

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun –Tiaret–

Faculté Sciences de la Nature et de la Vie

Département de Nutrition et Technologie Agro-alimentaire



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences Alimentaires

Spécialité : Agro-alimentaire et Contrôle de Qualité

Présenté par :

- SEDDIKI Wafa

- TRARI Radhia Asma

Thème

**Evaluation des propriétés émulsifiantes
et stabilisantes des extraits aqueux de
la caroube**

Soutenu publiquement le

Jury:

Grade

Président: MILIANI A

MCB

Encadrant: ACEM K

Pr

Examineur : FETOUHI B

MCA

Année universitaire 2022-2023

Remerciements

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

Nos reconnaissances vont tout d'abord au **Pr ACEM**. Qui nous a honoré en acceptant de diriger ce travail, pour son encadrement rigoureux et méthodique et les compétences dont il nous fait bénéficier au long de toutes nos études. Nous lui adresse également nos gratitude pour son aide précieuse et d'avoir été là pour nous, par ses conseils fructueux, son soutien continu et ses encouragements permanents. Merci de nous avoir guidés avec patience et d'avoir consacré autant d'heures pour les corrections de ce manuscrit

Nous exprimons nos estimations et nos remerciements aux membres de jury **Dr MILIANI** et **Dr FETOUHI** qui ont pris sur leur temps et ont bien voulu accepté de juger ce modeste travail.

Un grand merci aux ingénieures de laboratoire, pour leurs aides et leurs soutiens.

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

Dédicace

À l'aide de DIEU, le Tout-Puissant

Je dédie ce travail à mes très chers parents. Je les remercie pour leurs sacrifices, leur patience, leur soutien, l'aide et les encouragements qui m'ont apporté durant cursus .Sans eux, je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

Mes frères : Sidahmed, Oussama, Abd El Madjid pour leur soutien.

Mon oncle et ma tante, pour leurs conseils, leur orientation et leur soutien continu.

Mes chers amis : Nabila, Maroua, Imen.

Mon cher binôme Radia merci pour tous les moments qu'on a passé ensemble, merci de m'avoir soutenu pendant cette année.

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

Wafa

Dédicace

Nous tenons à remercier premièrement dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il nous données durent toutes ces longue années d'études.

*On pense tout particulièrement a notre encadrant **M. ACEM Kamel** qui nous a transmis curiosité scientifique de nous avoir prodiguée d'utiles conseils qui nous ont grandement aidés dans la conduite de notre travail ses précieux conseils et l'intérêt qu'elle avait témoigne pour suivre ce travail, permettez-nous de vous exprimer ici l'expression de notre profonde reconnaissance.*

*Nous tenons à exprimer nos sincères remerciement a **Madame MILIANI** qui nous fait l'honneur de présider ce jury, et **M. FETOUHI** pour avoir accepté de juger ce travail que vous trouvez ici notre profond respect*

Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurais point te remercier comme il se doit, ton affection ma couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes cotes a été toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles

Maman

*A celui qui m'a fait une femme courageuse, forte, ma source de vie d'amour et d'affection à mon support qui était toujours à mes cotes pour me soutenir et m'encourager **Papa***

*A ma grande sœur **Ikram** pour l'amour qu'il ma réservé et l'encouragement, le soutien moral*

*A mon adorable petite sœur **Farah** qui sait toujours comment procurer la joie et le bonheur et pour tous les bons moments, le sourire.*

A tous les membres de ma grande famille, mes amis et mes tantes, mes cousins Mounir et Khalil,

*Sans oublie ma binôme **Wafa** au nom de l'amitié qui nous réunit, et au nom de nous souvenirs inoubliables et le soutien, t'as devenue ma sœur a tous ceux qui me sont chers.*

Radia Asma

TABLE DES MATIERES

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction.....1

Partie expérimentale

CHAPITRE I

Matériel et méthodes

I.1. Lieu et objectif du travail.....6

I.2. Matériel et produits utilisés.....6

I.2.1 Matière première6

I.2.2 Stabilisant.....7

I.3 Appareillage, verreries et produits chimiques utilisés.....7

I.3.1.Appareillage7

I.3.2.Verreries.....7

I.3.3.Produits chimiques8

I.3.4.Aures.....8

I.4.Methodes d'analyse.....9

I.4.1.Protocole expérimental9

I.4.2.Characterisation morphologique des gousses10

I.4.3.Preparation d'extrait aqueux10

I.4.3.1.Preparation d'extrait aqueux par macération.....	10
I.4.3.2.Preparation d'extrait aqueux par décoction.....	10
I.4.4.Selection d'extraits aqueux	10
I.4.5.Analyses physique	11
I.4.5.1.Indice de réfraction et degré de Brix.....	11
I.4.5.2.pH	11
I.4.5.3.Conductivite électrique	12
I.4.5.4.Densité	13
I.4.5.5.Cendres.....	13
I.4.6.Criblage phytochimique.....	15
I.4.6.1.Tanins.....	15
I.4.6.2.Saponines	15
I.4.6.3. Glycosides cardiaques.....	15
I.4.6.4. Anthocyanes	15
I.4.6.5. Flavonoïdes	15
I.4.6.6. Mucilages	15
I.4.6.7. Alcaloïdes.....	15
I.4.6.8. Protéines test de Biuret (test général)	16
I.4.6.9. Xanthoprotéine(pour les protéines contenant de la tyrosine ou du tryptophane)	16
I.4.6.10. Test pour les protéines contenant du soufre	16

I.4.6.11. Test de gélatine	16
I.4.6.12. Test pour les acides aminés.....	17
I.4.6.13. Huiles essentielles.....	17
I.4.6.14. Coumarines.....	17
I.4.6.15. Sucres réducteurs (Test de Fehling)	17
I.4.6.16. Test pour les triterpénoïdes (test de Salkowski)	17
I.4.7. Propriétés fonctionnelles.....	18
I.4.7.1. Pouvoir émulsifiant	18
I.4.7.1.1. Préparation des émulsions	18
I.4.7.1.2. Mesure de la stabilité	18
I.4.7.1.3. Paramètres microscopiques.....	19
I.4.7.1.3.1. Diamètre des globules gras.....	19
I.4.7.1.3.2. Nombre des globules gras	19
I.4.7.1.3.3. Prise de photos.....	20
I.4.7.1.4. Paramètre macroscopique	20
I.4.7.1.4.1. Indice de crémage	20
I.4.7.2. Pouvoir stabilisant	21
I.4.7.2.1. Préparation des émulsions	21
I.4.7.2.2. Caractérisation des émulsions.....	21
I.4.7.2.3. Stabilité.....	21
I.4.7.2.4. Diamètre des globules gras	21

I.4.7.2.5. Nombre des globules gras	22
I.4.7.2.6. Indice de crémage	23

Chapitre II

Résultats et discussion

II.1. Caractérisation morphobiométrique des gousses de caroube	24
II.2. Sélection d'extraits aqueux.....	27
II.3. Analyses physiques	27
II.3.1. Détermination du pH	27
II.3.2. Conductivité électrique	28
II.3.3. Densité	28
II.3.4. Détermination de la teneur en cendres	29
II.4. Criblage phytochimique	31
II.5. Etude des émulsions.....	36
II.5. Pouvoir émulsifiant	36
II.5.1. Stabilité	36
II.5.2. Paramètres microscopiques.....	38
II.5.2.1. Diamètre moyen de globules gras	38
II.5.2.2. Nombre des globules gras	40
II.5.2.3 Prise des photos	42
II.5.3. Aspect macroscopique	43
II.5.3.1. Indice de crémage	43

II.5.3.2. Prise des photos	44
II.6. Pouvoir stabilisant	47
II.6.1. Stabilité	47
II.6.2. Paramètres microscopiques	49
II.6.2.1. Diamètre moyen de globules gras	49
II.6.2.2. Nombre des globules gras	51
II.6.2.3. Prise des photos	53
II.6.3. Aspect macroscopique	54
II.6.3.1. Indice de crémage	54
II.6.3.2. Prise des photos	55
Conclusion	58
Références bibliographiques	60
Annexes	
Résumé	

LISTE DES FIGURES

Figure 01 : Broyeur BOMANN moulin professionnel.	6
Figure 02 : Schéma du protocole expérimental..	9
Figure 03 : Gousses de caroube des différentes régions.	24
Figure 04 : Caractérisation morphobiométrique des gousses de caroube.....	24
Figure 05 : Caractérisation morphobiométrique des graines de caroube	26
Figure 06 : Résultats du pH des différents échantillons	27
Figure07 : Valeurs des conductivités électriques d’extraits aqueux des différents échantillons de caroube	28
Figure 08 : Valeur de la densité d’extraits aqueux des différents échantillons de caroube.	29
Figure 09 : Valeurs de cendres d’extraits aqueux des différents échantillons de caroube	29
Figure 10 : Cinétique de la stabilité des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps	36
Figure 11 : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps	38
Figure 12 : Cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.....	40
Figure 13 : Cinétique de l’indice de crémage des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.....	43
Figure 14 : Aspect macroscopique des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) « EA-Ss »et avec stabilisant (b) « EA-As » au cours du temps	45
Figure 15 : Cinétique de la stabilité des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.....	47
Figure 16 : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.....	49

Figure 17 : Cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps51

Figure 18 : Cinétique de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps54

Figure 19: Aspect macroscopique des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) « EA-Ss » et avec stabilisant (b) « EA-As » au cours du temps56

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 01 : Composition des différents types émulsions préparées	18
Tableau 02 : Composition de l'émulsion préparée	21
Tableau 03 : Résultats de criblage phytochimique des extraits aqueux des caroubes étudiés.....	31
Tableau 04 : Aspects microscopiques des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre des caroubes	42
Tableau 05 : Aspects microscopiques des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre des caroubes	53

Liste des abréviations

As : Avec stabilisant

EA : Extrait aqueux

GMA : Gousse Mascara

GMI : Gousse Mila

PMA : Pulpe Mascara

PMI : Pulpe Mila

P : Poudre

Ss: Sans stabilisant

INTRODUCTION

Le caroubier, également connu sous le nom de « *Ceratonia siliqua* », est un arbre à feuilles persistantes originaire du bassin méditerranéen. Cette plante a une longue histoire qui remonte à l'Antiquité, où les Égyptiens utilisaient ses gousses comme unité de mesure pour l'or et l'argent.

Les Romains ont également utilisé les gousses de caroube comme aliment de base pour leurs soldats et ont même donné au caroubier son nom latin *Ceratonia*, qui signifie "cornes" en référence à la forme des gousses.

Le caroubier est un arbre dioïque qui se développe lentement et a des feuilles persistantes **(Biner *et al.*, 2007)**.

Toutes les composantes de l'arbre (feuilles, fleurs, fruits, bois, écorce, racines) sont utiles et précieuses dans plusieurs domaines en plus de leur valeur ornementale et paysagère. Par conséquent, il est considéré comme l'un des arbres fruitiers et des arbres forestiers ayant le plus grand potentiel de valorisation.

Par ailleurs, la pulpe est très utilisée en industrie agroalimentaire et pharmacologique, notamment en alimentation diététique comme anti diarrhéique. Ses propriétés antioxydantes exceptionnelles découlent de sa richesse en composés phénoliques **(Hariri *et al.*, 2009)**.

Elle est extrêmement riche en sucres (40 à 60 %), en particulier en saccharose (27 à 40 %), en fructose (3 à 8 %) et en autres sucres et glucose (3-5 %) mais avec une faible quantité de lipides (0,4-0,6%) or de protéines (2-6 %) **(Leroy, 1929 ; Avallone *et al.*, 1997)** .

Elle présente également une teneur très élevée en fibres (27-50%) et une quantité non négligeable de tanins **(Saura-Calixto, 1988)** .

La pulpe est souvent grillée et broyée pour obtenir une poudre marron à l'arôme de chocolat comme équivalent au cacao. Après broyage, la pulpe de caroube peut également être utilisée dans l'extraction de jus sucrés, la préparation d'alcools, la fabrication de farine de chocolat et l'alimentation animale.

Le caroubier est cultivé dans de nombreuses régions du monde, notamment en Afrique du Nord, en Espagne, en Italie, en Grèce et en Turquie. Il est principalement cultivé pour ses gousses, qui sont récoltées en été et en automne.

Les caroubiers sont résistants à la sécheresse et peuvent survivre dans des conditions arides, ce qui en fait une culture importante dans les régions semi-arides. Cependant, la production de gousses de caroube peut être affectée par des maladies fongiques et des insectes nuisibles.

La caroube est une gousse de couleur foncée qui, par un processus industriel, est hachée pour obtenir deux produits : la pulpe (environ 90 % du poids total) et la graine ou caroube (10 %), dont les caractéristiques et les applications alimentaires sont très variées.

La pulpe est traditionnellement utilisée dans l'alimentation animale. Ces dernières années, de nombreuses études sur les caractéristiques chimiques et biologiques de ce produit ont été réalisées dans différents pays afin de promouvoir son utilisation commerciale.

En effet, on a pu mettre en évidence sa faible teneur en calories, sa très faible teneur en graisses, l'absence de stimulants (caféine et théobromine), l'apport de sucres naturels, de vitamines et de fibres alimentaires, sa faible teneur en sodium et sa forte teneur en potassium, entre autres caractéristiques.

La farine, obtenue notamment à partir de la pulpe torréfiée, est relancée en confiserie et dans la cuisine méditerranéenne et anglo-saxonne, mais aussi dans l'industrie des boissons et des sirops, etc. Ces caractéristiques peuvent qualifier la farine de caroube comme un aliment naturel, sain et local qui pourrait être utilisé efficacement comme substitut de la poudre de cacao dans de nombreux aliments et boissons.

La graine (ou gomme de caroube) est composée de trois éléments structurels distincts : la cuticule (15-30 %), l'endosperme (42-60 %) et le germe (19-25 %). L'endosperme est la fraction de la graine la plus appréciée sur le marché. Après broyage, il est commercialisé sous forme de "gomme de caroube" (connue aussi sous le nom de Locust Bean Gum). Il est utilisé comme additif alimentaire naturel, également appelé E-410.

La gomme de caroube est utilisée dans une large gamme de produits alimentaires comme agent épaississant, liant, gélifiant ou dispersant. Il s'agit d'un produit de base utilisé par l'industrie alimentaire pour la fabrication d'un grand nombre de produits (glaces, soupes, sauces, produits de boulangerie, etc.).

Dans ce contexte, la présente étude a pour objectif principal d'évaluer les propriétés émulsifiantes et stabilisantes des extraits aqueux de deux échantillons de caroubier provenant de la wilaya de Mila et de Mascara.

La recherche a porté son attention sur la description morphologique des caroubes provenant de deux sites biogéographiques distincts (Mila, Mascara), l'extraction et le criblage phytochimique des extraits aqueux des farines des caroubes, leur analyse physicochimique et l'évaluation de leurs qualités émulsifiantes et stabilisantes.

Notre travail est divisé en trois parties, la première partie est une introduction, comprenant l'introduction sur les éléments clés du sujet abordé traitant l'espèce de *Ceratonia siliqua*, sa composition et ses caractéristiques, et la deuxième partie est une méthodologie détaillée du travail et une partie finale concernant une comparaison et une discussion de nos résultats obtenus, suivie d'une conclusion et des perspectives générales.

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I

Matériel et Méthodes

I.1. Lieu et objectif du travail

Cette étude a été réalisée au niveau du laboratoire de recherche « Physiologie Végétale Appliquée Aux Cultures Hors Sol » et du laboratoire de pédagogie « Technologie Agro-alimentaire » de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie à l'université Ibn Khaldoun de Tiaret. Son objectif principal est d'étudier les propriétés émulsifiantes et stabilisantes des extraits aqueux des poudres de la caroube de deux régions (Mila, Mascara)

I.2 Matériel et produits utilisés

I.2.1 Matière première

Le caroube a été collectée entre août et septembre 2022 dans deux différentes régions de l'Algérie (Mila, Mascara) et nous avons choisi seulement les gousses mûres (gousses entières et pulpes) du caroubier. Les gousses entières sont broyées et d'autres gousses débarrassées de leurs graines pour obtenir des pulpes .puis sont broyées ainsi à l'aide d'un broyeur (BOMANN Moulin Professionnel À Café 1800W Ksw 6502 Cb)



Figure 01 : Broyeur BOMANN moulin professionnel.

Les poudres résultantes ont été conservées dans des boites en plastique enveloppées dans un papier d'aluminium et stockées dans des conditions de laboratoire, ces poudres seront utilisées pour l'extraction des molécules photochimiques.

I.2.2 Stabilisant

L'extrait aqueux de caroube est utilisé comme un stabilisant.

I.3 Appareillage, verreries et produits chimiques utilisés

I.3.1 Appareillage

- Broyeur
- Balance de précision
- Conductimètre électrique
- Etuve
- pH-mètre
- Microscope
- Incubateur
- Plaque chauffante
- Refractomètre
- Agitateur magnétique
- Spectrophotomètre
- Vortex

I.3.2 Verrerie

- Eprouvette
- Becher
- Entonnoir
- Erlen Meyer
- Fioles jaugées
- Lames et lamelles
- Thermomètre
- Tubes à essai
- Micropipette

I.3.3. Produits chimiques

- Acetone
- Acide sulfurique concentré
- Acide chlorhydrique
- Ammoniac
- Chloroforme
- Ethanol
- Hydroxyde de sodium
- Hydroxyde de potassium
- Phénol
- Tween 80
- Huile d'olive
- Bleu de méthylène
- Rouge de soufre
- HCL concentré
- Ninhydrine
- Fehling(A,B)
- Méthanol
- Réactif de Molish's
- Réactif de Mayer's
- Réactif de Biuret

I .3.4 Autres

- Eau distillée
- Huile d'olive
- Papier filtre
- Papier aluminium
- Papier hygiénique

I.4.Méthode d'analyses:

I.4.1 Protocole expérimental

Les différentes étapes du protocole expérimental sont présentées dans la figure 02

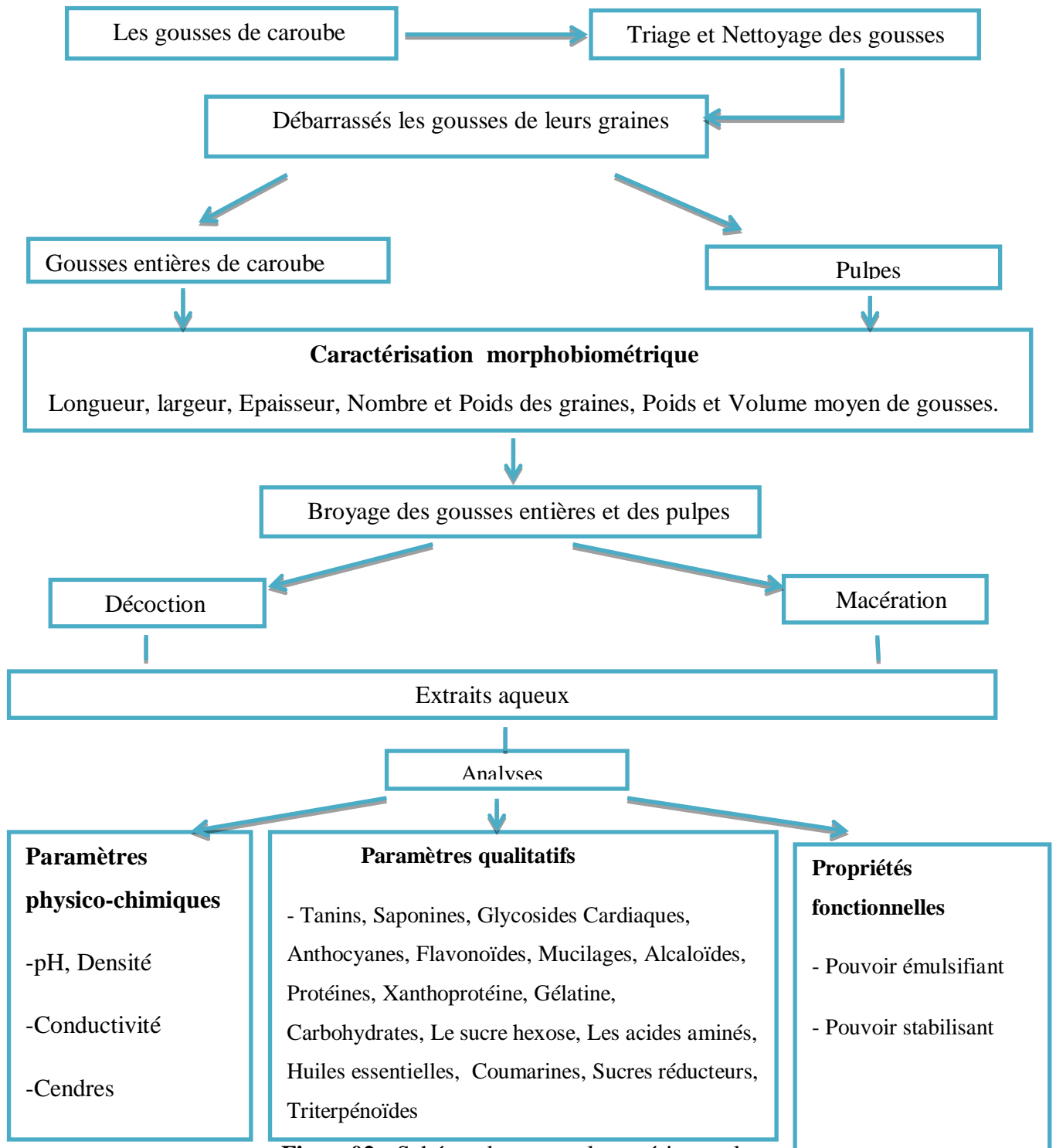


Figure02 : Schéma du protocole expérimental.

