</p> <p><b>Odeur :</b> Caroube.</p> <p><b>Saveur :</b> Amère.</p> <p><b>L'appréciation globale</b> par les bénévoles a été de <b>50%</b> peu agréable.</p>

➤ **La couleur**

Des testes ont montrés que les mélasses de la même région (P (29), G(29)) ont de la même couleur : marron claire, Tandis que les mélasses des régions (P(43) et G(43)) ont une couleur marron foncée.

➤ **La texture**

Les quatre mélasses ont présenté une texture visqueuse, homogène et filante.

➤ **L'odorat**

Les quatre mélasses ont présenté une odeur de la caroube.

### ➤ **La saveur**

Les mélasses (P(29), G(29), P(43)) ont présenté un goût doux et sucré, par apport aux mélasses (G(43)) qui présenté un goût amère.

### ➤ **Test de préférence**

Ce test est réalisé dans le but de choisir la formulation la plus appréciée par les consommateurs.

Selon les résultats illustrés dans (Tableau 6), les dégustateurs ont apprécié la mélasse (P(29)) avec une appréciation très agréable **80 %**, (P(43)) avec **90 %** et (G(29)) avec appréciation agréable de **60 %** par apport de mélasse (G(43)) avec une appréciation peu agréable, ces résultats nous permettent de conclure que les bénévoles ont choisi la mélasse la plus sucré (P(29)).

# **Conclusion**

### **Conclusion**

Le présent travail rapporte d'une part la caractérisation morpho biométrique des gousses récoltées dans deux régions d'Algérie (wilaya de Mascara et Mila) et le criblage phytochimique des différents extraits aqueux obtenus à partir des poudres de caroube (gousse et pulpe) par deux méthodes d'extraction (macération et décoction), et d'autre part, d'étudier leur propriétés physicochimiques et les différents analyses appliquées pour leurs mélasses du point de vue physico-chimique, microbiologique et sensorielle.

Les résultats ont montré que les caractéristiques morpho biométriques moyennes de la caroube mesurées, à savoir : la longueur, la largeur, le poids des gousses, le nombre de graines, l'épaisseur, le volume des graines et le poids total des graines ; ce sont des paramètres liés aux divers facteurs, à savoir : la variété, le climat, les conditions biologiques, situation géographique, nourriture, altitude, état du sol (sol), stade de récolte, organes prélevés, techniques d'analyse,... etc.

Les paramètres physiques des mélasses formulées (pH, conductivité électrique , °Brix et cendres) dépendent de sa composition chimique, de sa minéralité et de sa température, dont la mélasse formulée à base de l'extrait aqueux macéré des pulpes de Mila est légèrement acide (pH = 4,77) avec une meilleure valeur de degré de Brix (77%), et la formulation à base d'extrait aqueux décocté de gousse de Mila était fortement minéralisée (conductivité électrique = 2750µs/cm); cependant, nous avons remarqué que dans les deux régions, la teneur en cendres de la mélasse à base d'extrait aqueux de pulpe était plus élevée que celle des mélasses préparées à base d'extrait aqueux de gousses ; des valeurs plus élevées ont été enregistrées dans les formulations à base de l'extrait aqueux de poudre de pulpe de Mila, soit 11,34 %.

Nous avons également remarqué que le rendement dépendait du volume de l'extrait aqueux de la gousse de Mila avec une valeur élevée estimée à 14,4231% par rapport aux autres types d'extraits.

Nous avons constaté que le criblage phytochimique de la mélasse révélait une abondance de métabolites primaires et secondaires tels que les flavonoïdes, les mucilages, les tanins, les protéines sulfurées, les glucides , les hexoses, les sucres réducteurs, les glycosides cardiaques, les saponines et les triterpénoïdes : par rapport à l'extrait aqueux de caroube ; ces indicateurs varient considérablement selon les techniques appliquées et l'abondance de extraits aqueux et de mélasses en molécules phytochimiques.

## *Conclusion*

---

Au niveau moléculaire ; la mélasse formulée présentait une teneur non négligeable et variable en molécules phytochimiques ; la mélasse à base d'extrait aqueux de gousse de Mascara était caractérisée par des polyphénols totaux (1,16 mg/g) et des sucres totaux (91,73 g/ml). Les valeurs étaient plus élevées, tandis que la mélasse de Mila préparée à base d'extrait aqueux de gousses avait une teneur en protéines plus élevée (5,69%) par rapport aux autres formulations.

