

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun –Tiaret–

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département Sciences de la Nature et de la Vie



## MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Do<sup>2</sup>maine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : " Sciences alimentaires "

Spécialité : Agro-alimentaire et contrôle de qualité

Présenté par :

BELHOUARI Malika

DRAM Meriem

BELHOUARI Zineb

### THEME

**Etude des propriétés stabilisantes de la caroube  
dans le domaine des émulsions**

Soutenu publiquement le 04/07/2022

**Jury:**

**Grade**

Président: FETOUHI Bekhaled

MCA

Université de Tiaret

Encadrant ACEM Kamel

Pr

Université de Tiaret

Examineur : KADI Samir

MCA

Université de Tiaret

Année universitaire 2021-2022

# *Remerciements*

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce à plusieurs personnes à qui nous voudrions témoigner toute notre gratitude.

Nous voudrions dans un premier temps remercier notre enseignant et encadrant, Monsieur ACEM KAMEL, pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils.

Nous adressons nos chaleureux remerciements, notre profond respect et toutes nos reconnaissances à nos enseignants et membres du jury qui ont accepté de juger ce travail, Monsieur BEKHALED.F et Mr KADI.S

Nous exprimons également tous nos remerciements à nos enseignants au niveau de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'université de Tiaret.

Nous souhaitons exprimer notre gratitude envers l'ensemble des techniciens du Laboratoire Mme MOULKHEIR et Mr BACHIR pour son aide.

# Dédicace



Je tiens à dédier cette mémoire :

*A ma très chère Mère, à mon cher Père, et à mamie, en témoignage et en gratitude de leur dévouement, de leur soutien permanent durant toutes mes années d'études, leurs sacrifices illimités, leur réconfort moral, eux qui ont consenti tant d'effort pour mon éducation, mon instruction et pour me voir atteindre ce but, pour tout cela et pour ce qui ne peut être dit, mes affections sans limite.*

*A mes sœurs :*

*SAFIA .NDJET. IKRAM*

*Une dédicace à mes meilleurs amis : SOUMIA. FOUAD.*

*Belhouari Malika*

# *Dédicace*



Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents, pour tous leur sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leur prières tout au long de mes études, pour m'avoir encouragé et permis d'entreprendre ma formation Sans eux, je n'en serais pas là.

A mes chers frères Sid Ahmed, Abd rzak, Akram Nacer pour m'avoir épaulé moralement tous les jours dans la construction de ce mémoire et leur encouragement.

A toute la famille Belhouari pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.

A tous mes amis et mes chères copines Abri, Ikram, Fati, Khadija, Djamila, souhila, Abdou, Mokhtar, Housseem.

*Belhouari Zneb*

# *D*édicace



Grace au dieu le tout puissant, qui m'a donné la volonté, qui m'a éclairé vers le bon chemin, et qui me permet d'arriver à ce but.

Les deux personnes les plus chères à mon cœur, mon père et ma mère.

Mon cher mari Abdenour pour son soutien et sa patience, ma jolie fille Tassnim, mes chers sœurs pour leur encouragement « Amina, Ahlem, Hanaa, Chaima et Djehane » mes adorable frères Yahia et Salah Eddine.

Ma belles- mère et beau- père, ma chère belle-sœur Houda.

Mes neveux : zaid, Akram, Ibrahim el Khalil.

Pour leur encouragement, leur assistance et leur soutien, que dieu vous préserve

Mes grandes familles DRAM et GUENADZA.

Mes chères copines Houda, Fatima, Aida.

*Dram Mariem*

## ملخص

استندت الدراسة الحالية إلى التوصيف المورفوبيومتري للخروب، والاستخلاص المائي لجزيئات الكيمياء النباتية، والفحص الكيميائي النباتي، والتحليل الفيزيائي الكيميائي، وتقييم خصائص استقرار، أظهرت النتائج أن الخصائص المورفوبيومترية تختلف من موقع جغرافي حيوي إلى آخر، حيث ظهر الفحص الكيميائي النباتي للمستخلصات المائية للخروب ثراءً في المستقلبات الثانوية مثل الفلافونويد، الصمغ، بروتينات الكبريت، الكربوهيدرات، الهكسوسيات، السكريات المختزلة جليكوزيدات القلب، ترايتيرينويدس والصابونين. بالإضافة إلى أن المعلمات الفيزيائية (الأس الهيدروجيني والتوصيل الكهربائي والكثافة) للمستخلصات المائية تعتمد على تركيبها الكيميائي وشحنتها المعدنية ودرجة حرارتها. مقارنةً بالمستخلصات المائية الأخرى، لذلك لاحظنا أنه تم العثور على أعلى قيمة للرماد لما تم تحضيره بدءاً من دقيق قرون تيسمسيلت بالنقع. بالإضافة إلى ذلك، يتم تمييز أفضل مؤشرات خصائص استقرار في المستحلب المحضر من زيت الزيتون البكر، وهو مستخلص مائي منزوع الدقائق من دقيق غليزان مع توين 80 كعامل استحلاب. الكلمات المفتاحية: الخروب، مستحلب، كيمياء نباتية، محلول مائي، استقرار.

## Résumé

La présente étude s'est basée sur la caractérisation morpho biométrique des caroubes, l'extraction aqueuse des molécules phytochimiques, le criblage phytochimique, l'analyse physicochimique et l'évaluation de leur propriétés stabilisantes. Les résultats ont montré que les caractéristiques morpho biométriques varient d'un site biogéographique à un autre, le criblage phytochimique des extraits aqueux de caroube a mis en évidence une richesse en métabolites secondaires tels que les flavonoïdes, les mucilages, les protéines sulfurées, les glucides, les hexoses, les sucres réducteurs, les glycosides cardiaques, les triterpénoides et les saponines; en outre les paramètres physiques (pH, conductivité électrique et densité) des extraits aqueux dépendent de leur composition chimique, charge minérale et de la température. Comparativement aux autres extraits aqueux; nous avons constaté ainsi que la valeur supérieure des cendres a été trouvée pour celui préparé à partir des farines des gousses de Tissemsilt par macération. En outre, les meilleurs indices des propriétés stabilisantes sont marqués dans l'émulsion préparée à base de l'huile d'olive vierge, extrait aqueux décocté des farines des pulpes de Relizane avec Tween 80 comme agent émulsifiant.

**Mots clés :** Caroube, émulsion, phytochimie, extrait aqueux, stabilisant.

## Abstract :

The study is based on the morphobiometric characterization of carobs, the aqueous extraction of phytochemical molecules, phytochemical screening, physiochemical analysis and the evaluation of their stabilizing properties. The results showed that the morphobiometric characteristics vary from one biogeographical site to another, the phytochemical screening of the aqueous extracts of carob revealed a richness in secondary metabolites such as flavonoids, Mucilages, sulfur, proteins, carbohydrates, hexoses, reducing, sugars, cardiac glycosides, triterpenoids and saponins; in addition the physical parameters (pH, electrical conductivity and density) of the aqueous extracts depend on their chemical composition, mineral charge and temperature. Compared to other aqueous extracts; we thus noted that the higher value of the ashes was found for that prepared starting from the flours of the pods of Tissemsilt by maceration. In addition, the best indices of stabilizing properties are marked in the emulsion prepared from virgin olive oil, aqueous extract decocted from the flours of Relizane pulps with Tween 80 as an emulsifying agent.

**Keywords:** Carob, émulsion, phytochemistry, Aqueous extracts, stabilizing

## Liste des Figures

|  |    |
|--|----|
| <b>Figure 01</b> : Protocole expérimental. ....  | 19 |
| <b>Figure 02</b> : Caractérisation morphologique des gousses de caroube.....   | 29 |
| <b>Figure03</b> : Valeurs de pH d'extrait aqueux de caroube(EAD) et(EAM).....  | 30 |
| <b>Figure04</b> : Valeurs de conductivité électrique d'extrait aqueux de caroube.....  | 31 |
| <b>Figure05</b> : Valeurs de la densité d'extrait aqueux de caroube(EAD) et (EAM).....   | 32 |
| <b>Figure06</b> : Valeurs des cendres d'extrait aqueux de caroube.....   | 32 |
| <b>Figure 07</b> : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions À base d'extraits aqueux de la caroube avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au cours de temps. .... | 40 |
| <b>Figure08</b> : Cinétique du nombre des globules gras des émulsions à base d'extrait Aqueux de caroube avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au cours de temps.....               | 42 |
| <b>Figure09</b> : Cinétique de stabilité des émulsions à base d'extrait aqueux de caroube avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au coure de temps. ....                             | 43 |
| <b>Figure 10</b> : Cinétique de l'index de stabilité des émulsions à bas d'extrait aqueux de la caroube Avec stabilisant(A) et sans stabilisant (B) au coure de temps.....                 | 45 |
| <b>Figure 11</b> : Cinétique de l'indice de crémage des émulsions à base d'extrait aqueux de caroube avec stabilisant(A) et sans stabilisant (B) au coure de temps. ....                   | 46 |

## Liste des tableaux

|   |    |
|---|----|
| <b>Tableau 01</b> : la composition de l'émulsion préparée.....  | 26 |
| <b>Tableau 2</b> : les résultats du criblage phytochimique des extraits aqueux de gousses et pulpe de caroube ..... | 33 |
| <b>Tableau 03</b> : Aspect microscopique des émulsions à base d'extraits arques (EAD), (EAM) et (EAss) .....        | 47 |

## Liste des abréviations

|      |                     |
|------|---------------------|
| EA : | Extrait aqueux      |
| GB : | Gousse Boumerdes    |
| GT : | Gousse Tissemsilt   |
| GR : | Gousse Relizane     |
| PB : | Pulpe Boumerdes     |
| PT : | Pulpe Tissemsilt    |
| PR : | Pulpe Relizane      |
| As : | Avec stabilisant    |
| Ss : | Sans stabilisant    |
| µm : | Micromètre          |
| pH : | Potentiel hydrogéné |

## Table de matière

|                        |   |
|------------------------|---|
| Remerciements          |   |
| Dédicace               |   |
| Résumé                 |   |
| Liste des Figures      |   |
| Liste des tableaux     |   |
| Liste des abréviations |   |
| Introduction.....      | 1 |

### **PARTIE EXPERIMENTALE**

#### **Chapitre I Matériel et Méthodes**

|   |   |
|---|---|
| I.1 : Lieu du travail .....                                       | 5 |
| I.2 : Objectifs du travail .....                                  | 5 |
| I.3. Matériel et produits utilisés.....                           | 5 |
| I.3.1. Matière premières.....                                     | 5 |
| I.4 : Appareillage, Verreries et produits chimiques utilisés..... | 5 |
| I.4.1 : Appareillage .....  | 5 |
| I.4.2 : Verrerie .....  | 6 |
| I.4.3 : Produits chimiques .....                                  | 6 |
| I.5 : Méthodes d'analyses .....                                   | 6 |
| I.5.1 : Protocole expérimental.....                               | 6 |
| I.5.2 . Caractéristiques morphologiques .....                     | 8 |
| I.5.2.1 . Longueurs .....   | 8 |
| I.5.2.2 . Largeurs .....  | 8 |
| I.5.2.3 . Epaisseurs .....  | 8 |
| I.5.2.4. Volumes .....  | 8 |
| I.5.2.5. Indice de taille .....                                   | 8 |
| I.5.3 . Préparation d'extrait aqueux .....                        | 8 |
| I.5.3.1.Préparation d'extrait aqueux par macération .....         | 8 |
| I.5.3.2. Préparation de l'extrait aqueux par décoction .....      | 8 |
| I.5.4 : Sélection d'extraits aqueux .....                         | 9 |
| I.5.5Analyses physique .....                                      | 9 |
| I.5.5.1 Indice de réfraction et de Brix.....                      | 9 |
| I.5.5.2. pH .....   | 9 |

|   |    |
|---|----|
| I.5.5.3 : Densité .....                           | 10 |
| I.5.5.4 : Conductivité électrique .....           | 10 |
| I.5.5.5 : Cendres .....                           | 10 |
| I.5.6 : Criblage phytochimique.....               | 13 |
| I.5.7 : Pouvoir stabilisant .....                 | 26 |
| I.5.7.1 : Préparation des émulsions.....          | 26 |
| I.5.7.2 : Caractérisation des émulsions .....     | 26 |
| I.5.7.2.1 : Stabilité .....                       | 26 |
| I.5.7.2.2 : Index de stabilité.....               | 26 |
| I.5.7.2.3 : Diamètre moyen des globules gras..... | 18 |
| I.5.7.2.4 : Nombre des globules gras .....        | 18 |
| I.5.7.2.5 : Indice de crémage.....                | 19 |

## **Chapitre II : Résultats et discussion**

|   |    |
|---|----|
| II. 1.Caractérisation morpho biométrique des gousses de caroube ..... | 29 |
| II.2. Sélection d'extraits aqueux .....                               | 30 |
| II.3.Analyse physique .....   | 30 |
| II.3.1.pH.....  | 30 |
| II.3.2.La conductivité électrique .....                               | 31 |
| II.3.3. densité.....  | 31 |
| II.3.4. Cendres .....   | 32 |
| II.4.Criblage phytochimiques.....                                     | 33 |
| II.5.Etude des émulsions .....  | 28 |
| II.5.1.Diamètre moyen de globules gras.....                           | 28 |
| II.5.4. Index de stabilité .....                                      | 33 |
| II.5.5 .Indice de crémage .....                                       | 34 |
| II.6.Prise des photos .....   | 37 |
| Conclusion .....  | 50 |
| Références Bibliographiques .....                                     | 53 |
| Annexes   |    |



*Introduction*

## Introduction générale

---

Le caroubier est une espèce, agro-sylvo-pastorale ayant d'énormes intérêts socioéconomiques et écologiques (Batlle et Tous, 1997 ; Gharnit et al. 2001). Le caroubier est un arbre largement cultivé dans les pays méditerranéens à des fins ornementales et industrielles et nécessite peu d'entretien, il tolère les sols pauvres, sablonneux, limoneux, lourds, rocaillieux et calcaires mais craint les sols humides et acides. Il est souvent utilisé pour la lutte contre la déforestation et la désertification, limitant l'érosion de sols (Correia et al, 2005). *Ceratonia Siliqua* L, connue sous le nom scientifique de caroubier, Qui pousse en Algérie naturellement dans beaucoup de régions notamment à l'est sous forme de peuplements spontanés.

