



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieure de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun-Tiaret

Faculté de Science de la Nature et de la Vie

Département de nutrition et technologique agro-alimentaire

Mémoire présenté de fin d'étude

En vue de l'obtention du diplôme master académique

Domaine : sciences de la nature et de la vie

Filière : sciences alimentaires

Spécialité : agro-alimentaire et contrôle de qualité

Caractérisation et valorisation de la caroube par formulation d'un pur jus

Présenté par :

BOUKHAMKHAM Hanane

SINACEUR Ikram

Devant le jury composé de :

Président : Mettai K MAA

Encadrant : Acem K Pr

Examinatrice : Mme Djilali Y MAA

Année universitaire: 2023/2024



Remerciements

Ce mémoire est le fruit des efforts fournis et des sacrifices consentis par plusieurs personnes que je ne pourrai oublier de remercier.

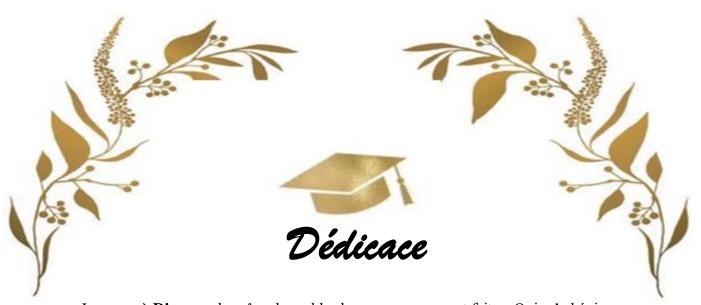
Mes remerciements s'adressent d'abord à **Allah**, créateur de toutes choses, pour son souffle et tous ses innombrables bienfaits.

Aussi, je remercie mon Directeur de mémoire, le Professeur **ACEM Kamel** d'avoir accepté de m'encadrer dans la conception et l'élaboration de ce travail, et aussi pour le dévouement manifesté malgré toutes ses nombreuses occupations.

Je tiens à remercier les membres du jury pour leur présence, pour leur lecture attentive de ce mémoire, ainsi que pour les remarques qu'ils m'adresseront lors de cette soutenance afin d'améliorer mon travail.

Nous remercions également tous les travailleurs de laboratoire physique végétale, appliqué aux cultures, hors sol et laboratoire de microbiologie de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'université Ibn khaldoun Tiaret, pour leurs aide, entière disponibilité, coopération ainsi pour l'ambiance et les bonnes conditions durant toute la période du travail.

De peur d'en avoir oublier, je souhaite remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire ainsi qu'à la réussite de ce parcours universitaire.



Louange à **Dieu**, par la grâce duquel les bonnes œuvres sont faites. Qui m'a béni avec le succès et le remboursement pour accomplir ce travail.

Je dédie ce travail:

A mon cher père,

A ma chère mère,

Qui n'ont jamais cessé, de formuler des prières à mon égal, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

A mon frère Hadj,

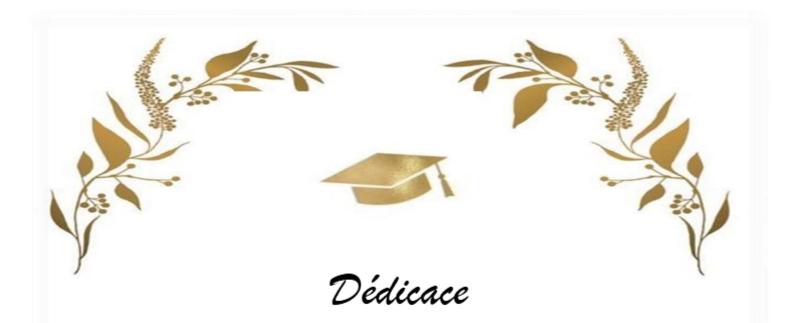
A mes sœurs Maroua et Hadjer,

Qui je souhaite un bel avenir et du succès dans leur vie.

A mes chères amies Hanane, Chaimaa, Nadjiba, Nour el houda et Manel.

À mes monôme Hanane qui est partagé avec moi ce travail.





Je dédie ce modeste travail à :

A mes chers parents. Pour tous leurs sacrifices. Leur amour. Leur tendresse. Leur soutien et leurs prières tout au long de mes études

A mes chères frères et sœurs, source de joie et de bonheur

Je tiens également à remercier mes amis pour leur présence et leur soutien durant cette aventure universitaire.

Votre amitié a été pour moi une source de réconfort et de motivation.

Hanane





Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation.

AA : Activité antioxydante.

CRE: Capacité de rétention d'eau.

FAOSTAT: Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database.

PG43 (**D**) : Poudre de Gousse de Mila obtenu par Décoction.

PP29 (D): Poudre de Pulpe de Mascara obtenu par Décoction.

PG43 (M): Poudre de Gousse de Mila obtenu par Macération.

PG29 (M): Poudre de Gousse de Mascara obtenu par Macération.

Liste des figures

Figure 1 : Gousses des caroubiers collectés

Figure 2: Gousses des deux variétés de la caroube

Figure 3: Pied à coulisse digital en cm

Figure 4 : Balance électronique (PIONEER).

Figure 5: Graines de caroubier

Figure 6: Matière première, poudre de caroube et broyeur professionnel

Figure 7 : Décoction

Figure 8 : Filtration

Figure 9 : Macération

Figure 10 : Filtration

Figure 11: Concentration d'extrait

Figure 12 : Détermination du degré de Brix et l'indice de réfraction par le réfractomètre.

Figure 13 : pH-mètre utilisé

Figure 14 : Pycnomètre utilisé

Figure 15 : Conductimètre Utilisé

Figure 16 : Viscosimètre

Figure 17 : Présentation des produits en vue de réaliser le test de préférence et le test hédonique.

Figure 18: Structure chimique du radical libre DPPH

Figure 19: Dilution d'extrait aqueux d'acide ascorbique

Figure 20: Dilution des extrait aqueux et extrait concentré de caroubier

Figure 21 : Préparation de l'eau physiologie

Figure 22 : Préparation des dilutions

Figure 23 : Ensemencement

- Figure 24: Caractéristiques morphobiométriques des gousses de la caroube
- Figure 25: Valeurs du CRE% et CRH%
- Figure 26 : Valeurs de pH de poudre de la caroube
- Figure 27 : Valeurs de la dispersibilité de poudre de caroube
- Figure 28 : Valeurs de la mouillabilité de poudre de caroube
- Figure 29 : Valeurs de l'indice de gonflement de poudre de caroube
- Figure 30 : Valeurs de l'indice de solubilite de poudre de caroube
- Figure 31 : Valeurs de l'indice de matière sèche de poudre de caroube
- Figure 32 : Valeurs de sucres totaux de poudre de caroube
- Figure 33: Valeurs du pH des extraits aqueux
- Figure 34: Valeurs du pH des extraits concentrés
- Figure 35: Valeurs de la conductivité des extraits aqueux
- Figure 36: Valeurs de la conductivité des extraits concentrés
- Figure 37: Valeurs de la densité des extraits aqueux
- Figure 38: Valeurs de la densité des extraits concentrés
- Figure 39: Valeurs de la viscosité des extraits aqueux
- Figure 40: Valeurs de la viscosité des extraits concentrés
- Figure 41: Valeurs des protéines des extraits aqueux
- Figure 42: Valeurs des protéines des extraits concentrés
- Figure 43: Valeurs des sucres totaux des extraits aqueux
- Figure 44: Valeurs des sucres totaux des extraits concentrés
- Figure 45 : Valeurs des Flavonoïdes Totaux des extraits aqueux
- Figure 46 : Valeurs des Flavonoïdes Totaux des extraits concentrés
- Figure 47: Valeurs des Polyphénols Totaux des extraits aqueux
- Figure 48: Valeurs des Polyphénols Totaux des extraits concentrés

Figure 49 : Appréciation de la texture des jus aqueux formulés

Figure 50 : Appréciation de la texture des jus concentrés formulés

Figure 51 : Appréciation de le gout des jus aqueux formulés

Figure 52 : Appréciation de le gout des jus concentrés formulés

Figure 53 : Appréciation de l'odeur des jus aqueux formulés

Figure 54 : Appréciation de l'odeur des jus concentré formulés

Figure 55 : Appréciation de le couleur des jus aqueux formulés

Figure 56 : Appréciation de le couleur des jus concentré formulés

Figure 57 : Test hédonique de jus aqueux

Figure 58 : Test hédonique de jus concentré

Figure 59 : Activité antioxydante des extraits aqueux PG43 (Macération)

Figure 60 : Activité antioxydante des extraits concentrés PG43 (Macération)

Figure 61 : Activité antioxydante des extraits aqueux de l'acide ascorbique

Figure 62: Valeurs de concentration inhibitrice médiane CI50 des extraits étudié

Figure 63: Comparaison des résultats microbiologiques avec la norme Algérienne

Figure 64 : Valeurs de pH de jus aqueux

Figure 65 : Valeurs de pH de jus concentré

Figure 66 : Valeurs de conductivité electrique de jus aqueux

Figure 67 : Valeurs de conductivité électrique de jus concentré

Liste des tableaux

Tableau 01 : Appareillage et les verreries et produits chimiques utilisées.

Tableau 02: Evaluation hédonique par l'échelle de cotation de 5 points.

Tableau 03: Résultats des analyses microbiologiques des extraits préparés.

Liste des annexes

Annexe 01 : Caractéristiques morphologiques de la caroube.

Annexe 02: Rendement des extraits.

Annexe 03 : Variation du degré Brix et de l'indice de réfraction des extraits obtenus par macération et décoction.

Annexe 04 : Courbe d'étalonnage des protéines.

Annexe 05 : Courbe d'étalonnage des Sucres Totaux.

Annexe 06 : Courbe d'étalonnage des Flavonoïdes Totaux.

Annexe 07 : Courbe d'étalonnage des polyphénoles Totaux.

Annexe 08 : Fiche De dégustation.

Annexe 09: Valeur calorique des extraits.

Annexe 10 : Résultats obtenus des Analyses Microbiologiques.

Annexe 11 : Résultats de test de stabilité.

Sommaire

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des annexes	
Introduction	18
Chapitre I: Matériel et Méthodes	
I.1 Lieu du travail	25
I.2 Objectifs de l'étude	25
I.3 Matériel et produits utilisés	25
I.3.1 Fruit de la caroube	25
I.3.2 Appareillages, verreries et produits chimiques	26
I.4 Méthodes d'analyses	27
I.4.1 protocol experimental	27
I.4.2 Caractéristiques morphobiométrique de la caroube	28
I.4.2.1 Longueur, largeur et épaisseur	28
I.4.2.2 Volume de gousse	28
I.4.2.3 La masse de gousse	29
I.4.2.4 Nombre et masse de grains	
I.4.4 Propriétés techno fonctionnelles et Analyse physicochimique de po	udre.30
I.4.4.1 Capacité de rétention d'eau et d'huile	30
I.4.4.2 pH	31
I.4.4.3 Indice de dispersibilité	31
I.4.4.4 Indice mouillabilité	31
I.4.4.5 Indice de gonflement	31
I.4.4.6 Indice de solubilité	32
IAA7 Matière sèche	32

I.4.4.8 la teneur en sucres totaux	33
I.4.5 Préparation des extraits aqueux et des extraits concentrés	34
I.4.5.1 Par decoction.	34
A. L'extrait aqueux	34
B. L'extrait concentré	34
I.4.5.2 Par maceration	34
A. L'extrait aqueux	35
B. L'extrait concentré	35
I.4.6 Le rendement des extraits	36
I.4.7 Analyse Physique	36
I.4.7.1 Indice de réfraction et degré Brix	36
I.4.7.2 pH	37
I.4.7.3 Densité	38
I.4.7.4 Conductivité électrique	39
I.4.7.5 Viscosité	40
I.4.8 Analyses chimiques	41
I.4.8.1 Protéines	41
I.4.8.2 Sucres Totaux	42
I.4.8.3 Flavonoïdes Totaux	42
I.4.8.4 Polyphénols Totaux	43
I.4.9 Criblage Phytochimique	44
A. Test sur les Sucres	44
A.1. Les Glucides	45
A.2. Saponines	45
A.3. Les Sucres Réducteurs	46
B. Tests sur les Protéines	46
B.1. Les Protéines	46

B.2. Tanins	4/
C. Tests sur les Matières Organiques	47
C.1. Flavonoïde	.47
C.2.Les Alcaloïdes (Mayet et Wanger)	48
D. Tests sur Les Gels	48
D.1.Mucilage	48
E. Huiles Essentiels	48
I.4.10 Analyses sensorielles	49
I.4.10.1 Test de préférence	49
I.4.10.2 Test hédonique	.50
I.4.11 Valeur calorique de jus	.50
I.4.12 Activité antioxydant	51
I.4.13 Analyses microbiologiques	53
A. Préparation de l'eau physiologie (0.9%)	53
B. Dilution	54
C. Germes Aérobies Mésophiles Totaux (NF EN ISO 6222)	54
D. Coliformes totaux (ISO 4832)	55
E. Coliformes fécaux	55
I.4.14 Test de stabilité	.56
Chapitre II: Résultats et Déscussion	
II.1 Caractérisation Morphobiométrique58	
II.2 Propriétés techno fonctionnelles et Analyse physique de poudre58	
II.2 .1 Capacité de rétention d'eau et d'huile	
II.2 .2 pH59	
II.2 .3 Indice de dispersibilité	
II.2 .4 Indice mouillabilité	
II.2 .5 Indice de gonflement	
II.2 .1 Capacité de rétention d'eau et d'huile	

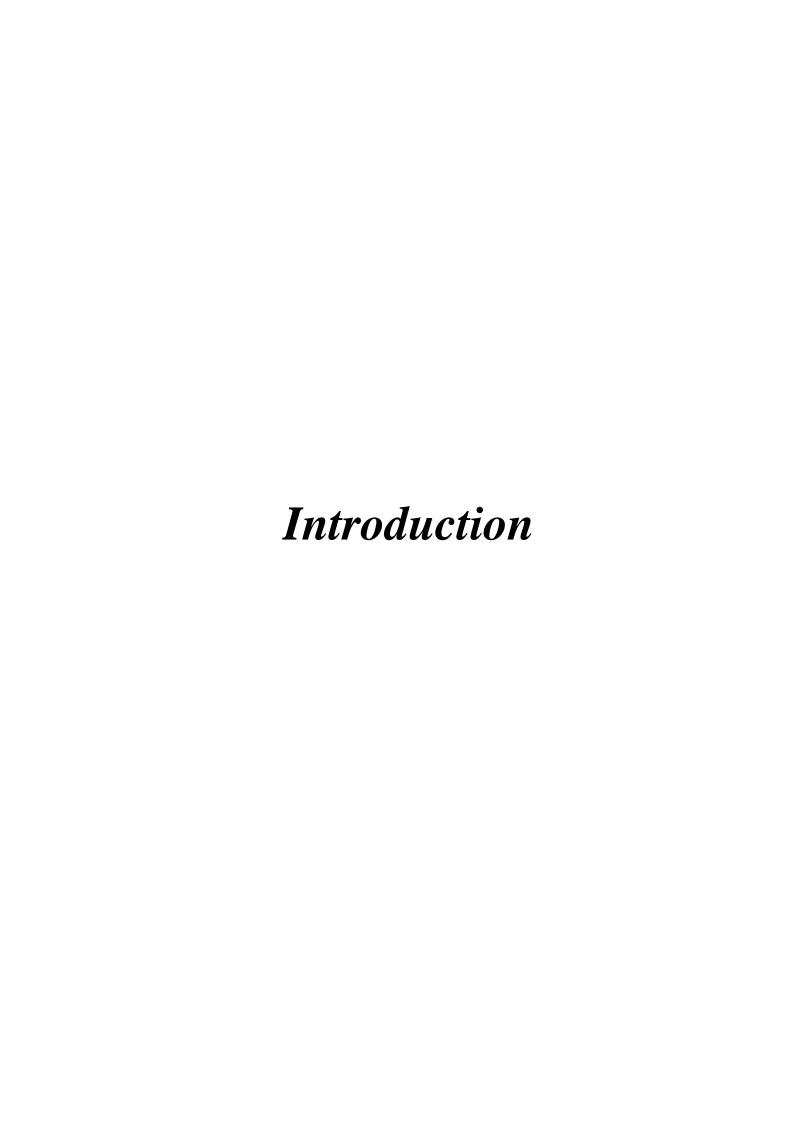
II.2 .6 Indice de solubilité	61
II.2 .7 Matière sèche	62
II.2 .8 Sucres totaux	62
II.3 Caractérisation physique des extraits aqueux et concentrés	62
II.3.1 Degré de Brix	63
II.3.2 pH	63
II.3.3 Conductivité électrique	63
II.3.4 Densité	64
II.3.5 Viscosité	65
II.4 Caractérisation chimique des extraits aqueux et concentrés	65
II.4.1 Protéines	65
II.4.2 Sucres Totaux	66
II.4.3 Flavonoïdes Totaux	67
II.4.4 Poly phénols Totaux	67
II.5 Criblage phytochimique	68
II.5. 1 Jus aqueux	68
A.Les sucres	69
A.1. Les Glucides	69
A.2. Saponine	69
A.3. Les sucres réducteurs	69
B. Les protéines	70
B.1. Les protéines	70
B.2. Tanins	70
C. Les matières organiques	70
C.1. Flavonoïdes	70
C.2. Les alcaloïdes 1	71
D. Les Gels	72