Concernant la qualité microbiologique des mélasses formulées ; elle est conforme aux normes algériennes en termes de coliformes totaux et de flore aérobie mésophile totale (JORA, 2017) ; les mélasses sont considérées comme de bonne qualité et donc de bon état hygiénique.

Sur le plan organoleptique; on observe que la mélasse n'a qu'une seule couleur Marron principale avec deux variations de foncé et de clair, car la texture de la mélasse a plusieurs caractéristiques (viscosité, homogénéité et aspect filamenteux), l'odeur est caramel, caroube, post cuit et inodore, et que la mélasse a un goût, sucré, acide, amère et doux.

Selon la méthode d'identification des meilleures mélasses du schéma de dégustation ; l'analyse a abouti à quatre formulations de mélasse classées par ordre de préférence à savoir la mélasse à base d'extrait aqueux des pulpes de Mila (90%); la mélasse à base d'extrait aqueux des pulpes de Mascara (80%), la mélasse à base d'extrait aqueux des gousses de Mascara (60%) et celle préparée à base d'extrait aqueux des gousses de Mila (50%).

Pour donner suite à cette recherche, plusieurs travaux peuvent être considérés comme des perspectives. Dans un premier temps, il sera intéressant de caractériser davantage les mélasses de caroube dans les deux zones d'étude et d'autres zones où ils sont cultivés et répartis des caroubiers en Algérie, et d'approfondir nos connaissances sur cette espèce méditerranéenne, notamment ses usages dans divers domaines : Agro-alimentaire, industrie pharmaceutique, cosmétique...etc.

*Références*

*Bibliographiques*

## Références Bibliographiques

- **Aafi A.(1996).** Note technique sur le caroubier (Ceratonia Siliqua). Centre Nationale de la Recherche Forestière, Rabat (Maroc), pp.10
- **Adrian .J, Legrand.G, Frangner. R.1981 :** Dictionnaire de biochimie alimentaire de nutrition, 2<sup>ème</sup> édition, Tec et Doc, tavoisier, Paris, 223p.
- **AFNOR nf ISO 279(T75-11).mars 1999.** Huiles essentielles- Détermina de la densité Journal Officiel du 23 février 1999, Num, 146 p.
- **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. 1990.** Caracterization morfologica, composicion quimaca y valor nutritivo de distintas variedades de garrofa (Ceratonia Siliqua L) cultivadas en Espana, Tesis doctoral.Bercelona. Espana.
- **Amellal .H.2008.** Aptitudes technologiques de quelques variétés communes dedattes : Formation d'un yaourt naturellement, sucré et aromatisé, Thèse de doctorante Technologie alimentaire. Université M'hamed bougara. Boumerdes 127 p
- **AOAC. (2000).** Official Methods of Analyties 17 th Ed. Gaithersburg. USA.
- **Ardestani. A, Yazdanparast. R.2007.** Flavonoïde as potential therapeutic agents for type 1 diabetes. Médical hypothèses ;(69à 4-955p.
- **Battle I.(1997).** Curent Situation and possibilities of development of the carob tree (Ceratonia Siliqua L.) in the Mediterranean region. Unpublished FAO report.Rome.Italy.
- **Battle I.and tous J.(1988).**lineas de investgation sobre el algarrobo (Ceratonia Siliqua L.)en el IRTA.Cetaluna (Espana). In: Brito de carvalho IH, ed.I Encortolinhas de Investigacao de Alfarroba. AIDA, Oeiras : AIDA, 92-104.
- **Benahmed, D. (2012).** Analyse des aptitudes technologiques des poudres de dattes (pHoeni actylifera-1) améliorées par la spiruline. Etude des propriétésrhéologiques, nutritionnelles et antibacteriennes, (Doctoral dissertation, Université de Boumerdés-M'hamed Bougara).
- **Benamara S.et Agougou.A(2003).** Jus Alimentataire. Technologies Agroalimentaire (Ed : 2.01.4280.office des publications universitaire.122p).
- **Bengoechea B., Romerro A., Villnueva A., Morenog G., Alaiz M., MillanF., Guerrero A.and puppo M.C. (2008).** Composition anda structure of carob (Ceratonia. Siliqua) germ protéins food chemistry. Vol.107.N°, pp.675-683.