Le caroubier est un arbre au feuillage abondant persistant et très dense. Il peut atteindre dans des conditions propices une hauteur de 7 à 10m, voire 15 à 20m en Orient, et une circonférence au niveau de la base du tronc de 2 à 3m. Est un arbre xérophile avec une longévité considérable (jusqu'à 200 ans) avec une croissance très lente (Ait Chitt et al, 2007) . Toutes les composantes de l'arbre (feuillage, fleur, fruit, bois, écorce, racine) sont utiles et ont de la valeur dans plusieurs domaines en plus de sa valeur ornementale et paysagère.

Ainsi, il est considéré comme l'un des arbres fruitiers et forestiers qui représente le petit grand potentiel de valorisation. Il a une écorce lisse et grise lorsque la Plante est jeune, brune et rugueuse à l'âge adulte . Son bois de couleur rougeâtre est très dur (Ait Chitt, 2007, MN.Rejeb, 1991), les feuilles ont de 10 à 20cm de longueur, persistantes, coriaces, alternes et caractérisées. Par un pétiole sillonné. Elles sont composées de 4 à 10 folioles, de couleur vert luisant sur la face dorsale et vert pâle sur la face ventrale, (Ait Chitt ,2007)

Il perd ses feuilles tous les deux ans, au mois de juillet. Cet arbre développe un système racinaire pivotant, qui peut atteindre 18m de profondeur (N, Gharint. 2003).

Les fleurs du caroubier nombreuses et très petites, de 6 à 12 mm de long. Le caroubier est considéré comme le seul arbre méditerranéen qui fleurit en été, d'août à octobre ou en automne, de septembre à novembre (I. Batlle, J1997).

Les fruits du caroubier appelé caroube, est une gousse indéhiscente à bords irréguliers, de forme allongée, rectiligne ou courbée. D'abord, il est vert puis brun, et, au moment de la maturité, brun foncé à noir. La gousse est composée de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et les graines (Rejeb ,1995.Ait Chitt M.2007).

La gousse de caroube est principalement composée de deux éléments : la pulpe et les graines qui représentent respectivement 90% et 10% de son poids total de gousse. Selon plusieurs auteurs, la composition chimique de la pulpe dépend du cultivar, de son origine, de

## Introduction générale

---

l'époque de la récolte, de l'environnement et des conditions de stockage (Orphanos et Papaconstantinou, 1969, Ayaz et al 2007, Iipumbu, 2008).

Tandis que la graine est utilisée pour l'extraction de galactomannanes (Haddarah et al 2013) En général, la caroube est principalement exploitée pour la production de la gomme de caroube E 410 provenant de l'endosperme des graines de caroubier et utilisée dans la formulation des aliments (alimentation, confiserie,..) la cosmétique et l'industrie pharmaceutique comme agent épaississant, gonflant, liant et stabilisant dans les préparations des émulsions (Calixto et Canellas, 1982 ; Sandolo et al., 2007).

La composition chimique de la pulpe est sucres de 37 à 62 %, des protéines brutes de 2,2 à 6,6%, des fibres brutes de 4,2 à 9,6% et une teneur en cendres de 1,5 à 2,4%, et polyphénols 16-20% et en fibres alimentaires 39,8%( Owen et al 2003Santos et al 2005).

Vu sa diversité biomoléculaire : la caroube par ses propriétés méconnues peut participer à l'accroissement de la valeur ajoutée de l'économie Algérien en tant qu'un fruit commercialisée et /ou un produit transformé (farine de caroube) ou comme un ingrédient incorporé dans d'autres produits

Dans ce contexte notre étude a pour objectif principal d'évaluer les propriétés stabilisantes de l'extraction aqueuse de la poudre de caroubes issues par trois sites biogéographiques d'Algérie (Relizane, Boumerdes et Tissemsilt) en vue de leur valorisation dans le domaine des émulsions.



*Partie expérimentale*



## Chapitre I

### Matériels et méthode

**Chapitre I Matériel et Méthodes****I.1 : Lieu du travail**

Notre expérimentation a été réalisée au sein des laboratoires (Technologie alimentaire et Biochimie) de la faculté des Sciences de la Nature et Vie à l'université Ibn Khaldoun de Tiaret.

**I.2 : Objectifs du travail**

Les objectifs de notre étude sont

- Caractérisation morphobiométrique des caroubes et analyse phytochimique de leurs extraits aqueux obtenus par deux méthodes d'extraction : décoction et par macération.
- Evaluation des propriétés stabilisantes des extraits aqueux des poudres des caroubes issues des différentes régions (Relizane, Tissemsilt et Boumerdes).

**I.3. Matériel et produits utilisés****I.3.1. Matière premières**

Les caroubes mures ont été collectées dans trois différentes régions de l'Algérie Relizane-Tissemsilt-Boumerdes

**I.3.2. Huile D'olive**

Huile d'olive utilisée est une huile d'olive extra vierge, qui provient du commerce, Produite par Zaytona-Badraoui et Frères pour le pressage et le filtrage des huiles végétales à Ain Defla.

**I.3.3. Stabilisant**

On a utilisé comme stabilisant l'extrait aqueux de caroube (*Ceratonia siliqua*)

**I.4 : Appareillage, Verreries et produits chimiques utilisés****I.4.1 : Appareillage**

Agitateur magnétique (DAIHA SCUENTIQUE MSH20D)

Balance de précision (OHAUS PIONEER)

Broyeur (BOMANN KSW 6502 CB)

Conductimètre électrique (Adwa AD3000)

Etuve (WISD)

Incubateur (Sinal)

Microscope (OPTIKA B-350)

Mixer (BOMANN SM354)

PH-meter (HANNA instruments HI2211)

Plaque chauffante (WiseStir MSH-30D)

Refractomètre (LICHEN)

Spectrophotomètre (DLAB SP-UV1100)

Vortex (VELP SCIENTIFICATX4)

**I.4.2 : Verrerie**

Béchers

Eprouvettes

Erlen Meyer

Entonnoir

Fioles jaugées

Lames et lamelles

Micropipettes

Pipette graduées et Pipettes pasteurs

Thermomètre

Tubes à essai

**I.4.3 : Produits chimiques**

Acétone

Acide sulfurique concentré

Acide chlorhydrique

Ammoniac

Chloroforme

Ethanol

Hydroxyde de sodium

Hydroxyde de potassium

Phénol

Réactif de Biuret

Réactif de Mayer's

Tween 80

Huile d'olive

Bleu de méthylène

Rouge de soude

**I.5 : Méthodes d'analyses****I.5.1 : Protocole expérimental**

Les différentes étapes de notre protocole expérimental sont illustrées par la figure 2

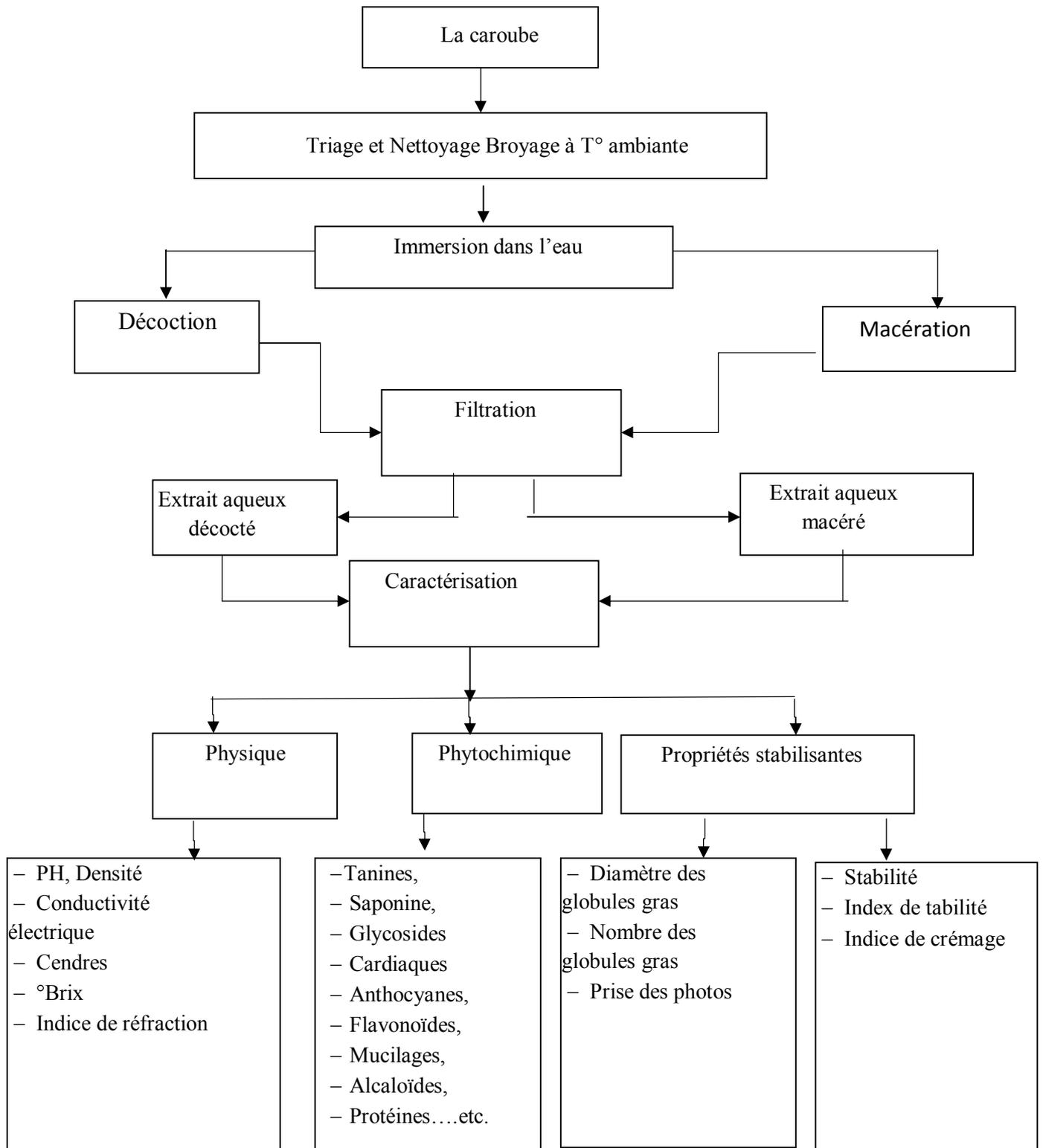


Figure 01 : Protocole expérimental.

### **I.5.2 : Caractéristiques morphologiques**

Dix gousses de chaque variété de caroube a été choisies au hasard pour mesurer le différents paramètres : longueur, largeur, masse, volume, épaisseur et l'indice de taille (longueur/largeur), ainsi que le nombre de graines/gousse, le rapport de masses graines/gousse et le pourcentage de graines gousse.

#### **I.5.2.1 : Longueurs**

Tout d'abord, la longueur de chaque gousse a été déterminée en cm à l'aide d'un fil, Ce dernier est ensuite mesuré par une règle graduée.

#### **I.5.2.2 : Largeurs**

La largeur en cm de ces gousses (les 2 bouts ainsi que et le centre) a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse. Trois mesurées ont été effectuées dont la moyenne est considérée comme étant la largeur.

#### **I.5.2.3 .Epaisseurs**

Les épaisseurs (cm) ont été évaluées avec « Iwanson jauge (140 mm) où elles Représentaient la moyenne de 3 épaisseurs des trois parties de la gousse (latérale centrale)

#### **I.5.2.4.Volumes**

Le volume a été estimé en  $\text{cm}^3$  (ml) en plongeant la gousse irrégulière de caroube dans un volume connu d'eau à l'intérieur d'une éprouvette graduée. Le volume est donc la quantité d'eau déplacée.

#### **I.5.2.5Indice de taille**

L'indice de taille est le rapport de la longueur sur la largeur.

