



**REPUBLIQUE ALGERIENNE
DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la
Recherche Scientifique

Université de M'HAMED
BOUGARA.BOUMERDES Faculté de
Technologie

Département de Génie Des Procédés

Mémoire de Fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de MASTER

Filière : Génie Des Procédés

Option : Génie Alimentaire

Thème :

**Détermination des conditions optimales
d'obtention d'une farine de caroube.
Application pour l'élaboration d'un biscuit.**

Présenté par:

GOUIGAH Salma

ZITOUNI Sihem

Soutenu le 21/06/2023

Devant le jury composé de

Mme LACHHEB, S.	MCA	Présidente	UMBB
Mme ANNOU, S.	MAA	Examinatrice	UMBB
Mme BENMALEK, N.	MCB	Promotrice	UMBB

Promotion 2022- 2023



Abstract

The objective of this work is to obtain a carob flour like cocoa and which can be used in the food industry. The roasting time and temperature of the carob flour have been optimized using a complete factorial plan (CFP) in order to obtain a flour with the same organoleptic characteristics (fragrances and color) as cocoa, as well as a high antioxidant activity. (AA) and less possible toxic substances that absorb at 294 nm. The analysis of the response surface by the MINTAB 17 software showed that the AA, the DO at 294 nm, the Brown Index (BI) and the intensity of the aromas in the roasted flours are influenced by the temperature, heating time and time-temperature interaction. The optimum carob flour is obtained at an optimum temperature of 149.01°C after 40.85 minutes of heating. Physicochemical analyzes of carob flour before roasting (FCNT) and after roasting (FCT) showed an increase in pH, dry matter, antioxidant activity (AA), polyphenol content and flavonoids after roasting. ; on the other hand, the content of total sugars and reducing sugars decreased after roasting. Water retention capacity (CRE) also increased in FCT. Kramer's Quik Rank sensory test of FCT-based and optimized muffins revealed panelists' satisfaction after sensory analysis of cookies.

Keywords: Carob flour, Roasting, Optimization, Muffin

الهدف من هذا العمل هو الحصول على دقيق الخروب الذي يحل محل الكاكاو والذي يمكن استخدامه في صناعة الأغذية. تم تحسين وقت ترميم دقيق من أجل الحصول على دقيق له نفس الخصائص الحسية (العطور واللون) مثل الكاكاو، (PFC) الخروب ودرجة حرارته باستخدام خطة عملية كاملة وأقل المواد السامة التي تمتص عند 294 نانومتر. أظهر تحليل سطح الاستجابة بواسطة (AA) بالإضافة إلى فعالية عالية في مضادات الأكسدة وشدة الروائح في دقيق المحمص تتأثر بدرجة الحرارة ووقت التسخين (BI) عند 294 نانومتر والمؤشر البني DO و AA أن MINTAB 17 برنامج ودرجة الحرارة الزمنية. تفاعل. يتم الحصول على دقيق الخروب الأمثل عند درجة حرارة مثالية تبلغ 149.01 درجة مئوية بعد 40.85 دقيقة من زيادة في درجة الحموضة والمادة (FCT) وبعد الترميم (FCNT) التسخين. أظهرت التحليلات الفيزيائية والكيميائية لدقيق الخروب قبل الترميم ومحتوى البوليفينول والفالفونويد بعد الترميم. من ناحية أخرى، انخفض محتوى السكريات الكلية والسكريات (AA) الجافة ونشاط مضادات الأكسدة الحسي للكعك المعتمد على Kramer's Quik Rank أظهر اختبار FCT أيضًا في (CRE) المختزلة بعد الترميم. زادت قدرة الاحتفاظ بالمياه والمحسن رضا أعضاء اللجنة بعد التحليل الحسي لملفات تعريف الارتباط FCT

كلمات مفتاحية: طحين خروب، ترميم، أمثلية، كعك.

Résumé

Le présent travail a pour objectif l'obtention d'une farine de caroube substitut de cacao et qui peut être utilisée dans l'industrie alimentaire. Le temps et la température de torréfaction de la farine de caroube ont été optimisés en utilisant un plan factoriel complet (PFC) afin d'obtenir une farine de mêmes caractéristiques organoleptiques (parfums et couleur) que le cacao, ainsi qu'une activité antioxydante élevée (AA) et moins possible de substances toxiques qui absorbent à 294 nm. L'analyse de la surface de réponse par le logiciel MINTAB 17 a montré que l'AA, la DO à 294 nm, l'Indice de brun (IB) et l'intensité des arômes dans les farines torréfiées sont influencés par la température, le temps et l'interaction temps température de chauffage. La farine optimale de caroube est obtenue à une température optimale de 149,01°C après 40,85 minutes de chauffage. Les analyses physicochimiques de la farine de caroube avant torréfaction (FCNT) et après torréfaction (FCT) ont montré une augmentation dans le pH, dans matière sèche, dans l'activité antioxydante (AA), dans la teneur en polyphénol et des falvonoides après torréfaction; par contre la teneur en sucres totaux et sucres réducteurs à diminué après torréfaction. La capacité de rétention d'eau (CRE) a également augmenté dans la FCT. Le test sensoriel de *Quik Rank de Kramer* des muffins élaborés à base de FCT et optimisée a révélé la satisfaction des panélistes après analyse sensorielle des biscuits.

Mots clés : Farine de caroube, Torréfaction, Optimisation, Muffin.

Remerciement

Avant tout nous remercions « Allah" le tout puissant et miséricordieux qui nous a donné la santé, la volonté et le courage pour accomplir ce modeste travail pour accomplir ce modeste travail.

Nous remercions nos promotrice Mme BEN MALEK maitre de conférences à l'université de M'Hamed Bougera pour le temps qu'elle nous consacré à la réalisation de ce mémoire et son appui scientifique et pour ses conseils précieux.

Nos vivement remerciement aux membres de l'unité SARL SAROS particulièrement à Me ATHMANE Isaak et Mlle KISSASI Katia les responsables de laboratoire, pour l'aide considérable qu'ils nous ont apportée.

Nos remerciements les plus sincères s'adressent de même aux respectables membres de jury pour bien vouloir nous accorder de leur temps précieux pour commenter, discuter et juger notre travail.

Nous remercions également tous ceux qui ont contribué de prêt ou de loin à la réalisation de ce mémoire. À vous tous, un grand Merci

Dédicace

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

Je dédie ce mémoire :

A ma chère et tendre mère Dahbia, source d'affection de courage et d'inspiration qui a autant sacrifié pour me voir atteindre ce jour.

A mon père Ahcene, source de respect, en témoignage de ma profonde reconnaissance pour tout l'effort et le soutien incessant qui m'a toujours apporté.

A mon soutien moral, l'homme de ma vie mon mari Salah je remercie le bon DIEU qui a illuminé ma vie par ta présence. Que DIEU te préserve.

A mes très chers Beaux-Parents « Mohamed et Fadila », et mes chères belles sœurs Saida et Djahida, et beaux-frères Toufik, Mounir, Adlene, et Soufiane qui ont veillé que je puisse continuer mes études et pour leurs précieux conseils, leur soutien moral, matériel et leurs encouragements.