- **Benmahioul B., Kaid-Harache M. et Deguin F. (2011).** le caroubier, une espèce méditerranéenne à usages multiples. Forêt méditerranéenne ,8p.
- **Bernard.A-set al. 2012 :** Technique expérimentale en chimie .DUNOD. Paris.166p.
- **Berrougui G., 2007 :** « le caroubier (Ceratonia Siliqua L.), une richesse nationale aux vertus médicinales, Maghreb Canada Express Vol.5 », N°9.
- **Bouzouita N-et al ., 2007.** The analysis of crude and purified locust bean gum : a comparison of samples from different carob tree populations in Tunisia.Food chemistry, 101,15008-1515.
- **Cendres., 2011.** Procédé novateur d'extraction de jus de fruits par micro-onde : viabilité de fabrication et qualité nutritionnel des jus. Thèse doctorant. Spécialité : Biochimie. Université d'Avignon et des pays de vaucluse .137p.
- **Diamantoglou and Mitrakos K. (1981).**Leaf longivity in Mediterraneane vergreens chlorophylls. In components of productivity of Mediterranean climate region. Basic and Appleid Aspects (N.S Margaris and H.A. Mooney. Eds), pp : 17-19. Junk Publisher, the Hague ISBN.90 :6193-9445.
- **Doukani .K et Tabak.S(2015).** Profil physicochimique du fruit « Lendj » (Arbutusunedo.L). Nature et Technologie (12).51.
- **Dubois. M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P, T., et Smith.F. (1956).** Colorimetric method for détermination of sugars and related substances. Analytical Chemistry.28(3) ,350-356 et évaluation des paramètres pPhysico-chimiques, microbiologiques et sensorielles Mémoire de fin d'études ,60p.
- **FAO (2014).** Résidus agricoles et sous-produits agro-industriels en Afrique de l'Ouest : Etat des lieux et perspectives pour l'élevage.E-ISBN 978-92-5-208114-2(pdf).
- **FAOSTAT. (2019).** Accueil Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture. <http://WWW.fao.org/home/fr>.
- **Gaouar N. (2011).** Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes ; Laboratoire des Produits Naturels du Département des Science d'Agronomie et des Forets ; Tlemcen .pp 47-70.
- **Geoffrey .C-P.2011.** Food Science and Technology. Ed.John Wiley ans Son.OPS.
- **Haddarah A., (2013).** L'influence des cultivars sur les propriétés fonctionnelles de la caroube Libanaise.103. thèse de doctorat, procédés biotechnologiques et alimentaires, école doctorale sciences et technologie, université de Lorraine et Université Libanaise .France.

- **Hariri A, N. Ouïs, Sahnouni F et D.Bouhadi (2009)**, mise en œuvre de la fermentation ria Microbiol.ind. San et environn.pp 37-55.
- **ISO 48832.(1991)**. Microbiology- General guidance for the enumeration of coliforms- Colony counts technique.
- **Jones D.K. (1953)**. Carob culture in Cyprus, FAO 53/2/1225. FOA. Rome.
- **Journal Officiel de la république algérienne.(2017)**. Arrêté interministériel du 2 Moharrem 1438 correspondant au 4 Octobre 2016 fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires.
- **Kratchanova .M, Denev.P, Ciz.M, Lojek. A, Mihailov.A.09 June 2010**. Evaluation of antioxidant activity of medicinal plants containing poly pHénoL comparison of two-extraction systéms.229-234p. Bulgaria.
- **Loncle.D, 1992**. Génie enzymatique. Paris : Dion, 1992,3-21p.
- **Lydie.C, Grégoy.L .2013**. Méthode Seconde PHysique-Chimie.376 p.
- **Meilguard M. Civile G.V., and Carr B.T., 1999**. Sensoryevaluation techniques 3ed de .Boca Ration Fla : CRC, press.P.387.
- **NF V05-113.(1972)**. Fruits, légumes et produits dérivés – Minéralisation des matières organiques –Méthode par incinération.
- **Norme NF EN ISO 6222, (1999)**. Qualité de l'eau \_ Dénombrement des micro-organismes revivifiablers \_ Comptage des colonies par ensemencement dans un milieu de culture nutritif gélosé.
- **Owen .P.L, Jhons.T.1999**. Xantine oxidase inhibitory activity of North American plant remedies used for gout. Journal of EthnopHrmacology.64 :149-160p.
- **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.
- **Petit M.D et Pinilla J.M., 1995**. Production and Purification of a sugar syrup from carob pods.Lebansmittel- wissenschaft. Aftund technologie, 28,145-152.
- **Quezel P. et Santa.S.,1962/63** : « Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques Méridionales (tome 1) ». Edition du centre national de la recherche scientifique, Paris. pp : 557.
- **Rejeb M.N(1995)**. Le caroubier en Tunisie : situation et perspectives d'amélioration, in quel avenir pour l'amélioration des plantes ! Edit. AUPELF.UREF .John Libby Eurotes. Paris. pp.79-85
- **Rejeb M.N., Laffray D. Louguet P., 1991**. PHysiologie du caroubier (Ceratonia Siliqua L.) en Tunisie .PHysiologie des arbres et arbustes en zones arides et semi- arides, Groupe d'étude de l'Arbre, Paris, Frence .pp.417-426.
- **Rodier., J, Mallein .R.1973**. Manuel de biochimie pratique à l'usage Pratique des laboratoires d'analyses médicales .