### **I .5.3 . Préparation d'extrait aqueux**

La préparation de l'extrait aqueux a été faite selon le mode opératoire suivant :

#### **I.5.3.1.Préparation d'extrait aqueux par macération**

- Une série de préparation (masse des caroubes /volume d'eau d'estille) a été réalisée selon les prise d'essais suivantes : 1g-20ml/6.25g-25ml/1g-10ml/5g-10ml
- Chaque suspension a été couverte par un papier aluminium, le tout est mis sous une Température ambiante pendant 24h
- Ensuite, chaque extrait est séparé en utilisant un papier filtre
- Les portes d'extraits aqueux obtenus sont couvertes par un papier aluminium

#### **I.5.3.2. Préparation de l'extrait aqueux par décoction**

- Une série de préparation (mass des poudre caroube /volume d'eau d'estillé ) a été réalisée selon les prise d'essais suivantes : 1g-20ml/6,25g-25ml/1g-10ml/5g-10ml

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

#### **I.5.4 : Sélection d'extraits aqueux**

La sélection d'extraits aqueux obtenus par macération et décoction a été faite selon leur degré de Brix et indice de réfraction.

#### **I.5.5 Analyses physique**

##### **I.5.5.1 Indice de réfraction et de Brix**

La mesure de degré de Brix et l'indice de réfraction est effectuée au laboratoire grâce à un réfractomètre.

#### **Principe**

Le degré de Brix (%) exprime le pourcentage de la concentration des solides solubles contenus dans un échantillon, le contenu des solides solubles représente le total de tous les solides dissous dans l'eau, incluant les sucres, les protéines, acides, (Cendres 2011). L'indice de réfraction est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et sa vitesse dans le milieu à étudier. Il permet de connaître le degré de pureté d'un liquide ou de connaître la dose de solide dissout dans une solution, il est mesuré à l'aide d'un réfractomètre muni d'un thermomètre (Velsseyre, 1975)

#### **Mode opératoire**

Avec un petit morceau de coton mouillé par le solvant organique (acétone), rincer le prisme de réfractomètre (figure), puis régler l'appareil à 1,333 et 0% degré Brix et en utilisant une goutte d'eau distillé pour assurer la lecture. La valeur de l'indice est lue à l'aide d'une lentille d'observation. L'indice de réfraction et le degré de Brix ont été notés directement sur les deux échelles à l'intersection de la limite entre la frange claire et la frange foncée (AOAC, 2000).

##### **I.5.5.2 : pH**

#### **Principe**

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

#### **Mode opératoire**

La mesure a été réalisée en plongeant l'électrode du pH mètre dans la solution (AOAC ,2002). Rincer l'électrode par de l'acétone et nettoyer avec du papier absorbant .

Etalonner le pH-mètre à l'aide des solutions tampons (pH=7,12 ; pH=4,4) .

Plonger l'électrode du pH-mètre dans un volume suffisant de l'échantillon et lire le pH indiqué sur l'écran de l'affichage du pH-mètre .

Attendre la stabilisation puis relever la valeur du pH de la solution à la température désirée

### **I.5.5.3 : Densité**

#### **– Principe**

La densité  $D$  est le rapport de la masse volumique de l'espèce chimique par la masse volumique de l'eau, c'est une grandeur sans unité (Lydie et Grégory, 2013)

#### **Mode opératoire**

Peser le pycnomètre vide et parfaitement sec ( $P_0$ ) en g.

Peser le pycnomètre rempli d'eau distillée( $P_1$ ) en g.

Vider le pycnomètre et sécher à l'aide d'une étuve.

Peser le pycnomètre rempli de l'échantillon ( $P_2$ ) en g.

#### **Expression des résultats**

La densité  $D$  est donnée par la formule suivante

$$D = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}$$

### **I.5.5.4 : Conductivité électrique**

#### **– Principe**

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

#### **– Mode opératoire**

Rincer la cellule à l'eau distillée.

Plonger la cellule conductométrique dans la solution à analyser qui est laissée au repos sans agitation.

Une fois la valeur affichée par le conductimètre est stabilisé, on la note puis enlever la cellule de la solution, la rincer à l'eau distillée

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

### **I.5.5.5 : Cendres**

Les cendres totales sont le résidu de composés minéraux qui reste après l'incinération d'un échantillon contenant des substances organiques d'origine animale, végétale ou

synthétique (Salghi,2013).Selon Nielsen, (2010) l'échantillon est incinéré dans un four à moufle à haute température jusqu'à l'obtention de cendres blanchâtre à poids constant.

– **Mode opératoire**

On évapore à sec 25ml de l'extrait aqueux dans des capsules en porcelaine mises dans un bain marie à 100°C, suivi d'une incinération au niveau d'un four à moufle à 550°C pendant 5 heures jusqu'à l'obtention un résidu grisâtre, claire ou blanchâtre, les capsules ont été pesées par la suite (AOAC, 2000)

– **Expression des résultats**

Le taux de cendres est calculé par la différence de poids avant et après incinération par la formule suivante (AOAC, 2000)

$$C\% = (M_2 - M_0 / M_1 - M_0) \times 100$$

M<sub>0</sub> : Masse en grammes de la capsule vide.

M<sub>1</sub> : Masse en grammes de la capsule et de la prise d'essai (échantillon frais).

M<sub>2</sub> : Masse en grammes de la capsule et des cendres obtenues (cendres)

**I.5.6 : Criblage phytochimique**

– **Tanins**

La recherche des tanins en ajoutant à 2ml de chaque extrait 1 à 2 gouttes de solution de chlorure ferrique FeCl<sub>3</sub> dilué à 0.1, Le virement de couleur vers le vert foncé indique la présence de tanins caté chiques alors que le bleu- vert signifié la présence des tanins gallique (Harborne 1998)

**Sucres réducteurs**

1ml de solution de Fehling A et 1ml de solution de Fehling B ont été mélangés et bouillis pendant une minute. Un volume égal de solution d'essai a été ajouté, chauffé dans un bain d'eau bouillante pendant 5 à 10 minutes et observé pour un précipité jaune puis rouge brique.

– **Acide Amine**

Test à la ninhydrine (test général) Trois ml de filtrat et 3 gouttes de solution de ninhydrine à 5% ont été chauffés dans un bain d'eau bouillante pendant 10min. observé pour la couleur violette ou bleuâtre

– **Saponines**

Introduire 10ml de chaque des extraits dans un tube à essai le tube est agité pendant 15s puis laissé au repos 15min Une hauteur de mousse persistante supérieur à 1cm indique la présence de saponine (réaction positive) (Bidie et al 2011)

**– Carbohydrates (Molish)**

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

Inclinez le tube et ajoutez doucement 2ml d'acide sulfurique concentré sur le cote du test tube. Une couleur violette à l'interface entre le sucre et l'acide indique un résultat positif.

**– Test Gélatine**

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

**– Huiles Essentielles**

A 2ml de chaque extrait sont ajouté à 100ml de NaOH 10% et 100ml d'HCL 10% Formation d'une précipitation blanche (Cahyono, 2015).

**– Coumarine**

**Méthode1** :2ml de chaque extrait sont ajoutés avec 3ml d'hydroxyde de sodium (NaOH10% dans l'eau distillée) avec agitation. Apparition de couleur jaune.

**Méthode2** : 2ml de chaque extrait sont ajouté avec 10 gouttes d'hydroxyde de sodium (NaOH 10% dans l'eau distillée) à 10% et5 gouttes d'HCL à 10%. Apparition de couleur rouge (El Yahyaoui et al 2007).

**Quinones Libres** : 2gouttes d'HCL concentré et 500ml d'hydroxyde d'ammonium dilué deux fois sont mélangés avec 1ml de chaque extrait puis agités Apparition de couleur rouge ou précipité violette ou bleu ( Dohou et al ,2003).

**Sucre Hexose (Cobalt-Chloride Test)**:3ml d'extrait à l'éthanol ont été mélangés avec 2ml de chlorure de cobalt, bouillis et refroidis. Des gouttes de FeCl<sub>3</sub> et une solution de NaOH ont été ajoutées. Solution observée pour bleu verdâtre (glucose), violacé(Fructose) ou couche supérieure bleu verdâtre et couche inférieure violacée (Mélange de glucose et de fructose).

**Monosaccharides (Barfoed's test)** : Un volume égal de réactif de Barfoed et d'extrait d'éthanol et d'extrait d'éthanol a été ajouté chauffé pendant -2min au bain-marie bouillant et refroidi. Observé pour le précipité rouge.

**Alcaloïdes (Bouchardat) :** 2ml des différents extraits (méthanolique, éthanolique et aqueux) sont additionnés à 2 gouttes de réactif de Bouchardat. Le résultat positif est révélé par une précipitation de couleur brun rougeâtre (Soni et sosa, 2013).

**Xanthoprptéine :** Dans 2ml d'extrait ajouter 2ml de HNO<sub>3</sub> concentré L'observation de la couleur orange indique la présence de protéines.

**Glycosides Cardiaques :** 2ml de chaque extrait sont dissous avec 2ml de chloroforme ensuite 3ml d'acide sulfurique concentré sont ajoutés avec précaution La formation d'une couche rouge foncée à brunâtre à l'interface de l'anneau indique la présence de glycosides cardiaque (Soni et sosa 2013).

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

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

**Anthocyanes :** 1ml de chaque extrait est additionné à 3ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 10/ et 1ml de NH<sub>4</sub>OH à 10 .

Si la coloration s'accroît par acidification puis vire au bleu en milieu basique le résultat est jugé positif.

**Protéines (Biuret Général Test) :** A 3ml d'extrait, 4% de NaOH et quelques gouttes de solution à 1% de CuSO<sub>4</sub> ont été ajoutés, on a observé une couleur violette ou rose.

**Protéines (Contaning Sulphur) :** 5ml d'extrait ont été mélangés avec 2ml de NaOH à 40% et 2 gouttes d'une solution d'acétate de plomba 10%. La solution été bouillie, elle est devenue noire ou brunâtre en raison de la formation de PbS.

**Anthracenique Libres Triterpenoides :** Dans 2ml d'extrait, ajouter 1ml de chloroforme suivi de quelques gouttes de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré sur le côté du tube à essai bien secoué la formation d'une couleur jaune au niveau de la cuve inférieure indique la présence de triterpénoides.

**Protéine (Tyrosine, Tryptophan, Xanthoprptéine) :** Trois ml d'extrait ont été mélangés avec 1ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré observé pour un précipité blanc.

**Alcaloïdes(Mayer) :** 2ml d'extrait ont été mélangés avec quelques gouttes d'agent de Mayer observé pour le précipité.

Test de Hager 2-3ml d'extrait ont été mélangés avec le réactif de Hagner, observé pour le précipité jaune.

**Alcaloïdes (Wanger) :** 2ml des différents extraits sont ajoutés à 2gouttes de WANGER Le résultat positif est révélé par une précipitation de couleur brun rougeâtre (Soni et Sosa 2013 bagreet al 2007).

**Tests non Réducteur de Sucre :** L'extrait ne donne pas de réponse au test de Fehling et Benedict. Etude du pouvoir stabilisant.

### I.5.7 : Pouvoir stabilisant

#### I.5.7.1 : Préparation des émulsions

**Tableau 01 :** la composition de l'émulsion préparée

| Emulsion        |                  |                  |
|-----------------|------------------|------------------|
|                 | Avec stabilisant | Sans stabilisant |
| Eau distillée   | 95%              | 95%              |
| Huile d'olive   | 4%               | 4,5%             |
| Extraits aqueux | 0,5%             | 0%               |
| Emulsifiant     | 0,5%             | 0,5%             |

Le mélange est mis dans un bécher, agité à l'aide d'un agitateur blinder à une vitesse 18000 tours pendant 1 minute, à la température ambiante (20 à 25%).

#### I.5.7.2 : Caractérisation des émulsions

Le pouvoir stabilisant d'extrait aqueux repose sur la mesure spectrale de l'absorbance à 500nm, l'échantillon est dilué en double (1/20<sup>ème</sup> et 1/5<sup>ème</sup>)

##### I.5.7.2.1 : Stabilité

On exprime la stabilité (S) en pourcentage selon la formule suivante :

$$S(\%) = 100 \cdot A_t / A_{t_0}$$

Ou :  $A_{t_0}$  : Absorbance à temps  $t_0$

$A_t$  : Absorbance à temps  $t$

##### I.5.7.2.2 : Index de stabilité

L'index de stabilité (IS) égal au nombre d'heures nécessaire pour la déstabilisation total de L'émulsion, c'est-à-dire pour trouver  $A_t$  ; exprimé en heures et donné par la formule :

$$IS \text{ (heures)} = (A_{t_0} / A_t - A_t) (t - 0)$$

Ou : IS : L'index de stabilité (h)

$A_t$  : Absorbance à temps  $t$

At : Absorbance à temps t

### I.5.7.2.3 : Diamètre moyen des globules gras

Diamètre moyen des globules gras est déterminé microscopiquement à l'aide d'un microscope optique, nous avons utilisé micromètre oculaire gradué de 0 à 10 dont les graduations sont distantes les unes des autres de 0,1 μm, pour avoir une répartition Statistique, On se déplace au hasard sur la surface du rectangle en réalisant 10 déterminations successives sous l'objectif 40

$$P = K/10 \left( \sum_{i=1}^{i=10} D_i \right)$$

Où : P : Diamètre moyen des globules gras à temps t en μm.