A mes sœurs Hanane, Ferial, et Rahma, vous étiez toujours là pour m'écouter, me reconforter et m'encourager dans les moments difficiles.

A mes frères Mohamed et Yacine pour leurs soutiens, amours et d'avoir toujours su me reconforter et remonter mon moral,

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

A Toute la promotion Master (2) MGA qui va vraiment me manquer sans oublier tous les professeurs de l'enseignement supérieur.

À tous ceux qui me sont chers.

ZITOUNI Sihem

Dédicace

Avec tous mes sentiments respect avec l'expérience de ma reconnaissance, je dédie ma remise de diplôme et ma joie.

À Mon paradis, à la prunelle de mes yeux à la source de ma joie et mon bonheur, ma lune et le fil d'espoir qui allumer mon chemin, ma moitié Maman (LEILA).

À celui qui m'a fait une femme, ma source de vie, d'amour et d'affection à mon support qui était toujours à mes côtés pour me soutenir et m'encourager, à mon prince papa (TAHAR).

À ma sœur kaouther, qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de persévérance, de courage et de générosité.

À mon cher frère Younes.

À tout la famille GOUIGAH et LAZAZI.

Aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé, qui étaient toujours à mes côtés spécialement à Yasmine, Nesrine, et Maroua, qui m'ont accompagné durant ma vie.

À mes meilleurs amis Anis, Sabrina, Mina, Amira, Dounia, et Fouad.

À mon binôme Sihem.

A Toute la promotion Master (2) MGA qui va vraiment me manquer sans oublier tous les professeurs de l'enseignement supérieur.

GOUIGAH Salma

Table des matières

Sommaire

Introduction	1
--------------------	---

Partie théorique

I. Le caroubier	4
1. Taxonomie et terminologie commune	4
Terminologie commune	4
2. Description botanique du caroubier.....	4
➤ Les feuilles	5
➤ Les fleurs.....	5
➤ Les fruits	5
➤ Les graines.....	6
➤ Les variétés	6
3. Classification systématique	8
4. Conditions de culture	8
5. Composition biochimique et la valeur énergétique de la pulpe de caroube.....	9
➤ Sucres	9
➤ Polyphénol	10
➤ Fibres	10
➤ Protéines et lipide.....	11
➤ Cendre.....	11
➤ Minéraux	11
➤ Humidité	12
➤ La valeur énergétique.....	12
6. Utilisation culinaire et médecine populaire.....	12
7. Importance économique	13
8. Production mondiale et locale.....	14
Production mondiale	14
Production locale	15
II. La farine de caroube	16
1. Composition chimique et obtention	16
La composition chimique de la farine de caroube.....	16
Obtention de la farine de caroube	16
2. Comparaison entre la composition minérale la poudre de cacao et la poudre de caroube	17

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthode

I. Matériel et Réactifs	18
II. Préparation du matériel végétal	18
III. Caractérisation morphologique des gousses de caroube	19
IV. Torrification des gousses et obtention de la poudre de caroube	19
V. Elaboration du plan factoriel complet	20
1. Détermination de l'absorbance UV à 294 nm et de l'indice de brun (DO à 420 nm).....	21

2.	Détermination de l'activité antioxydant de la poudre de caroube.....	22
3.	Evaluation de l'intensité aromatique.....	23
VI.	Caractérisation de la farine de caroube optimisée.....	24
1.	Détermination de la teneur en matière sèche.....	24
2.	Détermination de la teneur en cendres.....	24
3.	Détermination du pH.....	25
4.	Détermination de l'acidité totale de la farine de caroube.....	25
5.	Dosage de l'extrait éthéré non volatil (matière grasse).....	26
6.	Dosage des sucres réducteurs et totaux.....	27
7.	Dosage des substances pectiques.....	28
8.	Dosage de l'acide ascorbique "vitamine C".....	29
9.	Dosage des polyphénols totaux.....	30
10.	Dosage des flavonoïdes.....	31
11.	Dosage des tanins condensés.....	32
12.	Détermination de l'activité de l'eau.....	33
13.	La capacité de rétention d'eau des farines de caroube (CRE).....	33
14.	La capacité de rétention d'huile des poudres de caroube (CRH).....	33
15.	Détermination de la masse volumique des poudres de caroube.....	34
16.	Détermination du volume interstitiel.....	34
VII.	Application de la farine de caroube pour l'élaboration un biscuit de muffin.....	34
1.	Analyse sensorielle de biscuit muffin de caroube.....	34

Chapitre II : Résultats et discussion

I.	Caractérisation morphologique des gousses de caroube.....	35
II.	Torréfaction de la caroube.....	36
III.	Analyse du plan factoriel.....	37
1.	Influence des facteurs sur la torréfaction.....	37
Influence des facteurs sur l'A.A:.....	37	
Influence des facteurs sur l'intensité aromatique.....	38	
Influence des facteurs sur la densité optique à 294 nm.....	39	
Influence sur l'indice de brun (IB).....	40	
2.	Optimisation du processus de torréfaction en utilisant la surface de réponse.....	41
3.	Optimisation par le composite centré.....	43
IV.	Caractéristiques physico-chimiques de la farine de caroube.....	44
1.	Activité de l'eau de la farine de caroube.....	50
V.	Aspect des muffins élaborés à base de farine de caroube torréfiée.....	51
VI.	Analyse sensorielle des muffins élaborés à base de la farine de caroube substitut de cacao.....	52
Conclusion.....	54	
Références bibliographiques...	55	
Annexes.....	65	

Liste des tableaux

Tableau n° 1 : Les différentes variétés du caroubier	7
Tableau n° 2 : Classification systématique de l'espèce <i>Ceratonia siliqua L.</i>	8
Tableau 3 : Production mondiale de caroube (FAOSTAT 2010)	14
Tableau n°4 : production de la caroube dans les différentes wilayas de l'Algérie (DSA de Tlemcen, 2009).....	15
Tableau n°5 : La composition minérale de la poudre de cacao et la poudre de caroube (mg/100g).....	17
Tableau n°6 : Matériel et Réactifs utilisés	18
Tableau n°7 : Table de variation et intervalle de variation es facteurs	20
Tableau n°8 : Matrice de planification des expériences	21
Tableau n°9 : Préparation de la gamme standard de glucose	28
Tableau n°10 : Préparation de la gamme standard d'acide galacturonique	28
Tableau n°11 : Préparation de la gamme standard de l'acide gallique	30
Tableau n°12 : Préparation de la gamme standard de Quercétine	31
Tableau n° 13 : Préparation de la gamme standard d'acideTannique.....	32
Tableau n°14 : Caractéristiques morphologiques des gousses de caroube.....	35
Tableau n°15 : Analyses physico-chimiques de la farine de caroube torréfiée FCT et de la farine de caroube non torréfiée FCNT	45
Tableau n°16 : Sondage des panélistes	52