- **Sbay H.et .M.Abourouh,(2006).** Apport des espèces à usages multiples pour le développement durable : cas du pin pignon et du caroubier, Centre de Recherche Forestière Haut –Commissariat aux Eaux et Forêts et à la lutte contre la Désertification, Rabat, p.1-9.
- **Simon D., Martine F.et Philippe D., 2017.** Transformer les produits laitiers froisa la ferme .Paris. P53.
- **Singleton Let Rossi .A.1965.** Colorometry of total pHenollies with pHospHomolybdic. PHosotungesticacid reagent .Américan journal of enolgy and viticulture.
- **Tolentino p. (1950).** Mécanismes et limites de l’action thérapeutique de la farine de caroube dans les diarrhées infantiles : étude clinique et expérimentale, Ann.Poed.N°175.PP.200-222.
- **Tounsi, L, Kerra .S., Kechaou,N et Kechaou,N.(2017).** Processing. pHyiscochemical and functional propecties of Carob molasses and pouders. Journal of Food Measurement 3/11.
- **Tounsi.L., Ghazala. I, et Kechaou, N, N(2020).** PHysico-chemical and pHytochemical properties of Tunisian carob molasses. Journal of Food Measurement and Characterization, 14(1) 20-30.
- **Velsseyre.R.1975.** Technologie de lait. 3 éme éditions. La maison Rustique. Paris 698p.
- **Yousif A, Ket Alghzai H.M., 2000.** Processing and Characterization of carob powder, Food chemistry, 69,283-287.
- **Zhang, Y., LUI, X., Wang, Y., Zhao F.,Sun, Z., et Liao, X.(2016).**Qualité comparison of carrot juices processed by High –pressure Processing and High – température short – timeprocessing. Innovative Food science et emerging technologies ; 33,135-144.
- **Zitouni A. (2010).** MonograpHie et perspectives d’avenir du caroubier (Ceratonia Siliqua) en Algérie. Th. Ing. Agrn, INSA, El – Harrach, pp201.