K : Coefficient oculaire constant (K=2,41)

l : Nombre des globules gras fixés

D : Diamètre de globule gras en μm

### I.5.7.2.4 : Nombre des globules gras

Le dénombrement des globules gras d'huile est une estimation qui repose sur le comptage microscopique des globules gras ; nous avons calculé le nombre moyen de globules gras contenus dans la formule suivante donnée par (Regnault 1992)

$$N = F n / f a$$

Où :

N = nombre de globules gras contenus dans le volume de la suspension examinée (mm<sup>2</sup>)

F = Surface de la lame sur laquelle, on a étalé le volume de suspension examinée (4 cm<sup>2</sup>)

f : Surface d'un champ égal à 8,86 mm<sup>2</sup>

n = Nombre de globules gras dénombrés sur l'ensemble des champs

a = Nombre de champs examinés

Nous avons appliqué la formule pour un agrandissement de l'objectif à 10 où la surface du champ est 8,86 mm<sup>2</sup> et un nombre de champs examinés égale à 10

### I.5.7.2.5 : Indice de crémage

C'est la capacité de la remontée de la phase huileuse (la partie la moins dense de l'émulsion) en fonction du nombre, du diamètre et de distribution des gouttelettes. L'indice de crémage est calculé selon la formule suivant :

$$IC(\%) = (H_h / H_\epsilon) \times 100$$

Où :

H<sub>h</sub> : Hauteur de la phase aqueuse dans l'émulsion (mm)

H<sub>ε</sub> : Hauteur de l'émulsion (mm)



## Chapitre II

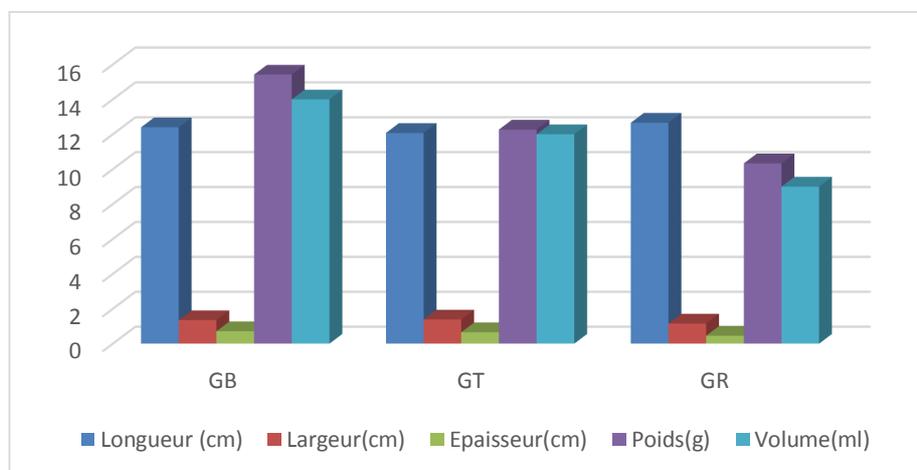
### Résultats et discussion

## II. 1. Caractérisation morpho biométrique des gousses de caroube

La figure (02) donne les caractéristiques morphobiométriques des gousses des caroubes des trois régions étudiées.

Selon les variétés, les gousses de caroube diffèrent morphologiquement dans leur taille, leur forme, leur quantité, leur couleur et dans leur rendement en grainasses, La taille des gousses, définie par la valeur moyenne de sa longueur a donné lieu à la classification des gousses récoltées en deux catégories : taille légèrement longue ( $14 < L < 15$ cm), et taille légèrement courte avec ( $10 < L < 14$ ) Tutin et al (1993), Tous et al (1996) et de Batlle et Tous (1997).

En effet, un échantillon de dix gousses illustre l'existence de diverses formes :



**Figure 02 :** Caractérisation morphologique des gousses de caroube

La taille légèrement longue (12,549cm) (annexe1) caractérise les gousses de Boumerdés celle légèrement courte caractérise les gousses d Tissemsilt et Relizane avec des moyennes de 11 ,782cm et 12,235cm respectivement. La largeur des gousses du caroubier a une indication d'ordre agronomique importante. Elle est indépendante de la taille de gousse et peut renseigner non seulement sur son état compressé ou élargi, mais aussi sur le volume des graines et de pulpe.

Les échantillons de Boumerdes sont distingués par des gousses assez larges avec une moyenne de 1,35cm par rapport aux deux autres échantillons qui ont enregistré des valeurs de 1,055cm et 1,165 cm pour la région d Tissemsilt et de Relizane, respectivement.

La largeur des gousses du caroubier a une indication d'ordre agronomique importante. Elle est indépendante de la taille de gousse et peut renseigner non seulement sur son état compressé ou élargi, mais aussi sur le volume des et de pulpe.

L'épaisseur des gousses est également très variable d'un échantillon à un autre et constitue un critère de distinction entre les gousses comprimées et volumineuses. Elle peut atteindre 1 cm notamment chez les gousses charnues (Batelle et Tous, 1997).

Cette variable nous a permis de distinguer les échantillons caractérisés par des gousses charnues et volumineuses où l'épaisseur est supérieure à 0.61cm, à savoir celles de Boumerdes avec une valeur de 0.83 \_ 0.59cm et celles de Tissemsilt avec une moyenne de 0.84 \_ 0.47cm.

Les gousses de la région de Relizane sont aplaties ou comprimées avec une épaisseur de 0.66\_0.25cm (valeur comprise entre 0.33 et 0.49cm). Les variables mesurées précédemment, longueur, largeur et épaisseur, influencent beaucoup le poids total de la gousse et la quantité de son pulpe. En effet, nous avons observé qu'en général, les échantillons ayant un poids important de fruit et de pulpe sont celles qui ont des gousses assez longues, larges et épaisses. La valeur la plus élevée est enregistrée avec l'échantillon de Boumerdes (21.86\_8.98) suivi par celui de Tissemsilt puis celui de Relizane, avec des valeurs de 14.66-9.87cm et 14.19\_ 6.47cm, respectivement.

## II.2. Sélection d'extraits aqueux

Les résultats de la sélection des extraits aqueux sont indiqués dans l'annexe 02.

## II.3. Analyse physique

### II.3.1. pH

Les valeurs du pH trouvées pour les extraits aqueux des gousses et pulpe de caroube (EAM et EAD) mesurées à 20°C sont mentionnées par la figure 3.

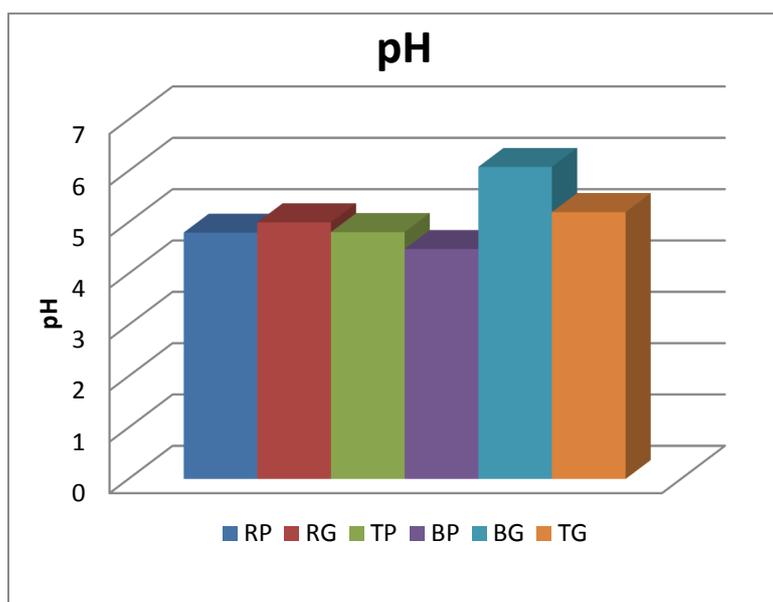


Figure 03 : Valeurs de pH d'extrait aqueux de caroubes étudiées

Le pH est un indice de qualité déterminant l'aptitude à la conservation des aliments, à partir de ces résultats on trouve que nos échantillons ont un pH acide se situant en général entre 5 et 6,08. Ces résultats sont en accord avec ceux de Yousif et Alghzawi(2000) et Pérez de los Rios(2010) et de Baston(2016) qui ont signalé des valeurs allant de 4,34 à 5,96 la valeur supérieure est enregistrée pour les échantillons macéré, avec des moyennes de BG= 6,08 et TG=5,20, pour les échantillons décocté RG=5 et RP= 4,8 et TP= 4,81 successivement ; suivi par échantillon macéré avec valeur de BP=4,48

### II.3.2. La conductivité électrique

Les valeurs de la conductivité électrique trouvées pour les extraits aqueux des gousses et pulpe de caroube mesurées à 20°C données par la figure 4.

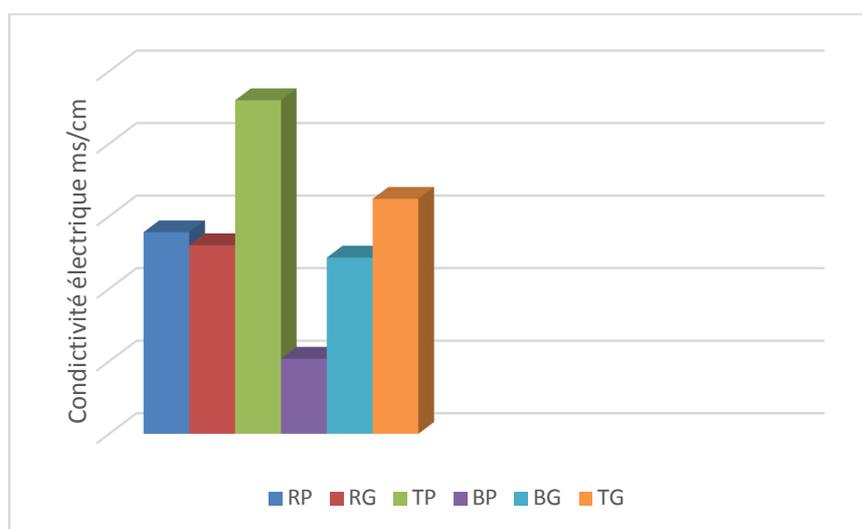
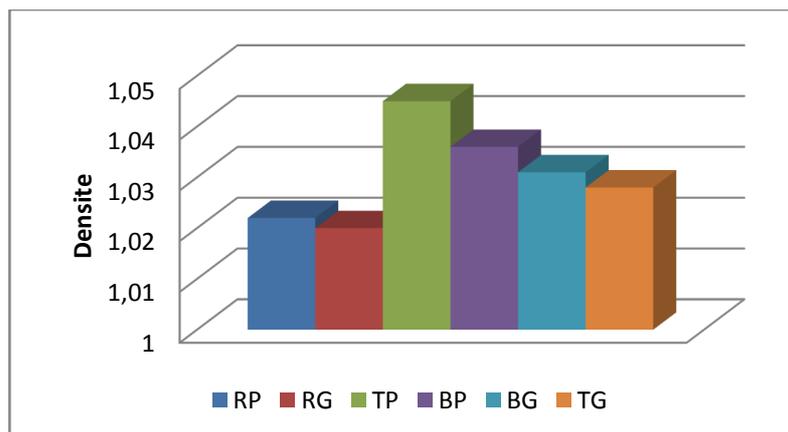


Figure 04 : Valeurs de conductivité électrique d'extrait aqueux de caroube

Selon les résultats obtenus, la conductivité électrique de TP et TG est supérieure à celle de l'extrait aqueux RP et RG. D'autre part, la diminution de BG et BP cette différence est due à l'action dès la température car la conductivité électrique exprime l'aptitude de la solution aqueuse à conduire un courant électrique. Elle est en corrélation positive avec la teneur en sels solubles. La teneur de ces derniers dans les solutions diluées, est proportionnelle à la conductivité (Amella, 2008).

### II.3.3. densité

Les valeurs de la densité trouvées pour les extraits aqueux des gousses et des pulpe de caroube à 20°C sont illustrées par la figure 5.



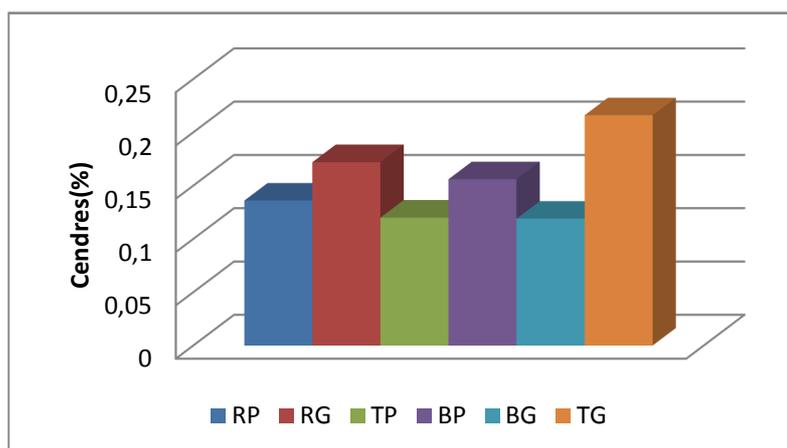
**Figure 05** : Valeurs de la densité d'extrait aqueux des caroubes

Selon les résultats obtenus, la valeur moyenne de la densité d'extrait aqueux décocté de TP=1,046 est très élevée, Ensuite, il diminue considérablement avec une valeur moyenne de BP= 1,036 BG=1,031 TG= 1,028. On a enregistré la même valeur pour RP et RG cette différence est expliquée par l'effet de la température sur la solubilité des molécules, minéraux et des gaz dissouts dans la phase aqueuse

Selon Boudier et Luquet (1989), la densité dépend du taux des solides solubles secs, type de macromolécules présentes dans la solution et la température du milieu.