Liste des figures

Figure n°1 : Le caroubier : (a) L'arbre de caroube " <i>Ceratonia siliqua</i> » ; (b) Feuilles de caroube; (c) fleur de la caroube; (d) Fruit de la caroube	5
Figure n° 2 : a) Coupe transversale d'une graine de caroube (d'après Dakia et al. 2008) b) Les graines de caroube	6
Figure n°3 : Centre d'origine et distribution du caroubier dans le monde (Batlle et Tous, 1997).....	9
Figure n°4 Composition biochimique de caroube	12
Figure n°5 : Les échantillons de caroube	19
Figure n°6 : les morceaux de caroube	19
Figure n°7 : a) Gousse égrenée b) Mixeur c) Gousse broyée	20
Figure n°8 : Les extraits aqueux de la poudre de caroube	22
Figure n°9 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydant (chimioactif)....	22
Figure n°10 : Détermination de l'acidité totale.....	25
Figure n°11 : Méthode d'extraction par Soxhlet	26
Figure n°12 : Propriétés réductrices de l'acide ascorbique avec le 2,6 dichlorophenolindophenol.....	29
Figure n°13 : Gousse de la caroube	35
Figure n°14 Farine de caroube: a) avant torréfaction ; b) après torréfaction	36
Figure n°15 Diagramme de Pareto et droite normale 'Henry pour l'AA	37
Figure n°16 Diagramme des effets principaux et d'interaction pour l'AA	38
Figure n°17 Diagramme de Pareto et droite d'Henry de l'intensité aromatique	38
Figure n°18: Diagramme des effets et des interactions pour l'intensité aromatique	39
Figure n°19 Diagramme de Pareto et d'Henry de la DO ₂₉₄	39
Figure n°20 : Diagramme des effets et d'interaction de DO ₂₉₄	40
Figure n°21 : Diagramme de Pareto et droite normale d'Henry de l'IB	40
Figure n°22 : Diagramme des effets et d'interaction d'indice de brun	41

Figure n°23 : L'indice de brun en fonction du temps et la température	41
Figure n°24 : Surface de réponse de la DO ²⁹⁴	42
Figure n°25 : Réponse de surface de l'AA	43
Figure n°26 : Réponse de surface de l'intensité aromatique	43
Figure n°27 : Optimisation des facteurs de torréfaction	44
Figure n°28 : Aspect de la farine de caroube optimisée.....	44
Figure n°29 : pH et teneur en acidité titrable avant et après torréfaction des farines de caroube	47
Figure n°30 : Isotherme d'adsorption de la farine torréfiée à 150°C.....	50
Figure n°31 : Muffins préparés à base de la farine de caroube substitut de cacao	51
Figure n°31 : Histogramme d'analyse statistique des paramètres sensoriels (gout et aspect) au seuil de probabilité de 5%. L'intervalle les traits pleins (Somme des rangs compris entre 13 et 22) indique une différence non significative	53

Liste des abréviations

AA : Activité antioxydante

Abs : Absorbance.

A.Gallique : Acide gallique

AC : Acidité

AFNOR : Association Française de Normalisation.

Aw : Activité de l'eau

C : Concentration.

DO : Densité optique.

DPPH : 2,2-diphényle-1-picrylhydrazyl.

Fig : Figure

Gr/Gs : Nombre de graine par gousse.

H : humidité %.

MG : Matière grasse %.

MS : matière sèche %.

mg/ml : milligramme par millilitre.

ml : millilitre.

Min : minutes.

mEq : milliéquivalent.

Nm : Nanomètre.

PH : Potentiel d'hydrogène.

Rpm : round per minute (tours en une minute).

Tab : tableau.

µl : microlitre.

UV : ultraviolet.

M : la masse molaire.

V : le volume.

Cd : les cendres.

Ext NV : extrait étheré non volatil.

DPIP : 2,6 Dichlorophénol indophénol.

g : gramme.

DNSA : acide 3,5-dinitrosalicylique

MDHP : métahydroxydiphenol

FCT : la farine de caroube torréfiée

FCNT : la farine de caroube non torréfiée



Introduction

Introduction

Introduction :

Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) appartient à la famille des Fabacées de l'ordre des Fabales. C'est une espèce sclérophylle, xérophile, thermophile, héliophile et calcicole, originaire des zones arides et semi-arides de la méditerranée et de la péninsule arabique. C'est un arbre qui sur le plan socio-économique et écologique peut jouer un rôle plus intéressant particulièrement dans les contrées sèches et dans les zones où les processus de désertification prennent des ampleurs de plus en plus alarmantes, notamment dans le bassin méditerranéen (Chial.,2020).

Le caroubier présente un intérêt de plus en plus grandissant en raison non seulement de sa rusticité, de son indifférence vis-à-vis de la nature du sol, de son bois de qualité, de sa valeur ornementale et paysagère, mais surtout pour ses graines qui font l'objet de transactions commerciales dont la valeur dépasse de loin celle de la production ligneuse (Ait Chitt et al., 2007). La caroube suscite actuellement beaucoup d'intérêt en Algérie, où les industriels se disputent le marché international, en vue de son exportation sous forme de farine tirée de la pulpe et des graines pour leur culture agricole. Par ailleurs, cet arbre est d'une importance économique considérable ; ses gousses, plus riches en sucre que la canne à sucre et la betterave sucrière, sont utilisées en industrie agroalimentaire et pharmacologique (Hariri et al. 2009). En effet, la farine de caroube représente une teneur faible en lipides (0,65%), en protéines (4,62%) et une teneur élevée en hydrates de carbones (88,8%) dont les sucres représentent (49,8%) et (39,8%) de fibres (USDA 2015). Le saccharose et le glucose sont les sucres les plus abondants dans la farine de caroube par rapport au fructose. Parmi les minéraux les plus abondants, on retrouve le calcium et le potassium ainsi que des teneurs considérablement élevées en iode, manganèse et zinc (Raman et al., 2017). Cette farine présente également des quantités élevées en composés phénoliques, mettant en évidence son niveau de proanthocyanidines et les catéchines, qui donnent lieu à une grande capacité antioxydante (Raman et al., 2017). En fait, la fibre de caroube peut être utilisée pour minimiser l'oxydation des lipides dans les biscuits; de la même manière que le tocophérol (Haber 2002). Plusieurs études ont également rapporté l'activité d'atténuation du taux de cholestérol de la fibre de caroube (Ruiz-Roso et al., 2010), un effet anti-athérosclérotique de fibre insoluble de la gousse de caroube est observé chez le lapin (Valero-Munoz et al., 2014) et même un traitement aux gousses de caroube pour les diarrhées a été proposé (Loeb et al. 1989). Il a été aussi rapporté que la caroube est également riche en D-pinitol, un composé qui peut abaisser la glycémie et qui a des effets anti-inflammatoires (Tetik et al. 2011).

Introduction

La caroube est l'une des cultures fruitières les plus importées des pays méditerranéens. Leurs productions et consommations ont considérablement augmenté ces dernières années. Elles sont largement utilisées dans la fabrication des jus cuits « pekmez » (Bate-Smith, 1973 ; Karkacier et Artık, 1995).

Cependant l'utilisation du fruit entier dans la consommation humaine est limitée, en raison du niveau élevé de tanins qui en résulte l'astringence (Bate-Smith, 1973 ; Karkacier et Artık, 1995).