# *Annexes*

## Annexes

### Annexe 01 : Appareillage, Verrerie, Produits chimiques et milieux de cultures.

Appareillage	Verrerie	Produits chimiques et milieu de culture
<ul style="list-style-type: none"> <li>. Agitateur magnétique</li> <li>. Autoclave</li> <li>. Balance</li> <li>. Bains marie</li> <li>. Bec de bunsen</li> <li>. Centrifugeuse</li> <li>. conductimètre électrique</li> <li>. Dessiccateur</li> <li>. Etuve</li> <li>. Four à moufle</li> <li>. Moulin à farine électrique</li> <li>. Pied à coulisse</li> <li>. Plaque chauffante</li> <li>. PH mètre</li> <li>. Réfractomètre</li> <li>. Spectrophotomètre</li> <li>. Thermomètre</li> <li>. Vortex</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>. Bicher</li> <li>. Boites de pétri</li> <li>. Entonnoir</li> <li>. Eprouvette</li> <li>. Erlenmeyer</li> <li>. Pipette gradué</li> <li>. Tubes à essai</li> <li>. Verre de montre</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>. Acétate de plomb <math>Pb(C_2H_3O_2)_2</math></li> <li>. Acétone (<math>C_3H_6O</math>)</li> <li>. Acide chlorhydrique (HCl)</li> <li>. Acide gallique (<math>C_7H_6O_5</math>)</li> <li>. Acide nitrique (<math>HNO_3</math>)</li> <li>. Acide sulfurique (<math>H_2SO_4</math>)</li> <li>. Alpha naphthol (<math>C_{10}H_7OH</math>)</li> <li>. Carbonate de sodium (<math>NaCO_3</math>)</li> <li>. Chlorure cobalt (<math>CoCl_2</math>)</li> <li>. Chlorure de sodium (Na Cl)</li> <li>. Chlorure ferrique (<math>FeCl_3</math>)</li> <li>. Chlorure de mercure (<math>HgCl_2</math>)</li> <li>. Ethanol (<math>C_2H_5OH</math>)</li> <li>. Fehling (A +B)</li> <li>. Gélatine</li> <li>. Hydroxyde d'ammonium (<math>NH_4OH</math>)</li> <li>. Hydroxyde de sodium(<math>NaOH</math>)</li> <li>. Iode (I)</li> <li>. Iodure de potassium (KI)</li> <li>. Méthanol (<math>CH_3OH</math>)</li> <li>. Ninhydrine (<math>C_9H_6O_4</math>)</li> <li>. Réactif Bouchardât</li> <li>. Réactif de Biuret</li> <li>. Réactif de Folin- Ciocalteu</li> <li>. Réactif Mayer</li> <li>. Réactif Molisch</li> <li>. Réactif Wagner</li> <li>. Tartrate (<math>C_4H_4O_6</math>)</li> <li>. Sulfate de cuivre (<math>CuSO_4</math>)</li> <li>. Eau physiologique (eau distillée+NaCl)</li> <li>. PCA (Plat Count Agar)</li> <li>. VRBL (Violet Red Bile Lactose Agar)</li> </ul>

## Annexes

**Annexe 2 :** Tableaux caractéristiques morphologiques de quelques échantillons de la caroube de deux régions.

	Les gousses	Langueur (cm)	Largueur (cm)	Epaisseur (cm)	Poids (g)	Volume (ml)	Nb de graine	Poids de graine(g)	Indice de taille(cm)
<b>MILA</b>	<b>1</b>	15,479	1,766	0,697	12,747	10	13	2,998	8,765
	<b>2</b>	13,276	1,433	0,689	9,511	9	9	2,015	9,264
	<b>3</b>	12,358	1,850	0,632	8,99	5	7	1,657	6,68
	<b>4</b>	15,167	1,917	0,791	12,636	10	11	2,696	7,911
	<b>5</b>	18,034	2,002	0,771	13,696	14	12	2,735	9,008
	<b>6</b>	14,536	1,754	0,744	10,083	10	9	2,111	8,287
	<b>7</b>	13,064	2,049	0,666	10,770	11	8	1,412	6,375
	<b>8</b>	12,847	1,647	0,702	6,354	8	7	1,584	7,800
	<b>9</b>	10,463	2,110	0,591	8,880	9	6	0,822	4,958
	<b>10</b>	17,737	3,78	0,720	11,468	11	13	3,142	4,692
<b>MASCARA</b>	<b>1</b>	18,36	2,433	0,64	22,839	16	7	1,56	7,546
	<b>2</b>	17,051	2,394	0,668	19,748	19	8	0,822	7,122
	<b>3</b>	13,518	2,541	0,684	14,260	11	5	0,878	5,32
	<b>4</b>	16,271	2,527	0,727	19,812	17	11	1,568	6,438
	<b>5</b>	11,479	2,157	0,520	10,766	9	4	0,550	5,321
	<b>6</b>	13,471	2,073	0,540	12,658	11	6	0,741	6,498
	<b>7</b>	18,051	2,454	0,582	22,466	19	8	1,364	7,355
	<b>8</b>	17,687	2,320	0,527	16,622	13	7	0,747	7,623
	<b>9</b>	17,474	2,407	0,576	19,556	17	8	1,375	7,259
	<b>10</b>	19,508	2,771	0,580	24,579	19	7	0,823	7,040