#### II.3.4. Cendres

Les valeurs des cendres trouvées pour les extraits aqueux des gousses et des pulpes de caroube à 20°C sont illustrées par la figure( 06) .



**Figure 06** : Valeurs des cendres d'extrait aqueux de caroube

Les teneurs en cendres de ces extraits aqueux sont très proches avec une légère augmentation enregistrée pour l'échantillon TG avec une valeur de 0,216 puis RG=0,172 et BP= 0,156.

Les taux les plus faibles sont obtenus avec l'extrait aqueux RP= 0,136 et même valeur pour BG=0,119 TP=0,12.

D'après Bezzala(2005), cette légère variation peut être due à la provenance géographique des échantillons, notamment les conditions climatiques et les caractères édaphiques des sols.

Selon Mathieu(1998), le chauffage provoque la destruction de la matière organique : des matières grasses, des protéines, des vitamines et d'autre constituant se combinent pour donner les substances minérales, la minéralisation et la formation de corps minéraux à partir de molécules organiques.

#### II.4.Criblage phytochimiques

D'après les résultats trouvés, nous remarquons que l'ensemble d'extraits aqueux analysés ont présenté une variabilité une matière des molécules photochimique.

La moitié des molécules phytochimiques analysée (glucide moliche , sucre hexose cobal, test de chlorure, tanins, xanthoprptéine, glycosides cardiaques, flavonoïdes, mucilages, saponines, protéines contenant du soufre, triterpénoides ,sucre réducteur test de Fehling ) .les teste + sur différents extrait aqueux jugée comme positifs dont les autres sont déclarée comme négatifs ( Quinon libres, coumarine, monosaccharide test bar foed, anthocyanes ,acide aminé , protéines test général du biuret , anthracénique libres, protéine tyrosine-tryptophane – xanthoprptéine, alcaloïdes Mayer, alcaloïdes Wagner, test pour les sucres non réducteur).

Trois molécules phytochimique (test de gélatines, huiles essentielles, alcaloïde bouchardât test + et -) ont présenté variation concernant leur présence et absence dans les extrait aqueux dans les trois sites biogéographiques.

En général la présence des familles chimique détectées pour la Vandulastoechas dans notre étude est confirmée par les travaux de Baptisa et al concernant les flavonoïdes, par Ezzoubi et al pour les tanins, les flavonoïdes et les terpènes et e Jeffrey et la pour les flavonoïdes, ces résultats sont comparables à ceux obtenus dans les études sur la vandulaofficinalis par shafaghat et la qui ont confirmé la présence de tanins, flavonoïdes.

L'étude phytochimique réalisée pour cette plante a montré des résultats qui sont confirmés sans par les auteurs, à savoir la présence de certaines familles chimiques ; considérant qu'au niveau de plusieurs géographiques ; des paramètres physicochimiques ou biologiques tels que, la différence du lieu de récolte incluant l'environnement de la plante ou l'aspect génétique entre les plantes ou des mutations au niveau des gènes pour une adaptation génétique.

**Tableau 2** : Les résultats du criblage phytochimique des extraits aqueux de gousses et pulpe de caroube

| Test                      | Poudre | Résultat |
|---------------------------|--------|----------|
| CARBOHYDRATES<br>(MOLISH) | PB     | +        |
|                           | GB     | +        |
|                           | PR     | +        |
|                           | GR     | +        |
|                           | PT     | +        |
|                           | GT     | +        |
| GELATINE TEST             | PB     | -        |
|                           | GB     | -        |
|                           | PR     | +        |
|                           | GR     | +        |
|                           | PT     | +        |
|                           | GT     | -        |
| HUILES<br>ESSENTIELLES    | PB     | -        |
|                           | GB     | -        |
|                           | PR     | +        |
|                           | GR     | +        |
|                           | PT     | -        |
|                           | GT     | -        |
| COUMARINE                 | PB     | -        |
|                           | GB     | -        |
|                           | PR     | -        |
|                           | GR     | -        |
|                           | PT     | -        |
|                           | GT     | -        |
| QUINONS LIBRES            | PB     | -        |
|                           | GB     | -        |
|                           | PR     | -        |
|                           | GR     | -        |
|                           | PT     | -        |
|                           | GT     | -        |

| Test  | Poudre | Résultat |
|---|--------|----------|
| HEXOSE SUGAR<br>(COBALT-<br>CHLORIDE<br>TEST) | PB     | +        |
|   | GB     | +        |
|   | PR     | +        |
|   | GR     | +        |
|   | PT     | +        |
|   | GT     | +        |
| MONOSACHARIDE<br>(Barfoed's test )            | PB     | -        |
|   | GB     | -        |
|   | PR     | -        |
|   | GR     | -        |
|   | PT     | -        |
|   | GT     | -        |
| TANINS  | PB     | VERT     |
|   | GB     | VERT     |
|   | PR     | BLEU     |
|   | GR     | BLEU     |
|   | PT     | BLEU     |
|   | GT     | VERT     |
| ALKALOUIDE<br>(BOUCHARDAT)                    | PB     | -        |
|   | GB     | +        |
|   | PR     | +        |
|   | GR     | -        |
|   | PT     | +        |
|   | GT     | +        |
| XANTHOPROTHEIN                                | PB     | +        |
|   | GB     | +        |
|   | PR     | +        |

|  |    |   |
|--|----|---|
|  | GR | + |
|  | PT | + |
|  | GT | + |

| Test                            | Poudre | Résultat |
|---------------------------------|--------|----------|
| GLYCO<br>SIDES<br>CARDI<br>AQUE | PB     | +        |
|                                 | GB     | +        |
|                                 | PR     | +        |
|                                 | GR     | +        |
|                                 | PT     | +        |
|                                 | GT     | +        |
| FLAVONOID<br>ES                 | PB     | +        |
|                                 | GB     | +        |
|                                 | PR     | +        |
|                                 | GR     | +        |
|                                 | PT     | +        |
|                                 | GT     | +        |
| MUCILAGES                       | PB     | +        |
|                                 | GB     | +        |
|                                 | PR     | +        |
|                                 | GR     | +        |
|                                 | PT     | +        |
|                                 | GT     | +        |
| ANTHOCYA<br>NES                 | PB     | -        |
|                                 | GB     | -        |
|                                 | PR     | -        |
|                                 | GR     | -        |
|                                 | PT     | -        |

---

|             |    |   |
|-------------|----|---|
|             | GT | - |
| ACIDE AMINE | PB | - |
|             | GB | - |
|             | PR | - |
|             | GR | - |
|             | PT | - |
|             | GT | - |

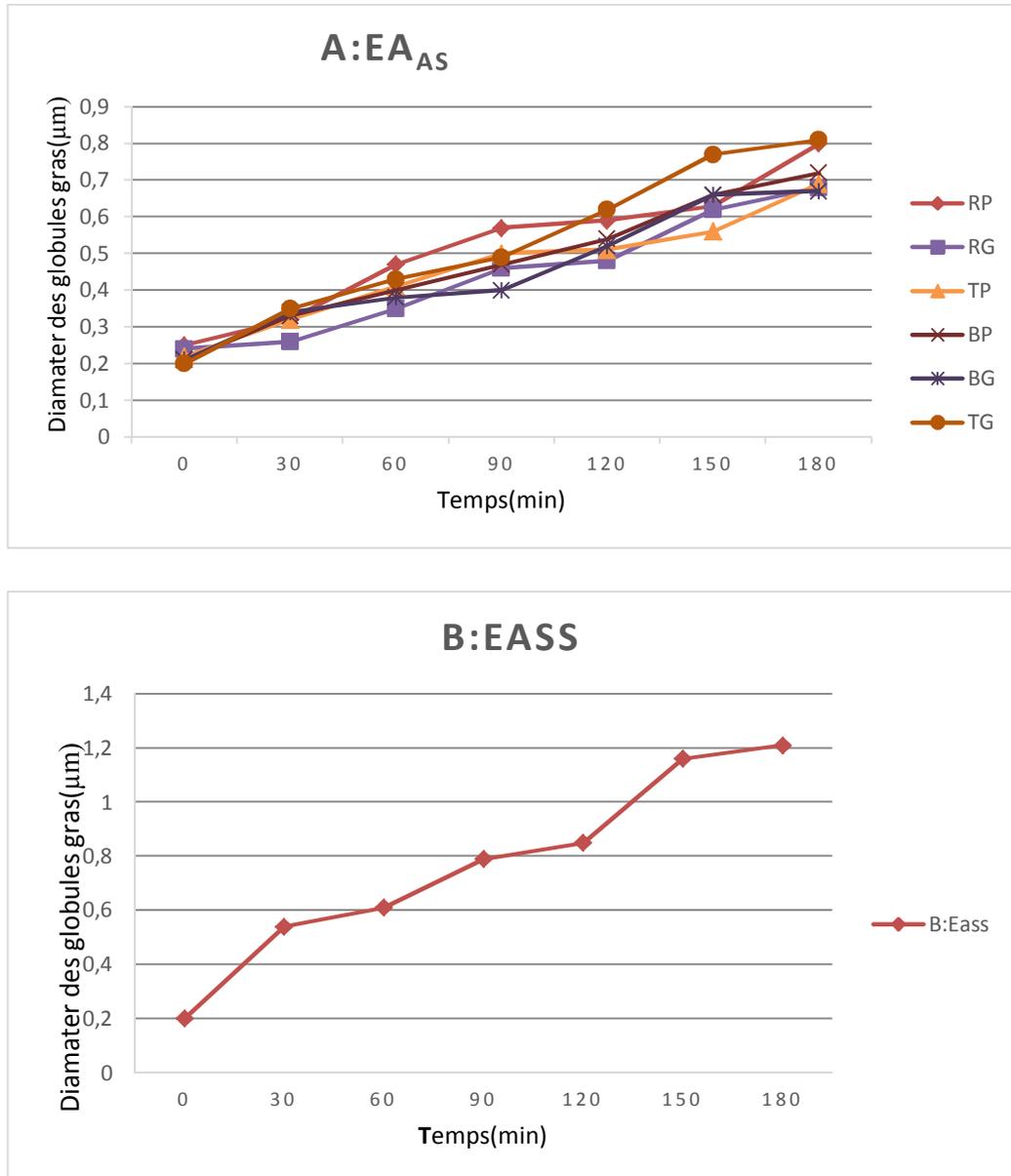
| Test                                     | Poudre | Résultats |
|--|--------|-----------|
| SAPONINES                                | PB     | +         |
|  | GB     | +         |
|  | PR     | +         |
|  | GR     | +         |
|  | PT     | +         |
|  | GT     | +         |
| PROTEINES<br>(BIURET<br>GENEREL<br>TEST) | PB     | -         |
|  | GB     | -         |
|  | PR     | -         |
|  | GR     | -         |
|  | PT     | -         |
|  | GT     | -         |
| PROTEINES<br>(CONTANIN<br>GSULPHUR)      | PB     | +         |
|  | GB     | +         |
|  | PR     | +         |
|  | GR     | +         |
|  | PT     | +         |
|  | GT     | +         |
| TRITERPENOIDES                           | PB     | +         |
|  | GB     | +         |
|  | PR     | +         |
|  | GR     | +         |
|  | PT     | +         |
|  | GT     | +         |

| Test                                  | Poudre | Résultat |
|---------------------------------------|--------|----------|
| SUCRE<br>REDUCTEUR<br>(Fehling'stest) | PB     | +        |
|                                       | GB     | +        |
|                                       | PR     | +        |
|                                       | GR     | +        |
|                                       | PT     | +        |
|                                       | GT     | +        |
| ALKALOIDES<br>(MAYER)                 | PB     | -        |
|                                       | GB     | -        |
|                                       | PR     | -        |
|                                       | GR     | -        |
|                                       | PT     | -        |
|                                       | GT     | -        |
| ALKALOIDES<br>(WAGNER)                | PB     | -        |
|                                       | GB     | -        |
|                                       | PR     | -        |
|                                       | GR     | -        |
|                                       | PT     | -        |
|                                       | GT     | -        |
| TESTS FOR NON<br>REDUCING<br>SUGARS   | PB     | -        |
|                                       | GB     | -        |
|                                       | PR     | -        |
|                                       | GR     | -        |
|                                       | PT     | -        |
|                                       | GT     | -        |

## II.5. Etude des émulsions

### II.5.1. Diamètre moyen de globules gras

La figure 7 indique la cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions au cours du temps.