D.1 Mucilages72
D.2 Huiles Essentiels
II.5.2 Jus concentré
A. Les sucres72
A.1. Les Glucides72
A.2. Saponine
A.3. Les sucres réducteurs73
B. Les protéines
B.1. Les protéines
B.2. Tanins
C. Les matières organiques73
C.1. Flavonoïdes74
C.2. Les alcaloïdes 1
D. Les Gels
D.1 Mucilages74
D.2 Huiles Essentiels
II.6 analyses sensorielles
II.6.1 Test de préférence
II.6.2 Test hédonique
II.7 Activité antioxydante
II.7.1 Evaluation de concentration inhibitrice médiane
II.8 Analyses microbiologiques82
II.9 Test de stabilité83

Conclusion Générale

Références bibliographiques

Annexes



Introduction

Le caroubier, également connu sous le nom scientifique de *Ceratonia siliqua*, est un arbre fruitier appartenant à la famille des légumineuses et originaire du bassin méditerranéen. Ces arbres à feuillage persistant peuvent atteindre une hauteur impressionnante de 15 mètres. Depuis l'Antiquité, le caroubier est apprécié pour ses fruits, les caroubes, qui sont largement utilisés en cuisine et en médecine. Un caroubier peut vivre jusqu'à 200 ans tout en atteignant sa pleine hauteur de 15 mètres.

La caroube est l'une des cultures fruitières les plus importées des pays méditerranéens. Leurs productions et consommations a considérablement augmenté ces dernières années. Elles sont largement utilisés dans la fabrication des jus cuits « pekmez » et de boissons en poudre. L'utilisation du fruit entier dans la consommation humaine est limité, cependant, en raison du niveau élevé de tanins qui en résulte l'astringence (Bate S,1973).

Toutes les composantes de l'arbre (feuilles, fleurs, fruits, bois, écorce, racines) possèdent des usages et une importance dans divers domaines en plus de leur attrait esthétique et paysager. Par conséquent, il est reconnu comme l'un des arbres fruitiers et forestiers ayant le plus fort potentiel de valeur ajoutée.

En outre, la pulpe est largement employée dans l'industrie agroalimentaire et pharmaceutique, en particulier dans l'alimentation diététique en tant qu'antidiarrhéique. Ses niveaux élevés de composés phénoliques sont responsables de ses excellentes propriétés antioxydantes (Hariri et al., 2009).

Le fruit de la caroube constitue un réservoir important de composés nutritionnels et médicinaux, ses graines sont utilisées pour produire de la gomme de caroube (E410), utilisée comme Épaississants, stabilisants ou agents aromatisants dans les aliments et comme ingrédients actifs médicament (Vlasios et Eva, 2019). Le lait de caroube, quant à lui, est traditionnellement utilisé pour obtenir du sirop/mélasse. ou comme nouveau aliment pour animaux.

Les polyphénols naturels des gousses de caroube ont une forte activité antioxydante radicaux libres générés lors de l'oxydation dans les organismes et les aliments, ainsi que la capacité à inhiber certains dommages oxydatifs biomolécules importantes.

La présence de polyphénols facilite l'utilisation de la caroube dans réparer des aliments sains et prévenir les maladies dégénératives telles que Cancer, inflammation, maladies cardiovasculaires et neurodégénératives (**Rehab et al., 2020**).

Selon FAOSTAT (2019), la production mondiale totale est estimée à 136 539 tonnes. Sortie maximale jamais enregistré, 41 909 tonnes, en provenance du Portugal, par rapport à la production estimée de l'Algérie à 4042 tonnes, du Maroc à 21 983 tonnes, qui reste la première productrice mondiale de la caroube.

En Algérie, la totalité de la superficie du caroubier en Algérie a été Réduction significative de 11 000 hectares en 1961 à 1 000 hectares en 2011 (FAOSTAT). En 2009, la superficie de la province de Béjaia totalisait 927 hectares La superficie est de 645 hectares, soit 69,58 % de la superficie totale.

Les gousses de caroube sont utilisées depuis longtemps comme matière première Production d'additifs alimentaires (**Biner et al., 2007**). communément appelé chewing-gum.

Le code de caroube E-410 est utilisé dans l'industrie alimentaire comme épaississant, stabilisant, Comme liant et gélifiant, ou comme dispersant. Également utilisé dans les domaines suivants Imprimerie, photographie, textiles, produits pharmaceutiques, cosmétiques (**Battle et al., 1997**). exister En raison de sa douceur et de son goût semblable au chocolat et de son prix bas, il est apprécié des enfants.

Dans la farine, souvent utilisée comme substitut du cacao dans la région fabrication de confiseries, biscuits et produits transformés méditerranéens production de boissons (Ayaz et al., 2009). Utilisez également de la poudre de caroube en tant que substitut du cacao, il présente les avantages suivants : il ne contient pas de caféine ni Théobromine (Bengoechea et al., 2007).

La poudre de caroube est traditionnellement utilisée comme additif protéique des aliments pour animaux et aliments destinés à la consommation humaine teneur en acide aminés équilibrés (Wang et al., 2001).

Notre étude s'inscrit dans la valorisation des produits locaux (fruit du caroubier) par formulation d'un pur jus. Ce travail vise à caractériser les paramètres morphobiométriques du fruit du caroubier, les propriétés technofonctionnelles des poudres (pulpes et gousses entières), le criblage phytochimique, analyses physicochimiques des extraits aqueux des poudres de caroube et étude de la stabilité des purs jus.

I.1 Lieu du travail

Cette étude a été menée à l'Université Ibn Khaldoun à Tiaret, dans les laboratoires pédagogiques de technologie alimentaire et de recherche en physiologie végétale appliquée aux cultures hors-sol. La période de recherche s'est étendue du 8 février a 26 juin 2023.

I.2 Objectifs de l'étude

Cette recherche vise à atteindre les objectifs suivants :

- Caractéristiques morphologiques des gousses de caroube provenant de deux différentes régions biogéographiques (Mascara et Mila);
- Propriétés techno fonctionnelles et Analyse physique de la poudre de caroube ;
- Criblage phytochimique et analyse physicochimique des extraits aqueux ;
- Évaluation de l'activité antioxydante de l'extrait aqueux de poudre de caroube obtenus par deux procédés différents (macération et décoction).
- Analyses sensorielles et test hédonique des extraits aqueux ;

I.3 Matériel et produits utilisés

I.3.1 Fruit de la caroube

Des gousses de la caroube ont été récoltées dans deux régions différentes d'Algérie (Mila et Mascara) dans la fin du mois de septembre 2022 .





Mascara Mila

Figure 1 : Gousses des caroubiers collectés.

I.3.2 Appareillages, verreries et produits chimiques

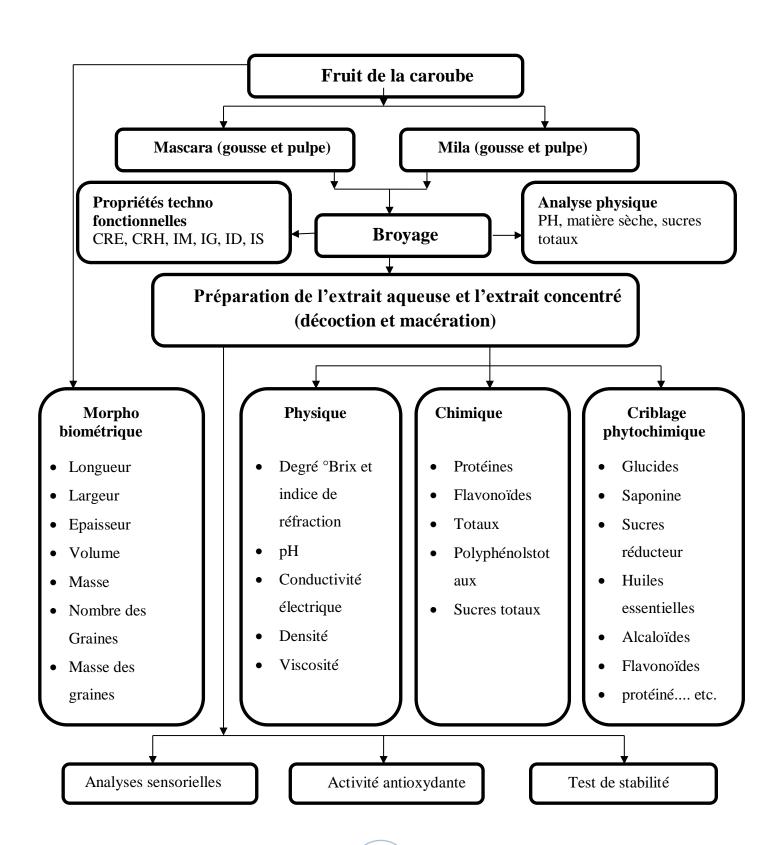
L'appareillages et les verreries et produits chimiques utilisées dans ce travail sont motionnées dans le tableau suivant :

Tableau 1 : Appareillage et les verreries et produits chimiques utilisées

Appareillage	Verreries	Produits chimiques
✓ Agitateur.	✓ Béchers.	✓ Acide ascorbique (C ₆ H ₈ O ₆)
✓ Agitateur magnétique	✓ Eprouvette.	✓ Acide chlorhydrique (HCL)
chauffant.	✓ Entonnoir.	✓ Acide acétique (CH₃COOH)
✓ Balances de précision.	✓ Fioles jaugées.	✓ Acide sulfurique (H ₂ SO ₄)
✓ Bain marie.	✓ Tubes à essai.	✓ Acide nitrique (HNO₃)
✓ Broyeur.	✓ Micropipettes.	✓ Carbonate de sodium(Na ₂ CO ₃)
✓ Conductimètre électrique.	✓ Pipette graduée.	✓ Chlorure d''aluminium (AlCl ₃)
✓ PH-mètre.	✓ Pipette pasteur.	✓ Chlorure de cobalt (CoCl₂)
✓ Plaque chauffante.	✓ Dessicateur.	✓ Chlorure ferrique. FeCl ₃
✓ Réfractomètre.	✓ Pycnomètre.	✓ Éthanol (C2H6O)
✓ Spectroscopie infrarouge.	✓ Verre de montre.	✓ Fehling (A+B)
✓ Réfrigérateur.		✓ Hydroxyde de sodium (Na OH)
		✓ Méthanol (CH3OH)
		✓ Réactifs Mayer et Wagner
		✓ Réactif de biuret
		✓ Sodium sulfate (N ₂ SO ₄)
		✓ Sulfate de cuivre (CuSO ₄)
		✓ DPPH (C ₁₈ H ₁₂ N ₅ O ₆)

I.4 Méthodes d'analyses

I.4.1 protocol experimental



I.4.2 Caractéristiques morphobiométrique de la caroube

Nous avons Choisis au hasard 10 gousses de chaque région et mesurez différents paramètres (longueur, largeur, épaisseur, poids, volume, nombre de graines et poids total des graines).





Mascara

Figure 2: Gousses des deux variétés de la caroube

I.4.2.1 Longueur, largeur et épaisseur

- Nous avons déterminé la longueur de chaque gousse en cm avec un fil ; Ce dernier est mesuré avec une règle graduée.
- La largeur de ces gousses (les deux bouts et le centre) est mesurée avec un pied à coulisse en cm, Ensuite on prend la moyenne de trois mesures.
- L'épaisseur est mesuré avec un pied à coulisse en (cm) des parties (latérales et centrale) de la gousse et en prenant la moyenne des trois mesures comme l'épaisseur moyenne.



Figure 3: Pied à coulisse digital en cm

I.4.2.2 Volume de gousse

Le volume a été estimé en cm³ (ml) en immergeant des gousses de caroube irrégulières dans un volume d'eau connu dans une éprouvette gradué. Le volume est la quantité d'eau déplacée.

I.4.2.3 La masse de gousse

Le poids de chaque gousse a été mesuré en (g) à l'aide d'une balance électronique de marque (PIONEER).



Figure 4 : Balance électronique (PIONEER).

I.4.2.4 Nombre et masse de graines

On ouvre les gousses de caroubier et on calcule le nombre de graines présentes dans chaque gousse et leurs poids en (g) à l'aide d'une balance électronique.





Mila

Figure 5: Graines de caroubier

I.4.3 Broyage (préparation de la poudre)

Nous avons préparé deux sortes de poudre de caroube ; une à partir de ses gousses et l'autre à partir de ses pulpes tous en écartant ses graines manuellement. Les gousses et les pulpes obtenues ont été broyées avec un broyeur (Broyeur Professionnel **BOMAN**)





Broyeur professionnel **BOMAN**

Broyage de fruit d

Figure 6: Matière première, poudre de caroube et broyeur professionnel

I.4.4 Propriétés techno fonctionnelles et Analyse physicochimique de poudre

I.4.4.1 Capacité de rétention d'eau et d'huile

La capacité d'absorption d'eau à été détermination en utilisant la méthode décrite par **SALUM KHE (1981)**, avec de légères modification, 10 ml d'eau distillée a été ajouté à 10g de l'échantillon (la poudre) dans une bécher, la suspension est agitée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 5 min, la suspension obtenue à été centrifugée à 3555rpm pendant 30 min et le surnagent mesuré dans un cylindre gradué de 10ml.

La masse volumique de l'eau a été prise égale à 1,0g/cm3 dont l'eau absorbée a été calculée comme la différence entre le volume initial de l'eau ajouté à l'échantillon et volume du surnagent.

La même procédure à été répétée pour l'absorption d'huile, sauf que l'huile a été utilisé à la place de l'eau.

 $CRE \ g(d'eau \ / \ 100g \ poudre) = \frac{\textit{Masse du Culot humide} \times \textit{Masse de d'eau en poudre}}{\textit{Masse de l'échantillon en poudre}}$

I.4.4.2 PH

La mesure a été réalisé en plongeant l'électrode du pH-mètre dans la solution 50ml d'eau distillé a été ajouté à 5g de poudre de caroube.