**Annexe 03 : Paramètres de dégustation.**

		<b>Echantillon P(29)%</b>	<b>Echantillon G(29)%</b>	<b>Echantillon P(43)%</b>	<b>Echantillon G(43)%</b>
<b>Couleur</b>	Marron foncé	10	30	100	60
	Marron claire	90	70	0	40
<b>Texture</b>	Viscosifiant	90	90	80	90
	Non Viscosifiant	10	10	20	10
	Homogène	90	80	70	90
	Hétérogène	10	20	30	10
	Filant	90	80	90	90
	Non filant	10	20	10	10
<b>Odorat</b>	Caramel	40	20	20	0
	Caroube	60	80	80	90
	Post cuit	0	0	0	0
	Inodore	0	0	0	10
<b>Saveur</b>	Acide	0	0	20	0
	Doux	90	90	80	50
	Sucré	90	90	80	50
	Amère	10	20	10	70

<b>Appréciation Globale(%)</b>				
<b>Désagréable</b>	0	0	0	40
<b>Peu désagréable</b>	0	0	0	0
<b>Ni agréable ni désagréable</b>	0	0	0	0
<b>Peu agréable</b>	10	10	0	50
<b>Agréable</b>	10	60	10	10
<b>Très agréable</b>	80	30	90	0

**Annexe 04 :** Valeurs de degré de Brix et indice de réfraction des mélasses pendant leur conservation.

<b>Temps (jour)</b>	<b>Région</b>	<b>Indice de réfraction</b>	<b>Degré de Brix(%)</b>
<b>0</b>	<b>P(29)</b>	1,47775	75
<b>7</b>		1,46850	71,50
<b>14</b>		1,46525	70
<b>21</b>		1,4725	72
<b>28</b>		1,47325	73,25
<b>0</b>	<b>G(29)</b>	1,470	72
<b>7</b>		1,46850	71,50
<b>14</b>		1,46150	68,50
<b>21</b>		1,463	69
<b>28</b>		1,46450	69,75
<b>0</b>	<b>P(43)</b>	1,47150	72,50
<b>7</b>		1,4825	76
<b>14</b>		1,4825	76
<b>21</b>		1,48175	76,50



28		1,483	77
0	<b>G(43)</b>	1,434	56,50
7		1,42750	53,50
14		1,42850	54
21		1,42975	54,50
28		1,431	55

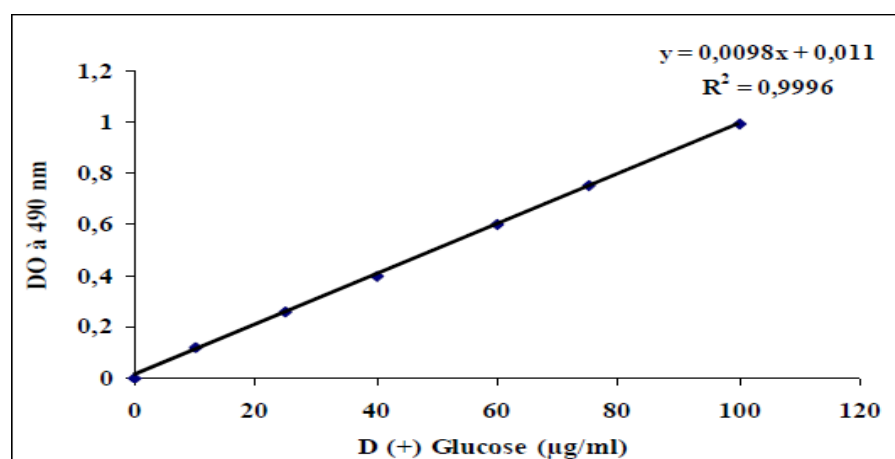
**Annexe 05** : Valeurs de conductivité et pH des mélasses pendant leur conservation.

Temps (jour)	Région	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	pH
0	<b>P(29)</b>	446	4,64
7		306	4,58
14		267	4,52
21		230	4,50
28		266	4,48
0	<b>G(29)</b>	913	4,75
7		687	4,68
14		644	4,68
21		988	4,59
28		1015	4,55
0	<b>P(43)</b>	384	4,77
7		137,3	4,64
14		154	4,62
21		541	4,57
28		1180	4,53
0	<b>G(43)</b>	2750	4,66
7		2070	4,68
14		1995	4,55
21		1218	4,52
28		1179	4,50