**Figure 07 :** Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions À base d'extraits aqueux de la caroube avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au cours de temps.

Les émulsions qui ont enregistré des valeurs inférieures et légèrement stables au cours du temps sont celles formées à partir de :

L'extrait aqueux Décoction (EADAs) avec un diamètre varie du 0,2 à 0,8 $\mu$

- Extrait aqueux RP varie du 0,50 à 0,8 $\mu$ m
- Extrait aqueux RG varie du 0,50 à 0,7 $\mu$ m
- Extrait aqueux TP varie du 0,2 à 0,7 $\mu$ m
- L'extrait aqueux Macération (EAMAs) avec un diamètre varie du 0,2 à 0,8 $\mu$ m
- Extrait aqueux BP varie du 0,2 à 0,7 $\mu$ m
- Extrait aqueux BG varie du 0,2 à 0,65 $\mu$ m
- Extrait aqueux TG varie du 0,2 à 0,8  $\mu$ m

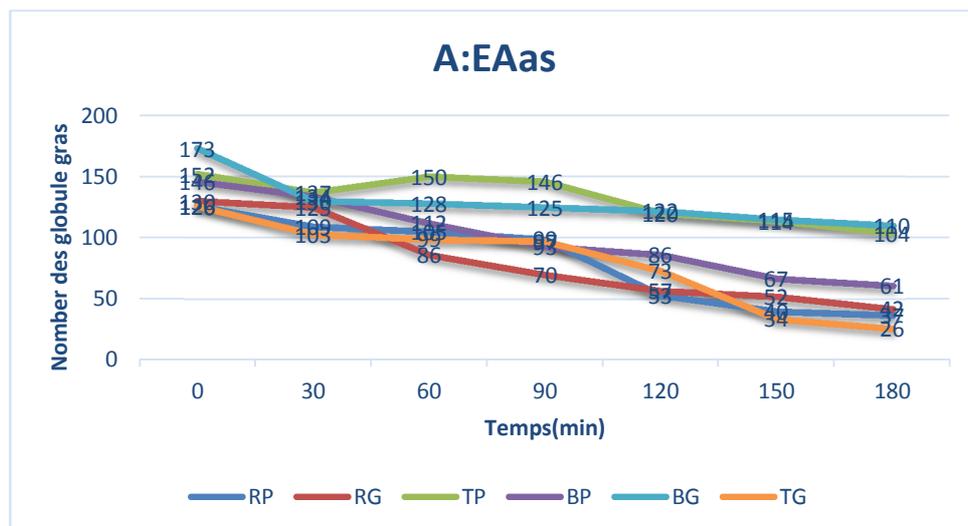
L'extrait aqueux sans stabilisant avec un diamètre varie du 0,2 à 1,2  $\mu$ m

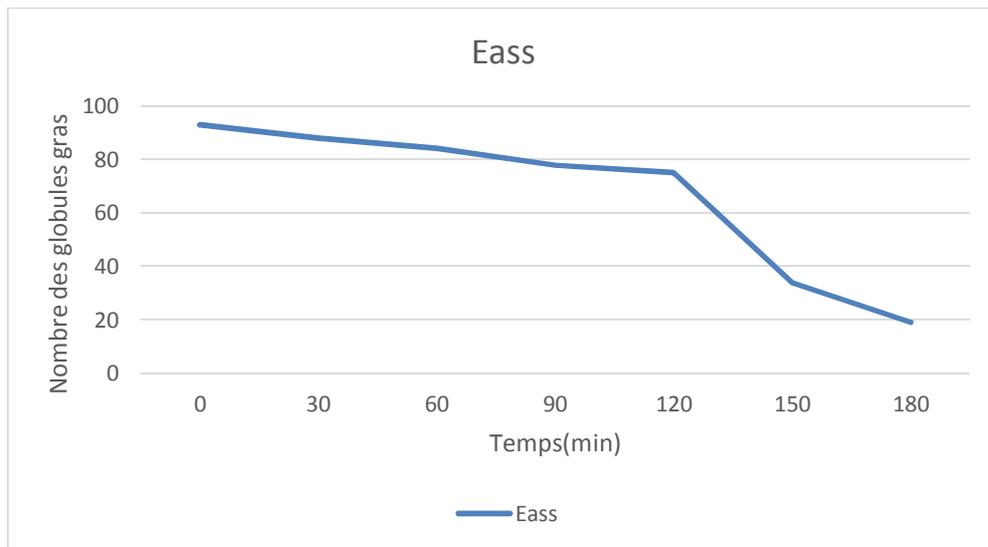
Ces résultats sont identiques avec les données de Cheftel (1985), qui indique que le diamètre des gouttelettes des globules gras dispersées est compris entre 0.1 à 50  $\mu$ m.

Selon Dickinson (1998), la gélification des protéines favorise la formation d'un film rigide autour des gouttelettes et par conséquent favorisent la stabilité des émulsions, on rappelle que l'émulsion est préparée à partir de l'extrait aqueux à haut viscosité, et selon Maude (2000) cette viscosité permet de ralentir la remontée de la matière grasse à la surface d'émulsion.

### II.5.2. Nombre des globules gras

La figure(08) Indique la cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions au cours de temps.





**Figure 08 :** Cinétique du nombre des globules gras des émulsions à base d'extrait aqueux de caroube avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au cours de temps

Les émulsions qui ont des valeurs du nombre moyen des globules gras supérieures et décroissantes au cours du temps sont celles préparées à partir de :

L'extrait aqueux décoction (EADas) avec un nombre varie du 152 à 37

- Extrait aqueux RP avec un nombre varie du 126 à 37
- Extrait aqueux RG avec un nombre varie du 130 à 42
- Extrait aqueux TP avec un nombre varie du 152 à 104

L'extrait aqueux macération (EAMas) avec un nombre varie du 173 à 26

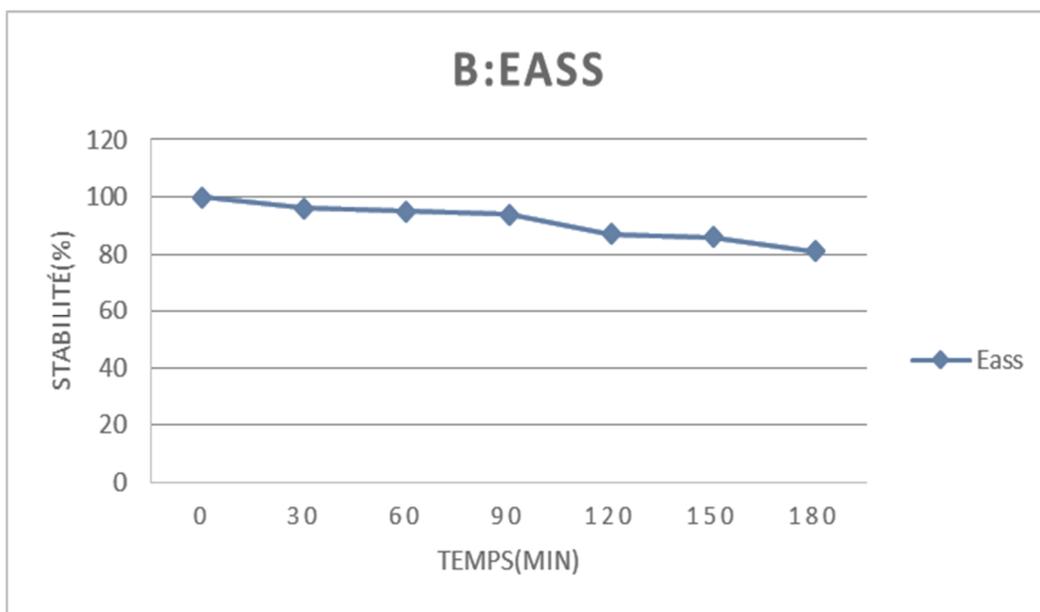
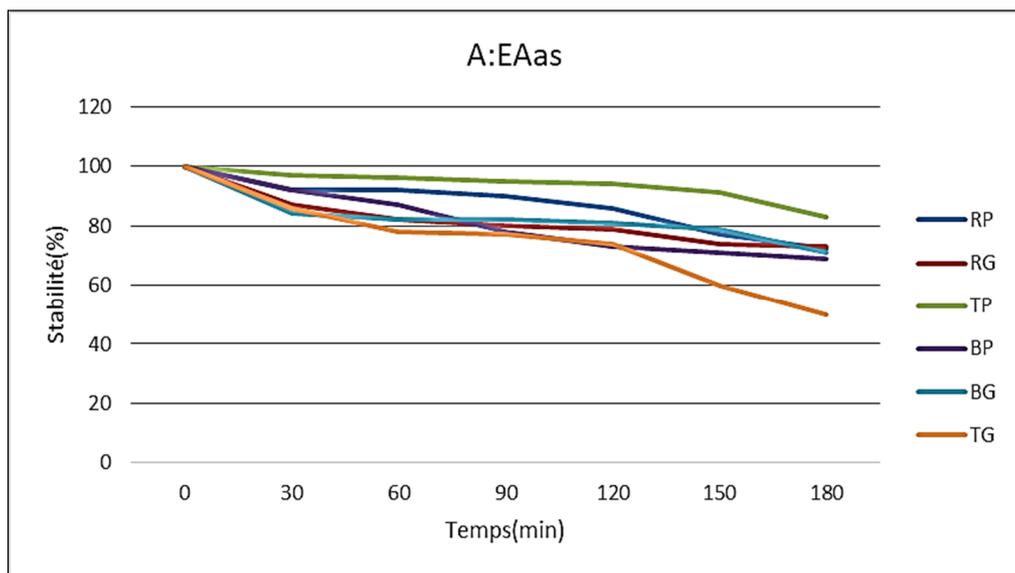
- Extrait aqueux BP avec un nombre varie du 146 à 61
- Extrait aqueux BG avec un nombre varie du 173 à 110
- Extrait aqueux TG avec un nombre varie du 126 à 26

L'extrait aqueux sans stabilisant avec un nombre varie du 93 à 19.

D'après Cheftel (1985), cette diminution est due principalement aux trois phénomènes: le crémage, la floculation et la coalescence

### II.5.3. Stabilité

Les figures (09) : montrent la cinétique de la stabilité de différentes émulsions en fonction du temps :



**Figure 09 :** Cinétique de stabilité des émulsions à base d'extrait aqueux de caroube

Avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au cours de temps.

Nous constatons que les différentes allures de la stabilité ont une tendance à se diminuer au cours du temps.

Parmi les émulsions qui ont révélé des bonnes stabilités au cours du temps sont celles formées à base de :

L'extrait aqueux décoction (EAD as) avec une stabilité varie du 100 à 72 %

- Extrait aqueux RP avec une stabilité varie du 100 à 72 %
- Extrait aqueux RG avec une stabilité varie du 100 à 73%

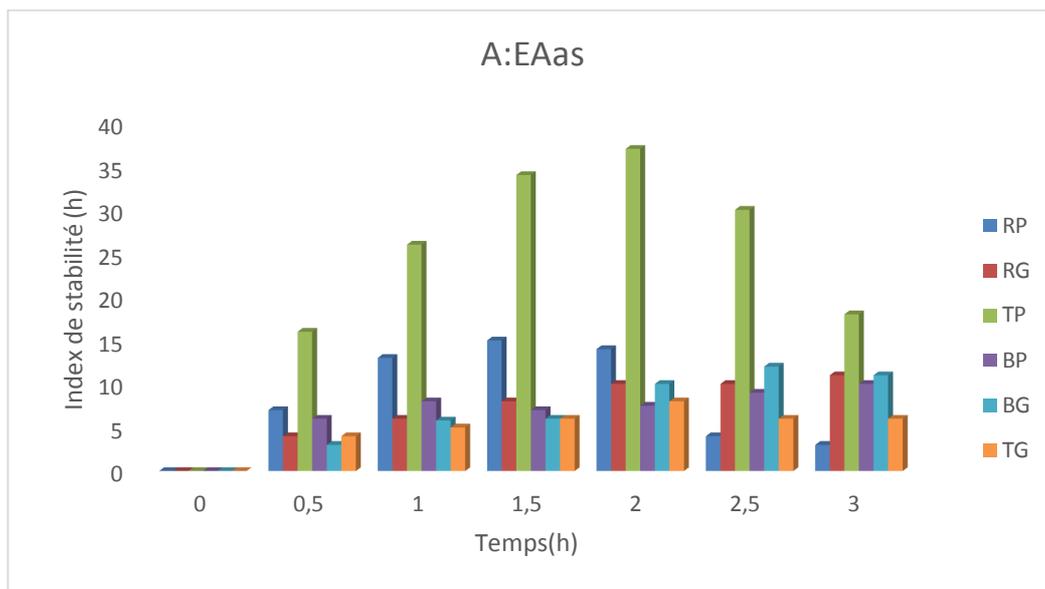
- Extrait aqueux TP avec une stabilité varie du 100 à 83%
- L'extrait aqueux macération (EAM as) avec une stabilité varie du 100 à 50 %
- Extrait aqueux BP avec une stabilité varie du 100 à 69%
- Extrait aqueux BG avec une stabilité varie du 100 à 71%
- Extrait aqueux TG avec une stabilité varie du 100 à 50%