I.4.2. Caractérisation morphologique des gousses

On a pris 10 gousses de caroube de chaque région d'une manière aléatoire pour mesurer les paramètres : longueur, largeur, épaisseur à l'aide d'un Pied à coulisse, volume, ainsi que le nombre des grains et leurs poids dans chaque gousse.

I.4.3. Préparation d'extraits aqueux

Après avoir trié et broyé les gousses de caroube, l'extrait aqueux a été préparé selon la procédure ce qui suit

I.4.3.1. Préparation d'extrait aqueux par décoction

- Une série de préparation [masse de poudre de gousse et de pulpe (g) / eau distillée (ml)] a été effectuée selon les prises d'essais suivantes : 5/50 ; 5/100 ; 25/50 ; 25/100.
- Chaque suspension a été chauffée sur une plaque chauffante durant 5 min compté dès l'ébullition.
- Ensuite, chaque extrait est séparé en utilisant un papier filtre.
- Les portes d'extraits aqueux obtenus sont couvertes par un papier aluminium et laisser les refroidis sous une température de 25 °C.

I.4.3.2 Préparation d'extrait aqueux par macération

- Une série de préparation [masse de poudre de gousse et de pulpe(g) / eau distillée (ml)] a été réalisée selon les prises d'essais suivantes : 5/50 ; 5/100 ; 25/50 ; 25/100.
- Chaque suspension a été couverte par un papier aluminium, le tout est mis sous une température de 25 °C 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.4.4. Sélection d'extraits aqueux

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

I.4.5. Analyses physico-chimiques

I.4.5.1. Indice de réfraction et degré de Brix

Le degré Brix et l'indice de réfraction sont mesurés au laboratoire à l'aide d'un réfractomètre.

➤ Principe

Le degré de Brix (%) est une unité de mesure de la concentration des solides solubles contenus dans un échantillon,

➤ Mode opératoire

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

- Nettoyer le refractomètre avec l'eau distille dont l'indice de réfraction est égale 1,33 et le degré Brix 0%.
- Nettoyer et sécher le prisme on utilisant l'eau distillée et de tissu doux.
- Appliquer une à deux gouttes de l'échantillon.
- Déplacer alors de lunette de visée pour que la ligne de séparation de plage claire et de plage sombre se situe à la croisée des fils de réticule.
- Lire l'indice de réfraction du corps étudié.

➤ Expression des résultats

L'indice de réfraction et le degré de Brix ont été enregistrés directement sur deux échelles et l'intersection de la frontière entre les rayures claires et foncées.

I.4.5.2. pH

a. 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).

b. Mode opératoire

La mesure a été réalisée en plongeant l'électrode de pH mètre dans la solution (AOAC., 2002). Le mode opératoire est le suivant :

- Rincer l'électrode par de l'acétone et nettoyer avec du papier absorbant.
- Etalonner le pH-mètre à l'aide des solutions tampons (pH=7,12 ; pH=4,4).
- Plonger l'électrode du pH-mètre dans un volume suffisant de l'échantillon et lire le pH indiqué sur l'écran de l'affichage du pH-mètre
- Attendre la stabilisation puis relever la valeur du pH de la solution à température désirée à 25°C

I.4.5.3. Conductivité électrique**a. Principe**

La conductivité 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 σ 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

- 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 noter puis enlever la cellule de solution, la rincer à l'eau distillée

c. Expression des résultats

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

I.4.5.4. Densité

a. Principe

La densité ρ 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**).

b. Mode opératoire

- Peser le pycnomètre vide et parfaitement sec (P0) en g
- Peser le pycnomètre rempli d'eau distillée (P1) en g ;
- Vider le pycnomètre et sécher à l'aide d'une étuve ;
- Peser le pycnomètre rempli de l'échantillon (P2) ;

c. Expression des résultats

La densité est donnée par la formule suivante

$$D = \rho = (P2 - P0) / (P1 - P0)$$

I.4.5.5. Cendres

a. Principe

L'échantillon est incinéré dans un four à moufle à haute température jusqu'à l'obtention de cendres blanchâtres à poids constant (**Nielson, 2010**).

b. Mode opératoire

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

c. Expression des résultats

La teneur en cendres est exprimée en pourcentage du poids frais du produit, et est donnée par la formule suivante : $C\% = (M2 - M0 / M1 - M0) \times 100$

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

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

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

I.4.6. Criblage photochimique

I.4.6.1. Tanins

La recherche des tanins, en ajoutant à 2 ml de chaque extrait 1 à 2 gouttes de solution de chlorure ferrique (FeCl_3) dilué à 0,1 %. Le virement de couleur vers le vert foncé indique la présence de tanins catéchiques alors que le bleu-vert, signifie la présence des tanins galliques (**Harborne, 1998**).

I.4.6.2. Saponines

Introduire 10 ml de chacun 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 saponosides (réaction positive) (**Bidie et al., 2011**).

I.4.6.3. Glycosides cardiaques

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

I.4.6.4. Flavonoïdes

A 3 ml 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**).

I.4.6.5. Mucilages

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

I.4.6.6. Alcaloïdes

Test Bouchardat

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

Test de Mayer

A quelques ml d'extrait d'échantillon de plante, deux gouttes de réactif de Mayer sont ajoutées le long des côtés de tube à essai. L'apparition d'un précipité crémeux blanc indique la présence d'alcaloïdes (Evans, 1997)

Test de Wagner

Quelques gouttes de réactif de Wagner sont ajoutées à quelques ml d'extrait de plante le long des parois du tube à essai. Un précipité brun rougeâtre confirme le test comme positif (Wagner, 1993).

I.4.6.8. Protéines test de Biuret (test général)

A 3 ml d'extrait de NaOH à 4% et quelques gouttes de solution de CuSO_4 à 1% ont été ajoutés. Observé pour la couleur violette ou rose.

I.4.6.9. Xanthoprotéine (pour les protéines contenant de la tyrosine ou du tryptophane)

Test 1 : 3 ml d'extrait ont été mélangés avec 1ml de H_2SO_4 concentré, observé pour le blanc précipité.

Test 2 : Dans 2 ml d'extrait ajouter 2 ml de HNO_3 concentré l'observation de la couleur orange indique la présence de protéines (Godghate *et al.*, 2012).

I.4.6.10. Test pour les protéines contenant du soufre

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

1.4.6.11. Test de gélatine

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

I.4.6.12. Test pour les acides aminés

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

I.4.6.13. Huiles essentielles

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

I.4.6.14. Coumarines

Méthode 1 : 2 ml de chaque extrait sont ajoutés avec 3 ml d'hydroxyde de sodium (NaOH 10% dans l'eau distillée) avec agitation. Apparition de couleur jaune.

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

I.4.6.15. Sucres réducteurs (Test de Fehling)

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

I.4.6.16. Test pour les triterpénoïdes (test de Salkowski)

Dans 2 ml d'extrait, ajouter 1 ml de chloroforme suivi de quelques gouttes de H₂SO₄ concentré sur le côté du tube à essai et bien agité, la formation de couleur jaune à la couche inférieure indique la présence de triterpénoïdes.

I.4.7. Propriétés fonctionnelles

I.4.7.1. Pouvoir émulsifiant

I.4.7.1.1. Préparation des émulsions

Les types d'émulsions préparées sont indiqués dans le tableau 01.

Tableau 01 : Composition des différents types émulsions préparées

Emulsions Composantes(%)	Avec stabilisant (As)	Sans stabilisant (Ss)
Eau distillée	95	95
Extrait aqueux	0,5	0,5
Huile d'olive	4	4,5
Tween 80	0,5	0

Le mélange a été placé dans un bêcher et agité pendant 1 minute à température ambiante (25°C) à l'aide d'un agitateur blinder.

I.4.7.1.2. Mesure de la stabilité

- A partir de l'émulsion mère on prépare une dilution au 1/20ème
- On homogénéise la dilution en retournant la fiole sans agiter.
- Une nouvelle dilution a raison du 1/5ème est réalisé à partir de la première dilution, on remplit la cuve du spectrophotomètre.
- On lit l'absorbance à 500 nm après avoir réalisé un blanc avec l'eau distillée.
- La solution mère est conservée pour les mesures ultérieures.
- On reprend les mêmes étapes à 30 ; 60 ; 90 ; 120 ; 150 ; 180 min.

$$S (\%) = 100.A_t / A_{t0}$$

D'où :

A_t : L'absorbance à t1 ; t2 ; t3 ; t4 ; t5 ; t6.

A_{t0} : L'absorbance à t0.

I.4.7.1.3. Paramètres microscopiques

I.4.7.1.3.1. Diamètre des globules gras

Le 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.

$$\Phi = K/10 \left[\sum_{i=1}^{10} D_i \right]$$

Où :

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

K : Coefficient oculaire constant ($k = 2,41$).

i : Nombres des globules gras fixés au hasard.

D : Diamètre de globule gras en μm .

I.3.7.1.3.2. Nombre des globules gras

Pour le dénombrement des gouttelettes d'huile, c'est une estimation qui consiste à : après la préparation de l'émulsion, on prélève avec une pipette de pasteur une goutte et on la dépose sur une lame, et on compte le nombre des gouttelettes dans dix champs et on applique la formule donnée par **Regnault(1992)**.

$$N = F.n/f.a$$

Où :

N : Nombre de globules gras contenus dans le volume de la suspension examinée.

F : Surface de la lame sur laquelle, on a étalé le volume de suspension examinée (4 cm^2).

f : Surface d'un champs égale à 8.86 mm^2 .

n : Nombre des globules gras dénombrés sur l'ensemble des champs examinés.

a : Nombre de champs examinés.

Nous avons appliqué la formule pour :

- Un agrandissement de l'objectif 10 ou la surface de champs est 8.86 mm².
- Un nombre de champs examinés égale à 10

I.4.7.1.3.3. Prise de photos

La prise des photos des émulsions sont réalisées microscopiquement avec Gx40 par un appareil photo numérique.

I.4.7.1.4. Paramètre macroscopique

I.4.7.1.4.1. Indice de crémage

Principe

L'indice de crémage donne de l'information indirecte sur l'état de floculation d'une émulsion (Sean, 2004).

Mode opératoire

Pour l'estimation de l'indice de crémage

- 20 ml d'émulsion a été transféré dans un tube à essai, hermétiquement bouché, et gardé à la température 25°C dans l'étuve ;
- L'émulsion se stratifie en temps, en s'obtenant trois couche ;
- Une couche opaque, une autre turbide et la dernière transparente, les couches turbides et transparentes constituent la couche sérique, tandis que celle opaque est l'émulsion
- On mesuré la hauteur de la couche sérique et de l'émulsion

L'indice de crémage a été calculé selon la relation suivante :

$$\text{IC} = [\text{H(S)} / \text{H(E)}] \times 100\%$$

Où :

H(S) : Hauteur de la couche sérique (divisions de 0,1ml).

H(E) : Hauteur de la couche d'émulsion (divisions de 0,1ml).

I.4.7.2. Pouvoir stabilisant

I.4.7.2 .1. Préparation des émulsions

Les types d'émulsions préparées sont indiqués dans le tableau 02.

Tableau 02 : la composition de l'émulsion préparée

Emulsions Composantes(%)	Avec stabilisant (As)	Sans stabilisant (Ss)
Eau distillée	95	95
Extrait aqueux	0,5	0
Huile d'olive	4	4,5
Tween 80	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 °C).

I.4.7.2.2. Caractérisation des émulsions

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

I.4.7.2.3. Stabilité

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

$$S (\%) = 100 \cdot A_t / A_{t0}$$

Ou : A_{t0} : absorbance à temps t_0

A_t : absorbance à temps t

I.4.7.2.4. 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 gradue de 0 à 10 dont les graduations

sont distantes les unes des autres de 0,1 μm pour avoir une répétition statistique on se déplace au hasard sur la surface du rectangle en réalisant 10 déterminations successives sous l'objectif 40.

$$\phi = K/10 (\sum_{i=1}^{i=10} D_i)$$

OU :

ϕ : diamètre moyen des globules gras a temps t en μm

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

I : nombre de globules fixes

D : diamètre de globule gras en μm

I.4.7.2.5. 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)**.

$$N = Fn/fa$$

Ou :

N : nombre de globules gras contenus dans le volume de la suspension examinée (mm^2).

F : surface de la lame sur laquelle on a étalé le volume de suspension examinée (4cm^2).

f : surface d'un champs égal à $8,86 \text{ mm}^2$.

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 a 10 ou la surface du champ est $8,86 \text{ mm}^2$ et un nombre de champs examinés égale a 10

I.4.7.2.6. 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 suivante :

$$\mathbf{IC(\%) = (Hh/Hé) \times 100}$$

Où :

Hh : hauteur de la phase aqueuse dans l'émulsion (mm)

Hé : hauteur de l'émulsion (mm)

CHAPITRE II

Résultats et Discussion

II .1.Caractérisation morphologique des gousses de caroube

Les résultats de la caractérisation morphobiologique des gousses de caroube sont présentés dans l'annexe 01.

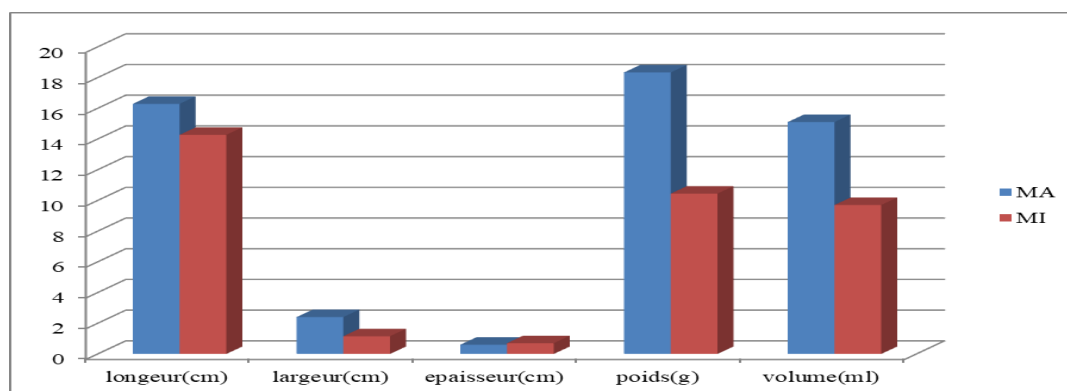
Selon les variétés, les gousses de caroube varient en taille, leur forme, qualité, couleur et rendement en graines. Ces changements peuvent être attribué au génotype de la plante, à l'origine géographique, aux conditions climatiques et aux méthodes récolte et stockage (**Batle et Tous, 1997 ; Owen et al, 2003 ; Biner et al, 2007; Naghmouchi et al, 2009; Sidina et al, 2009**).

La figure 03 montre clairement que les gousses provenant de la région de Mascara ont une taille plus grande par rapport aux celles de la région de Mila qui sont les plus petites.



Figure 03: Les gousses de caroube des différentes régions.

Les caractéristiques morphologique : volume, poids, largeur, épaisseur, largeur, longueur de dix gousses de caroube de chaque régions ont été déterminées selon les résultats dans la figure 04 .



Ma : Mascara Mi : Mila

Figure 04 : Caractérisation morphobiométrique des gousses de caroube

Le caroubier, arbre toujours vert, à cime très étalée, peut atteindre 8 à 17 m de hauteur, 85 cm de diamètre et vivre jusqu'à 200 ans. Son écorce est brune et rugueuse (**Ait Chitt et al, 2007**).

Les feuilles du caroubier sont utilisées depuis longtemps comme aliments pour le bétail. On peut dire que cet arbre profite de tout, puisque son bois est également utilisé pour fabriquer des meubles artisanaux et comme bois pour le feu (**Rejeb et al, 1991 ; Batlle et al, 1997**)

La caroube est une gousse de couleur foncée qui, par un processus industriel, est hachée pour obtenir deux produits : la pulpe (environ 90 % du poids total) et la graine ou caroube (10 %), dont les caractéristiques et les applications alimentaires sont très variées (**Simon, 2010**).

Les gousses ont été classées en deux catégories en fonction de leur taille : légèrement longue ($14 < L < 15$ cm) et légèrement courte ($10 < L < 14$ cm). Cette catégorisation de taille a été utilisée pour déterminer la taille des travaux de **Tous et al. (1996)** et de **Batlle et Tous (1997)** qui ont rapporté que la taille moyenne des gousses peut aller de 10 à 30 cm.

Pour notre échantillon, la taille un peu plus longue (16,287 cm) est caractéristique des gousses de Mascara et la taille un peu plus courte est caractéristique des gousses de Mila . La moyenne est de 14,296 cm respectivement.

La largeur des gousses de caroubier est une indication importante d'ordre agronomique. Elle peut renseigner sur l'état compressé ou élargi de la gousse ainsi que sur le volume des graines et de la pulpe et elle est indépendante de la taille de la gousse.

Les échantillons de Mascara ont des gousses assez larges avec une moyenne de 2,4cm, tandis que les autres échantillons de la région de Mila ont enregistré 1.156 cm, respectivement.

Selon **Simon(2010)**, ces résultats sont en accord avec les limites de la littérature qui s'étendent de quelques centimètres.

L'épaisseur des gousses est un critère qui distingue les gousses comprimées des gousses volumineuses et est extrêmement variable d'un échantillon à un autre. Elle peut atteindre 1 cm, en particulier dans les gousses de riz (**Batlle et Tous, 1997**).

Cette variable nous permet de différencier les échantillons avec des gousses charnues et volumineuses dont l'épaisseur est supérieure à 0.61 cm, comme celles de Mascara avec une épaisseur de 0.70 cm et celles de Mila avec une épaisseur moyenne de 0.60 cm.