Les gousses de caroube sont couramment traitées par torréfaction avant de les broyer. A cet effet les croquettes de caroube sont traitées à des températures comprises entre 120 et 180°C, typiquement 150°C pendant des temps allant de 10 à 60 min, afin d'obtenir plusieurs degrés de torréfaction (basse, moyenne et haute torréfaction). Lors de la torréfaction, certaines réactions telles que la caramélisation du sucre et la réaction de Maillard ont lieu, affectant la qualité de la farine (Raman et al., 2017). Ainsi, il a été rapporté que la torréfaction de caroube peut augmenter le taux de polyphénols totaux, la capacité antioxydante et l'indice de brunissement ainsi qu'une légère diminution de la valeur du pH est produite (Sahin et al. 2009). Cependant, la présence de certains composés de réaction de Maillard bien connue pour leurs effets toxiques, comme le furfural ou hydroxyméthyl-furaldéhyde (5-hydroxyméthyl-2furaldéhyde ;HMF) est augmentée dans les farines soumises à des temps de torréfaction plus longs (Cepo et al. 2014). La torréfaction modifie aussi la fraction volatile de la farine de caroube, en réduisant le pourcentage d'acides, d'alcools et d'aldéhydes et en augmentant le taux de furannes, de pyrroles et d'esters. Cela conduit à une amélioration de l'arôme de la farine la rendant plus semblable au chocolat ou au cacao (Raman et al., 2017).

Le caroubier possède un intérêt socio-économique et écologique considérable, la grande valeur de la caroube est connue grâce aux gousses et aux graines, sa pulpe est un substitut naturel de cacao utilisé pour la préparation de chocolat et aussi utilisé traditionnellement comme médicament contre les diarrhées et certaines maladies gastriques ainsi que pour la production de farine pour la préparation des gâteaux et l'alimentation animale. Berrougui H., (2007).

L'incorporation de farine de caroube a été proposée dans différents produits à base de céréales. Dans les pâtes, cette farine était incorporée à des niveaux de 5%, augmentant ainsi l'activité antioxydante sans affecter les attributs sensoriels (Seczyk et al. 2016). Son inclusion

Introduction

jusqu'à 15 % était proposée dans les pains sans gluten. Il a été constaté que cette inclusion modifiait la rhéologie de la pâte, ce qui nécessite par conséquent d'augmenter la teneur en eau dans la pâte (Tsatsaragkou et al., 2014). Il a été également proposé d'inclure la farine de caroube pour réduire l'index glycémique des biscuits (Vujic et al., 2014). Cependant, il n'y a pas eu d'études sur l'influence de l'ajout de farine de caroube sur la qualité organoleptique des gâteaux ou biscuits, ou sur la façon dont le degré de torréfaction affecte la propriété de ces produits de boulangerie (Raman et al., 2017). Les gâteaux et les biscuits sont des aliments appropriés pour l'inclusion de sous-produits comme certains de leurs ingrédients, tels que les graisses, les sucres, les œufs et les produits laitiers qui peuvent aider à masquer les saveurs étranges.

Ainsi le but de cette étude est d'optimiser la production de farine de caroube torréfiée en utilisant la surface de réponse ; et de son utilisation en biscuiterie.

Partie théorique



Le caroubier

I. Le caroubier

1. Taxonomie et terminologie commune

Terminologie commune

L'étymologie scientifique du caroubier, *Ceratonia siliqua* vient du mot grec "Keras", qui signifie petite corne tandis que le nom d'espèce "Siliqua" désigne en latin une siliqua ou gousse, on se désignant à la dureté et la forme de la gousse. L'espèce *Ceratonia siliqua* dans différents pays et langues tire son nom à partir du nom arabe Al kharroub ou kharroub, comme le cas de lalgarrobo ou garrofero en espagnol (Albanell., 1990). L'utilisation des graines entières du caroubier comme unité de poids dans le commerce de substances et matériels précieux a été attribuée aux Arabes. C'est pourquoi "elkilate" en espagnol ou « carat » en français vient du nom arabe (al-karat ou qirat) donné à la graine, à la raison de sa relativité avec la constance du poids (Albanell., 1990).

Au Liban et selon les régions, la caroube est appelée « kharroub » ou « kharnub ». Par ailleurs de son utilisation historique comme un aliment de base dans l'alimentation des animaux domestiques (Abi Azar R., 2007), ce fruit a été également utilisé par les gens en temps de famine. La caroube est consommée dans les régions défavorisées et est connue sous le nom de « pains de St-Jean ». De même, les animaux pourraient également paître sur les feuilles, et le bois adapté comme combustible. Les caroubiers ont été traditionnellement intercalés avec des olives, des raisins, des amandes et de l'orge dans les systèmes à faible intensité agricoles dans la plupart des pays producteurs de caroube (Battle & Tous, 1997). Cet arbre a été introduit par les arabes dans la région méditerranéenne, y inclut l'Espagne (Petit et Pinilla, 1995).

2. Description botanique du caroubier

Ceratonia siliqua, (caroube, caroube, pain de St Jean) est un arbre persistant, rustique, tolérant à la sécheresse et membre éminent de la famille des pois en la région méditerranéenne. Les Arabes ont contribué à la domestication des arbres le long de l'Afrique du Nord, du Levant et Europe du Sud et il est notarié que l'unité de mesure des pierres précieuses "carat" détiennent son nom des graines de caroube (Turnbull et al. 2006). L'arbre atteint une stature développée et étalé d'environ 6–15 m de haut, avec des branches s'étalant jusqu'au sol, son âge moyen est de 200 ans (Rejeb et al., 1991 ; Ait Chitt et al., 2007).

➤ **Les feuilles**

Les feuilles du caroubier persistantes sont composées pennées à 6–10 ovales opposés, vert foncé, folioles coriaces à sommet arrondi (Morton 1987). Ses feuilles tombent tous les deux ans, au mois de juillet, la longueur de ses feuilles peut aller de 10 à 20 cm

➤ **Les fleurs**

Les fleurs de caroubiersont minuscules, rouges, nombreux et disposés en spirale le long d'un mâle, femelle, hermaphroditeou une inflorescence polygame qui pousse en automne (Custódio et al. 2004). Le caroubier est considéré comme le seul arbre méditerranéen qui fleurit en été, d'août à octobre ou en automne, de septembre à novembre (Aafi A.,;1996)

➤ **Les fruits**

Les fruits de la caroube sont des gousses comprimées indéhiscentes, allongées, droites ou recourbées, brun foncé couleur brillante avec une marge épaissie à pleine maturation (Morton 1987), mesurant 10 à 30 cm de long et 1,5 à 3,5 cm de large. Il a deux produits principaux : les noyaux de caroube ou les graines qui représentent 10 à 20 % du poids du fruit, et les croquettes de caroube ou le restepulpe avec 80–90 % du poids du fruit obtenu après épépinage



Figure n°1 : Le caroubier :(a) L'arbre de caroube "*Ceratonia siliqua* » ; (b) Feuilles de caroube ; (c) fleur de la caroube ; (d)Fruit de la caroube. (Source : <https://www.wikimedia.org/>) (*Sources of all photographs: Wikimedia website

➤ Les graines

Les gousses sont remplies de graines brillantes (10–12 par gousse), caractérisée par une remarquable uniformité de taille et de poids d'environ 0,2 g chacune justifiant leur utilisation dans les systèmes de pesée (Harper et al. 1970). Elles sont séparées les unes des autres par des cloisons pulpeuses. On en compte de quinze à vingt par gousse. La pulpe jaune pâle contenue dans les gousses est farineuse et riche en sucres et présente un goût et un aspect qui évoquent le chocolat. Elle peut être moulue en une fine poudre ou utilisée sous la forme d'extrait. Ces graines constituent également une source de gomme. La graine du caroubier est composée de trois parties : l'episperme ou tégument, l'endosperme ou albumen, le germe ou embryon (Melgarejo P. & Salazar D.M., 2003).