I.4.4.3 Indice de dispersibilité

Pour mesurer l'indice de dispersibilité (ID) 10g de poudre sont dispersés dans un bécher contenant 100g d'eau. Le mélange est agité à l'aide d'une spatule pendant 15s puis versé sur un tamis d'ouverture de maille de 200 µm. Une mesure d'extrait sec est ensuite réalisée sur le filtrat. L'ID est ensuite calculé comme suit:

$$ID = \frac{(100 + m_{ech}) \cdot X_{MS}}{m_{ech} \frac{100 - X_{ER}}{100}}$$

Avec m_{ech} la quantité de poudre utilisée, X_{ER} , la teneur en eau libre résiduelle dans la poudre (% p/p), X_{Ms} , la matière sèche du filtrat après passage sur le tamis (% p/p). Les poudres dont l'ID est inférieur à 95% sont considérées comme peu dispersibles. (**Schuck et al., 2012**)

I.4.4.4 Indice mouillabilité

Pour mesurer l'indice de mouillabilité (IM), 1g de poudre sont déposés à la surface libre d'un bécher contenant 10g d'eau distillée à t₀. L'IM correspond au temps, en secondes, nécessaire pour atteindre le mouillage complet, correspondant à l'état où plus aucune particule n'est visible à la surface du liquide. Un IM inférieur à 120s signifie que la poudre est mouillable, un IM supérieur à 120s correspond à des poudres peu mouillables. (**Schuck et al., 2012**)

I.4.4.5 Indice de gonflement

La capacité a été détermine selon (**ROBER son et al., 2000**), 0.2g de le poudre de caroube a été passée et transférée dans une un tube d'essai puis 10ml d'eau distillée a été ajouté, le mélange a été bien agité puis laissé au repose pendant 18h à une température ambiante. Le volume occupé par les fibres est mesurée et le rapport entre ce volume et celui de la prise d'essai donne la valeur du gonflement exprimée en ml/g d'échantillon sur une base séchée.

$IG = \frac{volume \ d'eau \ initiale \ -volume \ deau \ finale}{la \ masse \ d'echantillon}$

I.4.4.6 Indice de solubilité

Pour mesurer l'indice de solubilité, 1g de poudre sont agités en présence de 10g d'eau et de quelques gouttes d'agent antimoussant (Laurate de diglycole (Sigma-Aldrich, Saint Louis, USA) pendant 67s à 3000 tr / min dans un Cenco Mixer. Après 15 min, 5mL de la solution sont centrifugés pendant 5 minutes à 1763.84tr. Le culot est remis en solution dans de l'eau (5mL) et à nouveau centrifugé 5 minutes à 1763.84tr. L'indice d'insolubilité (II) est égal au volume de sédiment (mL) décanté lors de la deuxième centrifugation. L'IS est égal à :

$$IS=[100\text{-}(2\times II)]$$

Les poudres ayant un indice de solubilité supérieur à 95% peuvent être considérées comme solubles, alors que celles ayant un indice de solubilité inférieur à 95% sont peu solubles (Schuck et al., 2012).

I.4.4.7 Matière sèche

A. Principe

La matière sèche est définie comme étant le résidu d'un aliment restant après l'élimination de l'eau, dans des conditions expérimentales données dont la somme de la teneur en eau et en matière sèche représente la totalité de l'aliment.

B. . Mode opératoire

Nous avons opté la méthode de l'AOAC (1990).

- Peser 2 à 2.5 g de l'échantillon.
- Puis les placer dans l'étuve réglée à 105°C pendant 2h.
- Retirer les creusets de l'étuve, les placer dans le dessiccateur, laisser refroidir
- Et peser.
- L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

C. Expression des résultats

Le pourcentage de matière sèche est déterminé par la relation :

$$MS \% = \frac{M_{sec}}{M_i} \times 100$$

 M_i = masse de l'échantillon initial (g), M_{sec} = masse de l'échantillon sec (g) après passage dans l'étuve à 105 °C.

I.4.4.8 la teneur en sucres totaux

A. Principe

Le dosage des sucres totaux est effectué par la méthode de phénol / acide sulfurique (Dubois et, al 1956).

Cette dernière nécessite une hydrolyse acide qui permet la rupture de toutes les liaisons glucidiques dans le polyoside.

Le principe du dosage se base sur la condensation des produits de déshydratation des oses avec un chromogène qui est le phénol. A ce moment-là, il se forme des chromophores de couleur jaune-orange, leur apparition est suivie en mesurant l'augmentation de la densité optique à 490nm.

La teneur des sucres est exprimée en μg / ml (convertie en grammes / litre) de α D (+) Glucose à partir d'une courbe d'étalonnage.

B. Mode opératoire

- Préparation de l'échantillon
- On additionne à 0,5 g d'échantillon, 20 ml d'acide sulfurique (H2SO4) 0,5 M Puis on place l'ensemble dans une étuve réglée à 105°C pendant 3 heures.
- On transverse la solution dans une fiole de 500 ml tout en ajustant le volume Par de l'eau distillée jusqu'à 500ml.
- On filtre la solution puis on réalise trois dilutions au 1/3.

• Dans des tubes, on met 1ml de chaque dilution, ensuite on ajoute dans Chaque tube 1 ml de phénol à 5 % et 5 ml d'acide sulfurique H2SO4 à 98 %.

- Les tubes sont maintenus 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 490 nm.

En parallèle, on trace la courbe d'étalonnage de la façon décrite dans l'annexe 05

I.4.5 Préparation des extraits aqueux et des extraits concentrés

La sélection des extraits aqueux obtenus par macération et décoction a été basée sur leur : Degré Brix et leur indice de réfraction "PG43(D), PP29 (D), PG43 (M), PG29 (M)".

I.4.5.1 Par décoction

A. L'extrait aqueux

- 1) La préparation de masse de poudre (g) des pulpes et gousses avec l'eau distillée (ml) a été réalisée selon le rapport suivant : (25g -100ml)
- 2) Chauffer les suspensions sur une plaque chauffante (100°C) pendant 5 min après ébullition.
- 3) Laisser le refroidir sous une température ambiante.
- 4) Filtrer les extraits par papier filtre.



Figure 7 : Décoction

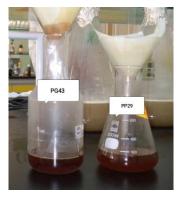


Figure 8: Filtration

B. L'extrait concentré

- 1) Chauffer l'extrait aqueuse sur une plaque chauffante (100°C) pendant 1 heure
- 2) Laisser le refroidir sous une température ambiante.

I.4.5.2 Par macération

A. L'extrait aqueux

1) La préparation de masse de poudre (g) des pulpes et gousses avec l'eau distillée (ml) a été réalisée selon le rapport suivant : (25g - 100ml)

- 2) Chaque suspension couverte par aluminium, et mise à température ambiante pendant 24 h.
- 3) Filtrer les extraits par papier filtre.

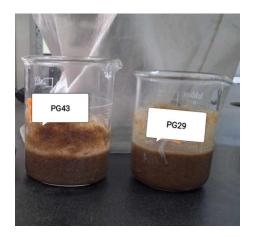




Figure 10 : Filtration

B. l'extrait concentré

- 1) Chauffer l'extrait aqueuse sur une plaque chauffante (100°C) pendant 1 heure
- 2) Laisser le refroidir sous une température ambiante.



Figure 11: Concentration d'extrait

I.4.6 Le rendement des extraits

$$ext{rendement} = rac{ ext{volume finale}}{ ext{volume initial}} imes extbf{100}$$

Les résultats trouves inscrit dans l'annexe 02.

I.4.7 Analyse Physique

I.4.7.1 Indice de réfraction et degré Brix

Les mesures du degré Brix et de l'indice de réfraction sont effectuées en laboratoire à l'aide d'un réfractomètre (**Bernard et al., 2012**).

A. Principe

Le degré Brix (%) exprime le pourcentage de concentration en solides solubles que contient un échantillon, la teneur en solides solubles est la somme de tous les solides dissous dans l'eau, y compris les sucres, les protéines et les acides (Cendres, 2011).

L'indice de réfraction caractérise la capacité de l'espèce chimique à dévier le trajet lumineux (**Lydie et al., 2013**). Il nous permet de connaître le degré de pureté du liquide ou la dose de solides dissous dans une solution, il est mesuré avec un réfractomètre équipé d'un thermomètre (**Velsseyre, 1975**).

B. Mode opératoire

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

- Calibrer le réfractomètre avec de l'eau distillée avec un indice de réfraction de 1,333 et 0% Degré Brix.
- 2) Laver les prismes du réfractomètre avec de l'acétone et essuyer avec du papier absorbant.
- 3) Ajouter deux à trois gouttes de l'échantillon.
- 4) Déplacez ensuite le viseur de manière à ce que la ligne de séparation de la plage claire et sombre soit au niveau du réticule.
- 5) Lisez les études sur l'indice de réfraction du corps.

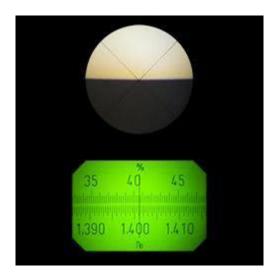


Figure 12 : Détermination du degré de Brix et l'indice de réfraction par le réfractomètre

C. Expression des résultats

- L'indice de réfraction et le degré Brix ont été notés directement sur les deux échelles à l'intersection de la frontière entre les franges claires et sombres (AOAC, 2000).
- Les résultats trouves inscrit dans l'annexe 03.

I.4.7.2 PH

A. Principe

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre en fonction de la concentration en ions hydrogène dans la solution (GEOFFREY, 2011).

B. Mode opératoire

La mesure a été réalisé en plongeant l'électrode du pH-mètre dans la solution (AOAC, 2002),La procédure est la suivante :

1) Rincez l'électrode avec de l'acétone et nettoyez -la avec du papier absorbant.

- 2) Etalonner le pH-mètre à l'aide des solutions tampons (ph=7,12; ph=4,4).
- 3) Plonger l'électrode du pH- mètre dans un volume d'échantillon suffisant et lire le pH indiqué sur l'écran d'affichage du pH-mètre.

4) Attendre la stabilisation et révéler le pH de la solution à la température souhaitée.



Figure 13: PH-mètre utilisé

C. Expression des résultats

La lecture de pH a été effectuée directement sur l'écran du pH-métre.

I.4.7.3 Densité

A. Principe

La densité **P** est le rapport de la masse volumique de l'espèce chimique par la masse volumique de l'eau (**Lydie et al ,2013**), Dans le système métrique, l'unité de densité peut également être exprimée en (g/cm³).

B. Mode opératoire

- 1) Peser le pycnomètre vide et bien sec (**p0**) en **g**.
- 2) Peser le pycnomètre rempli d'eau distillée (p1) en g.
- 3) Vider le pycnomètre et sécher à l'aide d'une étuve.
- 4) Peser le pycnomètre rempli de l'échantillon (p2) (les 4 extraites aqueux de la caroube) en g.



Figure 14: Pycnomètre utilisé

C. Expression des résultats

La densité (p) est donnée par la formule suivante :

$$D = P = (P_2 - P_0) / (P_1 - P_0)$$

- 1) Peser le pycnomètre vide et bien sec $(\mathbf{p_0})$ en \mathbf{g} .
- 2) Peser le pycnomètre rempli d'eau distillée (p₁) en g.
- 3) Vider le pycnomètre et sécher à l'aide d'une étuve.
- 4) Peser le pycnomètre rempli de l'échantillon (p₂) (les 4 extraites aqueux de la caroube) en g.

I.4.7.4 Conductivité électrique

A. Principe

La conductimétrie (ms/cm) est une technique d'analyse quantitative, permettant d'accéder à concentration en ions en solution, cette technique est basée sur la connaissance de la conductivité 6 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).

B. Mode opératoire

- 1) Rincer la cellule avec l'eau distillée.
- Plonger la cellule conductémitrique dans la solution analytique et laisser reposer sans agitation.
- 3) Une fois la valeur affichée par le conductimètre est stabilisée, elles sont enregistrées et la cellule est retirée de la solution.
- 4) Rincer à l'eau distillée.



Figure 15 : Conductimètre utilisé

C. Expression des résultats

La lecture de la conductivité a été effectuée directement sur l'écran du conductimètre (Amellal., 2008).

I.4.7.5 Viscosité

A. Principe

La viscosité dynamique, c'est-à-dire le facteur de proportionnalité entre le gradient de vitesse et la contrainte de cisaillement dans un liquide, caractérise la ténacité d'un liquide. Elle peut être mesurée avec le viscosimètre Höppler à chute de bille.

B. Mode opératoire

- 1)La bille est abandonnée sans vitesse initiale dans le tube vertical. La bille se déplace alors sous l'action de la pesanteur.
- 2) Pour mesurer la viscosité, on chronomètre le temps mis par la bille pour passer d'un premier repère vers un second et on y déduit sa vitesse de chute.



Figure 16: Viscosimètre

I.4.8 Analyses chimiques

I.4.8.1 Protéines

A. Principe

En milieu alcalin, le biuret (NH₂-CO-NH-CO-NH₂) se combine avec le cuivre pour donner une coloration violette, cette coloration révèle en effet la présence de deux radicaux CO- NH-ou -CH-NH- séparés par un atome d'azote ou de carbone. La réaction du 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 (L'oncle, 1992).

B. Mode opératoire

- 1) Dans une fiole de 50ml on met 1g d'échantillon et on complète le volume en ajoutant l'eau distillée jusqu'au trait de jaugé, ramener à pH=8 avec (NaOH) (0.3N).
- 2) Centrifuger pendant 30min à 400 tours/min..
- 3) Préparer 4 tubes à essais, prendre de chaque tube 2ml. Puis ajouter 3 ml de réactif de biuret.
- 4) Homogénéiser et placer les tubes 30min à l'obscurité pour développer la coloration..
- 5) Mesurer l'absorbance à 540 nm en remplissant la cuve de l'échantillon et la placer dans le spectrophotomètre.

- 6) Noter les valeurs obtenues pour tracer la courbe.
- 7) Les résultats sont extrapoles à partir d'une courbe d'étalonnage.

C. Expression des résultats

Les résultats trouves sont calcules selon la courbe d'étalonnage établi selon l'annexe 04.

I.4.8.2 Sucres Totaux

A. Principe

La méthode du phénol sulfurique donnée par (**Dubois et al., 1956**), permet de doser les sucres totaux en utilisant le phénol et l'acide sulfurique concentré en présence de ces deux réactifs, les oses donnent une couleur jaune-orange dont l'intensité est proportionnelle à la concentration des glucides, les résultats sont exprimés par rapport à une gamme étalon de glucose préparée à 490 nm (**Nielsen, 1997**).

B. Mode opératoire

- 1) Dans un tube à essai, 1ml de phénol (5%) et 5ml d'acide sulfurique concentré (96%) ont été ajoutés à 1ml de la solution à analyser, après 10minutes, le mélange a été placé dans un bain marie pendant 20minutes à 25-30C°.
- 2) La lecture de l'absorbance a été faite à 490 nm et la concentration en sucres totaux a été déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant le glucose comme solution standard d'étalonnage (**Dubois et al., 1956**).

C. Expression des résultats

La quantité des sucres totaux est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage selon **l'annexe** 05.

I.4.8.3 Flavonoïdes Totaux

A. Principe

La quantification du taux de flavonoïdes est estimée par la méthode colorimétrique au trichlorure d'aluminium (AICI) et la soude (NaOH). Le trichlorure d'aluminium forme un complexe jaune avec les flavonoïdes, et la soude forme un complexe de couleur rose qui absorbe dans le visible à 510 nm (Vladimir et al., 2011).

B. Mode opératoire

- 1) 0,250 ml de chaque extrait est mélangé avec 1ml d'eau distillé.
- 2) Addition de0,75 ml d'une solution de nitrite de sodium (NaNO₂) à 15%.
- 3) Agitation (250 Toure) puis incubation pendant 6min à température ambiante.
- 4) Addition de 1ml d'hydroxyde de sodium (**NaOH**) à 4%.
- 5) Le volume total est complété à 100 ml d'eau distillé ; Agiter et laisser reposer pendant 15 minutes.
- 6) La mesure de l'absorbance est faite à 510 nm contre le blanc.