Le poids total de la gousse et la quantité de pulpe sont fortement influencés par les mesures de longueur, de largeur et d'épaisseur mentionnées précédemment. En effet, nous avons constaté que les échantillons ayant un poids important de fruits et de pulpe sont généralement ceux qui ont des gousses assez longues, larges et épaisses. L'échantillon de Mascara a enregistré la valeur la plus élevée à 18,33 g, suivi de celui de Mila avec une valeur de 10,44 g, respectivement

Autres caractéristiques morphobiométriques : nombre et poids des graines de 10 gousses de chaque échantillon de caroube ont été déterminées

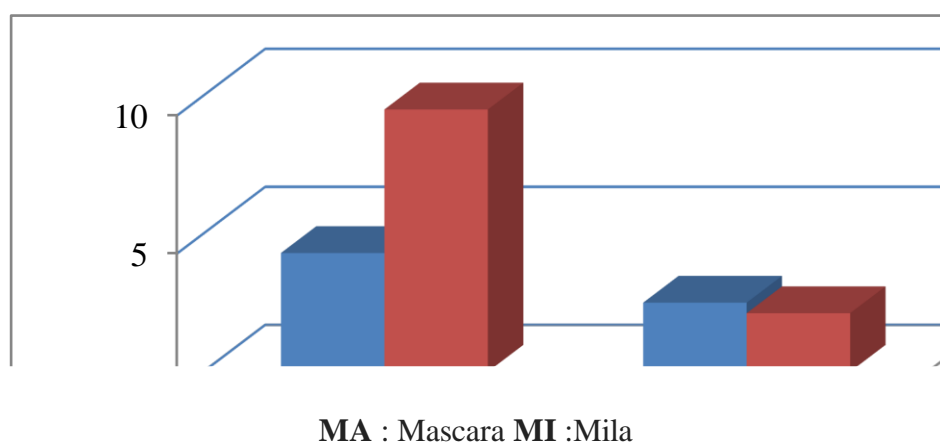


Figure 05 : Caractérisation morphobiométrique des gousses de caroube.

La gousse est composée de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et les graines. Elle est séparée à l'intérieur par des cloisons pulpeuses transversales contenant de 4 à 16 graines, dont la longueur et la largeur sont respectivement de 8 à 10 mm et de 7 à 8 mm .Au début, la gousse est verte, mais à maturité, elle devient brun foncé (Rejeb, 1995 ; Batlle *et al.*, 1997 ; Ait Chitt *et al.*, 2007).

Les échantillons de Mascara sont caractérisés par des gousses contenant un grand nombre de graines, avec une moyenne de 9.5, par rapport aux autres échantillons, qui ont enregistré une valeur de 4,3 pour la région de Mila, respectivement.

Yousif et alghzawi (2000) ont bien établi que les mesures physiques de la totalité des gousses de caroubes indiquent indirectement la qualité des gousses. Ils ont observé que, plus l'épaisseur n'est élevée, plus le taux de pulpe et de noyau n'est élevé et par conséquent les gousses ont une meilleure qualité. On peut conclure à partir de ces données que l'échantillon de Mascara est de bonne qualité par rapport à celui de Mila.

II.2. Sélection d'extraits aqueux

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

II.3. Analyses physiques

Les résultats des analyses physiques des extraits aqueux sont indiqués dans l'annexe 03

II.3.1. Détermination du pH

Les résultats de la détermination du pH sont résumés dans la figure 06

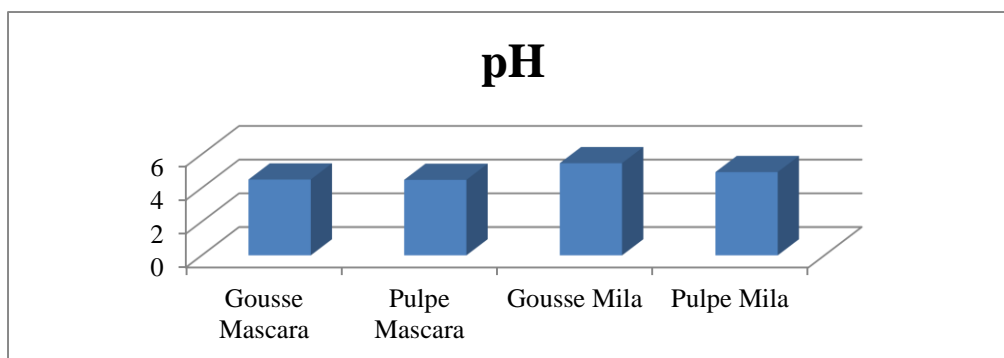


Figure 06 : Résultats du pH des différents échantillons.

À partir de ces résultats, nous avons constaté que nos échantillons ont généralement un pH acide entre 4,48 et 5,47. Ces résultats sont en accord avec ceux de **Yousif et alghzawi (2000)**, et de **Baston (2016)**, qui ont signalé des valeurs allant de 4.34 ± 0.01 à 5.96 ± 0.02 .

Les échantillons de poudre de gousses entières de la région de Mila ont enregistré des valeurs plus élevées 5,47, celle de Mascara ont une moyenne de 4,50. Suivis des échantillons de poudre de pulpe, avec des valeurs de 4,94 pour Mila et 4,48 pour la région de Mascara.

II.3.2. Conductivité électrique

Les résultats de la détermination de la conductivité électrique sont résumés dans la figure 07

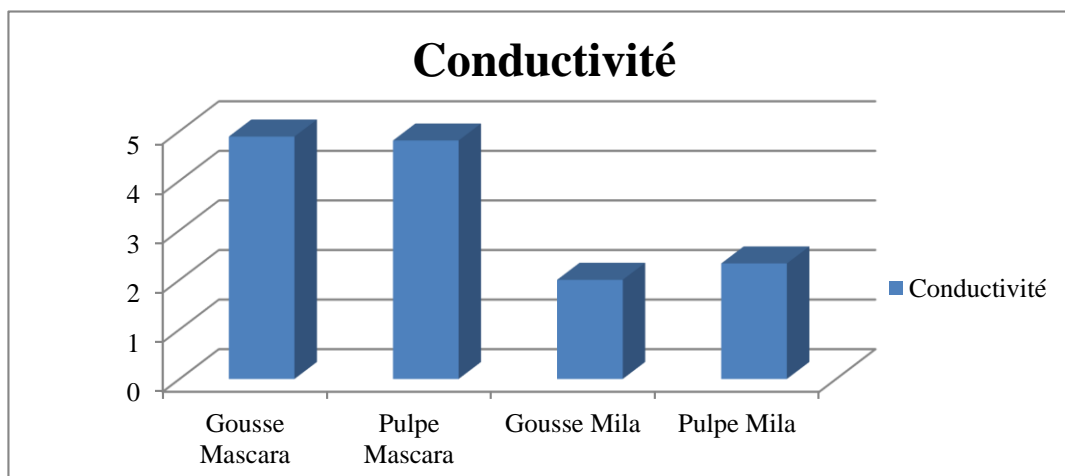


Figure 07 : Valeurs des conductivités électriques d'extraits aqueux des différents échantillons de caroube

Ce qu'on voit sur la figure est que l'extrait aqueux issu de poudre de gousse entière et de pulpe de la région de Mascara est supérieure par rapport à celle de Mila.

D'après **Tardat Henry et Beaudry (1992)**, la conductivité électrique d'une solution varie selon la force des ions.

II.3.3. Densité

Les résultats de la détermination de la densité sont résumés dans la figure 08.

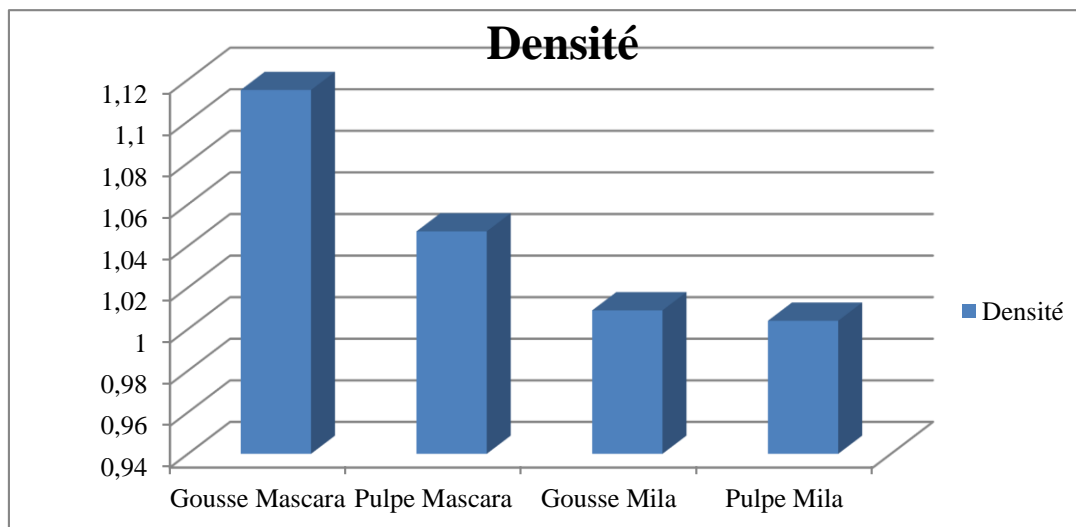


Figure 08 : Valeurs de la densité d'extraits aqueux des différents échantillons de caroube.

Les résultats montrent que la densité d'extrait aqueux de la poudre de gousse entière et de pulpe de Mascara sont supérieures à celle de la région de Mila.

D'après **Boudier et Luquet (1980)**, la densité dépend de la teneur en matière sèche, matière grasse et ainsi de la température.

II.3.4. Détermination de la teneur en cendres

Les résultats de la détermination de la teneur en cendres sont résumés dans la figure 09

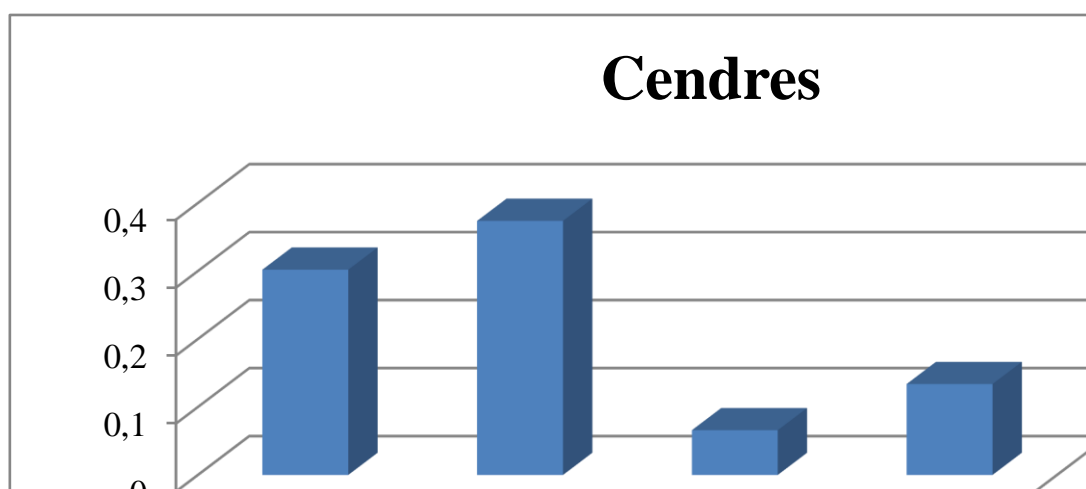


Figure 09 : Valeurs de cendres d'extraits aqueux des différents échantillons de caroube.

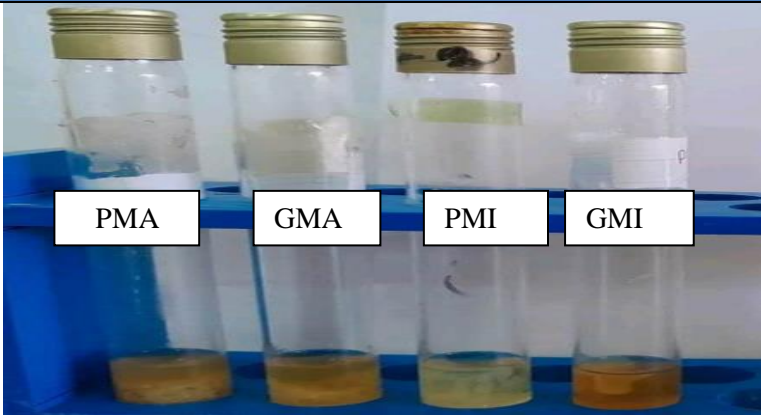
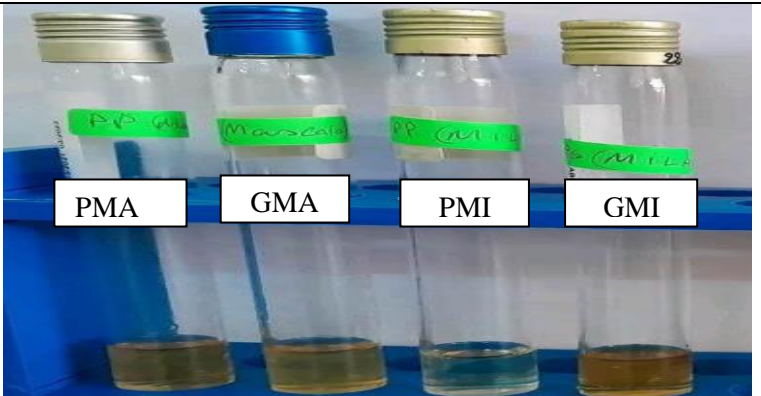
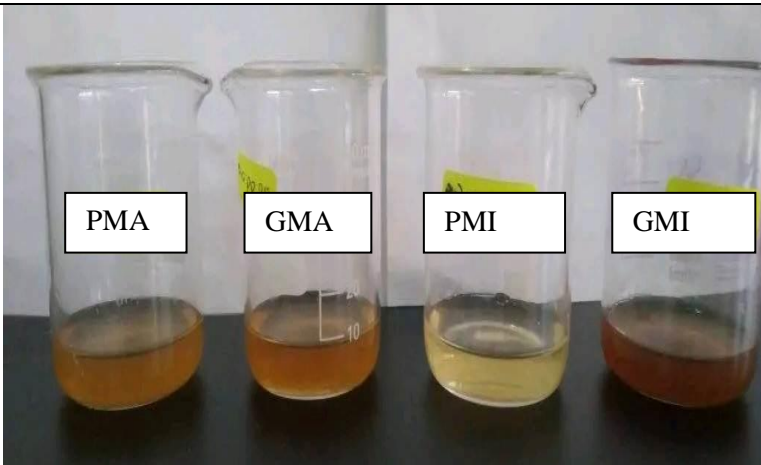
Les taux de cendres enregistrés pour les deux types d'extraits aqueux de la région Mascara sont supérieurs à ceux trouvés dans la région Mila, et que pour les deux régions (Mascara et Mila) celui noté dans l'extrait à base de pulpe est important que celui marqué dans la gousse entière.

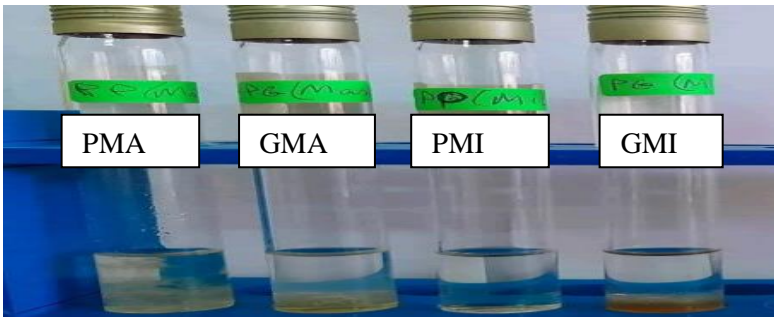
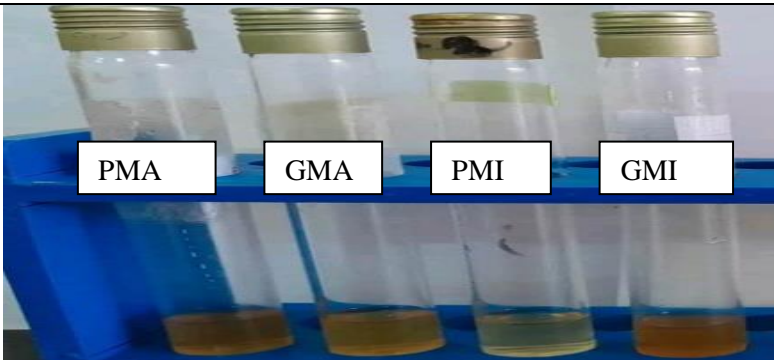
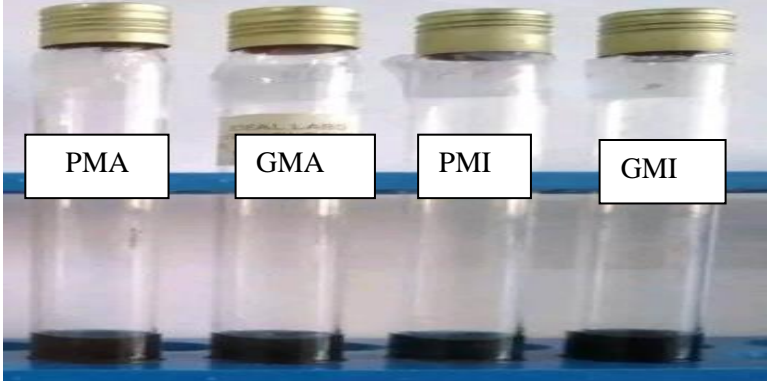
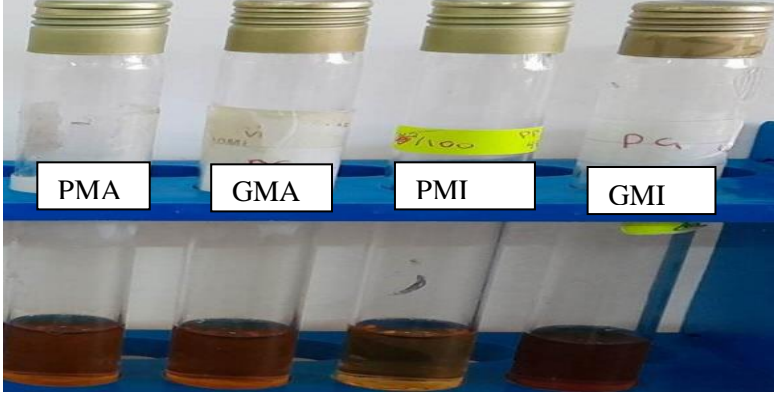
La qualité nutritionnelle de l'échantillon à analyser est éclairée par la détermination de la teneur en matière minérale. En effet, la teneur en cendres des aliments doit être limitée à la fois pour la consommation humaine et animale (**Messaid, 2008**).