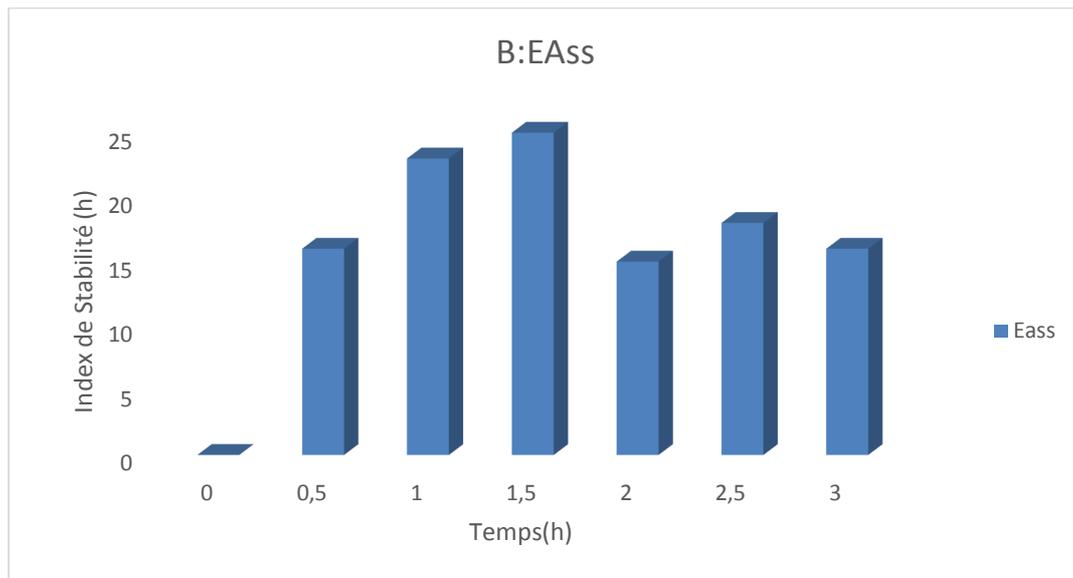
L'extrait aqueux (EA ss) avec une stabilité varie du 100 à 80%

Les émulsifiants se distinguent de stabilisants ne peuvent seul permettent la création d'une émulsion, certaines composé comme les protéines prouvent jouer à la fois le rôle d'émulsifiant en effet les protéines, composé amphiphile qui présente une partie hydrophobe et hydrophile (Serdzinski, 2010).

#### II.5.4. Index de stabilité

La figure (10) : montré la cinétique de l'index de stabilité de différentes émulsions en fonction du temps :





**Figure 10** : Cinétique de l'index de stabilité des émulsions à base d'extrait aqueux de la caroube avec stabilisant (A) et sans stabilisant (B) au cours de temps.

Les émulsions qui ont marqué des longues durées de stabilité au cours du temps sont celles confectionnées à base de :

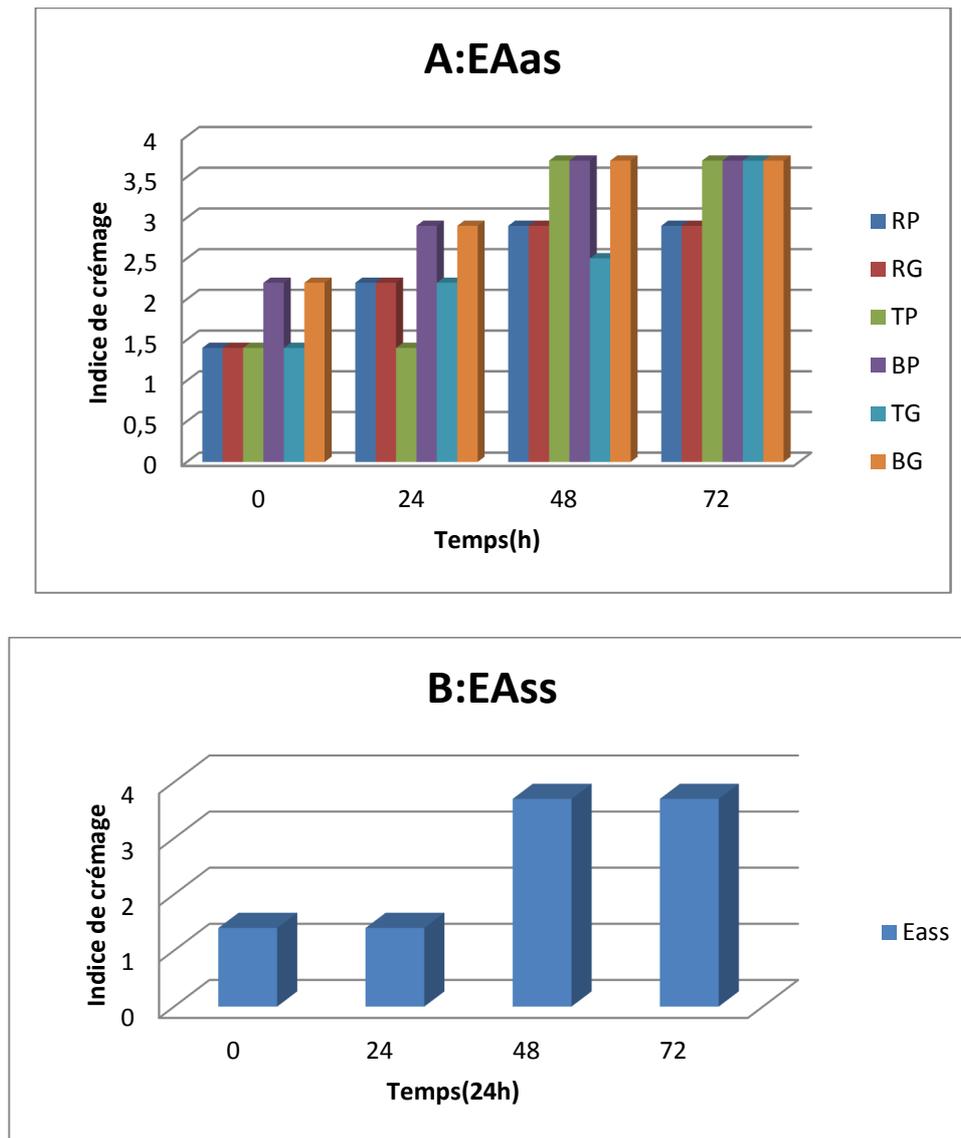
- L'extrait aqueux décoction (EAD as), avec l'index de stabilité égale à 37 après 2h
- L'extrait aqueux macération (EAM as), avec l'index de stabilité égale à 12 après 2,5 h
- L'extrait aqueux (EA ss), avec index de stabilité à 25 après 1,5 h

Selon Mathieu (1998), la déstabilisation des solutions est due à une rupture d'équilibre entre force attractive due aux différents paramètres du milieu (PH, force ionique et température).

D'après Xalabarder (1994), l'index de stabilité dépend de l'huile utilisée, et du milieu stabilisant.

### II.5.5 .Indice de crémage

La figure 11 : montre la cinétique de l'indice de crémage de différentes émulsions en fonction du temps.



**Figure 11** : Cinétique de l'indice de crémage des émulsions à base d'extrait aqueux de caroube avec stabilisant(A) et sans stabilisant (B) au cours du temps.

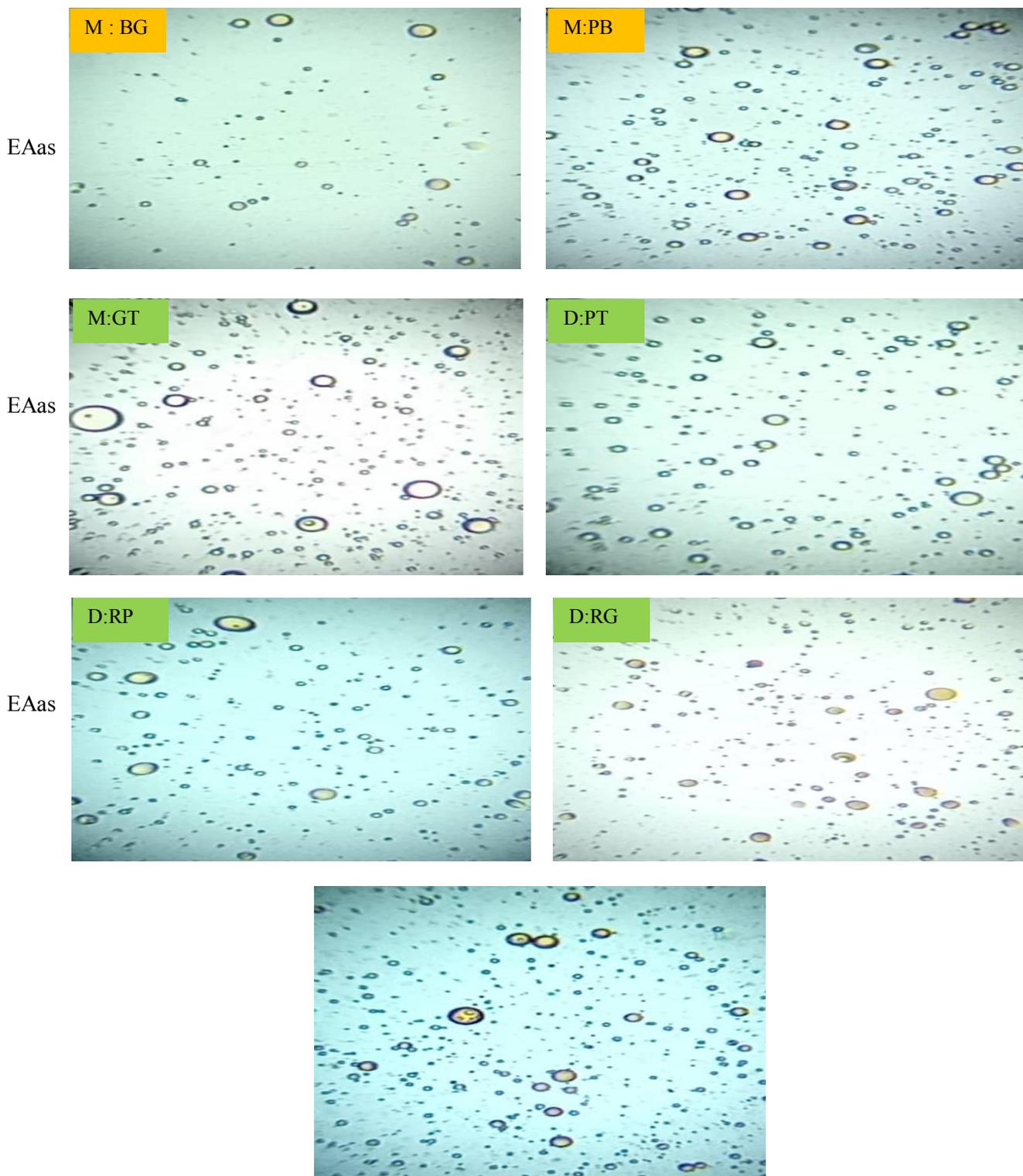
D'après les figures (11), nous constatons que les allures de l'indice de crémage des émulsions étudiées ont été caractérisées par une stabilité dans le temps. L'aspect macroscopique de l'indice de crémage

La variation dans les résultats de l'indice de crémage pour les émulsions H/E revient à la viscosité de la phase dispersante, la température du mélange et la concentration de l'agent stabilisant (Sean et al 2004). Le phénomène de crémage ou sédimentation dans une phase H/E est dû à la migration des gouttelettes de la phase dispersée vers le haut tandis que la phase dispersante se sédimente vers le bas, ce mécanisme peut être expliqué par la différence de densité entre les deux phases ainsi que de la pesanteur (Sean et al 2004).

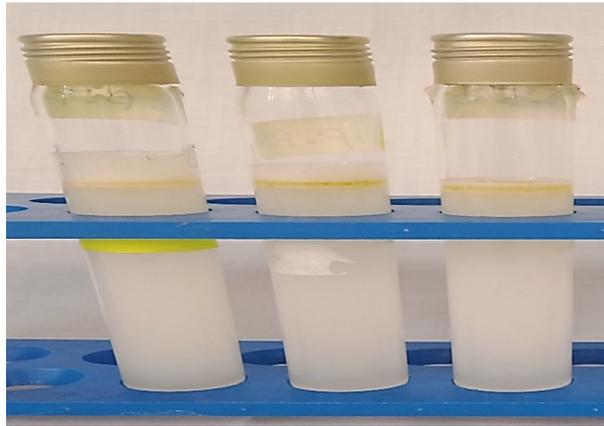
**II.6.Prise des photos**

Photos (Gr x10)

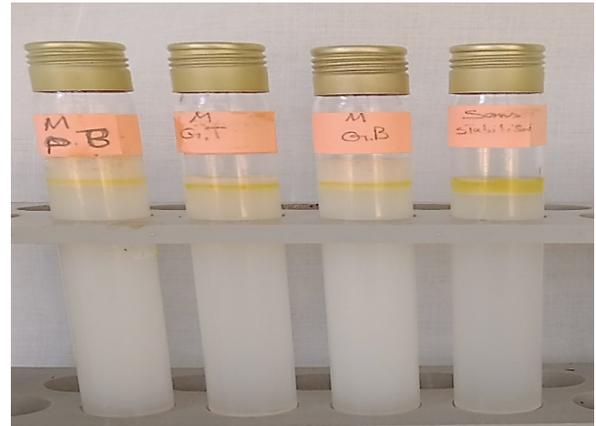
Photo à  $t_0$



**Tableau 03** aspect microscopique des émulsions à base d'extraits arques  
(EAD), (EAM) et (EAss)



RG                  RP                  TP  
**Décoction à  $t_0$**



BP                  TG                  BG                  SS  
**Macération à  $t_0$**



## *Conclusion*

---

## Conclusion

---

La présente étude a fait sortir des résultats intéressants sur divers plans : les paramètres morphobiométriques des gousses de caroubes, l'extraction aqueuse des farines des gousses entières et des pulpes ; leur criblage phytochimique, analyse physicochimique et leur propriétés stabilisantes.