C. Expression des résultats

Les résultats trouves sont calcules selon la courbe d'étalonnage établi selon l'annexe 06.

I.4.8.4 Polyphénols Totaux

A. Principe

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé par la méthode décrite par (**Singleton et al., 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 polyphénols totaux est réalisée par une méthode à base de Folin Ciocalteu, ce réactif est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique (**H**₃**PW**₁₂**O**₄₀) et l'acide phosphomolybdique (**H**₃**PM**₀₁₂**O**₄₀), 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.

B. Mode opératoire

- 1) Dans un tube à essai de 2,5 ml de Folin-Ciocalteu (dilué dix fois) a été ajouté à 0,5 ml de l'extrait.
- 2) Après 3 min 1 ml de carbonate de sodium (20%) a été ajouté Le mélange a été incubé pendant 15 min à une température ambiante(20°C) et à l'obscurité (**Singleton et al.**, **1965**).
- 3) 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 al, 1965**).

C. Expression des résultats

Les résultats trouves sont calcules selon la courbe d'étalonnage établi selon l'annexe 07.

I.4.9 Criblage Phytochimique

Les différentes techniques appliquées pour la mise en évidence de quelques molécules photochimiques des extraits aqueux prépares sont énumérés comme suit :

A. Test sur les sucres

A.1. Glucides

Composition	mposition Protocole	
1- 2 ml d'extrait.	1- Ajouter 2 gouttes de réactif	1- Une couleur
2- 2 gouttes se réactif de	Molish à 2 ml de l'extrait à	violette à
	tester et mélanger.	l'interface entre le
Molish (réactif de	2- Incliner le tube et ajoutez	sucre et l'acide
Molish: 0,1g d'alpha naphtol	doucement 2 ml d'acide	indique un résultat
dans 2ml d'éthanol).	sulfurique concentré sur le	positif
3- 2ml d'Acide sulfurique.	côté du tube à essai.	(Wikimédia, 2017).

A.2. Saponines

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

A.3. Sucres Réducteurs

Composition	Protocole	Observation
1- 7g de (CuSO4.5H ₂ O). 2- 3,50g de tartrate mixte(Na/K.4H ₂ O). 3- 10 g de(NaOH). 4- 200 ml d'eau distillée. Solution A: 7g de (CuSO4.5H ₂ O) dans 100ml d'eau distillée. Solution B: 3,50 g de tartrate mixte de 1ml de solution de Fehling (A) (Na/K.4H ₂ O) et 100 g de (NaOH) dans 100 ml d'eau distillée.	1- 1ml de solution de Fehling A et 1ml de solution de Fehling B ont été mélangés et bouillis pendant une minute. 2-Un volume égal de solution d'essai a été ajouté; chauffé dans un bain d'eau bouillante pendant 5-10 min.	1- Un précipité jaune, puis rouge brique. (Site:https://www . afblum.be /bioafb/recette s/recetts. Htm).

B. Tests sur les Protéines

B.1. Protéines

B.2. Tanins

Composition Protocole		Observation
1- 2 gouttes	1- En Ajoutant à 2 ml	1- Le virement de couleur vers le
Chlorure	de chaque extrait 1 à 2	vert foncé indique la présence de
ferrique(FC).	gouttes de solution de	tanins caté chiques.
2- 2 ml d'extrait	chlorure ferrique(FC).	2- Le bleu-vert, signifie la présence
		des tanins galliques (Harborne,
		1998).

C. Tests sur les Matières Organiques

C.1. Flavonoïdes

Composition		Protocol	Observation		
1- 3ml d'exti	ait.	1- 3 ml d'extrait on	1- La formation de précipité jaune		
2- 2	gouttes	ajoute 02 gouttes de	indique la présence de		
d'acétate	de	solution d'acétate de	flavonoïdes(Tiwari et al., 2011).		
plomb.		plomb.			

C.2. Alcaloïdes (Mayet et Wanger)

Composition	Protocol	Observation
1- Quelques ml d'extrait.	a. Quelques ml d'extrait	a. L'apparition d'un précipité
a. Réactif Mayer	avec deux gouttes de réactif	crémeux blanc indique la
-1,36g chlorure de	de Mayer sont ajoutés dans	présence d'alcaloïde
Mercure -5 g Iodure de Potassium100ml d'eau distillée. b. Réactif wanger	les tubes . b. Quelques gouttes de réactif de Wagner sont ajoutées à quelques ml	b. Le précipité Ardish-Brown confirme le test comme positif (Kanoun ,2010).
- 2g Iodure de potassium (kI) -1,27g Diiode (I ₂) dans 75mL d'eau ajusté le volume total à 100ml d'eau.	d'extrait.	

D. Tests sur les Gels

D.1. Mucilage

Composition	Protocol	Observation
1- 5ml d'éthanol.	1-1 ml d'extrait est ajouté	1-un précipité floconneux indique la
2- 1ml d'extrait.	à 5ml d'éthanol absolu.	présence des mucilages
		(Noodoghesi et al, 2013).

D. Huiles Essentiels:

Composition	Protocol	Observation

1-2ml d'extrait.	1- 2ml	de	chaque		1-	Formation	d'une	précipitation
2 -100ul de(NaOH).	extrait.				bla	nche (Cahyo	201, no	5).
3 -100ul d'HCl .	2- Ajouté (NaOH) e		100ul ul d'Hcl .	de				

I.4.10 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 t4 sens : goût, texture, la couleur, l'odeur (Annexe 08).

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

Les 4 échantillons de jus sont codés comme suit :

J1/JC1: Mila entière (décoction).

J2/JC2: Mila entière (macération).

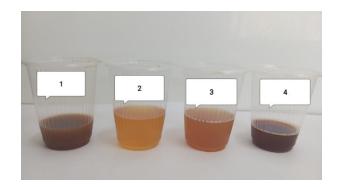
J3/JC3: Mascara entière (macération).

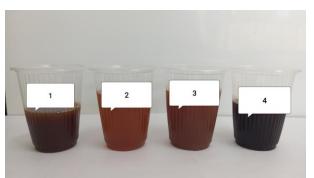
J4/JC4: Mascara poulpe (décoction).

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

I.4.10.1 Test de préférence

Le test de préférence a pour objectif de déterminer un classement de préférence entre les produits dégustés (figure17). 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 (Annexe 08).





I.4.10.2 Test hédonique

Au cours du processus d'évaluation hédonique, tous les bénévoles ont utilisé un questionnaire pour mesurer les degrés de combien ont aimé la couleur, le goût. Les Jus aqueux de caroube us Jus concentré de caroube

Figure 17 : Présentation des produits en vue de réaliser le test de préférence et le test hédonique.

les volontaires ont été libres de commenter chaque échantillon de jus et les commentaires ont été enregistrés au bas du questionnaire (Zhang et al., 2016).

Tableau 02: Evaluation hédonique par l'échelle de cotation de 5 points.

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

I.4.11 Valeur calorique de jus

 $1g ext{ de lipides} = 9 ext{ Kcal}$

 $1g ext{ de glucides} = 4 ext{ Kcal}$

Valeur calorique (Kcal) =
$$4(Proti\acute{e}nes\% + Glucides\%) + 9(Lipides\%)$$

Les résultats trouves inscrit dans l'annexe 09.

I.4.12 Activité antioxydant

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

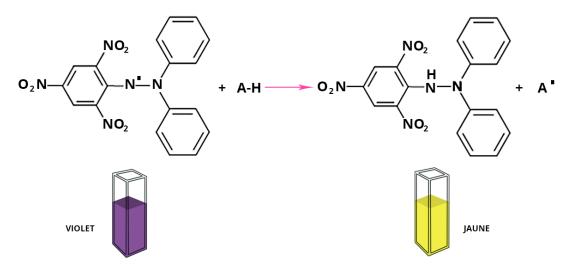


Figure 18: Structure chimique du radical libre DPPH

La réduction du DPPH° est facilement mesurée par spectrophotométrie à 515 nm (λmax DPPH°). La réaction sera plus ou moins rapide selon la nature de l'antioxydant, et la quantité de DPPH-H formée dépendra de la concentration en antioxydant.

✓ Protocole du test au DPPH

Pour solution de DPPH, Nous avons préparé une solution méthanolique : 0,04 g de DPPH a été ajouté à 50 ml de méthanol. Le radical DPPH est dissoudre dans le méthanol et conserver à

l'abri de la lumière. L'absorbance est mesurée à 517 nm sur un spectrophotomètre UV visible 1100 (W. Brand-Williams, 1995) et selon (L Manzocco a, 1998).

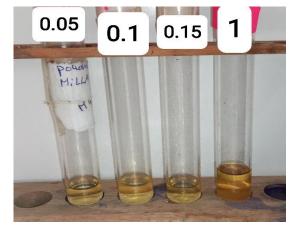
Pour la vitamine C (acide ascorbique) ; nous avons établi pour cette étude une gamme de dilution en partant d'une concentration de solution mère de 1g/10ml de l'eau distillée (**Figure 19**). Ainsi nous avons obtenu la gamme de dilution de l'extrait aqueux comme suit :(0.001-0.002-0.003-0.004) ml de l'extrait sont ajoutés aux volumes (9.999-8.888-7.777-6.666) ml de l'eau distillée.



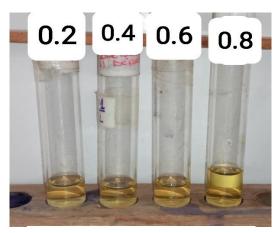
Figure 19: Dilution d'extrait aqueux d'acide ascorbique

Nous avons obtenu la gamme de dilution de l'extrait aqueux et l'extrait concentré comme suit (Figure 20) :

- Pour jus aqueux : (0.2 -0.4-0.6-0.8) ml de l'extrait sont ajoutés aux 2 ml de l'eau distillée.
- Pour jus concentré : (0.05-0.1-0.15-1) ml de l'extrait sont ajoutés aux 2 ml de l'eau distillée



Extrait aqueux PG43 (M)



Extrait concentré PG43 (M)

Figure 20: Dilution des extrait aqueux et extrait concentré de caroubier

- 1) Mélanger 2 ml de solution DPPH avec 2 ml d'extrait.
- 2) Laisser dans l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes.
- 3) Mesurer l'absorbance à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV visible1100 on utilise le méthanol comme un blanc.
- 4) Les résultats sont exprimés à partir d'une courbe d'étalonnage
- 5) La vitamine C (acide ascorbique) a été utilisée comme contrôle positif.

✓ Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire ou l'inhibition des radicaux libres en pourcentages (AA %) en utilisant la formule suivante :

AA% = [(Abs contrôle – Abs extrait) / Abs contrôle] x 100

- AA %: Pourcentage de l'activité anti-radicalaire (AAR%).
- Abs Extrait : Absorbance de l'extrait.
- Abs Contrôle : Absorbance du contrôle négatif.
 - ✓ Evaluation de la concentration inhibitrice CI50

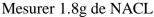
La concentration inhibitrice moyenne est une mesure de l'efficacité d'un composé particulier à inhiber une fonction biologique ou biochimique particulière. La CI50 est inversement proportionnelle à la capacité antioxydante du composé représente la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire la concentration de 50% de radicaux libres (Barkat, 2011).

I.4.13 Analyses microbiologiques

A. Préparation de l'eau physiologie (0.9%)

Agiter 1.8g de NACL et 200 ml de l'eau distillé avec l'agitateur pendant quelques minutes (figure 21).







Agitation de l'eau physiologie

Figure 21 : Préparation de l'eau physiologie

B. Dilution

Dans un tube à essai on ajoute 1ml d'extrait et 9ml d'eau physiologie et homogénéiser la solution, prélève 1 ml de cette solution et introduit dans un nouveau tube de 9ml d'eau physiologie, dilué jusqu'à 10⁻⁵ (**figure 22**).

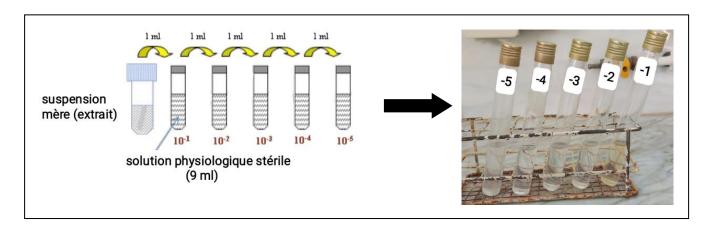


Figure 22 : Préparation des dilutions

C. Germes Aérobies Mésophiles 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 aérobies mésophiles 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 est ensemencé dans les boites pétri (**figure 23**) 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 sont calculés (annexe 10).

D. Coliformes 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 10⁵⁻) prélevé à l'aide d'une pipete gradué a été ensemencé 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. Les colonies présentes dans chaque boite de pétri sont calculés (annexe 10).

E. Coliformes fécaux

Une première incubation de 24 heures à 44°C (test présomptif) permet le dénombrement de coliformes totaux (production de gaz seulement) ; une subculture de 24 heures (test confirmatif) est nécessaire pour le dénombrement des coli- formes fécaux grâce à l'application du test de MACKENZIE. Les colonies présentes dans chaque boite de pétri sont calculés (annexe 10).

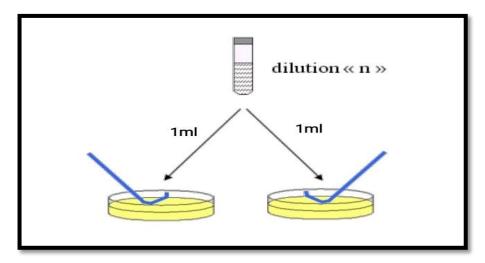


Figure 23: Ensemencement

I.4.14 Test de stabilité

Pour évaluer la durée de vie de certains produits agroalimentaires stables à température ambiante, il est parfois nécessaire de conduire des tests de stabilité. Ceux-ci permettent de tester la durabilité des produits stockés dans des conditions appropriées via la vérification de caractéristiques organoleptiques, chimiques et microbiologiques tout au long de leur durée de vie. Ils peuvent également être mis en œuvre pour valider un nouvel emballage, un changement d'ingrédient...

✓ Mode opératoire

- Conserver le produit préparé (jus aqueux et jus concentré) dans un emballage en verre,
 dans le réfrigérateur à 4°C pendant 1 moins (28 jours).
- Mesurer le pH et conductivité électrique de produit conservé chaque 7 jours.

✓ Expression des résultats

Le résultats obtenus présenter dans l'annexe 11.

Chapitre II Résultats Et Discussion

II.1 Caractérisation Morphobiométrique

La figure 24 représente la différence entre les caractéristiques morphobiométrique des gousses de la caroube de Mila et celles de Mascara.

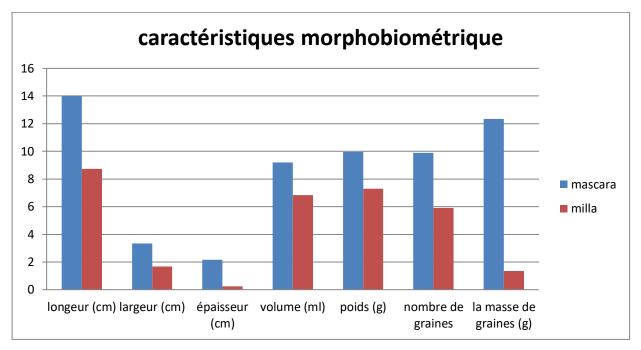


Figure 24: Caractéristiques morphobiométriques des gousses de la caroube

- Touts les caractéristiques de la caroube de Mascara sont supérieures à celles de Mila.
- Selon les variétés, les gousses de caroube (*Ceratonia siliqua* L) diffèrent morphologiquement par leur taille, leur forme, leur qualité, leur couleur et leur rendement en graines ; cette variation peut être attribuée au génotype de la plante, à son origine géographique, aux conditions climatiques, aux méthodes de récolte et de stockage (**Battle et al, 1997 ; Owen et al, 2003 ; Biner et al, 2007 ; Naghmouchi et al, 2009 ; SSiding et al, 2009).**

II.2 Propriétés techno fonctionnelles et Analyse physique de poudre

II.2 .1 Capacité de rétention d'eau et d'huile

• La figure 25 représente les valeurs du CRE% et CRH% de la poudre de la caroube.