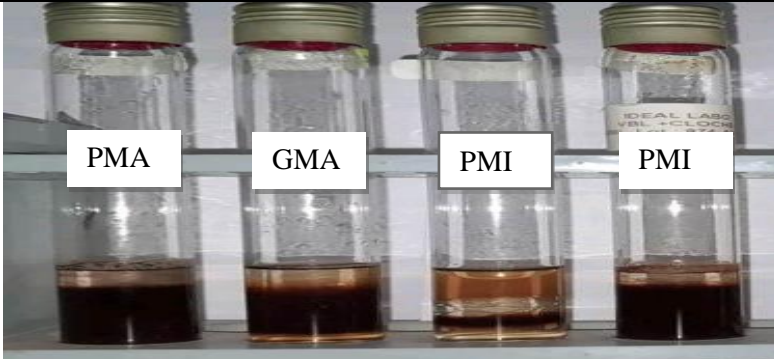
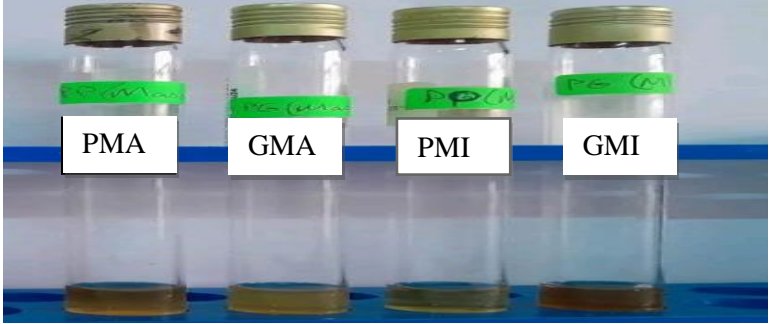
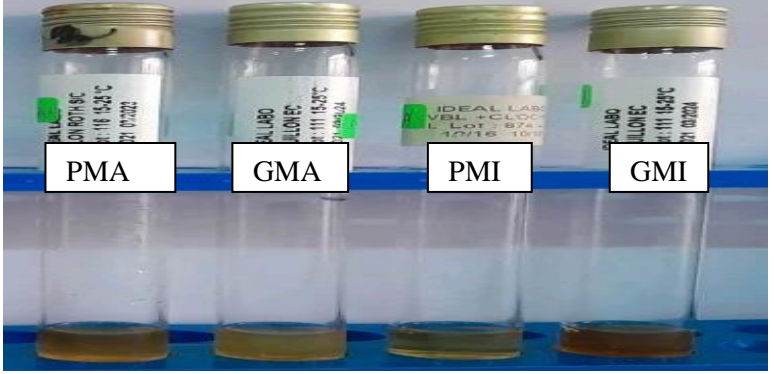
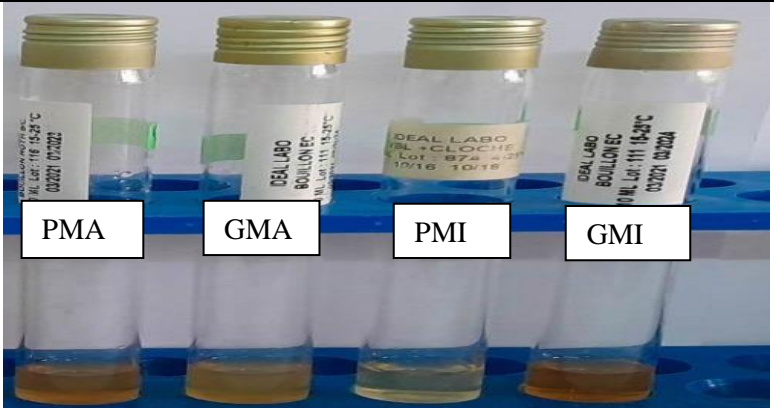
II.4. Criblage phytochimique

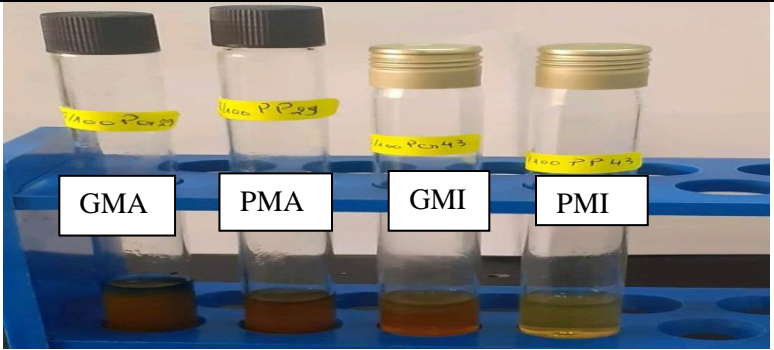
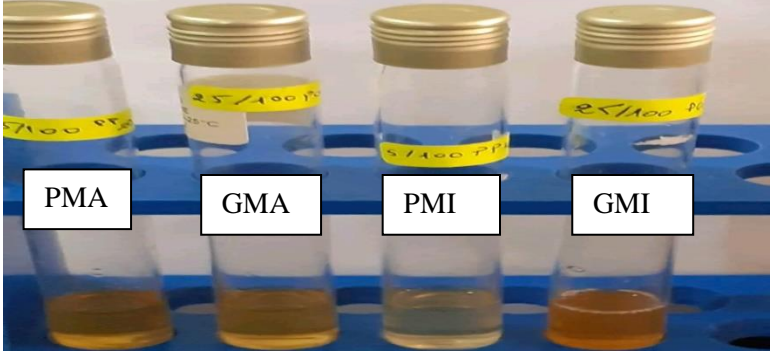
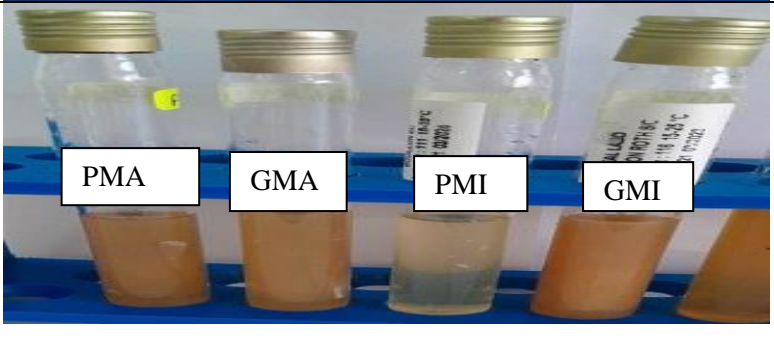
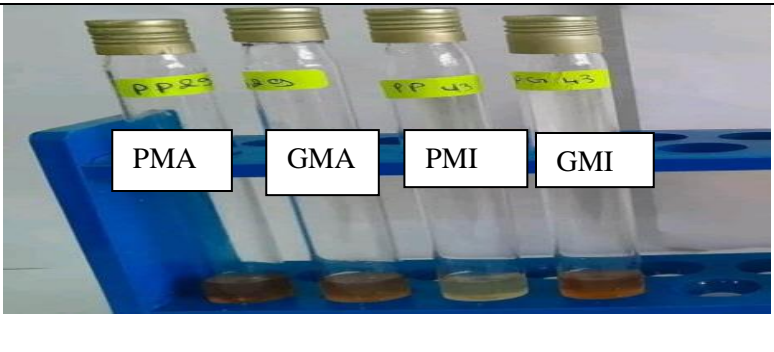
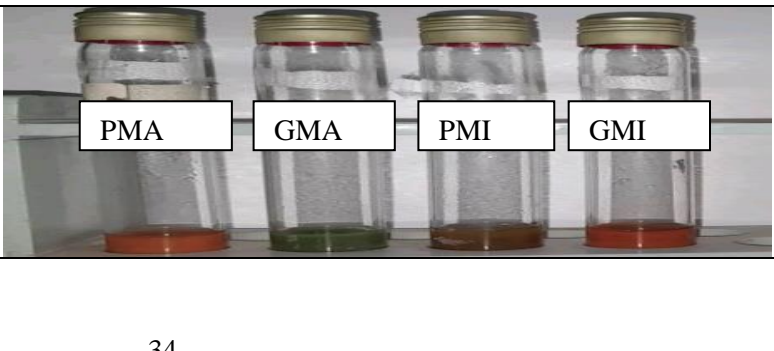
Les résultats d'analyse de la mise en évidence des molécules phytochimiques sont consignés dans le tableau 03

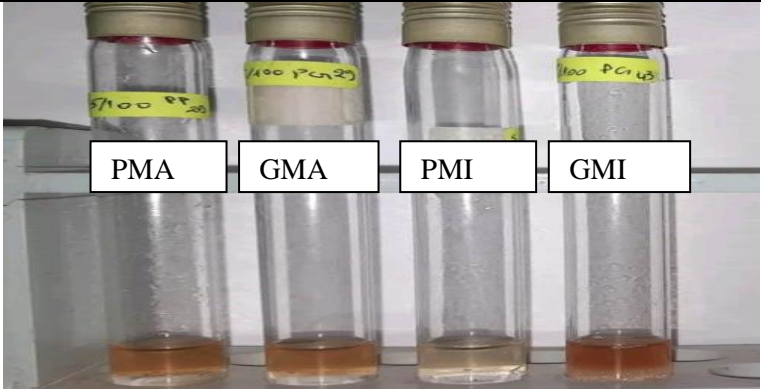
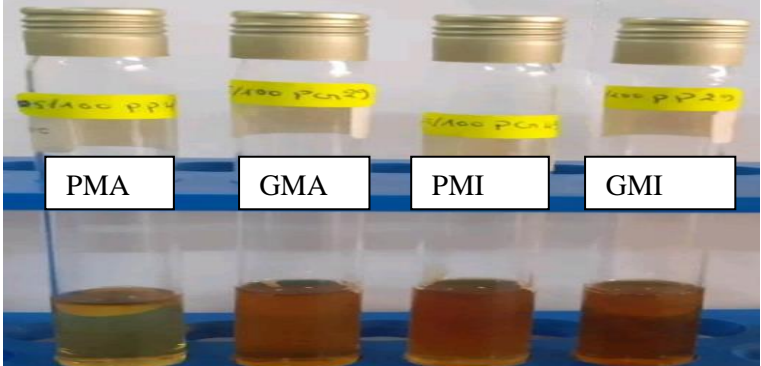
Tableau 03 : Résultats de criblage phytochimique des extraits aqueux des caroubes étudiés.

Test	Poudre	Résultats	
Flavonoïdes	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	-	
	GMI	+	
Mucilage	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	-	
	GMI	+	
Coumarine1	PMA	-	
	GMA	-	
	PMI	-	
	GMI	-	

Huiles essentiel	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	+	
	GMI	-	
Coumarine 2	PMA	-	
	GMA	-	
	PMI	-	
	GMI	-	
Tanins	PMA	-	
	GMA	-	
	PMI	-	
	GMI	-	
Saponines	PMA	-	
	GMA	-	
	PMI	-	
	GMI	-	

Glycosides cardiaques	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	+	
	GMI	+	
Alcaloïdes (test Bouchardat)	PMA	+	
	GMA	-	
	PMI	+	
	GMI	+	
Test de Mayer	PMA	-	
	GMA	-	
	PMI	-	
	GMI	-	
Test de Wagner	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	-	
	GMI	+	

Protéines test de Biuret (test général)	GMA	—	
	PMA	—	
	GMI	—	
	PMI	—	
Xanthoprotéine	PMA	—	
	GMA	—	
	PMI	+	
	GMI	—	
Test de gélatine	PMA	—	
	GMA	—	
	PMI	+	
	GMI	—	
Les acides aminés	PMA	—	
	GMA	—	
	PMI	—	
	GMI	—	
Sucres réducteurs de (Test Fehling)	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	—	
	GMI	+	

Triterpénoïdes (test de Salkowski)	PMA	+	
	GMA	+	
	PMI	-	
	GMI	-	
Test pour les protéines contenant du soufre	PMA	-	
	GMA	+	
	PMI	+	
	GMI	+	

D'après les résultats, nous remarquons que l'ensemble d'extraits aqueux analysés sont caractérisés par une variabilité en matière des molécules phytochimiques.

La moitié des molécules phytochimiques analysées (Carbohydrates; Glycosides cardiaque ; Flavonoïdes ; Mucilages ; Protéines contenant du soufre; Sucre hexose ; Triterpinoïdes ; Sucres réducteurs ;) sur les différents extraits aqueux sont jugées comme positifs dont les autres déclarées comme négatifs (Coumarine1 ; Coumarine 2 ; Gélatine ; Tanins ; Saponines ; Acides aminés ; Protéines « BIURET GÉNÉREL TEST » ; Alcaloïdes « MAYER et WAGNER » ; Sucres non réducteurs ; Xanthoprotéine).

Hormis trois molécules phytochimiques (Gélatine ; Huiles Essentielles ; Alcaloïdes « BOUCHARDAT ») ont présentés une variation concernant leur présence et absence dans les extraits aqueux dans les deux sites biogéographiques.

Cette variation peut être expliquée par nombreux facteurs à savoir : variété, climat, site biogéographique, alimentation, altitude, stade de récolte, organe récolté, technique d'analyseetc.

II.5. Pouvoir émulsifiant

II.5.1. Etude des émulsions

II.5.1.1. Stabilité

La figure 10 montre la cinétique de la stabilité de différentes émulsions en fonction du temps ,

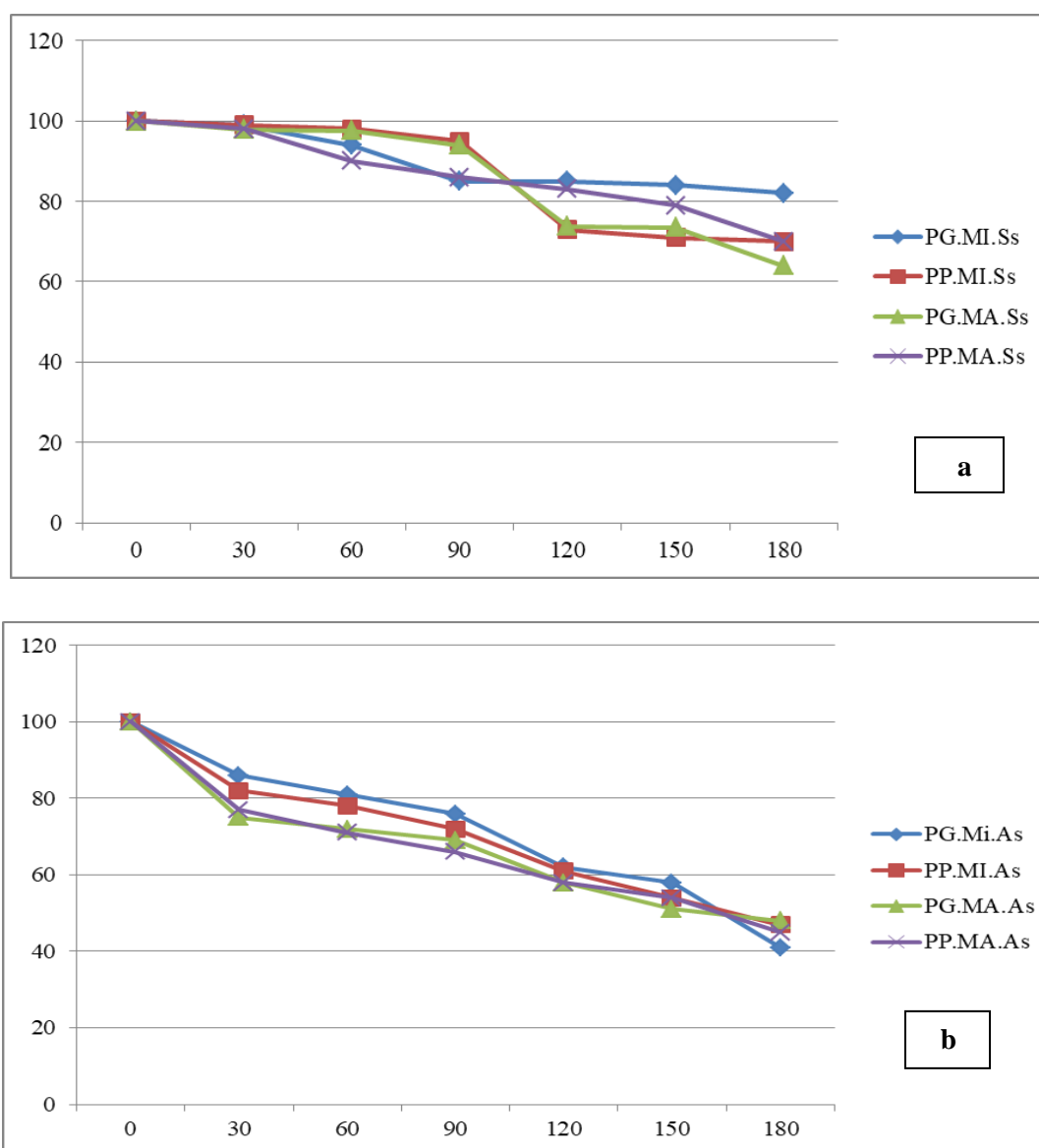


Figure 10 : Cinétique de la stabilité des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.

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

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

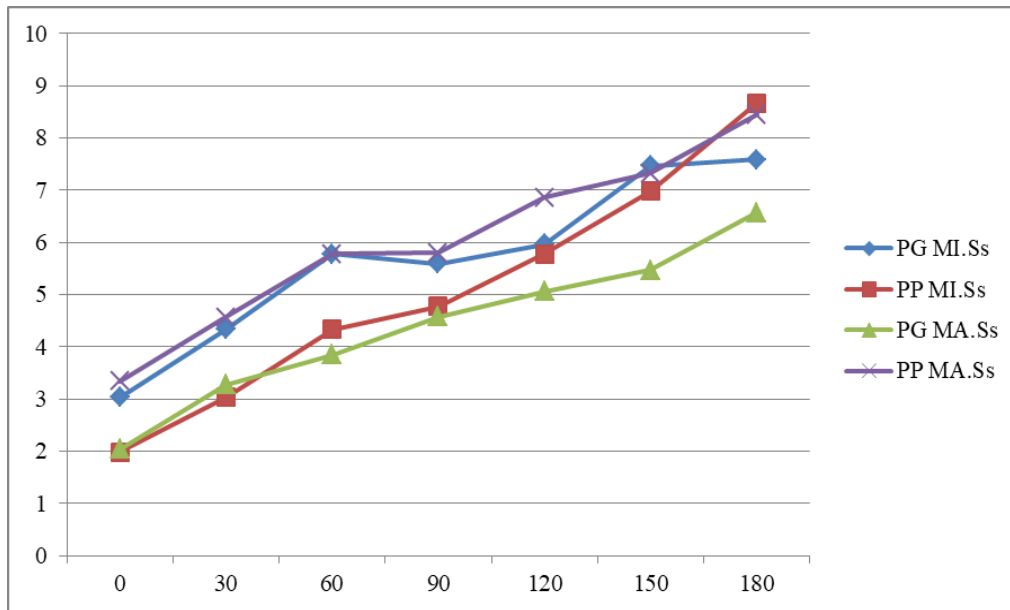
- L'extrait aqueux (EA-GMA-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 94,41%
- L'extrait aqueux (EA-GMI-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 82,94 %
- L'extrait aqueux (EA-GMI-As) avec une stabilité varie du 100 à 76,93%
- L'extrait aqueux (EA-PMI-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 73%
- L'extrait aqueux (EA-PMA-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 70,55%
- L'extrait aqueux (EA-PMI-As) avec une stabilité varie du 100 à 54,90%
- L'extrait aqueux (EA-PMA-As) avec une stabilité varie du 100 à 54,85%
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec une stabilité varie du 100 à 48,24%

Les émulsions se distinguent des stabilisants qui ne peuvent seulement permettre la création d'une émulsion mais offrent également une stabilité à une émulsion déjà créée. Les protéines composées amphiphiles, qui présentent des parties hydrophobes et hydrophiles, sont de bons agents surfactants et s'adsorbent aux interfaces, même à très faible concentration dans la phase. (Sredzinski, 2010).