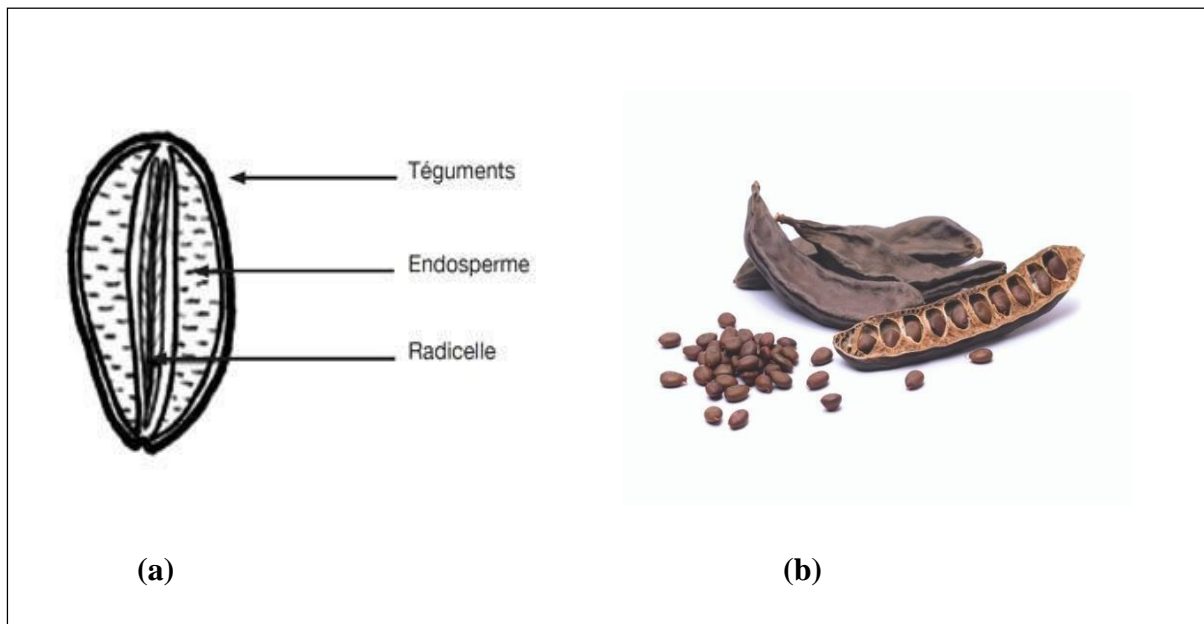


Figure n° 2 : a) Coupe transversale d'une graine de caroube (d'après Dakia et al. 2008)

b) Les graines de caroube

➤ Les variétés

Le caroubier existe sous forme de plus de 80 clones. Les différents cultivars recensés actuellement dans le monde se distinguent entre eux par leur vigueur, leur taille, leur qualité de gousse, leurs graines, leur productivité et leur résistance aux maladies (Timizar et Fodil., 2020). Le tableau suivant résume les sept variations (Battle I. et Tous J., 1997).

Tableau n° 1 : Les différentes variétés du caroubier

Variété	Propriétés
Amele (ancienne variété commerciale de l'Italie)	Les gousses de couleur marron clair, droites ou légèrement incurvées (14-16 cm) de long et (2-2.5 cm) de large; teneur en sucre de 53,8%. Bonne saveur.
Casuda (cultivar très ancien de l'Espagne)	Les gousses de couleur brune, la plupart du temps sec ; (12 cm) de long ; (1,5 cm) de large, le sucre est de 51,7%.
Arbre de la rue Clifford	La gousse brun clair, légèrement incurvée, (13 cm) de long, (2 cm) de large ; teneur en sucre est de 52,9%.
Sfax (de Menzel-bouZelfa, Tunisie)	La gousse rouge-brun, droites ou légèrement incurvées ; (15 cm) de long, (2 cm) de large, le sucre est de 56,6%.
Santa Fe-semis (de Santa Fe Springs, en Californie)	La gousse brun clair, légèrement incurvé, souvent tordu, (18-20 cm) de long, (2 cm) de large, le sucre est de 47,5%. Excellente saveur.
Tantillo (de Sicile, Italie)	La gousse brun foncé, la plupart du temps sec ;(13-15 cm) de long (2 cm) de largeur.
Tylliria (de Chypre)	La gousse sombre brun acajou, légèrement incurvée, (15 cm) de long (2-2.5 cm) de large, le sucre de 48,8%. Bonne saveur. La pulpe contient 51% de sucre et les graines 49% de gomme.

3. Classification systématique :

L'espèce *Ceratonia siliqua* L. est classée dans la famille des Fabacées selon (Quezel et Santa., 1963) comme suit :

Tableau n° 2 : Classification systématique de l'espèce *Ceratonia siliqua* L.

Règne	Plante
Embranchement	Tracheobionta
Sous-embranchement	Angiospermes
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous-classe	Roside
Ordre	Fabale
Sous-famille	Fabaceae
Genre	<i>Ceratonia</i>
Espèce	<i>Ceratonia Siliqua</i> L.

4. Conditions de culture

Le caroubier est décrit comme une plante à grande adaptabilité aux régions du bassin méditerranéen (Battle et Tous, 1997 ; Zengin et al., 2008), caractérisé par des conditions climatiques semi-aride méditerranéennes. Les caroubiers ont un système profondément enraciné permettant une adaptation aux différents types de sols et conditions de salinité (Obeidat et al., 2011). Pour cela, ils poussent mieux dans les sols calcaires et de préférence les zones côtières proches de la mer. Cependant, le caroubier peut être endommagé par des températures basses inférieures ou égales à -4°C et ne peut survivre à des températures -7°C .

Par contre, il peut subir des températures estivales de 40°C accompagnées de vents secs et chauds sans être visiblement affecté. Par ailleurs, pour une maturation complète, les caroubes ont besoin d'une exposition total de 5000 à 6000 heures à des températures supérieures à 9°C , (Battle et Tous, 1997).