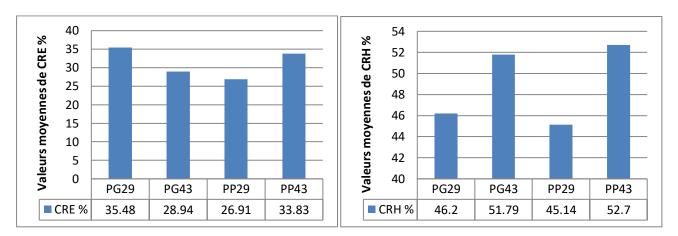


Figure 25: Valeurs du CRE% et CRH%

- La capacité de rétention d'eau compris entre 26.91 et 35.48% et entre 45.14 et 52.7% pour la capacité de rétention d'huile.
- La capacité de rétention d'huile est supérieure que la capacité de rétention d'eau.
- On remarque que le pourcentage de capacité de rétention d'eau et d'huile de la poudre de la caroube (poulpe ou gousse) des deux régions ne présente pas une grande différence.

II.2 .2 pH

• La figure 26 représente les valeurs du pH de poudre de la caroube.

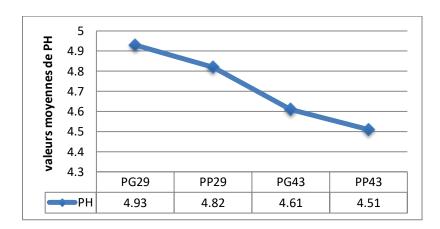


Figure 26 : Valeurs de pH de poudre de la caroube

- Le pH de poudre de la caroube des deux régions compris entre 4.51 et 4.93.
- On remarque que les valeurs de pH ne présente pas une grande différence.

II.2 .3 Indice de dispersibilité

La figure 27 présente les valeurs de la dispersibilité de poudre de la caroube.

Chapitre II Résultats et Discussion

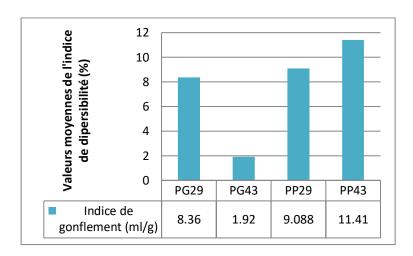


Figure 27 : Valeurs de la dispersibilité de poudre de caroube

- Les valeurs de la disperbilité de poudre de la caroube des deux régions compris entre 1.92 et 11.41g.
- On remarque que la valeur de la dispersibilité de poudre de Mila entière (PG43) inferieure que les autres (PG29, PP29, PP43).et Mila poulpe (PP43) supérieure due les autres (PG29, PG43,PP29).

II.2 .4 Indice mouillabilité

La figure 28 présente les valeurs de la mouillabilité de poudre de la caroube.

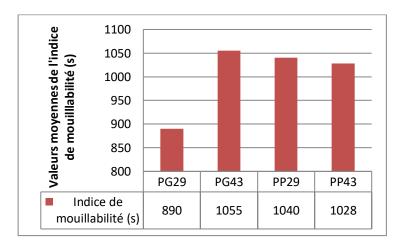


Figure 28 : Valeurs de la mouillabilité de poudre de caroube

• Le temps de mouillabilité de poudre de la caroube des deux régions compris entre 890 et 1055s. On remarque que le temps de mouillabilité de poudre de Mascara entière (PG29) diminuer que les autres (PG43, PP29, PP43).

• On observe que le temps de mouillabilité de poudre (PG43, PP29, PP43) ne présente pas une grande déférence.

II.2 .5 Indice de gonflement

La figure 29 présente les valeurs de l'indice de gonflement de poudre de la caroube.

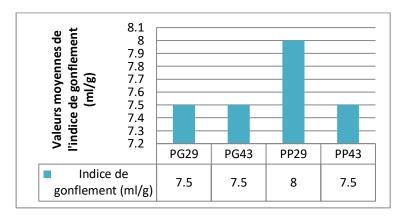


Figure 29 : Valeurs de l'indice de gonflement de poudre de caroube

- L'indice de gonflement de (PG29, PG43, PP43) 7.5ml/g et de (PP29) 8 ml/g.
- On observe que les valeurs de l'indice de gonflement de poudre convergents.

II.2 .6 Indice de solubilité

La figure 30 présente les valeurs de l'indice de solubilité de poudre de la caroube.

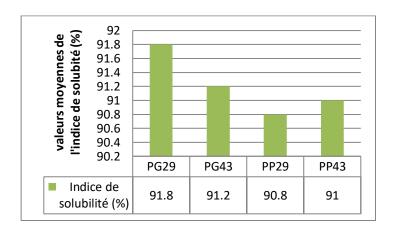


Figure 30 : Valeurs de l'indice de solubilité de poudre de caroube

- Le pourcentage de solubilité de poudre de caroube compris entre 90.8 et 91.8%.
- On observe que les pourcentage de solubilité convergents.

II.2 .7 Matière sèche

La figure 31 présente les valeurs de matière sèche de poudre de la caroube.

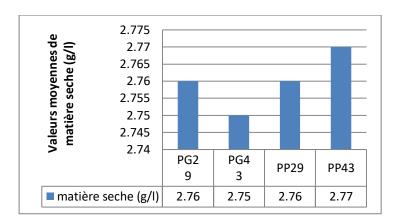


Figure 31 : Valeurs de l'indice de matière sèche de poudre de caroube

- Les valeurs de matière sèche de poudre de la caroube compris entre 2.75 et 2.77g/l.
- On remarque que les valeurs de matière sèche ne présente pas une grande déférence.

II.2 .8 Sucres totaux

La figure 32 présente les valeurs de sucres totaux de poudre de la caroube.

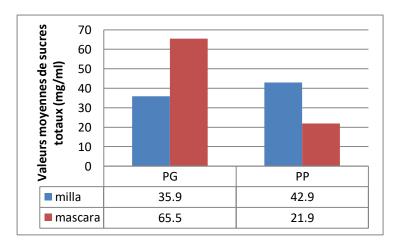


Figure 32 : Valeurs de sucres totaux de poudre de caroube

- Les valeurs de sucres totaux de poudre de caroube compris entre 21.9 et 65.5 mg/ml.
- La valeur de sucre totaux de PG Mascara est la supérieure valeur (65.5).

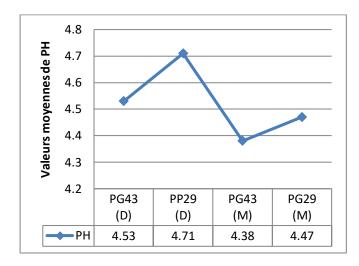
II.3 Caractérisation physique des extraits aqueux et concentrés

II.3.1 Degré de Brix

La sélection des résultats d'extraits aqueux et d'extraits concentrés est présentée en Annexe 02.

II.3.2 PH

- La mesure du pH d'une solution aqueuse ou concentré permet de définir son état acidobasique.
- La figure 33 et 34 représente les valeurs du pH des extraits aqueux et des extraits concentrés de la caroube.



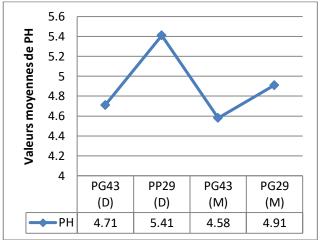


Figure 33: Valeurs du pH des extraits aqueux

Figure 34: Valeurs du pH des extraits concentrés

- A partir des résultats d'analyse du pH de nos échantillons, ils ont un pH acide compris entre 4.38 et 4,71 pour les extraits aqueux et entre 4.58 et 5.41 pour les extraits concentré
- Dans les deux régions, nous avons remarqué que la valeur du pH des pulpes (Mascara) était systématiquement supérieure à celle des gousses soit pour l'extrait aqueuse ou concentré.
- Le PH des extraits (aqueux et concentrés) obtenus par la décoction sont supérieures que le PH des extraits obtenus par la macération.

II.3.3 Conductivité électrique

- L'expression des résultats de la lecture de la conductivité a été effectuée directement sur l'écran du conductimètre (Amelal, 2008).
- La conductivité électrique est un paramètre fortement lié à la concentration en ions des substances dissoutes dans le solvant et à la température.

La figure 35 et 36 représente les valeurs de la conductivité électrique des extraits aqueux et des extraits concentrés de la caroube.

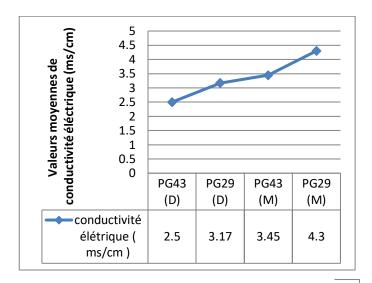


Figure 35: Valeurs de la conductivité des extraits aqueux

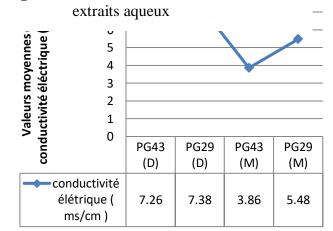


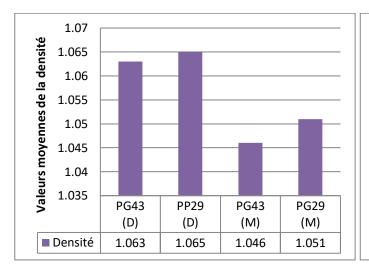
Figure 36: Valeurs de la conductivité des extraits concentrés

- la conductivité électrique mesurée dans les extraits aqueux obtenus par la macération est plus élevée par rapport aux extraits aqueux obtenus par la décoction.
- Dans les extraits concentrés obtenus par la décoction est plus élevée par rapport aux extraits concentrés obtenus par la macération, ce qui explique que les échantillons sont plus riches en ions.

II.3.4 Densité

La densité est un paramètre fortement lié à la teneur des molécules phytochimiques dissoutes, aux propriétés physiques du solvant et à la température.

• La Figure 37 et 38 représente les valeurs de la densité des extraits aqueux et des extraits concentrés de la caroube.



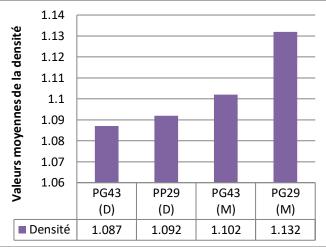


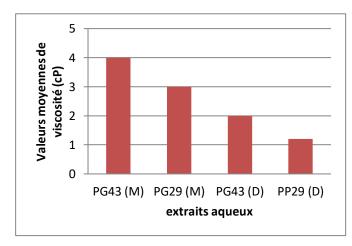
Figure 37: Valeurs de la densité des extraits aqueux extraits concentré

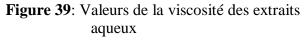
Figure 38: Valeurs de la densité des extraits concentrés

• On remarque que la densité des extraits aqueux et des extraits concentrés des pulpes et des gousses de la caroube obtenus soit par décoction ou macération des deux régions ne présente pas une grande différence.

II.3.5 Viscosité

La viscosité dynamique est une grandeur physique qui caractérise la résistance à l'écoulement laminaire (écoulement plus ou moins dans la même direction) d'un fluide incompressible.





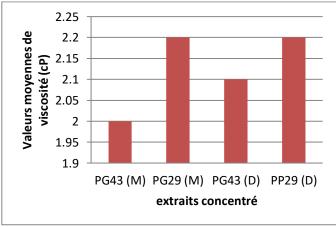


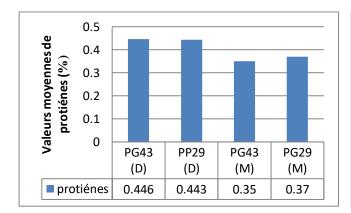
Figure 40: Valeurs de la viscosité des extraits concentrés

- Le taux de viscosité des extraits aqueux compris entre 1.1 et 4 cP et entre 2 et 2.2 cP pour les extraits concentrés.
- On observe que la supérieure valeur de viscosité des extraits aqueux est PG43 (M) et l'inférieur valeur est PP29 (D).
- Les valeurs de la viscosité des extraits concentrés sont très convergents.

II.4 Caractérisation chimique des extraits aqueux et concentrés

II.4.1 Protéines

- Les protéines tiennent une place importante dans notre alimentation en effet, pour l'homme et pour l'animal, la teneur en protéines brutes est l'un des critères utilisés pour évaluer la valeur nutritive d'un aliment, elle dépend sans aucun doute des conditions pédoclimatiques ainsi que du stade de développement de la plante (Gaouar, 2011).
- La figure 41 et 42 représente les valeurs de Protéine trouvés pour les extraits aqueux et les extraits concentrés de la caroube .



0.7 Valeurs moyennes de 0.6 0.5 protiénes (%) 0.4 0.3 0.2 0.1 0 PG43 PP29 PG43 PG29 (D) (D) (M) (M) protiénes 0.64 0.54 0.44

Figure 41: Valeurs des Protéines des extraits aqueux

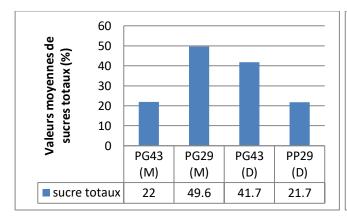
Figure 42: Valeurs des Protéines des extraits concentrés

- Le pourcentage de protéines compris entre 0.35 et 0.446% pour les extraits aqueux et entre 0.44 et 0.64% pour les extraits concentrés.
- on remarque que le pourcentage des extraits aqueux et des extraits concentrés des pulpes et des gousses de la caroube obtenus soit par décoction ou macération des deux régions ne présente pas une grande différence.

II.4.2 Sucres Totaux

• La caroube est un fruit caractérisé par sa richesse en sucre, ce qui lui vaut sa saveur très sucrée.

• La figure 43 et 44 représente les valeurs de sucres totaux trouvés pour les extraits aqueux et des extraits concentrés de la caroube.



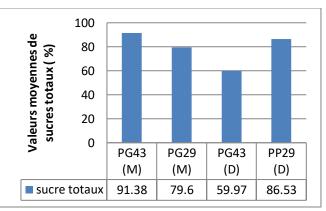


Figure 43: Valeurs des sucres totaux des extraits Figure 44: Valeurs des sucres totaux des extraits 91.38% pour les extraits concentre.

concentrés

- On remarque que les valeurs d'échantillons des extraits concentrés supérieures que les valeurs des extraits aqueux.
- on remarque que la valeur de sucres totaux soit des extraits aqueux soit des extraits concentrés ne présente pas une grande différence.

II.4.3 Flavonoïdes Totaux

- La teneur en flavonoïdes totaux des extraits aqueux et concentrés obtenus à partir des gousses et des pulpes de la caroube par décoction et macération a été déduite à partir de la droite d'étalonnage établie avec la catéchine (y = 0.020x, $R^2 = 0.990$).
- La figure 45 et 46 représente les valeurs des Flavonoïdes totaux des extraits aqueux et concentrés de la caroube.