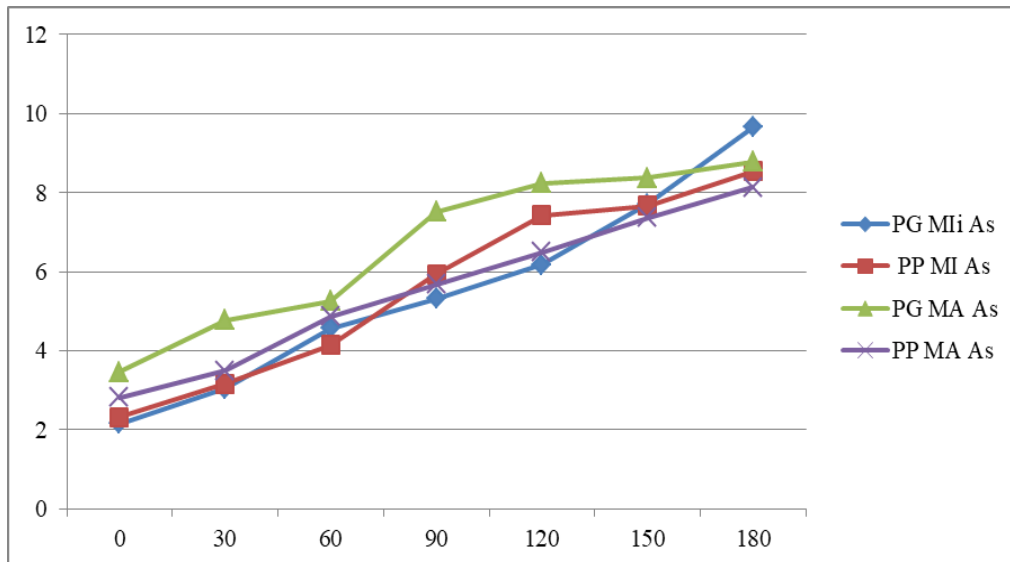
II.5.2. Paramètres microscopiques

II.5.2.1. Diamètre moyen de globules gras

La figure 11 indique la cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions étudiées au cours du temps.



(a)



(b)

Figure 11 : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant **Fig11.a** et avec stabilisant **(b)** au cours du 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 (EA-GMA-Ss) avec un diamètre varie du 2,04 à 6,57 μm
- L'extrait aqueux (EA-GMI-Ss) avec un diamètre varie du 3,03 à 7,59 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMA-As) avec un diamètre varie du 2,82 à 8,14 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMA-Ss) avec un diamètre varie du 3,34 à 8,45 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMI-As) avec un diamètre varie du 2,32 à 8,54 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMA-Ss) avec un diamètre varie du 1,98 à 8,67 μm
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec un diamètre varie du 3,47 à 8,78 μm
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec un diamètre varie du 2,16 à 9,66 μm

Ces résultats sont similaires à ceux de **Cheftel (1985)**, qui ont révélé des globules gras dispersés avec des diamètres de gouttelettes de 0,1 à 50 μm .

Selon **Dickinson (1998)**, la gélification des protéines augmente la stabilité de l'émulsion en favorisant la formation d'un film rigide autour de la gouttelette. L'émulsion a été rappelée pour être préparée à partir d'un extrait aqueux très visqueux, Selon **Maude (2000)**, la vitesse à laquelle la graisse monte à la surface de l'émulsion est ralentie par cette viscosité.

II.5.2.2. Nombre des globules gras

La figure 12 indique la cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions au cours du temps.

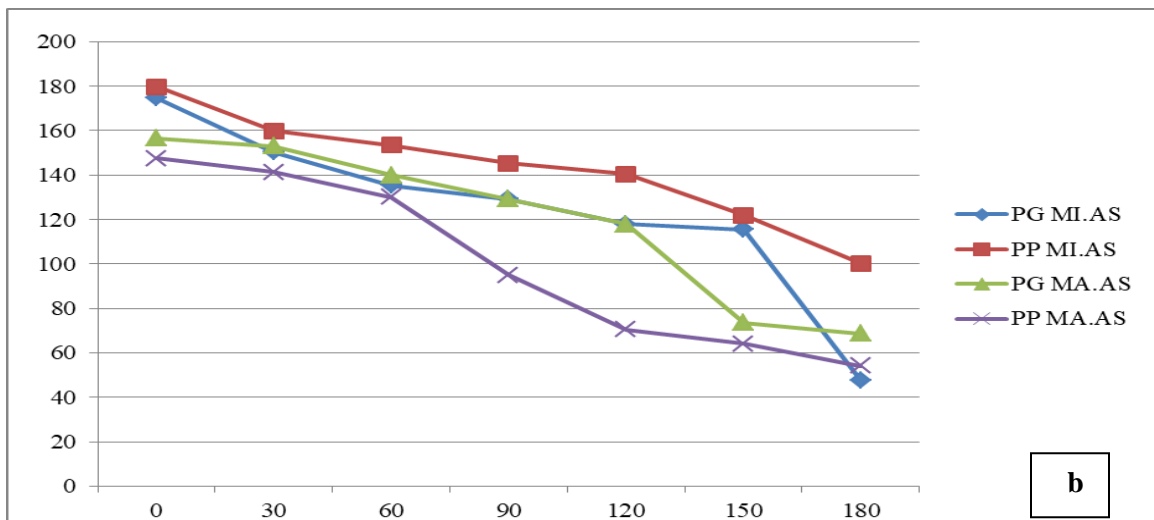
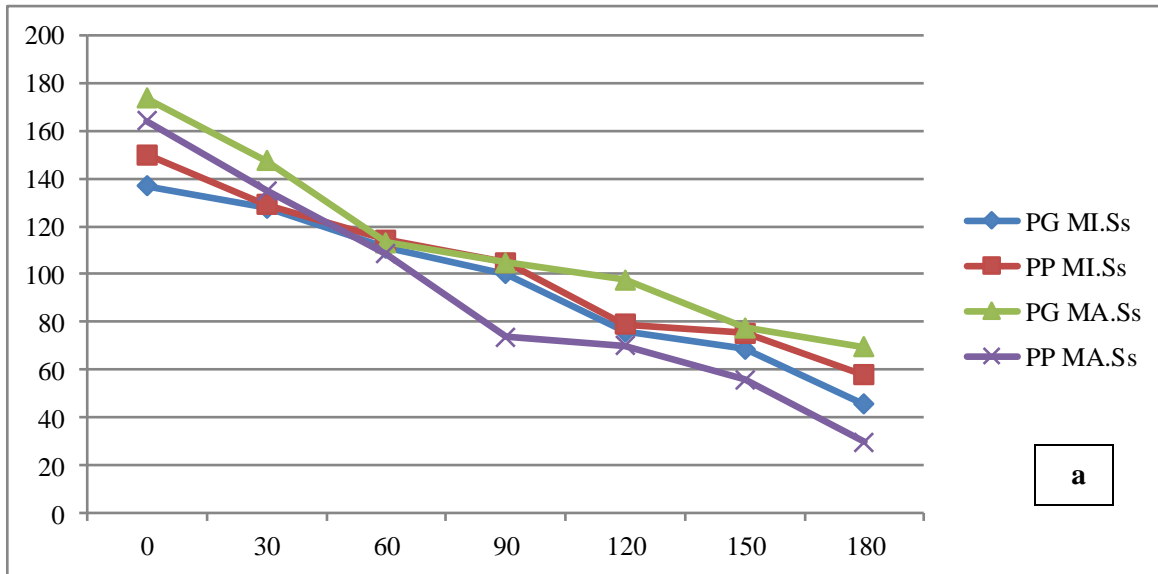


Figure12 : Cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions à base d’extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps

Les émulsions qui ont manifesté par des valeurs du nombre moyen des globules gras supérieur et croissant au cours du temps sont celles préparées à partir de :

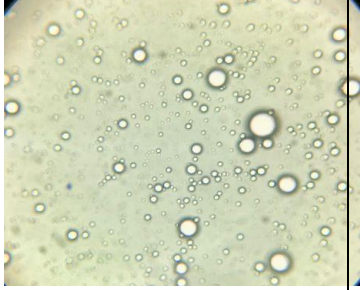
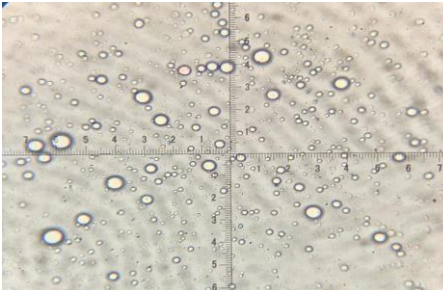
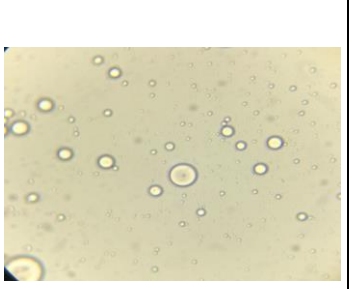
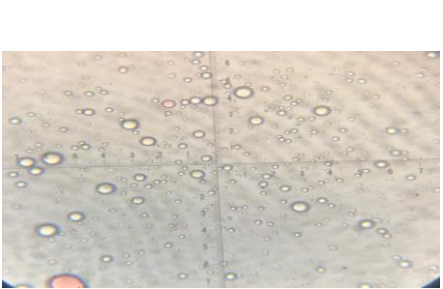
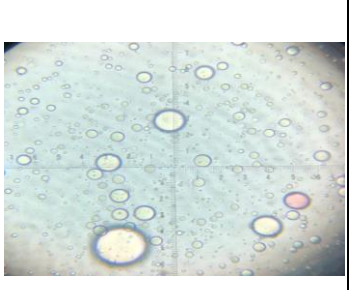
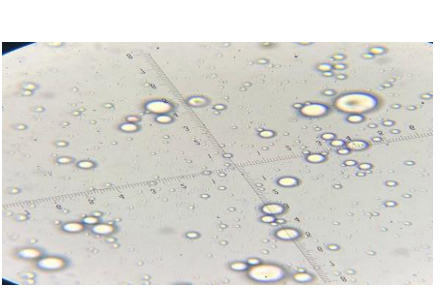
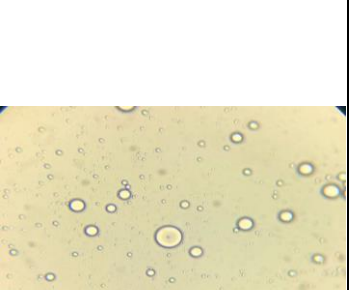
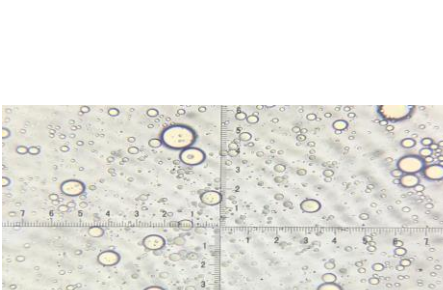
- L'extrait aqueux (EA-PMI-As) avec un nombre varie du 179,68 à 100,22
- L'extrait aqueux (EA-GMA-Ss) avec un nombre varie du 173,81 à 69,52
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec un nombre varie du 156,65 à 68,62
- L'extrait aqueux (EA-PMI-Ss) avec un nombre varie du 149,88 à 57,72
- L'extrait aqueux (EA-PMA -As) avec un nombre varie du 147,49 à 54,17
- L'extrait aqueux (EA-GMI -As) avec un nombre varie du 174,71 à 47,85
- L'extrait aqueux (EA-GMI -Ss) avec un nombre varie du 136,90 à 45,46
- L'extrait aqueux (EA-PMA -Ss) avec un nombre varie du 164,29 à 29,60

Selon **Cheftel (1985)**, ces réductions sont principalement causées par les trois processus : le crémage, la floculation et la coalescence.

II.5.2.3. Prise des photos

Le tableau 04 illustre les aspects microscopiques des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre des caroubes.

Tableau04 : Aspects microscopiques des émulsions étudiées.

Emulsions	Photos à t0	Emulsions	Photos à t0
EA-GMI-Ss		EA-GMI-As	
EA-PMI-Ss		EA-PMI-As	
EA-GMA-Ss		EA-GMA-As	
EA-PMA-Ss		EA-PMA-As	

II.5.3. Aspect macroscopique

II.5.3.1. Indice de crémage

Les résultats de l'indice de crémage des émulsions sont indiqués dans l'annexe 04. La figure 11 donne l'évolution de l'indice de crémage des émulsions au cours du temps

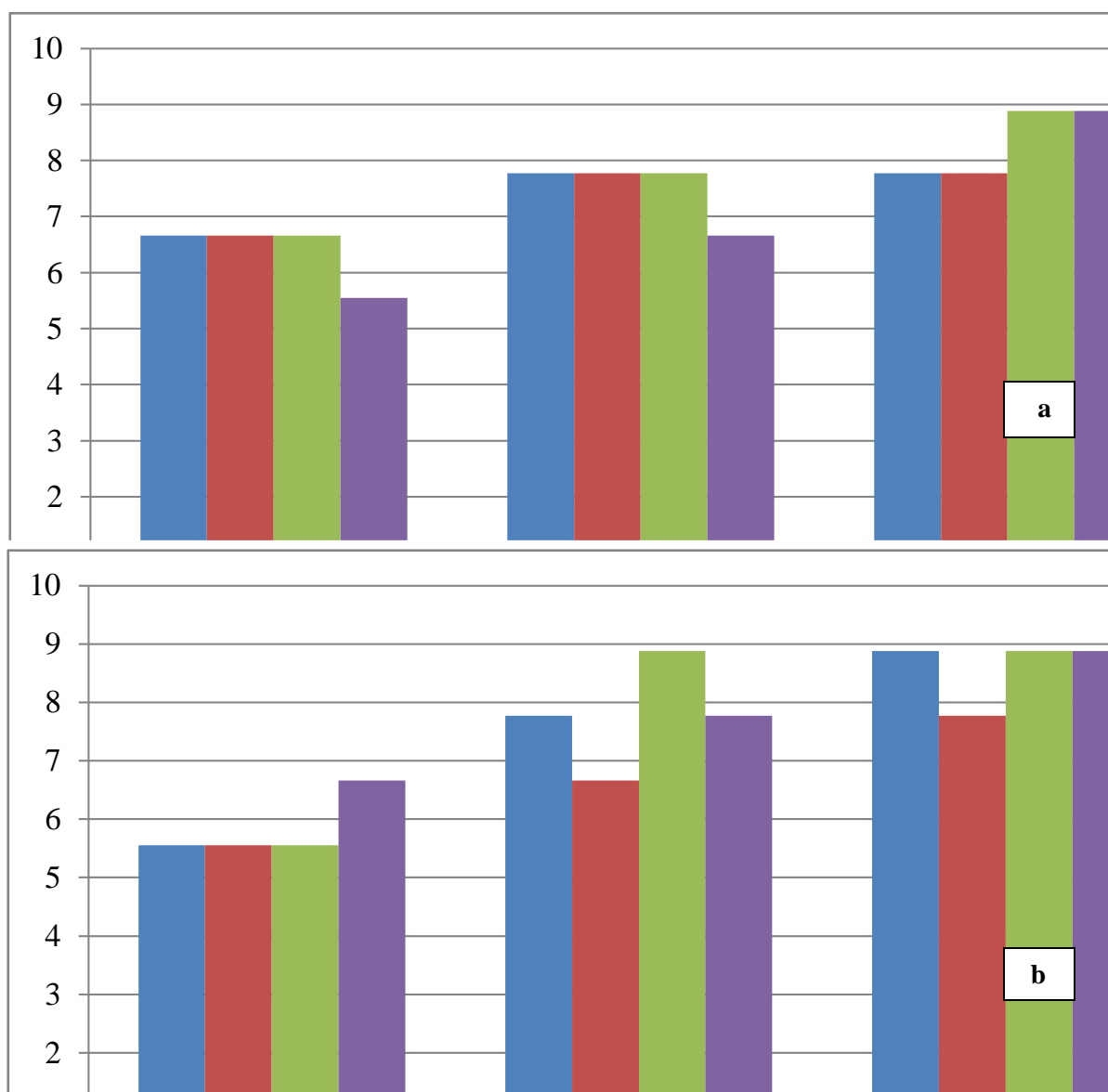


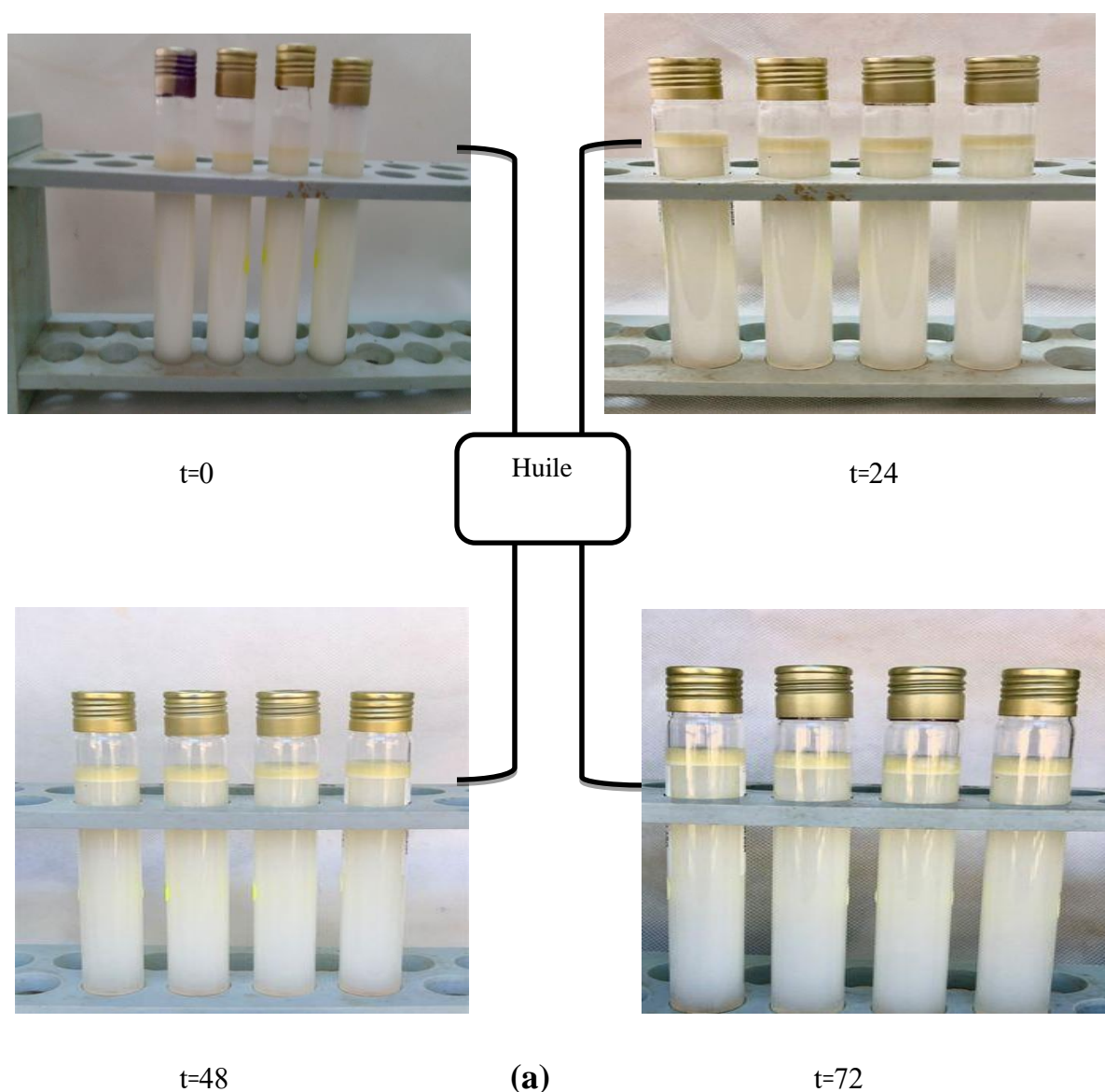
Figure 13 : Cinétique de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant **(a)** et avec stabilisant **(b)** au cours du temps.

Nous constatons que l'émulsion préparée à base d'extrait aqueux de poudre de pulpe de Mila et de mascara et de stabilisant an une bonne stabilité au fil du temps, ce qui a conduit à une légère augmentation de l'indice de crémage.

Selon **DICKINSON** en **1995**, plus les gouttelettes dispersées sont petites, plus l'émulsion est stable.