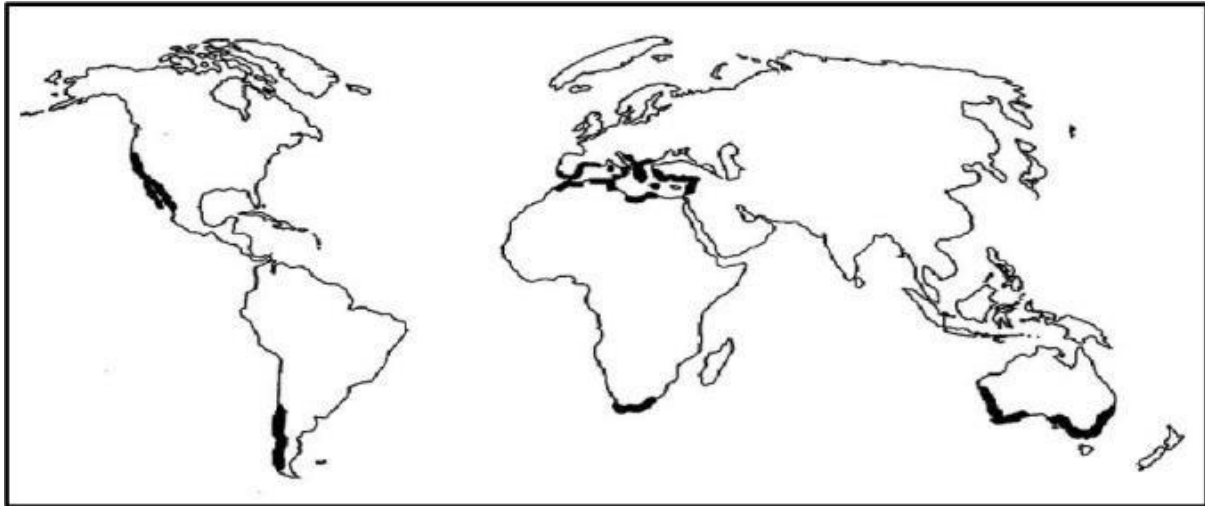


Figure n°3 : Centre d'origine et distribution du caroubier dans le monde (Batlle et Tous, 1997).

5. Composition biochimique et la valeur énergétique de la pulpe de caroube

La composition biochimique des différents constituants dépend du cultivar, de la zone de culture et de la date de récolte. En Turquie, une étude comparant les profils principaux de sucres des pulpes de caroubier des variétés cultivées et sauvages, a montré que le saccharose est le sucre le plus abondant avec de plus petites quantités de glucose et de fructose dans les variétés sauvages, que les variétés cultivées. Alors que les taux des sucres individuels par rapport aux sucres totaux étaient semblables dans les deux cas (Biner et al., 2007). La pulpe charnue est constituée d'environ 50 % de sucres (principalement saccharose, glucose, fructose et maltose), 18 % de cellulose et d'hémicellulose, 16 à 20 % de tanins et 1 à 2 % de protéines. La caroube, contrairement à son homologue le cacao, ne contient ni théobromine, ni caféine. Elle est riche en calcium, phosphore, potassium, magnésium, et pectine (Aafi, 1996).

➤ Sucres

La pulpe de caroube se caractérise par sa teneur élevée en sucre allant de 40 à 60 % dominée par les disaccharides, c'est-à-dire le saccharose 32 à 38 % suivi par les monosaccharides, par ex. fructose 5–7 % et glucose 5–6 % (Sigge et al. 2011 ; Rtibi et al., 2017a et Ayaz et al., 2009). Les niveaux de sucre varient selon la pulpe de caroube de différentes origines, variétés, stade de maturation et/ou des méthodes de traitement, bien que le saccharose soit la forme principale. Échantillons de caroube turque caractérisés par le saccharose comme sucre prédominant tandis que la présence de glucose et de fructose était équivalente (Tetik et al.

2011) voire faible teneur en fructose (Ayaz et al. 2007). La poudre commerciale de caroube englobe presque le double de sa teneur en sucre d'origine (Ayaz et al. 2009). En revanche, le germe et les graines étaient opposées aux gousses en composition avec plus de protéines, de graisses et moins de glucides (Dakia et al. 2007 ; Avallone et al. 1997).

➤ **Polyphénols**

Les polyphénols naturels regroupent l'ensemble de substances chimiques comprenant au moins un noyau aromatique, portant un ou plusieurs groupes hydroxyles, en plus d'autres constituants. Ils peuvent aller de molécules simples, comme les acides phénoliques comme l'acide gallique, à des composés hautement polymérisés, de plus de 30000 Dalton, comme les tanins (acide tannique) (Dewick, 1995).

Les polyphénols sont présents dans toutes les plantes mais leur nature et teneur varient largement d'une espèce à l'autre, et donc d'un aliment à l'autre (Grolier et al., 2001). La caroube est une bonne source de polyphénols (16-20%) (Bamforth, 1999 ; Dewick, 1995).

Cependant, les résultats sont très différents au sein de la littérature, non seulement en fonction des facteurs technologiques tels que les méthodes d'extraction et d'analyse, mais aussi de l'origine géographique, des conditions climatiques, de la récolte et du stockage (Papagiannopoulos et al., 2004) et Markis et Kefalas, 2004). Les composés phénoliques que contiennent les caroubes sont à l'origine de leur propriété antioxydante (Hariri et al., 2009). Kumazawa et al. (2002) ont montré que cette activité antioxydante du polyphénol brut de la gousse de caroube été plus élevée par rapport aux composés polyphénoliques authentiques. Dans ce cadre, Kumazawa et al. (2002) montrent que les polyphénols bruts de la gousse ont un effet fort contre la décoloration de β -carotène. En outre, El Hajaji, (2010) a signalé que les feuilles de caroubier contiennent des quantités élevées en composés polyphénoliques.

➤ **Fibres**

Les fibres sont des substances résiduelles, constituées des polysaccharides non amidonnés et se trouvant dans la paroi (cellulose, hémicellulose, pectine, lignine) et dans le cytoplasme des cellules (gomme, par exemple gomme arabique, gomme de guar et gomme de caroube, agaragar, alginate et carraghénanes ...). Les fibres de caroube contiennent une quantité remarquable de tanins condensés et d'autres polyphénols (Owen et al., 2003). Les fibres de caroube sont un des fibres alimentaires ayant la plus forte teneur en polyphénols

(Papagiannopoulos, 2004). Certains chercheurs ont rapporté la quantité de fibres comme étant les fibres alimentaires totales (Bravo et al, 1994 ; Iipumbu et al., 2008) tandis que d'autres l'ont qualifiée des hémicelluloses, des celluloses ou simplement des fibres brutes (FAO, 1991). En outre, d'autres auteurs ont divisé la teneur en fibres de poudre de caroube en fibres solubles et en fibres insolubles (Bravo et al., 1994) ou en fibres détergentes (Albanell et al., 1991). La quantité de fibres au détergent acide en poudre de caroube se situe entre 24,13% et 49,47%, mais elle est significativement affectée par la variété de caroube (Albanell et al, 1991 et Iipumbu et al, 2008). Par conséquent, la différence dans la quantité de fibres rapportés dans la poudre de caroube est très probablement dû aux différentes méthodes appliquées pour calculer les différentes fractions de fibres (Iipumbu et al., 2008).

Chez l'homme, la consommation de fibres de caroube a démontré un pouvoir antioxydant élevé (Kumazawa et al., 2002) et un abaissement du taux de cholestérol et des triglycérides sérique (Zunft, 2003).