Les résultats ont montré que les caractéristiques morphobiométriques moyennes des caroubes mesurées à savoir :

Longueur, largeur, poids des gousses, nombre des graines, épaisseur, volume et poids total des graines ; ce sont des paramètres liés aux divers facteurs à savoir : Variété, climat, site biogéographique, alimentation, altitude, conditions édaphiques (sol), stade de récolte, organe récolté, technique d'analyse... etc.

En revanche ; nous avons constaté que le criblage phytochimique des extraits aqueux de caroubes a mis en évidence une richesse en métabolites secondaires tels que les flavonoïdes, les mucilages, les protéines sulfurées, les glucides, les hexoses, les sucres réducteurs, les glycosides cardiaques, les triterpénoides et les saponines ; ces indicateurs varient fortement de la technique appliquée et de la richesse ou non des extraits aqueux en molécules phytochimiques.

Les paramètres physiques (pH, conductivité électrique et densité) des extraits aqueux dépendent de leur composition chimique, charge minérale et de la température dont celui extrait par macération de gousses de Boumerdes est légèrement neutre (pH=6,08) et celui extrait par décoction de pulpes de Tissemsilt est fortement minéralisé (conductivité électrique=4,6mS/cm) par rapport aux autres extraits ; or nous avons enregistré des valeurs fortement similaires de leur densité dont la valeur supérieure(1,046) a été marquée pour celui obtenu à partir des farine des pulpes de Tissemsilt par décoction.

Comparativement aux autres extraits aqueux ; nous avons constaté ainsi que la valeur supérieure des cendres (0,21%) a été trouvée pour celui préparé à partir des partir des farines des gousses de Tissemsilt par macération.

Les conditions opératoires d'émulsification et les techniques choisis pour l'évaluation des propriétés stabilisantes des extraits aqueux des farines des caroubes ont influencé sur les résultats obtenus ; dont nous avons soulevé que les meilleurs indices de la stabilité ont été enregistrés par l'émulsion préparée à base de l'huile

## **Conclusion**

---

d'olive vierge, extrait aqueux décocté des farines des pulpes de Relizane avec Tween80 comme agent émulsifiant dont sa stabilité mesurée varie du 100 à 72 % du 0,5 à 0,8  $\mu\text{m}$  pour le diamètre moyen des globules gras, du 126 à 37 pour le nombre moyen des globules gras et du 1,4 à 2,9 % pour l'indice de crémage.



## *Références bibliographiques*

---

## Références bibliographiques

---

1. **Ait CHITT, M. Belmir, et A. Lazrak**, Production des plantes sélectionnées et greffées du caroubier, Transfert de technologie en Agriculture, N°153, IAV Rabat, pp.1-4,2007.
2. **AMELLAL H., 2008**. Aptitudes technologiques de quelques variétés communes de dattes : formulation d'un yaourt naturellement, sucré et aromatisé. Thèses de doctorat en Technologie Alimentaire Université M'hamed Bougara. Boumerdes
3. **AOAC, 2000** : Official Méthodes of Analytics 17° Ed. Gaithersburg U.S.A
4. **AOAC2002** : Official Methods of Analytics 17° Ed. Gaithersburg U.S.A
5. **BATLLE, MH, Rejeb1991, Aitt chitt, 2007** Carob tree *Ceratonia Siliqua* L Promoting the Conservation and Use of Underutilized and Neglected crops 17, Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research Gatersleben/International Plant Genetic Resources Institute, Rome, Italy
6. **BATLLE, J. Tous**, Carob tree (*Ceratonia siliqua* L), Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops .17. Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Gatersleben/International Plant Genetic Resources Institute, Rome, 1-79,1997
7. **BASTON O.(2016)** .Production and analysis of *Ceratonia siliqua* L.powders. *Annals. Food Science and Technology*.17(1) :1-5.
8. **BOUZOUITA N., A.Khaldi, S.Zgoulli, L.Chebil, R.Chekki, MM.Chaabouni and P.TH4ONART,(2007)**, The analysis of crude and purified locust bean gum : A comparison of samplesvfrom different carob tree populations in Tunisia *Food Chemistry*. 101 :1508-1515.
9. **BERN4ARD. A-S et al 2012**. *Technique expérimentales en chimie*. DUNOD.Paris 166p.
10. **BI4DIE A. Guessan B., Yapo A-F. Guessan J-D.Djaman A-J.2011**. Activités antioxydantes de dix plantes médicinales de la pharmacopée ivoirienne, *Sciences et Nature*, 8 :1-11
11. **BOUDIER J.F.Luquet F.M.(1989)**. Utilisation des lactosérums en alimentation humaine et animale. N°21, LABCODRA, FNSIA, Douai, 1-113
12. **CORREIA P. & Martins-Loucao M. (2005)**. The use of macronutriments and water in marginal Mediterranean areas the case of carob tree. *Field Crops Res*, 91 ,1 Cowan MM(1999) Plant products as antimicrobial agents. *Clin Miciob Rev*
13. **CALIXTO et Canellas, 1982.Sandolo et al 2007** : Components of nutritional interest in carob pods *Ceratonia siliqua* .*Journal of the Science of Food and Agriculture* 33,1319—1323.

## Références bibliographiques

---

14. **CENDRES, A.2011.Procédé** novateur d'extraction de jus de fruit par mic ro-onde : variabilité de fabrication et qualité nutritionnelle de jus , thèse Doctorat.Université d'Avignon et des pays de Vaucluse.137
15. **CHEFTEL 1985** . Caractères des émulsions.Edit, lavoisier paris pp30-40
16. **CHEFTEL JC, Cuq JI, Lorient D, 1985**.Protéines alimentaires, biochimie, Ed Tec et Doc.pp70-79,308p
17. **GEOFFREY, C.P.2011.Food Science and technology** .Ed.John Wiley ans Son .USA520.
18. **HADDARAH**, Morphological and chemical variability of Lebanese carob varieties, European Scientific Journal, 9(18) ,353-369
19. **HARBORNE 1998** : Flavonoides and the evolution of the Angiosperms Biochem. Syst. Ecol, 5(1) ,7-22p
20. **LYDIE.C, Grégory, .L.2013** : Method seconde physique-chimie.376p
21. **MATHIEU1998**. Initiation à la physicochimie du lait .Ed et Doc.Lavoisier, Paris.220
22. **MAUDE A,, 2000**.Etude des propriétés émulsifiantes d'un complexe de protéines de lactosérum et de carboxyméthyl cellulose.Centre STELA,pp6-7.
23. **N.GHARINT**, Caractérisation et essai de régénération in vivo du caroubier (*Ceratonia siliqua* L) originaire de la province de chefchaouen (Nord-ouest du Maroc).Thèse de Doctorat en science .Université Abdelmalek Essaadi.Tanger.2003.
24. **NIELSEN, S.S.2010** : Food Analysis.4thEd.Springer.USA.602p
25. **ORPHANOS et Papaconstantinou, 1969, Ayaz et al 2007, Lipumbu, 2008**. The carob varieties of Cyprus. Tech Bull 5, Cyprus Agricultural Research Institute.Ministry of Agriculture and Natural Resources, Nicosia
26. **OWEN R.W., Haubner R., Hull W.E.Erben G. Spiegelhalder B., Bartsch H., Haber B., (2003)**. Isolation and structure elucidation of the major individual polyphenols in carob fibre. Food Chem Toxicol.41 :1727-1738
27. **REJEB M, N, 1995.Ait chittM.2007** : Le caroubier en Tunisie : Situations et perspectives d'amélioration,in Quel avenir pour l'amélioration des plantes. Edit. AUPELF-UREF. John Libbey Eurotext Paris Pp : 79-85
28. **MN. Rejeb, D.Laffray, P.Louguet**,physiologie du caroubier(*Ceratonia siliqua* L) en Tunisie. In :Physiologie des arbres et arbustes en zones arides et semi-arides. Groupe d'Etude de l'Arbre,Paris,pp417426,1991
29. **REGNAULT J, 1992** : Agression et défense du corps humain.Décarie et Vigot, Québec.Paris p449

## Références bibliographiques

---

30. **SALGHI.R.2013** : Analyses physicochimiques l'analyses des denrées Alimentaires école nationale des sciences appliquées d'Agadir.15p.
31. **SRDZINSKI 2010**.Additifs et adjuvants alimentaires, pp50
32. **SONI,A, Sosa,S. ,2013**.Phytochemical analysis and free radcal scavenging potebtial of herbal and medicinnal plant extracts, Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry,2013,2,22-29
33. **SEAN A ., Hogan Brien F., Mc Namee E., O'Riordan D., O'Sullivan M(2004)**. Stabilisation of emulsion by cod protein extracts, J. Agric. Food Chem,52(12)
34. **TOUMAIRE et Drapron1987** : Activité de la lipase en milieu eau-glycérol et eau-glycérol, science des aliments N°7.50
35. **VELSSEYRE.R.1975**.Technologie de lait .3éme édition.La maison Rustique.Paris .698p
36. **XALABARDER R.1994**.Les émulsifiants in Actualité technique et industrielle. JIAA. Paris. Pp :561-562



## Annexes

---

## ANNEXES 1

▮ Caractérisation morphologique des gousses de caroube.

| Paramètre<br>Région | Longueur (cm) | Largeur (cm) | Epaisseur<br>(cm) | Poids (g) | Volume<br>(ml) |
|---------------------|---------------|--------------|-------------------|-----------|----------------|
| G. boumerdés        | 12.4          | 1.35         | 0.71              | 15.42     | 14             |
| G. Tissemsilt       | 12.075        | 1.385        | 0.655             | 12.27     | 12             |
| G. Relizane         | 12.66         | 1.15         | 0.455             | 10.33     | 9              |

## ANNEXES 2

▮ Sélection extrait aqueux.

| Technique<br>Poudre                  | Macération    |       |      |      |      |       |                      |        |        |        |        |        |
|--------------------------------------|---------------|-------|------|------|------|-------|----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                                      | GB            | PB    | GR   | PR   | GT   | PT    | GB                   | PB     | GR     | PR     | GT     | PT     |
| Valeur<br>P(g)/<br>Eau Distillé (ml) | Degré de Brix |       |      |      |      |       | Indice de réfraction |        |        |        |        |        |
| EA 1 - 10                            | 6             | 5     | 3.75 | 4    | 4.25 | 6.25  | 1.3420               | 1.3415 | 1.3385 | 1.3388 | 1.3393 | 1.3422 |
| EA 1 - 20                            | 2.75          | 3.24  | 2    | 2.25 | 2.60 | 2.50  | 1.3370               | 1.3376 | 1.3360 | 1.3364 | 1.3368 | 1.3367 |
| EA 5 - 10                            | /             | /     | /    | /    | /    | /     | /                    | /      | /      | /      | /      | /      |
| EA 6.25-25                           | 8.60          | 11.25 | /    | 4.25 | 4.75 | 10.25 | 1.3458               | 1.3499 | /      | 1.3392 | 1.3395 | 1.3482 |

| Technique<br>Poudre                  | Décoction     |      |      |      |    |       |                      |        |        |        |        |        |
|--------------------------------------|---------------|------|------|------|----|-------|----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                                      | GB            | PB   | GR   | PR   | GT | PT    | GB                   | PB     | GR     | PR     | GT     | PT     |
| Valeur<br>P(g)/<br>Eau Distillé (ml) | Degré de Brix |      |      |      |    |       | Indice de réfraction |        |        |        |        |        |
| EA 1 - 10                            | /             | 8.25 | 5.25 | 5.97 | /  | /     | /                    | 1.3452 | 1.3407 | 1.3416 | /      | /      |
| EA 1 - 20                            | 4.25          | 3.60 | 3.10 | 3.40 | 3  | 4     | 1.3392               | 1.3384 | 1.3375 | 1.3379 | 1.3375 | 1.3389 |
| EA 5 - 10                            | /             | /    | /    | /    | /  | /     | /                    | /      | /      | /      | /      | /      |
| EA 6.25-25                           | /             | /    | /    | /    | /  | 10.49 | /                    | /      | /      | /      | /      | 1.3485 |