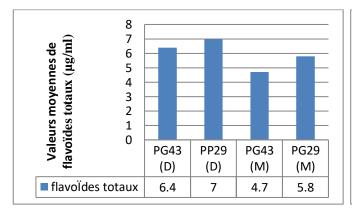


Figure 45 : Valeurs des Flavonoïdes Totaux des extraits aqueux

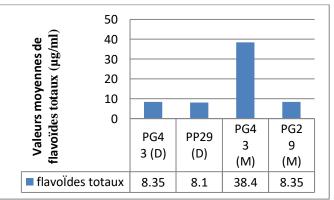
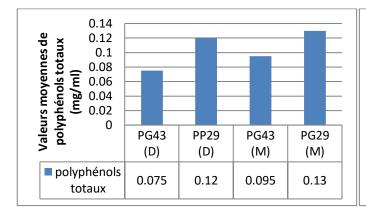


Figure 46 : Valeurs des Flavonoïdes Totaux des extraits concentrés

- La valeur de Flavoïdes totaux des extraits aqueux compris entre 4.7 et 7 μg/ml et entre 8.1 et 8.4 μg/ ml pour les extraits concentré.
- On remarque que les valeurs d'échantillons des extraits concentrés supérieures que les valeurs des extraits aqueux.
- On remarque que la valeur de Flavoïdes totaux des extraits aqueux et des extraits concentrés ne présente pas une grande différence.

II.4.4 Poly phénols Totaux

- Le dosage des poly phénols totaux, en équivaut d'acide gallique, des extraits aqueux et concentrés des pulpes et gousses de la caroube par décoction et macération a été estimé par la méthode de Folin-ciocalteu, Pour cela, une courbe d'étalonnage a été tracée avec un extrait d'acide gallique à différentes concentrations. Les mesures de chaque extrait ont été réalisées à 760 nm.
- La Figure 47 et 48 représente les valeurs du Poly phénols Totaux des extraits aqueux et concentrés de la caroube .



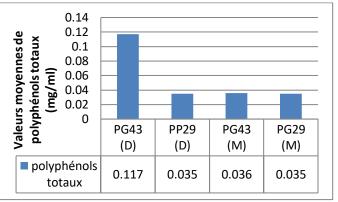


Figure 47: Valeurs des Polyphénols Totaux des extraits aqueux

Figure 48: Valeurs des Polyphénols Totaux des extraits concentrés

- La valeur de polyphénoles totaux des extraits aqueux compris entre 0.075 et 0.13 mg/ml et entre 0.035 et 0.117 mg/ ml pour les extraits concentré.
- On remarque que les valeurs d'échantillons des extraits concentrés supérieures que les valeurs des extraits aqueux.
- on remarque que la valeur de Flavoïdes totaux des extraits aqueux et des extraits concentrés ne présente pas une grande différence.

II.5 Criblage phytochimique

II.5. 1 Jus aqueux

A. Sucres

Résultats

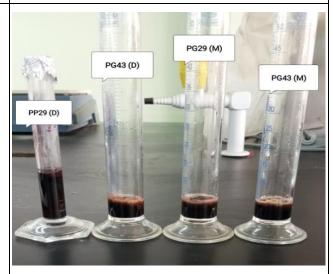
A.1. Glucides

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	+++	+++	+++	+++

Observation

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

Observation

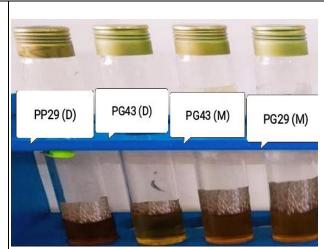


A.2. Saponine

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	++	+	++	++

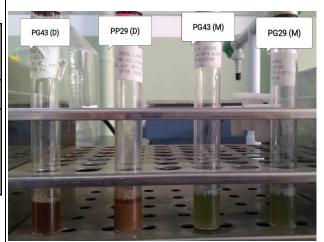
Observation

• Supérieur à 1cm indique la présence de saponosides indique un résultat positif.



A.3. Sucres réducteurs

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	+	++	-	-



Observation

• Un précipité jaune, puis rouge brique.

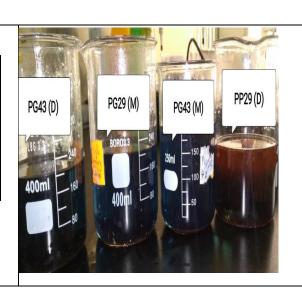
B. Protéines

B.1. Protéines

	Décoction		Macération	l
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	-	-	-	-

Observation

• La couleur violette ou rose.

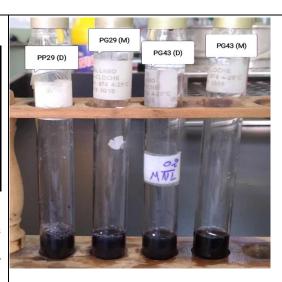


B.2. Tanins

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	++	++	++	++

Observation

• Le virement de couleur vers le vert foncé indique la présence de tanins catéchiques alors que le bleuvert, signifie la présence des tanins galliques.



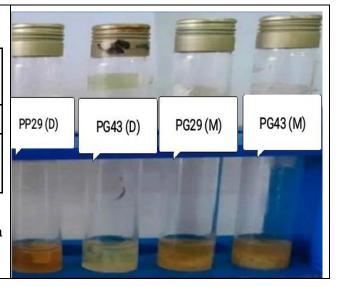
C. Matières organiques

C.1. Flavonoïdes

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	+	++	++	++

Observation

• La formation de précipité jaune indique la présence de flavonoïdes.



C.2. Alcaloïdes 1

a. Mayer

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	-	-	-	-

Observation

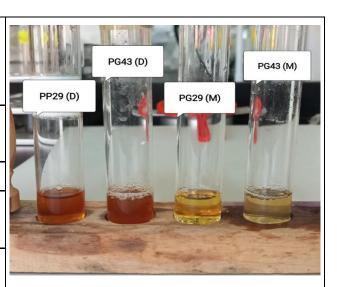
• L'apparition d'un précipité crémeux blanc indique la présence d'alcaloïde.

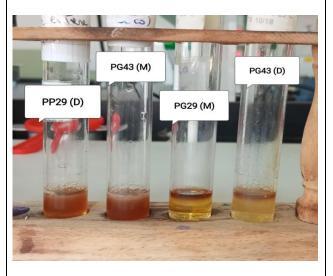


	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
Résultat	-	+	+	-

Observation

• Le précipité Ardish-Brown confirme le test comme positif.





E. Gels

D.1 Mucilages

	Décoction		Macération		
Proudre	P29	G43	G29	G43	
résultat	++	+	-	-	

PG43 (M) PG29 (M) PG43 (D) PP29 (D)

Observation

• un précipité floconneux indique la présence des mucilages.

D.2 Huiles Essentiels

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	++	++	+	++

PG43 (M) PG29 (M) PG43 (D) PP29 (D)

Observation

• Formation d'une précipitation blanche.

II.5.2 Jus concentré

A. Sucres

Résultats	Résultats			Observation	
A.1. Glu	ıcides				Une couleur violette à l'interface entre le sucre
	Décoction		Macératio	on	et l'acide indique un résultat positif.
Proudre	P29	G43	G29	G43	
résultat	+++	+++	+++	+++	

A.2. Saponine

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	+	++	+	+

Supérieur à 1cm indique la présence de saponosides indique un résultat positif.

A.3. Sucres réducteurs

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	++	++	++	++

Un précipité jaune, puis rouge brique.

B. Protéines

B.1. Protéines

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	1	-	ı	1

La couleur violette ou rose.

B.2. Tanins

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	++	++	++	++

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.

C. Matières organiques

C.1. Flavonoïdes

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	-	-	-	-

La formation de précipité jaune indique la présence de flavonoïdes.

C.2. Alcaloïdes 1

Mayer

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	-	-	-	-

L'apparition d'un précipité crémeux blanc indique la présence d'alcaloïde.

Wanger

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
Résultat	1	+	+	-

Le précipité Ardish-Brown confirme le test comme positif.

D. Gels

D.1 Mucilages

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	+++	++	+	+

Un précipité floconneux indique la présence des mucilages.

D.2 Huiles Essentiels

	Décoction		Macération	
Proudre	P29	G43	G29	G43
résultat	++	++	++	++

Formation d'une précipitation blanche.

II.6 Analyses sensorielles

II.6.1 Test de préférence

Les résultats de l'analyse sensorielle des échantillons de jus formulés (aqueux et concentrés) et dégustés ont été mesurés à travers un test de préférence pour la couleur (figure 55 et 56), le goût (figure 51 et 52), la texture (figure 49 et 50) et l'odeur (figure 53 et 54).

les notes données par les dégustateurs pour chaque critère selon la fiche de dégustation (Annexe 08).

A. La texture

• Jus aqueux

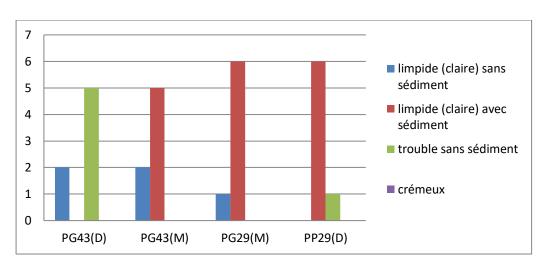


Figure 49 : Appréciation de la texture des jus aqueux formulés

• Jus concentré

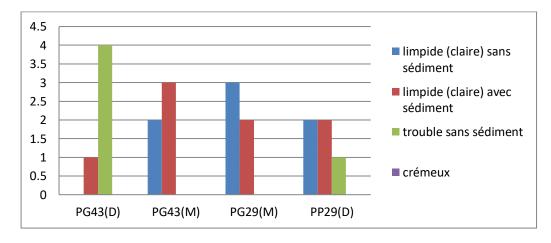


Figure 50 : Appréciation de la texture des jus concentrés formulés

B. Le gout

• Jus aqueux

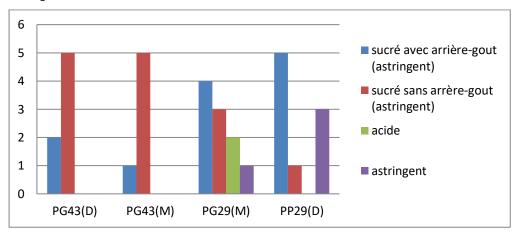


Figure 51 : Appréciation de le gout des jus aqueux formulés

• Jus concentré

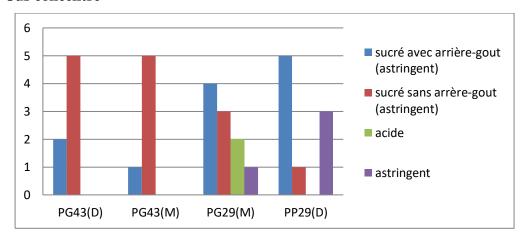


Figure 52 : Appréciation de le gout des jus concentrés formulés

C. L'odeur

• Jus aqueux

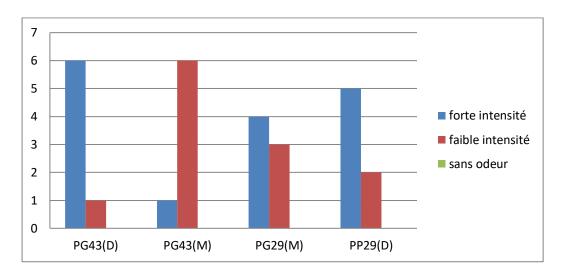


Figure 53 : Appréciation de l'odeur des jus aqueux formulés

• Jus concentré

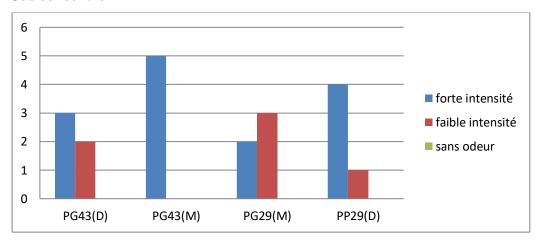


Figure 54 : Appréciation de l'odeur des jus concentré formulés

D. Couleur

• Jus aqueux

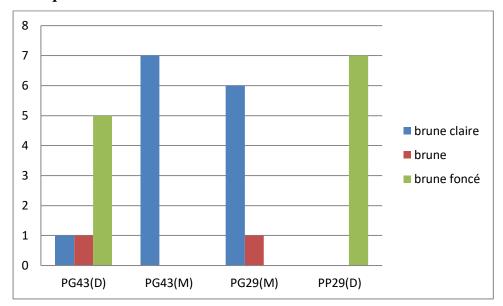


Figure 55 : Appréciation de le couleur des jus aqueux formulés

• Jus concentré

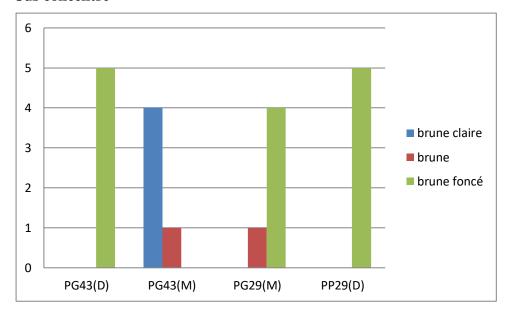


Figure 56 : Appréciation de le couleur des jus concentré formulés

II.6.2 Test hédonique

Les résultats obtenus du test hédonique sont représentés dans la figure 57 et 58.

• Jus aqueux

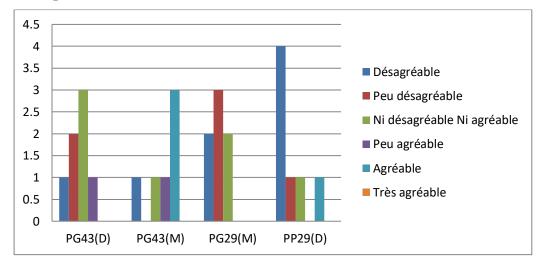


Figure 57 : Test hédonique de jus aqueux

Jus concentré

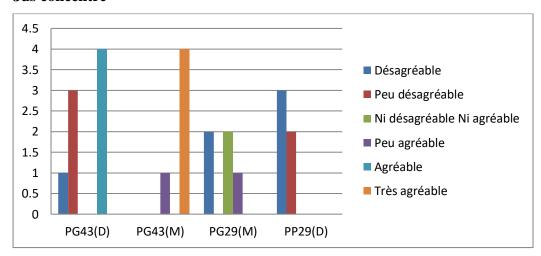


Figure 58 : Test hédonique de jus concentré

• On observe que la meilleure formule de jus soit aqueux soit concentré est la 2^{ème} formule Mila entière (macération).

II.7 Activité antioxydante

L'activité antioxydants des deux extraits aqueux et concentré de caroube est mesurée en présence d'un antioxydant standard qui est l'acide ascorbique (vit C), et vis –à vis du radical DPPH, à l'aide d'un spectrophotomètre UV visible à une longueur d'onde de 517 nm.

L'activité anti radicalaire est détectée par la réduction de radical DPPH.

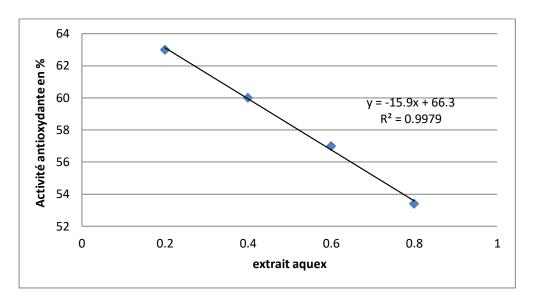


Figure 59 : Activité antioxydante des extraits aqueux PG43 (Macération)

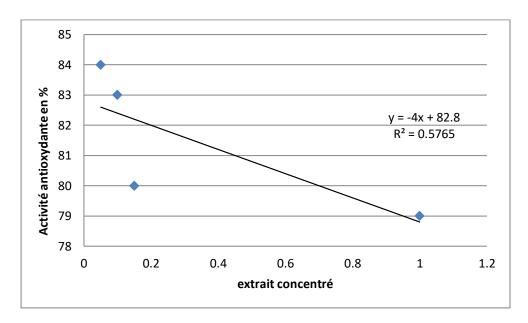


Figure 60 : Activité antioxydante des extraits concentrés PG43 (Macération)

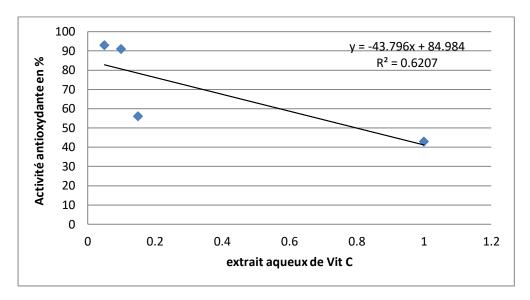


Figure 61 : Activité antioxydante des extraits aqueux de l'acide ascorbique

Les figures (59, 60, 61) représentent respectivement les résultats d'analyse de l'activité antioxydante des extraits aqueux et des extraits concentrés de caroube analysés par rapport à celle de la vitamine C.