➤ **Protéines et lipides**

La farine de gousse de caroube broyée contient à peu près 4,45% de protéines : aspartique (acide aspartique + asparagine), alanine, acide glutamique (acide glutamique + glutamine), leucine et valine ; ensemble, elles représentent 57% de la teneur en acides aminés total des gousses (Ayaz, 2009). L'embryon ou la farine de germe est riche en protéine (52% avec une teneur élevée en lysine et arginine) et en carbohydrates (27 %).

Ces protéines pourraient être utilisées comme ingrédients sains dans les aliments nutraceutiques et peut constituer une nouvelle source de nourriture pour les différents secteurs de population.

➤ **Cendres**

Selon plusieurs auteurs (Yousef et al., 2009), la teneur en cendres présentes dans la poudre de caroube variait entre 2% et 6% selon le type de caroube.

➤ **Minéraux**

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


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

➤ Humidité

La poudre de caroube contient une humidité qui varie selon les auteurs de 6% à 15,6% (Youssef et al., 2009). Iipumbu et al., (2008) ont expliqué que cette variabilité est due aux conditions environnementales (pluie et humidité), aux cultivars de caroubier, à la durée de maturation, au moment de la récolte et à la durée de stockage.

➤ La valeur énergétique

La valeur nutritionnelle de la gousse de caroubier est considérée similaire à celle de la plupart de céréales (NAS 1979). La valeur d'énergie métabolique (EM) de la farine de caroube est estimée à 13.1MJ EM/kg de produit frais et la gousse de caroubier présente une valeur énergétique importante (17,5 KJ/g de M.S)



<p>Pulpe :</p> <ul style="list-style-type: none"> -Sucres : 48 à 56% -Fibres : 18% (Cellulose, et hémicellulose) -Tanins condensés : 16 à 20% 	<p>Graine :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tégument (30 à 33%) -Endosperme : 42 à 46% (Gomme de caroube) - Embryon : 23 à 25 %.
---	---

6. Utilisation culinaire et médecine populaire

La gousse de caroube (*Ceratonia siliqua*), en raison de sa forte teneur en saccharose, est une matière première idéale pour succédané de chocolat et produits de boulangerie comme les gâteaux. Ce fruit contient aussi une teneur élevée en minéraux, principalement du calcium, du fer, du manganèse (Ayaz et al. 2007) et fibre. Par conséquent, la consommation de caroube est recommandée en cas de malnutrition, de faible poids, de décalcification, de

constipation, entre autres maladies. La farine de caroube est également enrichie en acides gras insaturés comme l'oléique et linoléique (Maza et al.1989). Il contient également des tanins, utiles comme préventifs de la diarrhée, agissant comme inhibiteur des substances toxiques bactériennes. Les polyphénols agissent comme des antioxydants retardant la formation des radicaux libres et la diminution du taux d'oxydation (Kumazawa et al. 2002), augmentant leur activité antioxydante lorsqu'ils sont liés aux fibres (Pérez Jiménez et al. 2008). La graine est généralement utilisée comme purgatif et calmant pour les maux de dents, et la confiture de caroube est également utilisée pour traiter les plaies de la langue et les maux d'estomac (Lev et Amar, 2002). Compte tenu de sa forte teneur en sucre, les croquettes de caroube sont traditionnellement utilisées pour fabriquer un sirop concentré traditionnel, appelé "pekmez" en Turquie, qui est principalement consommé dans les pays arabes pendant le mois de ramadan (Tetik et al., 2010). En Turquie, environ 8.4% des personnes souffrant d'hypercholestérolémie utilisent la caroube pour réduire leur taux de cholestérol. Ils écrasent généralement la caroube et la consomment soit avec du yaourt, soit crue (Cakılcıoğlu et al., 2007).

7. Importance économique

Le caroubier est considéré comme l'un des arbres fruitiers et forestiers les plus performants puisque toutes ses parties (feuilles, fleurs, fruits, bois, écorces et racines) sont utiles et ont des valeurs dans plusieurs domaines (Aafi, 1996). Ainsi, il pourrait constituer des plantations de choix dans les programmes réguliers de reboisement pour assurer un développement durable des zones rurales et à l'économie de montagne (Rejeb, 1995; Batlle et Tous, 1997). En fait, la culture du Caroubier et l'industrialisation de ses produits ont connu un développement remarquable en raison des multiples utilisations de ses graines en industrie agro-alimentaire (amélioration de la texture des aliments), diététiques, pharmaceutique, cosmétique et en d'autres applications (Correia et Martins-Loucao, 2005). La gomme de caroube obtenue à partir des graines de gousses est d'une grande importance dans l'industrie alimentaire (Gonçalves et al., 2005). Selon des études récentes, la caroube est une source de bon marché d'hydrates de carbone actuellement explorées comme matériaux pour la production de bioéthanol, avec plusieurs avantages par rapport à d'autres cultures agricoles riches en sucre (Vourdoubas et al., 2002; Sanchez et al., 2010 et Turhan et al., 2010). Par ailleurs, ses gousses utilisées en industrie alimentaire et pharmacologique sont plus riches en sucre que la canne à sucre et la betterave sucrière (Kefalas, 2004). Le bois de la caroube est très apprécié en

ébénisterie et pour la fabrication du charbon. L'écorce et les racines sont employées dans le tannage.

8. Production mondiale et locale

Production mondiale

La production mondiale de caroube est d'environ 315 000 tonnes par an, l'Espagne étant le principal producteur et exportateur, suivie par l'Italie, le Maroc, le Portugal, la Grèce, la Turquie et Chypre. Selon les données de l'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) pour la période 1994-2014, l'Espagne a produit 74 802,81 tonnes par an, l'Italie environ 30 000 tonnes, le Maroc et le Portugal environ 22 000 tonnes la Grèce et la Turquie environ 15 000 tonnes et Chypre environ 7 000 tonnes par an (FAO, 2017).

Les caroubiers peuvent être cultivés dans des zones à faible pluviométrie et vivre jusqu'à 150 ans. En raison de ces caractéristiques, les caroubes ont, au fil des ans, été considérées comme une source bon marché pour l'alimentation humaine et animale (Stavrou et al., 2018).

La production mondiale de caroube indiquée par FAOSTAT 2010 est mentionnée dans le tableau n°3

Tableau n 3 : Production mondiale de caroube (FAOSTAT 2010)

PAYS	Production en tonnes (2004)	Production en tonnes (2008)
Espagne	67000	72000
Italie	24000	31224
Maroc	40000	25000
Portugal	20000	23000
Grèce	19000	15000
Turquie	14000	12100
Chypre	7000	3915
Algérie	4600	3600
Liban	3200	2800
Tunisie	1000	1000
Monde	182680	191167

Production locale

L'Algérie offre une flore riche et diversifiée avec un grand nombre d'espèces endémiques telles que le caroubier qui a toujours été associé aux oliviers, amandiers et lentilles généralement considérés comme des plantes utiles (Boublenza et al., 2019). Il est fréquemment cultivé dans l'Atlas Saharien et il est commun dans le tell. On le trouve à l'état naturel en association avec l'amandier, *Olea Europea* et *Pistacia Atlantica* dans les étages semi-arides chaud, subhumide et humide, avec une altitude allant de 100m à 1300m dans les vallons frais qui le protègent de la gelée ; une température de 5°C jusqu'à 20°C et une pluviométrie de 80mm à 600mm/an (Gaouar, 2011). Selon la FAO (2012), l'Algérie est le 6ème pays producteur de la caroube après l'Espagne, le Portugal, la Grèce, le Maroc et la Chypre. Il existe 11 wilayas en Algérie qui produisent les gousses de caroube (tableau 4). Les wilayas ont été classées par ordre décroissant selon la surface cultivée (ha).