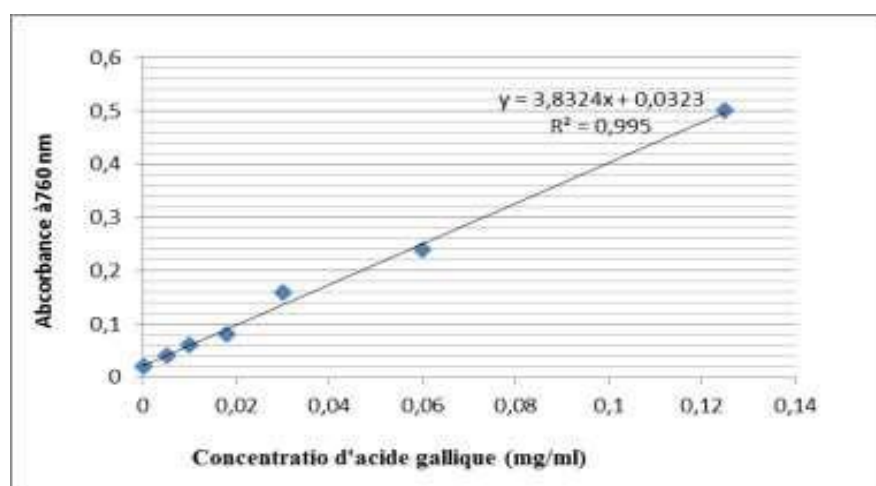
**Annexe 06** : Valeurs de cendres des mélasses des caroubes des deux régions.

	M 0	M 1	M 2
P(43)	68,307	73 ,307	68,8739
G(43)	108,38	113,38	108,8766
P(29)	83,656	88,656	83,7631
G(29)	61,529	66,529	61,5917

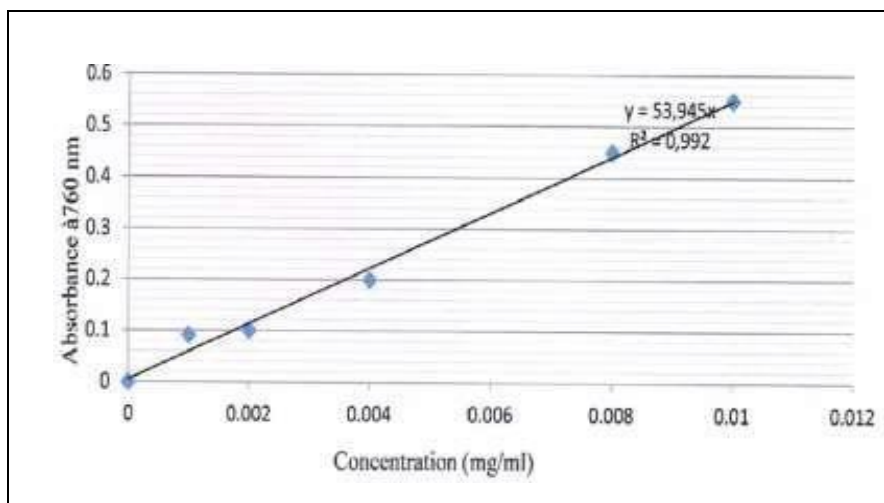
**Annexe 07** : Présentation de la courbe d'étalonnage pour le dosage des ST



**Annexe 08** : la courbe d'étalonnage pour le dosage des poly phénols



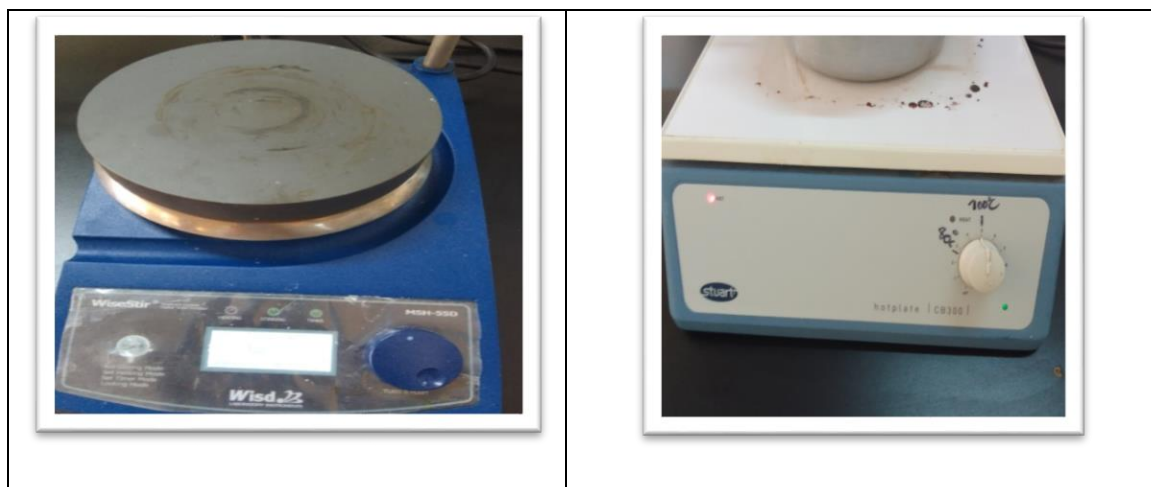
**Annexe 09** : la courbe d'étalonnage pour le dosage des protéines