Les résultats montrent que le pourcentage d'activité antioxydante des extraits concentrés de PG43 (M) est le plus élevé pour les quatre concentrations testées de valeurs (84 ; 83 ; 80 ; 79) consécutivement les extraits aqueux de PG43 (M) avec (63 ; 60 ; 57 ; 53.7).

Les figures montrent clairement que la capacité antioxydante totale diminue à mesure que la concentration de l'extrait diminue par dilution.

II.7.1 Evaluation de concentration inhibitrice médiane

Les concentrations des échantillons essentiels inhibés 50% du radical DPPH ont été calculées par régression linéaire des taux d'inhibition calculés en fonction des différentes concentrations des extraits préparés. Les résultats d'activité anti-radicalaire des extraits : aqueux et concentré montrent que les deux extraits testés ont une activité anti-radicalaire avec CI50 (Figure 62)

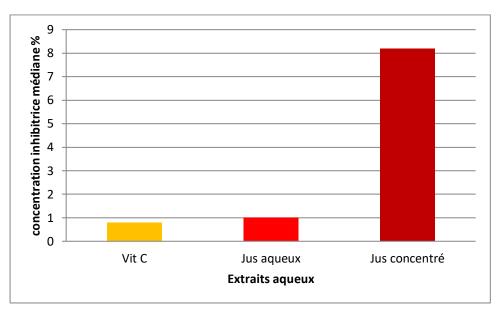


Figure 62: Valeurs de concentration inhibitrice médiane CI 50 des extraits étudié

- L'extrait concentré est plus actif par rapport à l'extrait aqueux de gousses de Mila.
- En comparaison avec l'antioxydant standard (l'Acide ascorbique) qui démontre un CI50%=
 0.79 mg/ml, nous constatons que les deux extraits de poudre de gousses Mila sont plus actifs par rapport au standard (acide ascorbique).

II.8 Analyses microbiologiques

Les tableaux 03 et figure 63 présentent les résultats des analyses microbiologiques des extraits prepares: jus aqueux et jus concentré " PG43 par macération ".

Tableau 03: Résultats des analyses microbiologiques des extraits préparés.

				Résultats Mic	ro-organism	
L'échantillon	Dilutions			Coliforme	Coliforme	Germes
L echantinon	Dilutions			Totaux	Fécaux	Aérobies
						Mésophiles
						Totaux
Jus aqueux	10-1	10-2	10-3	Abs	Abs	Abs
	101	102	10.3			
Jus concentré	10-1	10-2	10-3	Abs	Abs	Abs

	Coliformes totaux	5	0	1	0
	Coliformes thermotolérants	5	0	Abs	ence
Boissons non gazeuses traitées thermiquement	Entérocoques	Entérocoques 5		Abs	ence
	Anaérobies sulfito-réducteurs	5	0	Absence dans 20 ml	
	Levures et moisissures	5	2	10	102
	Germes aérobies à 30 °C	5	2	102	103
	Staphylocoques à coagulase +	5	2	1	10
Boissons à base de jus de fruit et de lait	Enterobacteriaceae	5	2	1	10
	Levures et moisissures	5	2	10	102
	Salmonella 5		0	Absence d	lans 25 ml

Figure 63: Comparaison des résultats microbiologiques avec la norme Algérienne

Les données montrent que pour les Coliforms Totaux, il n'y a pas de résultats détectables dans tous les échantillons de jus testés (**Annexe 10**), ce qui est une bonne indication de la qualité sanitaire du produit alimentaire.

Pour les Coliforms Fécaux (**Annexe 10**), il n'y a pas de résultats détectables dans tous les échantillons de jus testés.

Pour les Germes Aérobies Mésophiles Totaux (Annexe 10), il n'y a pas de résultats détectables dans tous les échantillons de jus testés.

Pour le jus aqueux, il y a des résultats détectables pour les dilutions 10⁻³, 10⁻², 10⁻¹ avec une quantité non spécifiée de germes totaux par gramme d'échantillon.

Pour le jus concentré, il n'y a pas de résultats détectables pour tous les dilutions 10⁻¹, 10⁻², 10⁻³.

II.9 Test de stabilité

II.9.1 PH

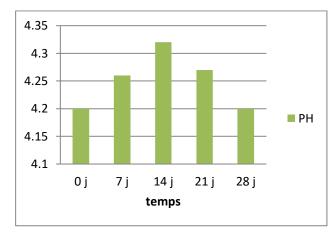


Figure 64 : Valeurs de pH de jus aqueux

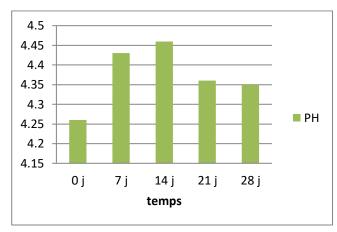


Figure 65 : Valeurs de pH de jus concentré

II.9.2 Conductivité électrique

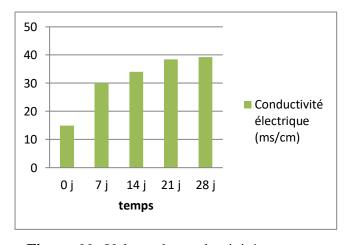


Figure 66 : Valeurs de conductivité électrique de jus aqueux

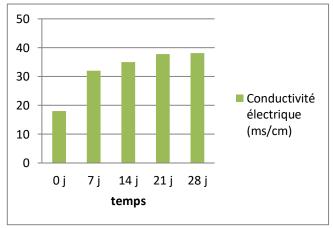


Figure 67 : Valeurs de conductivité électrique de jus concentré

- Le pH de jus aqueux compris entre 4.2 et 4.32 et entre 4.26 et 4.46 pour le jus concentré.
- Le pH de jus aqueux et jus concentré reste stable durant 28 jours.
- La conductivité électrique de jus aqueux compris entre 14.97 et 39.2 ms/cm et entre 18 et 38.1 ms/cm pour le jus concentré.
- La conductivité électrique de jus aqueux et jus concentré augmente durant 28 jours.



Conclusion

En conclusion, notre étude approfondie sur les caractéristiques du fruit de la caroube en Algérie a mis en lumière plusieurs aspects significatifs. Les paramètres morpho biométriques ont démontré une variabilité influencée par divers facteurs tels que la variété, le climat et la localisation biogéographique. Notamment, le jus extrait des caroubiers de région Mila entière par macération on goût supérieur.

L'analyse physico-chimique révèle des valeurs de pH acides dans les extraits aqueux et concentré ainsi qu'une disparité de conductivité électrique entre les zones étudiées, ce qui souligne la diversité des conditions environnementales et des propriétés des caroubes dans différentes régions.

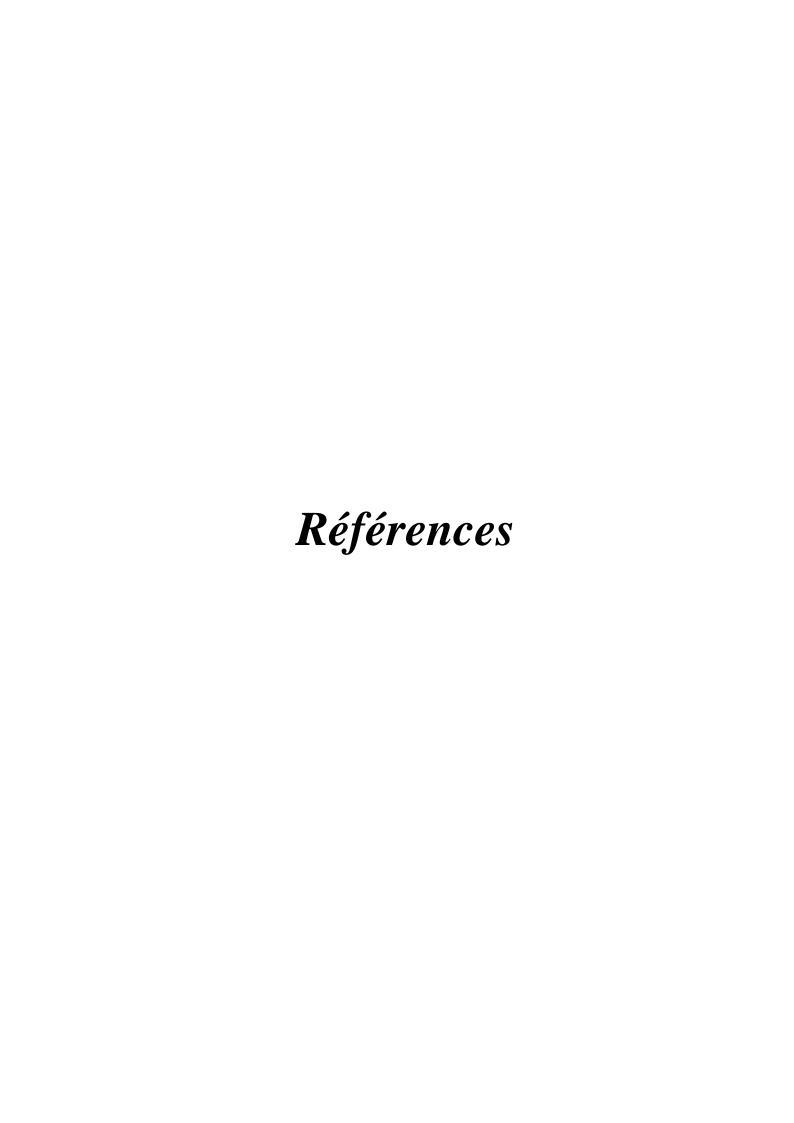
Le criblage phytochimique a permis d'identifier la présence de divers métabolites intéressants, notamment des flavonoïdes, des protéines soufrées et des glycosides cardiaques, dans les extraits aqueux de caroube, ce qui suggère un potentiel nutritionnel et médicinal de ce fruit.

Le test au DPPH confirme que les caroubes étudiées sont dotées d'une bonne activité Antioxydante avec supériorité des extraits concentrés de PG43 (M), et effectué montré que le pouvoir antioxydant est proportionnel à l'augmentation de la concentration des extraits.

D'après les résultats obtenus, nous pouvons déduit que les extraits testés de la plante Ceratonia siliqua L sont pourvues d'une activité antioxydante intéressante.

La stabilité physicochimique et microbiologique d'un pur jus est cruciale pour assurer sa qualité et sa sécurité.

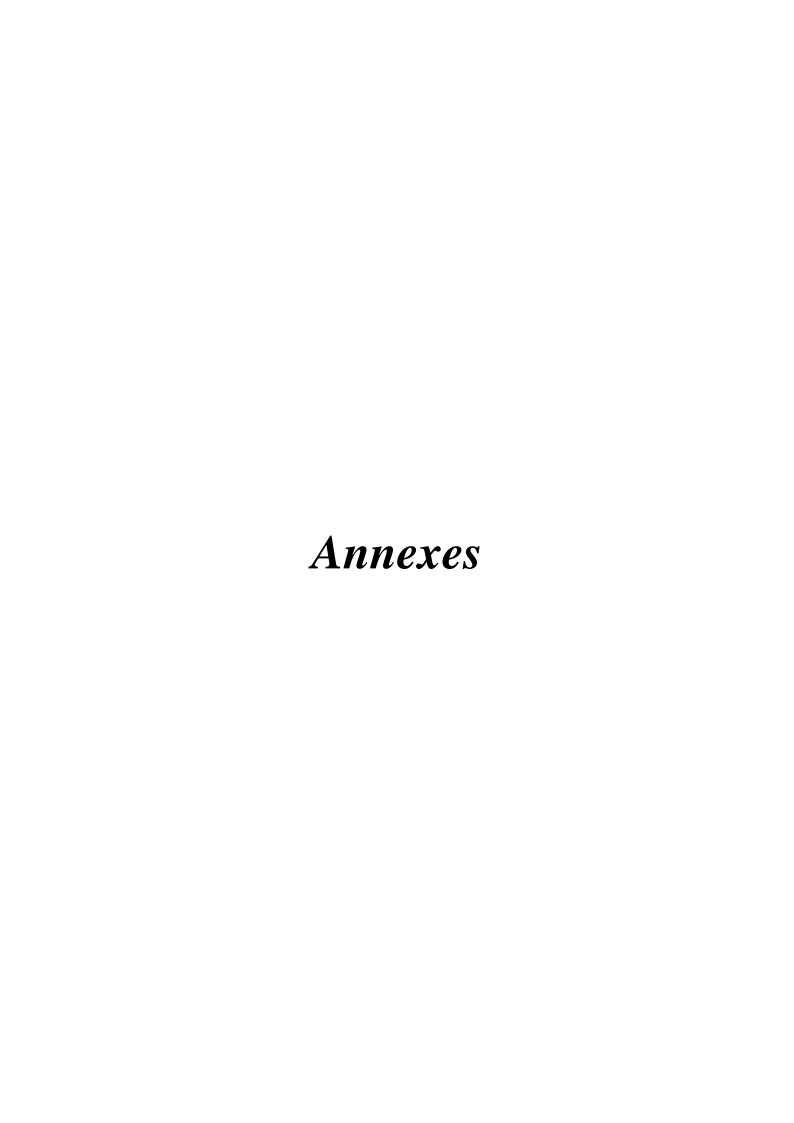
Pour maintenir cette stabilité, il est essential de controller les paramètres physicochimiques tels que le pH (4-5), la conductivité éléctrique. De plus des mesures rigoureuses d'hygiène et de contrôle microbiologique (Coliforme Totaux et Coliforme Fécaux et Germes Aérobie Mésophiles Totaux) sont nécessaires pour prévenir la contamination et prolonger la durée de conservation du produit.



Références

- Alim N.Khnous Z. (2023).Production et appréciation de la qualité alimentaire de poudre de la caroube. (Tiaret).p7, 8, 10.
- Alim M.Khanous M.(2023). Caractérisation et valorisation des propriétés Techno fonctionnelles de poudre de la caroube. (Tiaret).p17, 27, 28, 34, 35.
- Batlle, I. et Tous, J. (1997). Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops (carobtree, *Ceratonia siliqua* L.). International Plant Genetic Resources Institute (IPGRI), Rome, Italy.
- Batlle I. (1997). Carob tree: *Ceratonia siliqua* L. Promoting the conservation and use of un derutilized and neglected crops. 17. Bioversity International.
- Batlle I. (1997). Carob tree: *Ceratonia siliqua* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. 17. Bioversity International; p 92.
- BENHEBAL C,BELKHIR. S, et al (2023). Extraction et appréciation de l'activité antioxydante des molécules phytochimiques de la caroube. Mémoire: Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie.(Tiaret), p24, 27, 28, 29, 30,31,
- Biner B. Gubbuk H. Karhan M. Aksu M. et Pekmezci M. (2007). Sugar profiles of the pods Of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey, Food Chemistry N°100, pp.1453-1455. 9FAOSTAT2019.
- Biner B. Gubbuk H. Karhan M. Akus M. Pekmezei M. (2007). « Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey». Food chemistry 100: pp. 1453-1455.
- Extract as Functional Ingredient in Some Confectionery Products. Food and Nutrition
- FAOSTAT. (2013). The Statistics division of the Food and Agriculture Organization of the United Nations. (<u>Www.faostat.fao.org</u>).
- https://jertiens.net/Archives/ viscosite-dynamique-et-viscosite- cinematique.
- Mazouz H.Mehyaoui D.(2023). Criblage phytochimique et analyse physicochimique des extraits aqueux de la Caroube .(Tiaret).p8, 9, 11, 12, 13, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 25, 26, 40, 41, 42, 43.
- MAPA. (1994). Ministerio d'Agriculture, Pesca Y Alimentación. Anuario de Estadistica Agraria. Ed. Secretaría General Técnica, Madrid, Spain.