II.5.4.Prise des photos

La figure 14 illustre l'aspect macroscopique des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) « EA-Ss » et avec stabilisant (b) « EA-As » au cours du temps



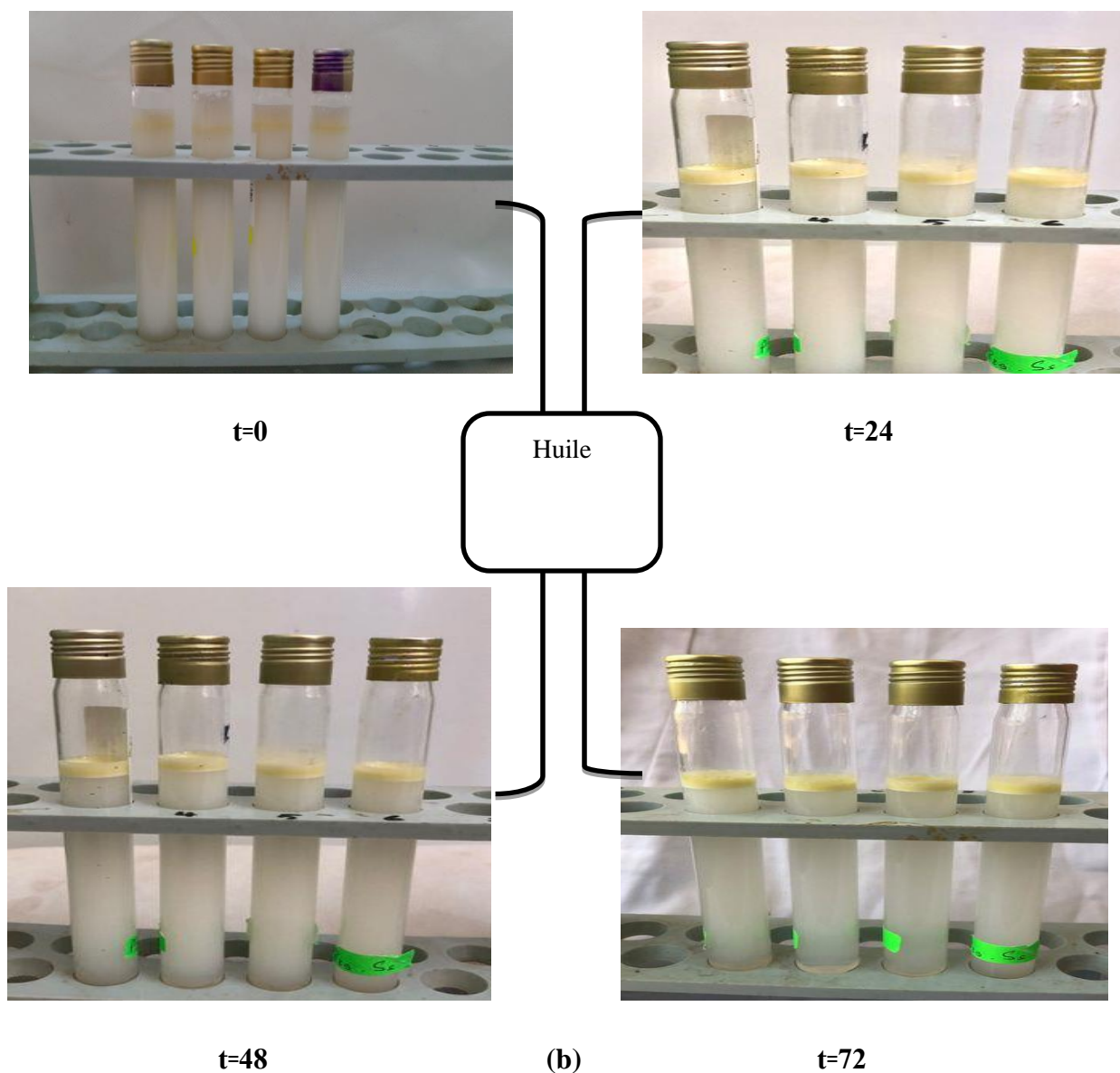


Figure 14 : Aspect macroscopique des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant **(a)** « EA-Ss » et avec stabilisant **(b)** « EA-As » au cours du temps

Selon **Lim et al. (2015)**, de nombreux facteurs, y compris le pH de la solution, la température de la solution, la concentration en sel et la vitesse et la durée de mélange, ont un impact sur la stabilité de l'émulsion. En général, une vitesse de mélange plus élevée et une durée de mélange plus longue produisent des tailles plus petites de gouttelettes d'émulsion avec une surface interfaciale et une interaction de gouttelettes plus élevées, ce qui conduit à des émulsions plus stables

II.6. Pouvoir stabilisant

II.6.1. Etude des émulsions

II.6.1.1. Stabilité

La figure 15 montre la cinétique de la stabilité de différentes émulsions en fonction du temps

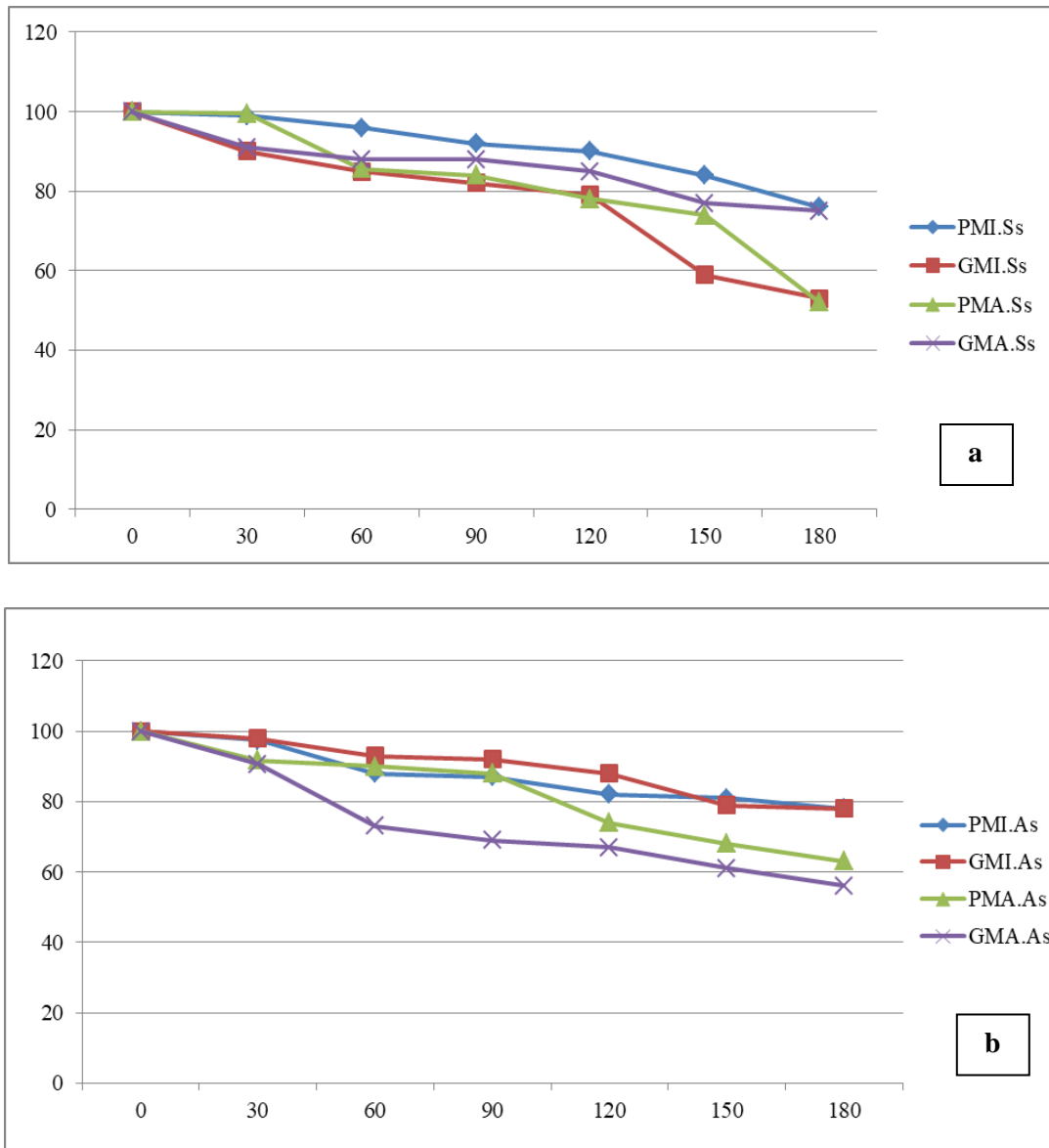


Figure 15 : Cinétique de la stabilité des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.

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

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

- L'extrait aqueux (EA-PMI-As) avec une stabilité varie du 100 à 78,56 %
- L'extrait aqueux (EA-GMI-As) avec une stabilité varie du 100 à 78,22 %
- L'extrait aqueux (EA-PMI-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 76,75%
- L'extrait aqueux (EA-GMA-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 75,70%
- L'extrait aqueux (EA-PMA-As) avec une stabilité varie du 100 à 63,20%
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec une stabilité varie du 100 à 56,62%
- L'extrait aqueux (EA-GMI-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 53,23%
- L'extrait aqueux (EA-PMA-Ss) avec une stabilité varie du 100 à 52,15%

Les émulsions sont différentes des stabilisants. Les stabilisants ne peuvent pas produire d'émulsions seules, mais donnent de la stabilité aux émulsions déjà produites. Certains composés tels que les protéines peuvent agir à la fois comme émulsifiants et stabilisants. En fait, les protéines sont des composés amphiphiles hydrophobes et hydrophiles avec des fractions actives, sont de bons tensioactifs et s'adsorbent à l'interface, même à de très faibles concentrations dans la phase aqueuse (**Sredzinski, 2010**).

II.6.2. Paramètres microscopiques

II.6.2.1. Diamètre moyen de globules gras

La figure 16 indique la cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions étudiées au cours du temps.

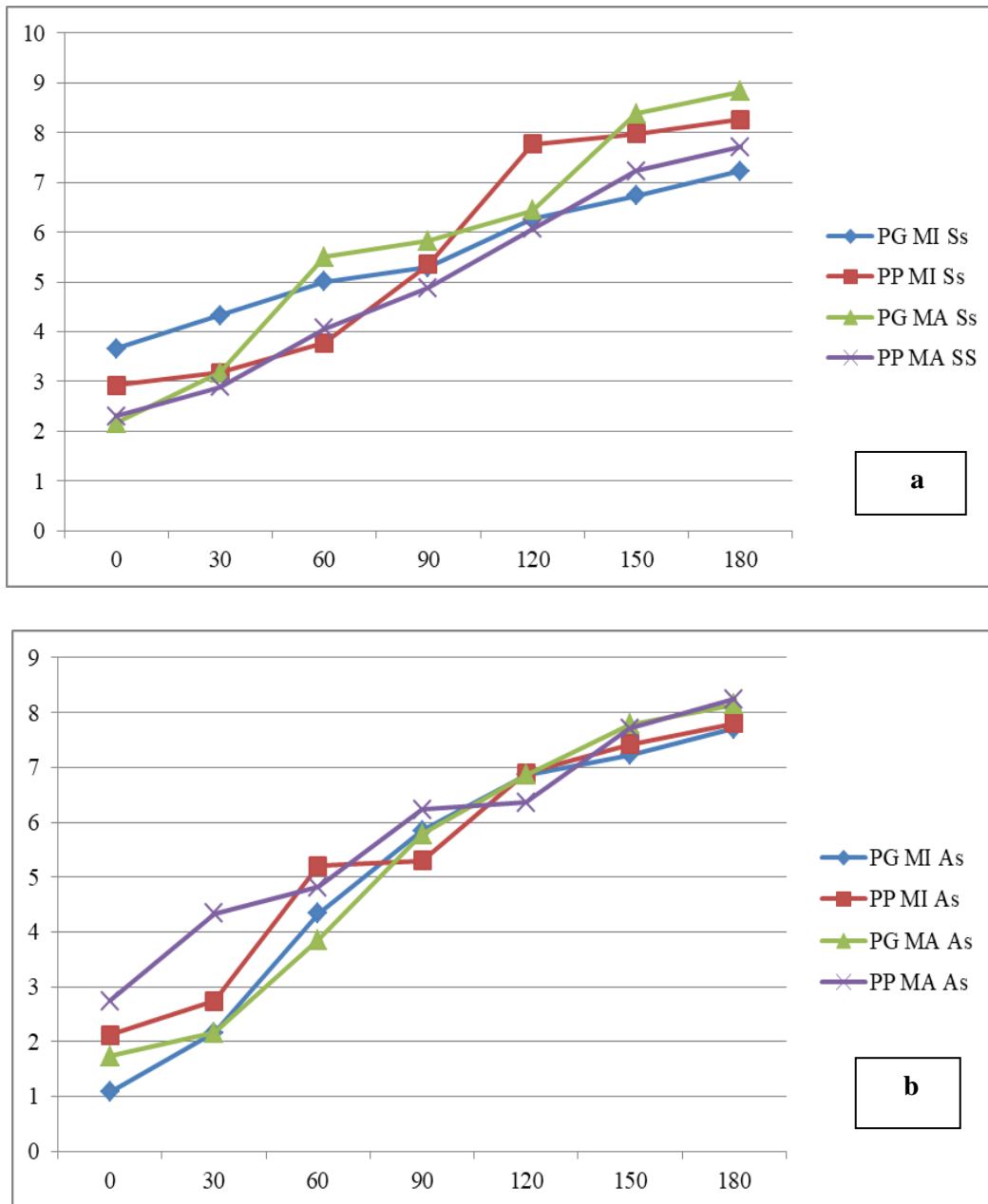


Figure 16 : Cinétique du diamètre moyen des globules gras des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.

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

- L'extrait aqueux (EA-GMI-Ss) avec un diamètre varie du 3,66 à 7,23 μm
- L'extrait aqueux (EA-GMI-As) avec un diamètre varie du 1,08 à 7,71 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMA-Ss) avec un diamètre varie du 2,30 à 7,72 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMI-As) avec un diamètre varie du 2,12 à 7,80 μm
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec un diamètre varie du 1,73 à 8,15 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMA-As) avec un diamètre varie du 2,74 à 8,24 μm
- L'extrait aqueux (EA-PMI-Ss) avec un diamètre varie du 2,92 à 8,27 μm
- L'extrait aqueux (EA-GMA-Ss) avec un diamètre varie du 2,16 à 8,83 μm

Ces résultats concordent avec ceux de **Cheftel (1985)**, qui ont montré que les gouttelettes des globules gras dispersés ont un diamètre compris entre 0.1 et 50 μm .

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

II.6.2.2. Nombre des globules gras

La figure 17 indique la cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions au cours du temps.

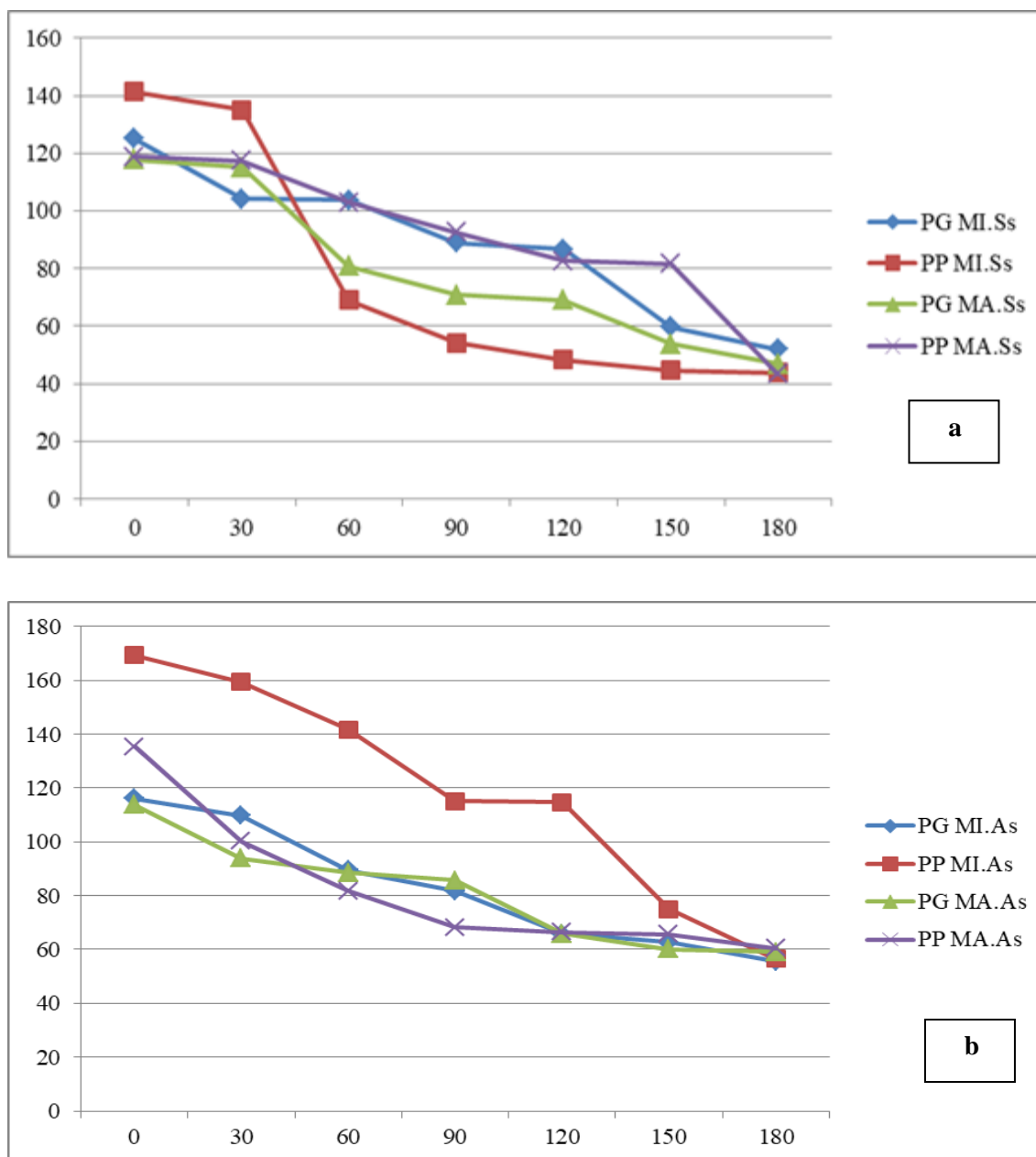


Figure 17 : Cinétique du nombre moyen des globules gras des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.