**Annexe 10** : Photos de Moulin à farine électrique et Balance.



**Annexe 11** : Photos d'Etuve et Centrifugeuse.



**Annexe 12** : Photos d'Agitateur magnétique et Plaque chauffante.



**Annexe 13** : Photos d'Autoclave.



**Annexe 14** : Photo de Spectrophotomètre.

# *Résumé*

### Résumé

Cette étude porte sur les caractéristiques morpho biométrique de la caroube, l'extraction aqueuse de molécules photochimiques, la formulation de mélasse, le criblage photochimique, l'analyse physicochimique et microbiologique et l'évaluation de la qualité sensorielle. Le criblage photochimique de la mélasse et des extraits aqueux de caroube a révélé l'abondance des métabolites secondaires tels que les flavonoïdes, les mucilages, les protéines sulfurées, les glucides, les hexoses, les sucres réducteurs, les glycosides cardiaques, les triterpénoïdes et les saponines ; de plus, les paramètres physiques de la mélasse (pH, conductivité électrique, °Brix et cendres) dépendent de leur composition chimique, de leur charge minérale et de leur température. Une variabilité a été trouvée dans les mélasses formulées en ce qui concerne leur teneur en molécules photochimiques (poly phénols totaux, sucres totaux et protéines). Les meilleures mélasses obtenues présentaient une qualité microbiologique normalisée et une bonne évaluation sensorielle par rapport aux autres formulations préparées.

**Mots clés :** Caroube, mélasse, gousse, pulpe, extrait aqueux.

### Abstract

This study focuses on the morpho-biometric characteristics of carob, the aqueous extraction of photochemical molecules, the formulation of molasses, the photochemical screening, physicochemical and microbiological analysis and sensory quality evaluation.

Photochemical screening of molasses and aqueous carob extracts revealed abundant secondary metabolites such as flavonoids, mucilages, sulfur proteins, carbohydrates, hexodes, reducing sugars, cardiac glycosides, triterpenoids and saponins; moreover, the physical parameters of molasses (pH, conductivity, Brix and ash) depend on their chemical composition, mineral charge and temperature.

Variability was found in formulated molasses with respect to their content of photochemical molecules (total polyphenols, total sugars and proteins). The best molasses obtained presented a standardized microbiological quality and a good sensory evaluation compared to the other formulations prepared.

**Keywords:** Carob, molasses, pod, pulp, aqueous extract.



### ملخص :

تركز هذه الدراسة على الخصائص الشكلية والبيومترية للخروب ، والاستخراج المائي للجزيئات الكيميائية الضوئية وصياغة دبس السكر ، والفحص الكيميائي النباتي ، والتحليل الفيزيائي والكيميائي والميكروبيولوجي وتقييم الجودة الحسية.

أظهر الفحص الكيميائي النباتي للدبس ومستخلص الخروب المائي وجود نواتج ثانوية وفيرة مثل الفلافونويد والصمغ وكبريتيد البروتين والكريبوهيدرات والسداسيات والسكريات المختزلة وجليكوسيدات القلب والتريتريبنويد والسابونين. علاوة على ذلك ، تعتمد المعلمات الفيزيائية للدبس (الأس الهيدروجيني ، والتوصيل الكهربائي ، والبريكس ، والرماد) على التركيب الكيميائي ، والشحنة المعدنية ودرجة الحرارة.

لوحظ التباين في دبس السكر المصنوع فيما يتعلق بجزيئاتها الكيميائية النباتية (إجمالي البوليفينول و السكريات والبروتينات الإجمالية). أفضل دبس السكر الذي تم الحصول عليه قد اظهر جودة ميكروبيولوجية موحدة وتقدير حسي جيد مقارنة بالصيغ الأخرى المعدة.

الكلمات الرئيسية: خروب, دبس السكر, جراب, لب, مستخلص مائي.