- Orphanos PI. and Papaconstantinou J. (1969). The carob varieties of Cyprus,
 Tech. Bull. 5. Cyprus Agricultural Research Institute, Ministery of Agriculture and
 Natural Resource, Nicosia.
- Rehab, M. I., Faten, F. A.-S., & Elsayed, F. (2020). Utilization of Carob (*Ceratonia siliqua* L.)
- Sciences, 11(8), 757-772. doi:10.4236/fns.2020.118054
- Tounsi et Al.article. (2021). Etude des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles du sirop de caroube. Groupe de Recherche en Génie des Procédés Agroalimentaires, Laboratoire de Recherche en Mécanique des Fluides Appliquée - Génie des Procédés-Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université de Sfax, BP 1173, 3038 Sfax, Tunisie.



Annexe 01 : Caractéristiques morphologiques de la caroube

❖ Mascara

Mascara	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	La moyen
Longeur (cm)	21.0	16.5	17.0	16.8	9.8	11.7	11.2	12.4	11.0	14.6	140.2
Largeur (cm)	35.595	35.705	35.515	34.745	35	32.81	34.295	32.51	27.645	32.645	33.47
Epaisseur (mm)	21.96	22.5	23.30	20.80	20.41	20.78	21.19	21.91	22.16	21.42	21.643
Volume (ml)	20	10	15	10	09	05	05	05	05	08	9.2
Poids(g)	16.121	13.088	12.013	11.122	7.918	7.122	9.002	7.656	6.177	9.422	9.964
Nombre de graines	15	12	13	12	8	8	8	8	6	9	9.9
La masse de graines (g)	12.638	12.178	12.086	12.068	12.614	11.881	12.721	12.470	11.983	12.937	12.35

❖ Mila

Mila	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	La moyen
Longeur (cm)	12.1	11.0	11.3	8.0	6.3	7.5	9.0	7.0	7.6	7.6	87.4
Largeur (cm)	20.625	21.705	18.69	17.755	15.515	16.34	15.245	13.29	12.395	16.86	16.84
Epaisseur (mm)	0.66	2.16	1.28	4.11	1.68	2.32	2.70	1.3	2.95	3.71	2.45
Volume (ml)	10	10	10	10	2	9	9	5	7	1	7.3
Poids(g)	11.424	10.252	8.808	6.339	2.467	6.707	6.545	3.748	4.926	7.082	6.83
Nombre de graines	9	10	7	6	3	5	7	4	1	7	5.9
La masse de graines (g)	2.063	2.262	1.666	1.425	0.660	1.109	1.675	0.932	0.146	1.584	1.35

Annexe 02: Rendement des extraits

L'extrait (PG43)	aqueux	concentré
Le rendement (%)	67	30

Annexe 03 : Variation du degré Brix et de l'indice de réfraction des extraits

obtenus par macération et décoction

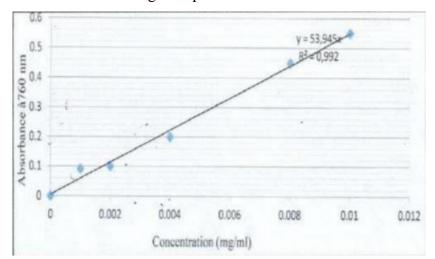
* extraits aqueux

Méthodes	Extraits	Degré de brix %	Indice de réfraction
Décoction	P29	15,81	1,361
	G43	10,75	1,349
Macération	G29	14	1,354
	G43	12	1,351

***** Extrais concentrés

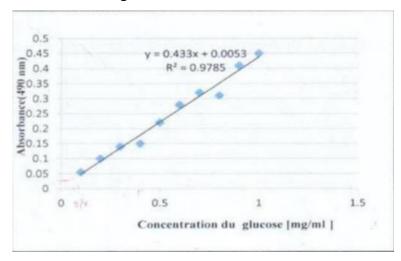
Méthodes	Extraits	Degré de Brix %	Indice de réfraction
Décoction	P29	51,25	1,423
	G43	51	1,422
Macération	G29	50	1,420
	G43	50	1,420

Annexe 04 : Courbe d'étalonnage des protéines.

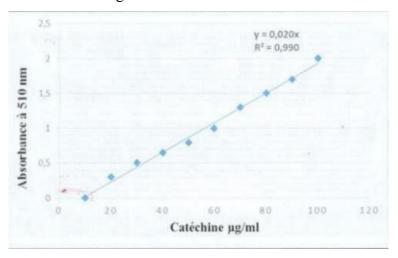


91

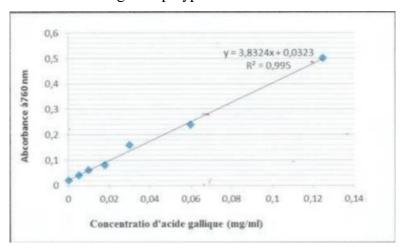
Annexe 05 : Courbe d'étalonnage des Sucres Totaux.



Annexe 06 : Courbe d'étalonnage des Flavonoïdes Totaux.



Annexe 07 : Courbe d'étalonnage des polyphénoles Totaux.



Annexe 08 : Fiche de dégustation

\$ Jus aqueux

	Produit			J3	J4
Descripteur					
Texture	a-Limpide (claire) sans sédiment b-Limpide (claire) avec sédiment c-Trouble avec sédiment d-Trouble sans sédiment	a	b	b	b
Goût	a-Sucré de caroube (moins, sucré, très) avec un arrière-goût perceptible (astringent) b-Sucré de caroube (moins, sucré, très) sans un arrière-goût particulier (astringent) c-Acide (moins, acide, très) d-Amer	a	b	a	a
Odeur	a-Odeur de caroube à forte intensité b-Odeur de caroube à faible intensité c-Sans odeur	a	b	a	a
Couleur	-Brune (claire, brune,	Brune	Brune	Brune	Brune très
Score (test hédonique)	très) /	0	claire 4	0	foncé 1

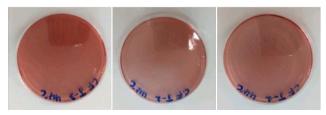
Jus concentré

	Produit		JC2	JC3	JC4
Descripteu	r				
Texture	a-Limpide (claire) sans	С	a	a	С
	sédiment				
	b-Limpide (claire)				
	avec sédiment				
	c-Trouble avec				
	sédiment				
	d-Trouble sans				
	sédiment				
Goût	a-Sucré de caroube	a	b	a	d
	(moins, sucré, très)				
	avec un arrière-goût				
	perceptible (astringent)				
	b-Sucré de caroube				
	(moins, sucré, très)				
	sans un arrière-goût				
	particulier (astringent)				
	c-Acide (moins, acide,				
	très)				
	d-Amer				
Odeur	a-Odeur de caroube à	a	b	a	a
	forte intensité				
	b-Odeur de caroube à				
	faible intensité				
	c-Sans odeur				
Couleur	-Brune (claire, brune,	Brune	Brune	Brune	Brune très
	très)	foncé			foncé
Score (test	/	1	5	2	0
hédonique)					

Annexe 09: Valeur calorique des extraits

L'extrait (PG43)	aqueux	concentré
Valeur calorique (Kcal)	89.4	367

Annexe 10 : Résultats obtenus des analyses microbiologiques



Jus aqueux (coliformes fécaux)



Jus concentré (coliformes fécaux)



Jus aqueux (coliformes totaux)



Jus concentré (coliformes totaux)



Jus aqueux (germes totaux)



Jus concentré (germes totaux)

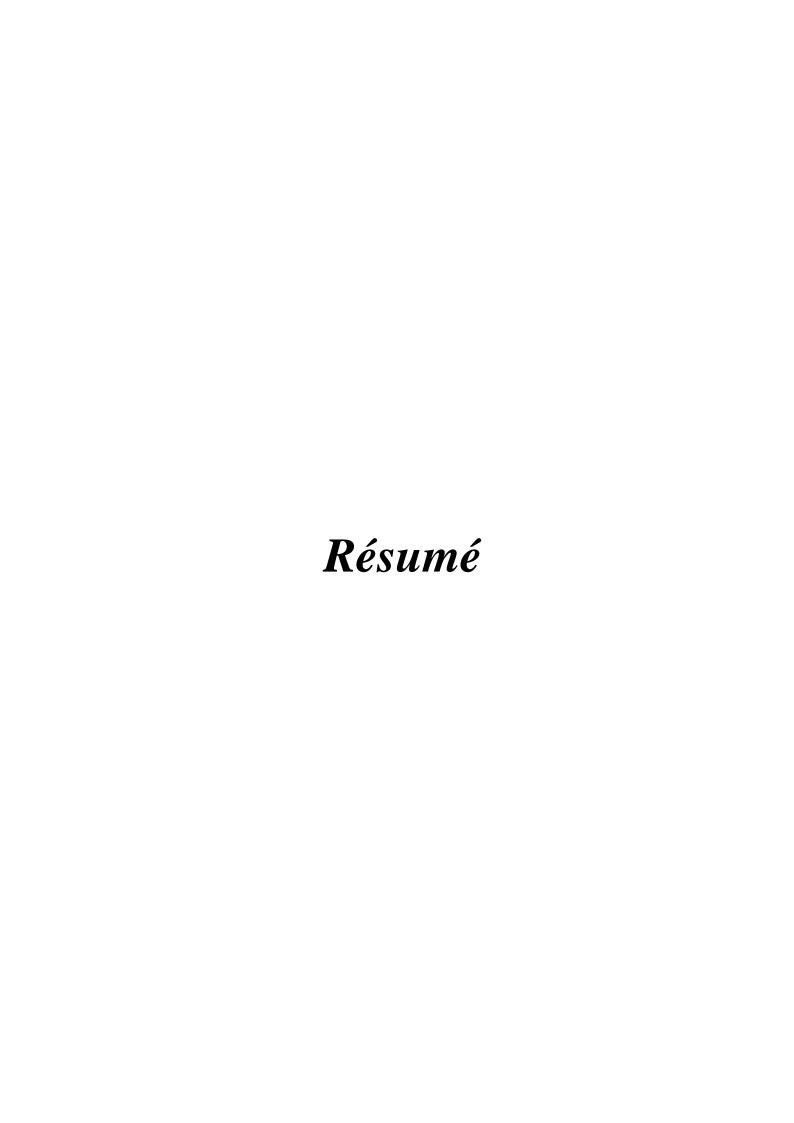
Annexe 11 : Résultats de test de stabilité

***** Jus aqueux

Temps (jours)	PH	Conductivité électrique (ms)
T_0	4,2 à 20 °c	14,97 à 20 °c
T ₇	4,26 à 22 °c	30 à 23 °c
T ₁₄	4,32 à 24,7 °c	34 à 25 °c
T ₂₁	4,27 à 23,4 °c	38,5 à 24 °c
T_{28}	4,2 à 23,5 °c	39,2 à 24 °c

Jus concentré

Temps (jours)	PH	Conductivité électrique (ms)
T ₀	4,26 à 21 °c	18 à 21 °c
T_7	4,43 à 22,1 °c	32 à 24 °c
T ₁₄	4,46 à 24,6 °c	35 à 24 °c
T_{21}	4,36 à 23,5 °c	37,8 à 24 °c
T ₂₈	4,35 à 23,7 °c	38,1 à 24 °c



Résumé

Ce projet de fin d'étude s'inscrit dans le cadre de la caractérisation et de la valorisation du fruit de la caroube par criblage phytochimique et l'évaluation des propriétés physicochimiques de ses extraits aqueux et concentrés obtenus par deux méthodes d'extraction différentes macération et décoction.

La partie expérimentale a englobé d'une part une caractérisation morphobiométrique des gousses de caroube provenant de deux régions différents Mila et Mascara, et les résultats montrer sont liées à leurs variétés.

Caractérisation physicochimique des extraits aqueux et concentrés représenté dans les analyses des Sucres Totaux, Flavonoïdes Totaux, Polyphénols Totaux, Degré de Brix nous avons observé des valeurs plus élevées dans les extraits concentrés que dans les extraits aqueux.

Le criblage phytochimique des extraits aqueux et concentré de caroube des régions étudiées a mis en évidence une richesse en métabolites tels que les Glucides, les Saponines, les Tanins, les Huiles Essentielles.

Enfin l'analyse de l'activité antioxydante des extraits a montré que leurs pouvoirs antioxydants notablement élevée, avec une bonne stabilité pH et une sécurité microbiologique assurée sur une période de 28 jours.

Mots clés: Caroube, pulpe, gousse, extrait aqueux, macération, décoction, activité antioxydante.

Abstract

This end-of-study project is part of the characterization and valorization of carob fruit by phytochemical screening and the evaluation of the physicochemical properties of its aqueous extracts and concentrates obtained by two extraction methods different maceration and decoction.

The experimental part includes on the one hand a morphobiometric characterization of carob pods coming from two different regions Mila and Mascara, and the results shown are linked to their varieties.

Physicochemical characterization of the aqueous extracts and concentrates represented in the analyzes of the Total Sugars, Total Flavonoids, Total Polyphenols, Degree of Brix we observed higher values in the concentrated extracts than in the aqueous extracts.

The phytochemical screening of the aqueous and concentrated extracts of carob from the regions studied highlighted a richness in metabolites such as Carbohydrates, Saponins, Tannins, Essential Oils.

Finally, the analysis of the antioxidant activity of the extracts showed that their antioxidant powers were notably high, with good pH stability and microbiological safety ensured over a period of 28 days.

Key words: Carob, pulp, pod, aqueous extract, maceration, decoction, antioxidant activity

ملخص

يدخل هذا المشروع النهائي للدراسة في إطار توصيف وتثمين ثمرة الخروب عن طريق الفحص الكيميائي النباتي وتقييم الخواص الفيزيائية والكيميائية لمستخلصاتها المائية ومركزاتها المتحصل عليها بطريقتين للاستخلاص مختلفتين النقع والمغلي

ويتضمن الجزء التجريبي من ناحية التوصيف المورفوبيومتري لقرون الخروب القادمة من منطقتين مختلفتين ميلة ومسكرة، وترتبط النتائج المبينة بأصنافها.

التوصيف الفيزيوكيميائي للمستخلصات المائية والمركزات الممثلة في تحليلات السكريات الكلية، مجموع الفلافونويدات، مجموع البوليفينول، درجة البريكس. وقد لاحظنا قيماً أعلى في المستخلصات المركزة من المستخلصات المائية. وأظهر الفحص الكيميائي النباتي للمستخلصات المائية والمركزة للخروب من المناطق المدروسة ثراء المستقلبات مثل الكربو هيدرات والصابونين والعفص والزيوت العطرية.

وأخيراً التحليل أظهر نشاط المستخلصات المضادة للأكسدة أن قدراتها المضادة للأكسدة كانت عالية بشكل ملحوظ، مع ضمان ثبات درجة الحموضة الجيدة والسلامة الميكروبيولوجية على مدى فترة 28 يومًا.

الكلمات المفتاحية: الخروب، اللب، القرون، المستخلص المائي، النقع، المغلى، نشاط مضادات الأكسدة.