Les émulsions qui ont manifesté par des valeurs du nombre moyen des globules gras inférieures et croissantes au cours du temps sont celles préparées à partir de :

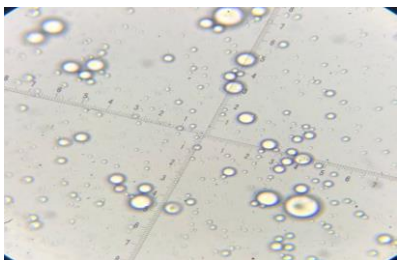
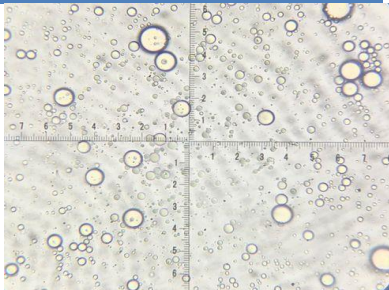
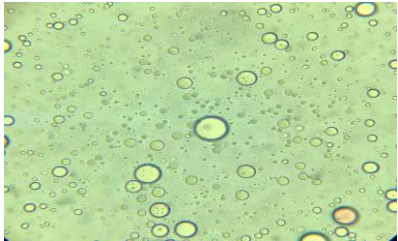
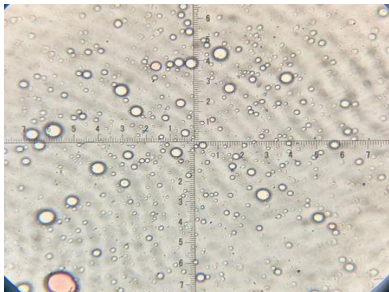
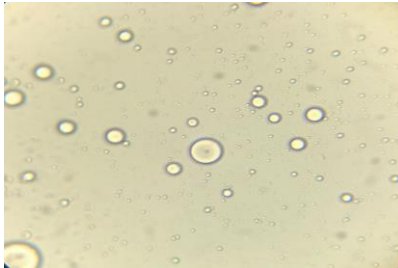
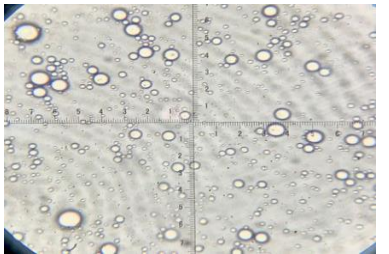
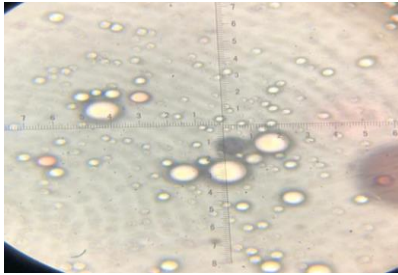
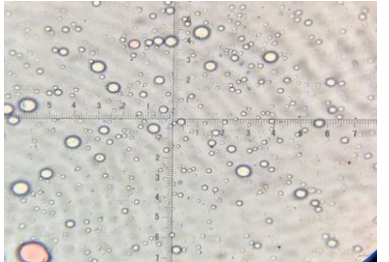
- L'extrait aqueux (EA-PMA-As) avec un nombre varie du 135,44 à 60,49
- L'extrait aqueux (EA-GMA-As) avec un nombre varie du 113,76 à 59,14
- L'extrait aqueux (EA-PMI-As) avec un nombre varie du 169,30 à 56,43
- L'extrait aqueux (EA-GMI-As) avec un nombre varie du 116,02 à 55,53
- L'extrait aqueux (EA-GMI -Ss) avec un nombre varie du 125,05 à 51,91
- L'extrait aqueux (EA-GMA -Ss) avec un nombre varie du 117,83 à 46,95
- L'extrait aqueux (EA-PMI -Ss) avec un nombre varie du 141,30 à 43,79
- L'extrait aqueux (EA-PMA -Ss) avec un nombre varie du 118,28 à 43,34

Selon **Cheftel (1985)**, trois processus sont responsables de cette diminution : l'émulsification, la floculation et la coalescence

II.6.2.3. Prise des photos

Le tableau 05 illustre les aspects microscopiques des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre des caroubes.

Tableau05 : Aspects microscopiques des émulsions étudiées.

Emulsions	Photos à t0	Emulsions	Photos à t0
EA-GMI-Ss		EA-GMI-As	
EA-PMI-Ss		EA-PMI-As	
EA-GMA-Ss		EA-GMA-As	
EA-PMA-Ss		EA-PMA-As	

II.6.3. Aspect macroscopique

II.6.3.1. Indice de crémage

Les résultats de l'indice de crémage des émulsions sont indiqués dans l'annexe 04. La figure 18 donne l'évolution de l'indice de crémage des émulsions au cours du temps

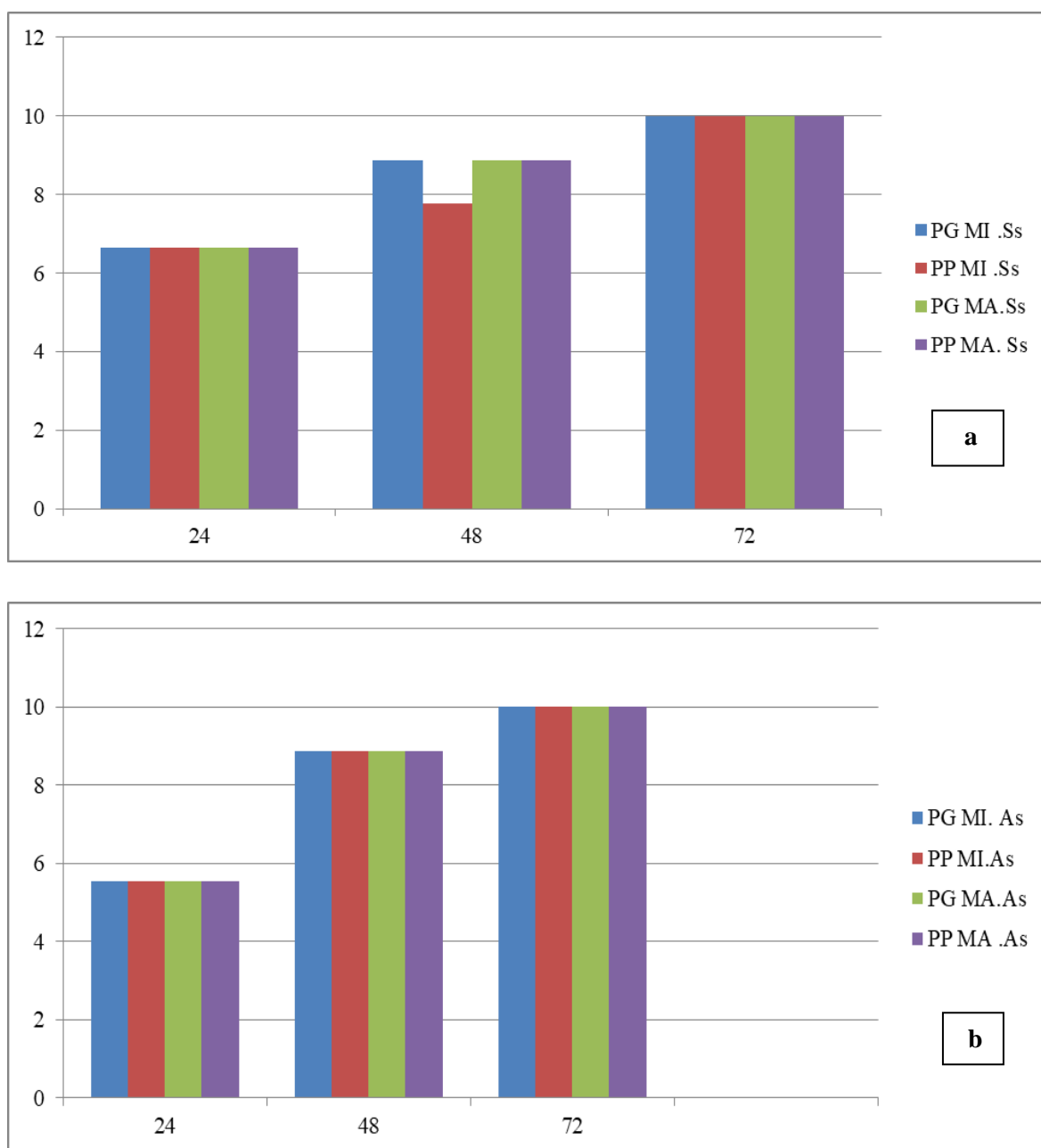


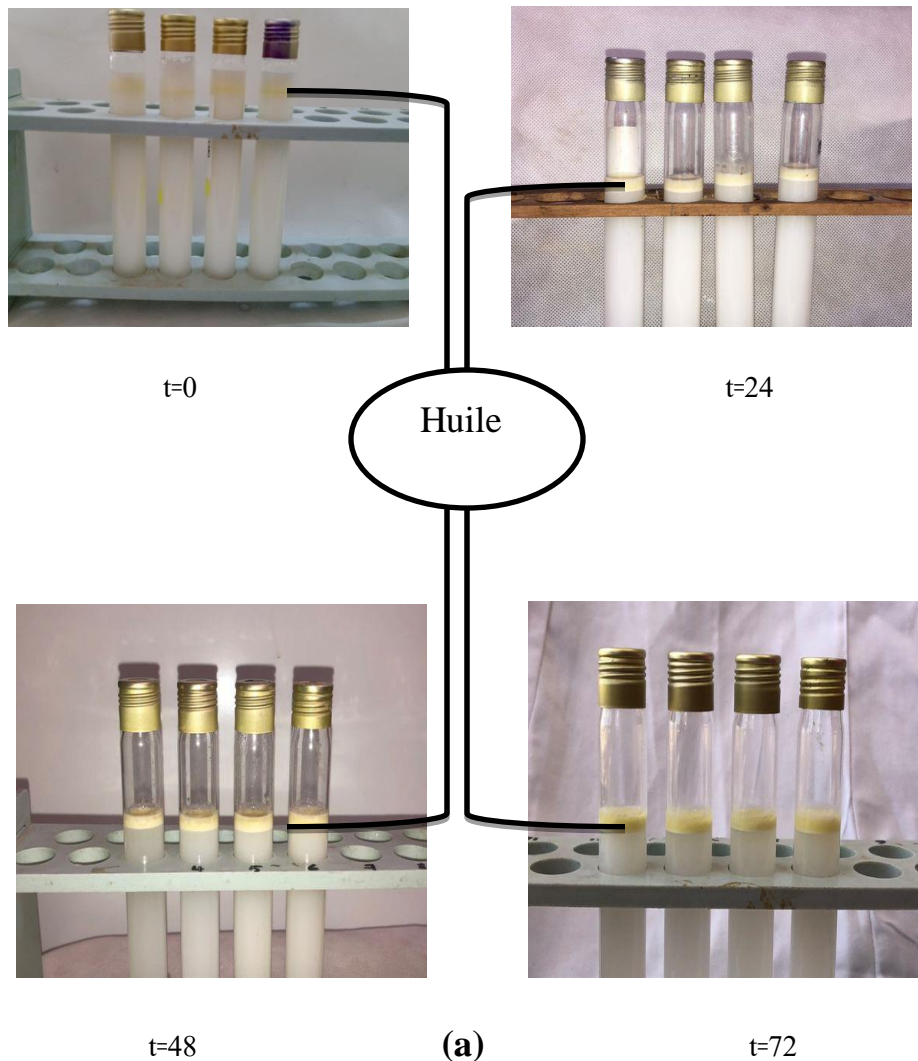
Figure 18 : Cinétique de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) et avec stabilisant (b) au cours du temps.

Nous avons constaté que les émulsions préparées à base d'extraits aqueux de poudre de gousse et poudre de pulpe des deux wilaya sans et avec stabilisants se caractérisaient par une bonne stabilité dans le temps, se traduisant par une e augmentation de l'indice de crémage..

Selon Dickinson,(1995), plus les gouttelettes dispersées sont petites, plus l'émulsion est stable.

II.6.3.2. Prise des photos

La figure 19 illustre l'aspect macroscopique des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) « EA-Ss » et avec stabilisant (b) « EA-As » au cours du temps.



(a)

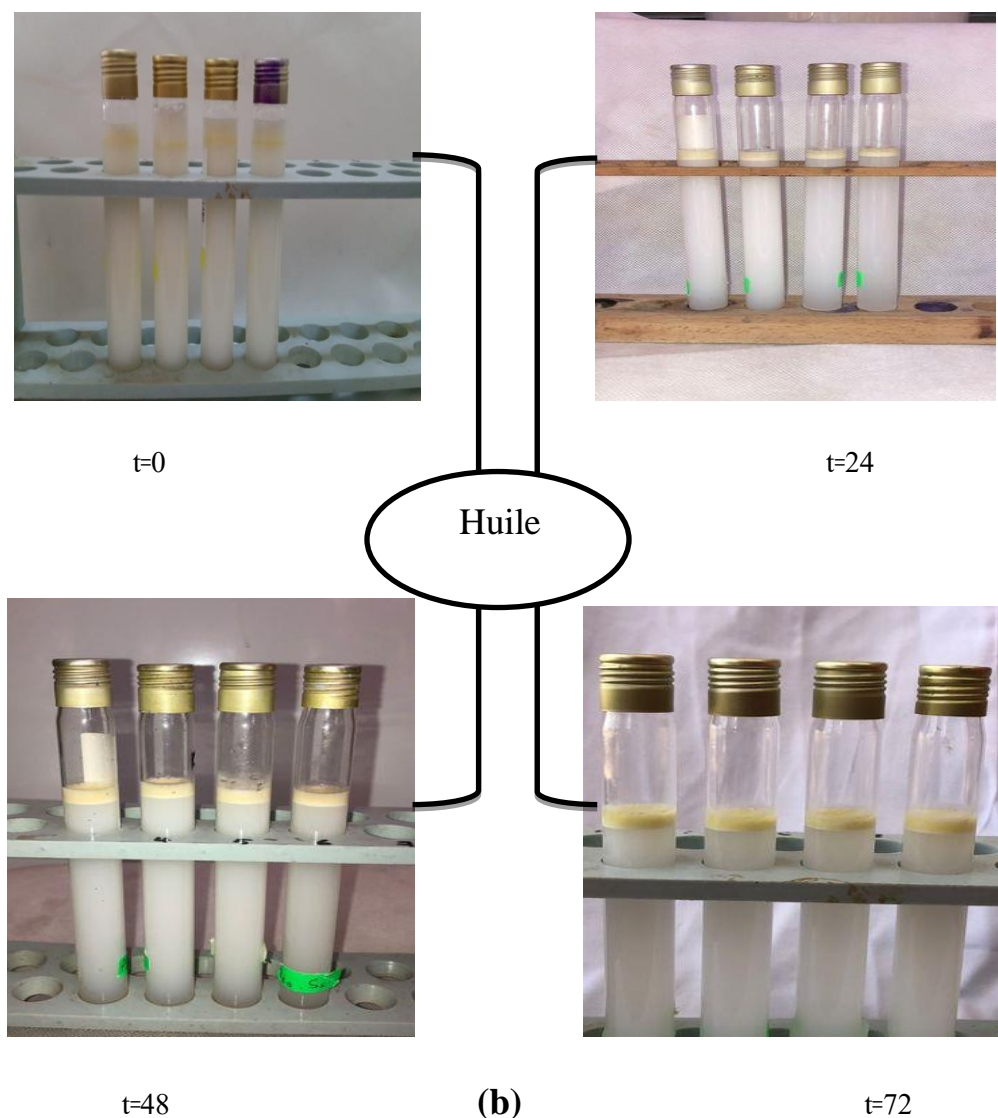


Figure 19 : Aspect macroscopique des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant (a) « EA-Ss » et avec stabilisant (b) « EA-As » au cours du temps

Selon **Lim *et al.* (2015)**, de nombreux facteurs, y compris le pH de la solution, la température de la solution, la concentration en sel et la vitesse et la durée de mélange, ont un impact sur la stabilité de l'émulsion. En général, une vitesse de mélange plus élevée et une durée de mélange plus longue produisent des tailles plus petites de gouttelettes d'émulsion avec une surface interfaciale et une interaction de gouttelettes plus élevées, ce qui conduit à des émulsions plus stables (**Briceno *et al.*, 1997** ; **Ashrafizadeh et Kamran, 2010**).

CONCLUSION

A l'issu de cette étude, des résultats intéressants et encourageants ont été obtenus selon les caractéristiques morphobiométriques du fruit du caroubier provenant de deux sites biogéographiques différents (région de Mila et Mascara), les techniques d'extraction des molécules phytochimiques à partir de leurs poudres, leur criblage phytochimique et physicochimique et leur propriétés technofonctionnelles.

Les gousses de caroube provenant de la région de Mascara sont caractérisées par des mesures morphobiométriques supérieures que celles notées pour la région de Mila notamment le volume, le poids, la largeur et la longueur. Quant aux les analyses physico chimiques des extraits aqueux ; les valeurs du pH des échantillons sont inférieures à 7 (acides), ils sont compris entre 4,48 et 5,47.

Le criblage phytochimique a révélé que les extraits aqueux des poudres de caroubes sont riches en molécules phytochimiques comme les carbohydrates, les glycosides cardiaques, les flavonoïdes, les mucilages, les protéines contenant du soufre, les sucres hexoses, les triterpinoïdes et les sucres réducteurs.

D'autre part, ceux préparés à base des poudres des gousses entières et des pulpes de la région de Mascara ont présenté des valeurs de la conductivité électrique et des densités supérieures à celles trouvées dans ceux préparés à base des poudres du fruit du caroubier de Mila. En ce qui concerne les propriétés émulsifiantes ; les meilleures émulsions sont celles préparées à partir d'extrait aqueux macéré de poudre de pulpes de Mila, de l'huile d'olive vierge et du stabilisant, or les émulsions préparées à partir d'extrait aqueux décocté de poudre de gousses de Mila, de l'huile d'olive vierge et du stabilisant ont donné un meilleur pouvoir stabilisant comparativement aux autres types d'émulsions.

En perspectives, nous suggérons une étude complémentaire similaire traitant les effets de la force ionique et du pH sur les propriétés fonctionnelles des extraits aqueux des poudres des caroubes étudiés.

RÉFÉRENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

- Afi A. (1996).** Note technique sur le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.). Centre Nationale de la recherche Forestiere, Rabat (Maroc), pp. 10.
- AFNOR nf ISO 279 (T75-111). Mars 1999 :** Huiles essentielles – Détermination de la densité Journal officiel du 23 février 1999, Num. 146p.
- Aicha Bouaziz, Ines Zidi, Wissem Mnif, Microbiol. Hyg. Alim.-Vol 25, N° 72– mars 2013,** La gomme de caroube: trésor industriel ?
- Ait Chitt M., Belmir M., Lazrak A. (2007).** Production des plantes sélectionnées et greffées du caroubier. Transfert de technologie en Agriculture. Maroc. 153: 1-4.
- Albanell E., Caja G. and Plaixats J. (1991),** Characterization of Spanish carob pod and nutritive value of carob kibbles, Options Méditerranéennes N°16, pp. 135- 136.
- Amellal H., 2008.** Aptitudes technologiques de quelques variétés communes de dattes : formulation d'un yaourt naturellement, sucré et aromatisé. Thèse de doctorat en Technologie Alimentaire. Université M'hamed Bougara. Boumerdes. 127p.
- AOAC, 2002:** Official method of Analysis 17thED. Maryland .U.S.A.
- AOAC. 2000.** Official Methods of Analytics. 17th Ed. Gaithersburg, USA.
- Ashrafizadeh, S.N., Kamran, M. (2010).** Emulsification of heavy crude oil in water for pipeline transportation .J. Pet. Sci. Eng, 71, 205-211.
- Avallone R, Plessi M., Baraldi M. and Monzani A. (1997),** Determination of Chemical Composition of Carob (*Ceratonia siliqua*): Protein, Fat, Carbohydrates, and Tannins, Journal of food composition and analysis, Vol.10, pp.166–172
- Baston O. (2016).** Production and analysis of *Ceratonia siliqua* L. powders. Annals. Food Science and Technology. 17(1):1-5.
- Battle I. &Tous J., 1997.** Carob tree. *Ceratonia siliqua*L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. 17. Institute of Plant Genetic and Crops Plant Research. Gatersleben/International Plant Resources Institute. Rome. Italy.
- Battle I., Tous J. (1997).** 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.
- Battle I. et Tous J., 1997.** « Carob tree. *Ceratonia siliqua* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops». 17. Institut of plant Genetic and crops Plant Research. Gatersleben/International Plant Ressources Institut. Rome. Italy. 97 p.
- Bengoechea B, A. Romero, A. Villanueva, G. Moreno, M. Alaiz, F. Millán, A. Guerrero and M.C. Puppo, (2008),** Composition and structure of carob (*Ceratonia siliqua* L.) germ proteins Food Chemistry, Vol. 107, N°2, pp. 675-683.

- Bernard.A-S et al., 2012.** Techniques expérimentales en chimie. DUNOD. Paris. 166p.
- Bidie 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
- 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. 100: 1453-1455.
- Boudier. J.F et Luquet D,1980 :** utilisation du lactosérum en alimentation humaine et animale, Série synthèse bibliographique, N°21, APRIA, Paris, p96.
- Bouzouita N., A. Khaldi, S. Zgoulli, L. Chebil, R. Chekki, M.M. Chaabouni and P. Thonart, (2007),** The analysis of crude and purified locust bean gum: A comparison of samples from different carob tree populations in Tunisia Food Chemistry Vol. 101, N°4, pp. 1508-1515.
- Briceno, M., Isabel, R.M. , Bullon, J., & Salager, J.L. (1997).** Customizing drop size distribution to change emulsion viscosity. Proceedings of the 2 nd World Congress on Emulsion. September 23-26. Bordeaux. France.
- Calixto F.S. and J. Canellas, (1982),** Components of nutritional interest in carob pods *Ceratonia siliqua* , Journal of the Science of Food Agriculture N°33, pp. 1319– 1323.
- Cendres.A. 2011.** Procédé novateur d'extraction de jus de fruit par micro-onde : viabilité de fabrication et qualité nutritionnel des jus. Thèse doctorat. Spécialité : Biochimie, Université d'Avignon et des pays de Vaucluse. 137p.
- Cheftel., 1985.** Caractères des émulsions , Edit, lavoisier paris pp 30-40.
- DAKIA P. A. et al., 2008.** Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid and water dehulling pre-treatment. Food Hydrocolloids, 22, 807-818.
- Dialla D., 2000.** Ethnopharmacological survey of medicinal plants in Mali and phytochemical study of four of them: *Glinus oppositifolius* (Azoaceae), *Diospyros abyssinica* (Eblanceae), entada Africana (Méliacée), thèse de doctorat de Recherche, université de Lausanne, Suisse.
- Dickinson E., 1998.** Les colloïdes alimentaires, Ed, Masson, Paris, p 216.
- Doukani, K. et Tabac, S. 2015.** Profil Physicochimique du fruit « Lendj » (*Arbutus unedo* L.). Nature and Technology, (12), 51.
- Evans.W.C,** “Trease and Evans Pharmacognosy”, Harcourt Brace and company. Asia pvt. Ltd.Singapore, 1997.
- Geoffrey,C ,2011.** Food science and technology . Ed. John Wiley and Son .USA .520P.
- Gharnit N., Mtili N., Ennabili A. T. and Ennabili A. (2001).** Social characterization and exploitation of carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) from Mokrisset and Bab Taza (NW of Morocco). Sci. Lett. 3 n°2.

Harborne JB., 1998. Phytochemical methods. A guide to modern techniques of Plants analysis. Third Edition. pp : 203-214.

Hillcoat D., Lewis G. & Verdcourt B., (1980). A new species of *Ceratonia* (Leguminosae/Caesalpinioideae) from Arabia and the Somali Republic. *Kew bull.* 35: 261-271.

<https://hortimedia.ma/tout-savoir-sur-le-caroubier/>

<https://leurquin-mediolanum.fr/documents/p15/FR2-Carruba.pdf>

Leroy, 1929, , Determination of Chemical Composition of Carob (*Ceratonia siliqua*): Protein, Fat, Carbohydrates, and Tannins, *Journal of food composition and analysis*, Vol.10, , pp.166–172

Lim, J.S., Wong,S.F., Law, M.C., Samyudia,Y., & Dol, S.S.(2015). A review on the effects of emulsions on flow behaviours and common factors affecting the stability of emulsions. *Journal of Applied Sciences*,15(2),167-172.

Lydie.C, Grégory.L. 2013. *Method seconde physique-chimie.* 376p.

Maude G., 2000. Etude des propriétés émulsifiantes d'un complexe de protéines de lactosérum et de carboxyméthyl cellulose, Centre STELA, pp 6-7.

Messaid H., 2008. Optimisation de processus d'immersion- rehydratation du système dattes sèches – jus d'orange. Mémoire de magister. Universités m'Hamed bouguera-Boumerdes.

Naghmouchi S., Khouja M. L., Romero A., Tous J., Boussaid M. (2009). Tunisian carob (*Ceratonia siliqua* L.) populations: morphological variability of pods and kernel. *Scientia Horticulturae.* 121: 125–130.

Nielson,S.S ., 2010. *Food Analysis 4thEd.*Springer .USA. 602p.

Noudogbessi, J.P.A., Natta, K.A., Tchobo, F.P., Bogninou, G.S., Bothon, F.T.D., Bossou, A.D., Figueredo, G., Chalard, P., Chalchat, J.C., Sohounhloué, D.C.K., Phytochemical screening of *Pentadesma butyracea* sabine (clusiaceae) acclimated in benin by gc/ms, *ISRN Analytical Chemistry*,

Orphanos P. I. and Papaconstantinou J. (1969), The carob varieties of Cyprus, *Tech. Bull. 5.* Cyprus Agricultural Research Institute, Ministry of Agriculture and Natural Resource, Nicosia

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

Petit M. &Pinilla J., 1995. Production and purification of a sugar syrup from carob pods. *Lebensm. Wiss. Technol.*, 28, 145-152.

Regnault L., 1992. *Agression et défense du corps humain, Décariéet vigot, Québec, Paris, 449.*

Rejeb M.N., (1995). Le caroubier en Tunisie : Situations et perspectives d'amélioration. Dans : *Quel avenir pour l'amélioration des plantes ?* Edit. AUPELF-UREF. John Libbey Eurotext. Paris, pp 79-85.

Rejeb MN., Laffray D., Louguet P. (1991). Physiologie du caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) en Tunisie. In: Physiologie des arbres et arbustes en zones arides et semi-arides. Groupe d'Etude de l'Arbre, Paris, pp 417-426.

Sean.A .,Hogan Brien,F .,Me Namee, E.,O'riordan,D.,O'sullivan,M, 2004 : stabilization of emulsions buy cod protein extracts , j.Agric.Food chem. ...,2004,52(12).

Sidina M.M., El Hansali M., Wahid N., Ouatmane A., Boulli A., Haddioui A. (2009). Fruit and seed diversity of domesticated carob. *Scientia Horticulturae*. 123: 110-116.

Simon M., 2010. Production enzymatique d'oligosaccharides à partir de gomme de caroube. Mémoire : Faculté universitaire des Sciences agronomiques de Gembloux (Belgique).

Soni, A., Sosa, S., 2013. Phytochemical analysis and free radical scavenging potential of herbal and medicinal plant extracts, *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 2013, 2, 22-29.

Sredzinski N., 2010. Additifs et adjuvants alimentaires, pp 50.

Tardat-Henry.M, Beaudry.J .P ,1992 : Chimie des eaux ,ed, le griffon d'argil, sainté foy(Québec), Canada, p537.

Tiwari P, Kumar B, Kaur M, Kaur G, Kaur H (2011). Phytochemical screening and extrac-tion: A review. *Internationale Pharmaceutica Sci-encia*1(1): 98-106.

Tous J., Romero A., Plana J., Batlle I. (1996). Current situation of carob plant material. In *Proceedings of the III International Carob Symposium*. Cabanas-Tavira. Portugal (in press traitement des essences forestières). Ed. Larose, Paris, pp.443-445.

Turhan I., Bialka K.L., Demirci A., Karhan M. (2010).Ethanol production from carob extract by using *Saccharomyces cerevisiae*. *Bioresource Technology*, 101, pp5290–5296.

Vardar Y., Seçurenand Ö. And Ahmed M. (1972), Preliminary results on the chemical composition of the Turkish carob beans, *Qual. Plant Mater*, vol. XXI N°4, pp. 318- 327.

Vavilov N.I., 1951. The Origin, Variation, Immunity and Breeding of Cultivated Plants [translated from the Russian by K.S. Chester]. The Ronald Press Co., New York.

Velsseyre.R. 1975. Technologie de lait. 3éme édition. La maison Rustique. Paris. 698p.

Vourdoubas J., Makris P., Kefalas J., Kaliakatsos G. (2002). In: *Proceedings of the 12thNational Conference and Technology Exhibition on Biomass for Energy. Industry and Climate Protection*, Amsterdam, pp 489–493.

Wagner.H, „Pharmazeutische Biologic”, 5 th Edition, AUFI.15 BN 3-437-20 498-X, 1993.

Yousif A. K., Alghzawi H. M. (2000). Processing and characterization of carob powder. *Food Chemistry*. 69: 283–287.

Zitouni A., 2010. Monographie et perspectives d'avenir du caroubier (*Ceratonia siliqua*) en Algérie. *Th.Ing. Agrn, INSA, El-Harrach*, pp 201.

ANNEXES

Annexe 01 : Les résultats de Caractérisation morpho biométrique des gousses de caroube.

Tableau 01 : Les résultats de Caractérisation morpho biométrique des gousses de caroube de la wilaya de Mila.

Gousse	Longueur (cm)	Epaisseur (cm)	Largeur (cm)	masse (g)	Volume (ml)	N° Graines	Poids T Graines
G 01	15,479	0,697	1,766	12,747	10	13	2,998
G 02	13,276	0,689	1,433	9,511	9	9	2,015
G 03	12,358	0,632	1,850	8,299	5	7	1,657
G 04	15,167	0,791	1,917	12,636	10	11	2,696
G 05	18,034	0,771	2,002	13,696	14	12	2,735
G 06	14,536	0,744	1,794	10,083	10	9	1,412
G 07	13,064	0,666	2,049	10,770	11	8	1,584
G 08	12,847	0,702	1,647	6,354	8	7	1,582
G 09	10,463	0,591	2,110	8,880	9	6	0,822
G 10	17,737	0,720	3,078	11,468	11	13	3,142

Tableau 02 : Les résultats de Caractérisation morphobiométrique des gousses de caroube de la wilaya de mascara.

Gousse	Longueur (cm)	Largeur (cm)	Epaisseur (cm)	masse (g)	Volume (ml)	N° Graines	Poids T Graines
G 01	18,36	18,36	0,64	22,839	19	7	1,156
G 02	17,051	17,051	0,668	19,748	11	8	0,822
G 03	13,518	13,518	0,684	14,260	17	5	0,878
G 04	16,271	16,271	0,727	19,812	9	11	1,568
G 05	11,479	11,479	0,520	10,766	11	4	0,550
G 06	13,471	13,471	0,540	12,658	19	6	0,741
G 07	18,051	18,051	0,582	22,466	13	8	1,364
G 08	17,687	17,687	0,527	16,622	13	7	0,747
G 09	17,474	17,474	0,576	19,556	17	8	1,375
G 10	19,508	19,508	0,580	24,579	19	7	0,823

Annexe 02 : Les valeurs du degré de Brix et l'indice de réfraction trouvées pour les extraits aqueux (EAM et EAD) des fruits et pulpe de caroube en fonction des masses des poudres (PG.PP) / eau distillée sont mentionnées respectivement par les tableaux suivants :

Tableau 01 : Variation du degré Brix et l'indice de réfraction d'extraits aqueux obtenu par macération et par décoction en fonction des masses de (PGMILA).

Valeurs Extrait aqueux [PG(g)/eau distillée (ml)]	Macération		Décoction	
	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction
EA 01 [5/50]	3,60%	1,3382	3,75%	1,338
EA 02 [5/100]	2,45%	1,3365	2%	1,336
EA 03 [25/50]	/	/	/	/
EA 04 [25/100]	9%	1,3464	9,75%	1,3475

Tableau 02 : Variation du degré Brix et l'indice de réfraction d'extraits aqueux obtenu par macération et par décoction en fonction des masses de (PPMILA)

Valeurs Extrait aqueux [PP(g)/eau distillée (ml)]	Macération		Décoction	
	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction
EA 01 [5/50]	3,75%	1,3385	5%	1,343
EA 02 [5/100]	9,15%	1,3465	2,35%	1,3365
EA 03 [25/50]	/	/	/	/
EA 04 [25/100]	7,25%	1,3435	2,85%	1,337

Tableau 03 : Variation du degré Brix et l'indice de réfraction d'extraits aqueux obtenu par macération et par décoction en fonction des masses de (PG MASCARA)

Valeurs Extrait aqueux [PG(g)/eau distillée (ml)]	Macération		Décoction	
	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction
EA 01 [5/50]	4,60%	1,3396	6,50%	1,3425
EA 02 [5/100]	2,80%	1,3370	3,15%	1,3375
EA 03 [25/50]	/	/	/	/
EA 04 [25/100]	10,15%	1,3480	12,30%	1,3515

Tableau 04 : Variation du degré Brix et l'indice de réfraction d'extraits aqueux obtenu par macération et par décoction en fonction des masses de (PP MASCARA)

Valeurs Extrait aqueux [PP(g)/eau distillée (ml)]	Macération		Décoction	
	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction	Degré de Brix (%)	Indice de réfraction
EA 01 [5/50]	4,25%	1,3392	6,40%	1,3424
EA 02 [5/100]	2,25%	1,3366	3,25%	1,3376
EA 03 [25/50]	/	/	/	/
EA 04 [25/100]	10%	1,3487	13,50%	1,353

D'après les résultats d'analyses des quatre tableaux ci-dessus les extraits aqueux sélectionnés qui ont présentes des teneurs élevées pour le degré de Brix et l'indices de réfractions sont ceux préparés selon le protocole suivant pour chaque échantillon :

- Echantillon de la région de Mascara :

Poudre utilisé	Solution [P(g) / eau distillée (ml)]	Technique utilisé
Poudre gousses entiers (PGMA)	[25 / 100]	Décoction
Poudre pulpes (PPMA)	[25 / 100]	Décoction

- Echantillon de la région de Mila

Poudre utilisé	Solution [P(g) / eau distillée (ml)]	Technique utilisé
Poudre gousses entiers (PGMI)	[25 / 100]	Décoction
Poudre pulpes (PPMI)	[5 / 50]	Macération

Annexe 03 : Les résultats des analyses physiques des extraits aqueux

Tableau 01 : Les valeurs des paramètres physiques des différents extraits de caroube

N°	Test	Poudre	Résultat
01	pH à 25°C	PMI	4,94
		GMI	5,47
		PMA	4,48
		GMA	4,50
02	Conductivité électrique (mS/cm)	PMI	2
		GMI	2,33
		PMA	4,81
		GMA	4,89
03	Densité à 25°C	PMI	1,009
		GMI	1,004
		PMA	1,047
		GMA	0,717
04	Cendres (%)	PMI	0,1337%
		GMI	0,0658%
		PMA	0,3737%
		GMA	0,3019%

Annexe 04 : Les résultats de l'indice de crémage des émulsions dans le pouvoir émulsifiant.

Tableau 01 : Les valeurs de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant au cours du temps.

Temps (h) IC %	24	48	72
GMI-Ss	6,66	7,77	7,77
PMI-Ss	6,66	7,77	7,77
GMA-Ss	6,66	7,77	8,88
PMA-Ss	5,55	6,66	8,88

Tableau 02 : Les valeurs de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube avec stabilisant au cours du temps.

Temps (h) IC %	24	48	72
GMI-As	5,55	7,77	8,88
PMI-As	5,55	8,88	7,77
GMA-As	5,55	6,66	8,88
PMA-As	6,66	7,77	8,88

Annexe 05 : Les résultats de l'indice de crémage des émulsions dans le pouvoir stabilisant.

Tableau 01 : Les valeurs de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube sans stabilisant au cours du temps.

Temps (h) \ IC %	24	48	72
GMI-Ss	6,66	8,88	10
PMI-Ss	6,66	7,77	9,99
GMA-Ss	6,66	8,88	10
PMA-Ss	6,66	8,88	10

Tableau 02 : Les valeurs de l'indice de crémage des émulsions à base d'extraits aqueux de la poudre de la caroube avec stabilisant au cours du temps.

Temps (h) \ IC %	24	48	72
GMI-As	5,55	7,77	8,88
PMI-As	5,55	8,88	8,88
GMA-As	5,55	7,77	9,99
PMA-As	5,55	8,88	9,99

Résumé

L'étude réalisée a porté sur la caractérisation morphobiométrique des caroubes, l'extraction aqueuse des molécules phytochimiques, le criblage phytochimique, l'analyse physicochimique et l'évaluation de leurs propriétés émulsifiantes et stabilisantes. Les résultats ont démontré que les caractéristiques morphobiométriques varient d'un site biogéographique à un autre. Le criblage phytochimique des extraits aqueux de caroube a révélé la présence d'une variété de métabolites secondaires tels que les flavonoïdes, les mucilages, les protéines sulfurées, les glucides, les hexoses, les sucres réducteurs, les glycosides cardiaques, les triterpénoïdes et les saponines. Une variabilité a été enregistrée pour les paramètres physicochimiques des extraits aqueux préparés à partir des poudres des caroubes étudiées. En ce qui concerne les propriétés émulsifiantes, les meilleures performances ont été observées dans l'émulsion préparée à partir de l'huile d'olive vierge et de l'extrait aqueux macéré de poudre des pulpes de Mila avec stabilisant, or les émulsions préparées à partir d'extrait aqueux décocté de poudre de gousses de Mila, de l'huile d'olive vierge et du stabilisant ont donné un meilleur pouvoir stabilisant

Mots clés : Caroube, phytochimie, émulsifiant, stabilisant, extrait aqueux.

ملخص

ركزت الدراسة على التوصيف المورفوبيومتري للكروب ، والاستخراج المائي لجزيئات الكيمياء النباتية ، والفحص الكيميائي النباتي ، والتحليل الفيزيائي الكيميائي ، وتقييم خصائص الاستحلاب والتثبيت. أظهرت النتائج أن الخصائص المورفوبيومترية تختلف من موقع جغرافي حيوي إلى آخر. كشف الفحص الكيميائي النباتي لمستخلصات الخروب المائي عن وجود مجموعة متنوعة من المستقلبات الثانوية مثل الفلافونويدات والصمغ والبروتينات الكبريتية والكاربوهيدرات والسداسيات والسكريات المختزلة والجليكوسيدات القلبية والتريترينويد والصابونين. تم تسجيل تباين في المتغيرات الفيزيائية والكيميائية للمستخلصات المائية المحضرة من مساحيق الخروب المدروسة. فيما يتعلق بخصائص الاستحلاب ، لوحظ أفضل أداء في المستحلب المحضر من زيت الزيتون البكر والمستخلص المائي المنقوع لمسحوق لباب ميللا مع مثبت ، أو المستقلبات المحضرة من مستخلص مائي مستخرج بالتسخين من مسحوق قرون ميللا وزيت الزيتون البكر و أعطى المثبت قوة استقرار أفضل

الكلمات الدالة: الخروب ، الكيماويات النباتية ، المستحلب ، المثبت ، مستخلص مائي

Abstract

The study carried out focused on the morphobiometric characterization of carobs, the aqueous extraction of phytochemical molecules, phytochemical screening, physicochemical analysis and the evaluation of their emulsifying and stabilizing properties. The results demonstrated that the morphobiometric characteristics vary from one biogeographical site to another. Phytochemical screening of aqueous carob extracts revealed the presence of a variety of secondary metabolites such as flavonoids, mucilages, sulfur proteins, carbohydrates, hexoses, reducing sugars, cardiac glycosides, triterpenoids and saponins . Variability was recorded for the physicochemical parameters of the aqueous extracts prepared from the carob powders studied. As regards the emulsifying properties, the best performances were observed in the emulsion prepared from virgin olive oil and the macerated aqueous extract of Mila pulp powder with stabilizer, or the emulsions prepared from aqueous extract decocted from powder of Mila pods, virgin olive oil and stabilizer gave better stabilizing power

Key words: Carob, phytochemical, emulsifier, stabilizer, aqueous extract.