Tableau n°4 : Production de la caroube dans les différentes wilayas de l'Algérie (DSA de Tlemcen, 2009).

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

II. La farine de caroube

1. Composition chimique et obtention

La Composition chimique de la farine de caroube

La composition chimique de la farine ou poudre de caroube est donnée dans le tableau 3, cependant elle varie avec des facteurs génétiques, environnementaux et climatiques (Petkova et al., 2017). Les caractéristiques chimiques des farines de caroube sont significativement influencées par la variété ou l'origine géographique de la plante et le stade de maturation de la cabosse (Frag et al., 2019 et Srour et al., 2016). De plus, Les teneurs en argent, aluminium, baryum, fer et le zinc dosé dans la farine de caroube étaient les plus élevés. Yousef et al., (2013) ont étudié la composition chimique de la farine de caroube obtenue à partir de Assouan, Égypte. Ils ont conclu que la poudre est également riche en vitamines E, D, C, Niacine, B6 et acide folique. A Faro, au Portugal, Carbas et al. (2019) ont rapporté que les farines de caroube disponibles dans le commerce avaient une teneur élevée en fibres alimentaires niveaux, polyphénols totaux, D-pinitol, monosaccharides et activité antioxydante. Une autre étude turque (Fidan et al., 2018) a démontré que la farine de caroube contenait de grandes quantités de protéines (22,56 %) et de fibres alimentaires (28,17%), étant une bonne source d'antioxydants, en particulier des composés polyphénoliques et de minéraux (Mg, Fe et Zn). Ces phytochimiques ont d'importantes propriétés saines et nutritionnelles qui corroborent l'utilisation de farines de caroube comme ingrédients alimentaires.

Obtention de la farine de caroube

Pour obtenir de la poudre ou de la farine de fruits de caroube, une torréfaction, broyage et un traitement tamisé doit être effectué. Torréfaction conventionnelle (à air chaud) est utilisé depuis l'Antiquité. Cependant, et récemment, certains travaux ont abordé l'utilisation dumicro-onde pour la torréfaction, concluant qu'il s'agit d'une méthode moins consommatrice de temps et d'énergie, permettant d'obtenir un produit final avec un profil nutritionnel plus élevé lorsque par rapport à celui obtenu avec un chauffage conventionnel (Gunel et al.,2018, 2020). L'étape de torréfaction est cruciale pour atteindre la stabilité du produit tout au long du stockage, affectant sa composition chimique (Boublenza et al., 2017 et Cervenka ˇ et al., 2019). Dans ce dernieraspect, la caramélisation des sucres et la réaction de Maillard favorisent la production de furannes, d'esters et de pyrroles qui rappellent l'arôme du cacao (Fondation et Aue, 1997). De plus, la libération de composés phénoliques se produit par la rupture de complexes de haut poids moléculaire de la matrice de caroube ou de la dégradation partielle

des composés phénoliques, ce qui entraîne la production de différents types de molécules antioxydantes (Boublenza et al., 2017). Ces composés phénoliques et les produits de la réaction de Maillard contribuent aux propriétés bénéfiques des produits de la poudre de caroube pour la santé telles que la capacité antioxydante.

2. Comparaison entre la composition minérale la poudre de cacao et la poudre de caroube.

D'après le tableau n°5, on remarque que la farine de caroube se distingue par sa richesse en calcium et sodium par rapport à la farine de cacao, ce dernier est plus riche en phosphore, en potassium, en manganèse et en zinc.

Tableau n°5 : La composition minérale de la poudre de cacao et la poudre de caroube (mg/ 100g)

Minérale(mg/100 g)	Les fèves de cacao	Poudre de caroube
Calcium (Ca)	111.8-140.2	285.4-480.0
Phosphore (p)	236.6-483.4	68.2-290.0
Potassium (K)	1022.9-2313.1	827.0 - 1010.9
Magnésium (Mg)	286.6 - 388.6	54.0 - 170.0
Sodium (Na)	3.4 – 16.1	8.5 – 60.8
Fer (Fe)	2.7 - 11.3	1.8 – 5.1
Cuivre (Cu)	2.7 – 11.3	0.3 – 1.2
Manganèse (Mn)	2.4 – 2.6	0.2 – 2.7
Zinc (Zn)	4.9 - 9.7	0.4 – 2.7

Partie expérimentale



Chapitre I

Matériel et méthode

I. Matériel et Réactifs :

Tableau n°6 : Matériel et Réactifs utilisés

Matériel	Réactifs
– Balance	– Eau distillée
– Becher, Erlenmeyer, Eprouvette graduée, Entonnoir, Fiole jaugée, Tubes à essai	– Le 2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle (DPPH)
– Burette graduée	– Méthanol
– Cuve	– Ethanol
– Spatule	– Acide ascorbique
– Spectrophotomètre (T60UV)	– Hydroxyde de sodium (NaOH)
– Support	– Phénophtaléine
– Papier filtre	– Acide Gallique
– Agitateur magnétique (Roti labo)	– Folin-Ciocalteu
– PH mètre (AD1030)	– Carbonate de sodium
– Four (nilve MF120)	– Hexane
– Creusets en porcelaine	– Acide oxalique
– Dessiccateur	– Dichlorophénol indophénol (DIPIP)
– Etuve	– Quercétine
– Soxhlet	– <u>Trichlorure d'aluminium</u>
– Rotavapeur (Buchi R-210)	– Glucose
	– Acide 3,5 dinitrosalicylique (DNSA)
	– Ferro cyanure de potassium
	– Acétate de zinc
	– Toluène

II. Préparation du matériel végétal :

Dans ce travail, nous avons choisi seulement les gousses mûres (pulpes et graines) du caroubier (*Ceratonia siliqua*), récoltées en 2022 dans la wilaya de Bousaada. Les gousses ramenées du marché, ont été lavées égouttées et séchées à température ambiante.



Figure n°5 : Echantillons de gousses de caroube

III. Caractérisation morphologique des gousses de caroube.

La longueur, l'épaisseur et la largeur d'un nombre bien déterminé de gousses ont été mesurées à l'aide du pied à coulisse (Electronic digital caliper). Les gousses ont été pesées avant et après égrainage.

IV. Torréfaction des gousses et obtention de la poudre de caroube.

Afin obtenir uniquement la pulpe de caroube, les graines ont été séparées manuellement avant la torréfaction, ces dernières ont été exploitées pour une autre étude menée par, (Mouzaoui et hammami, 2023). Les gousses égrainées sont découpées en petits morceaux de 3 cm de taille

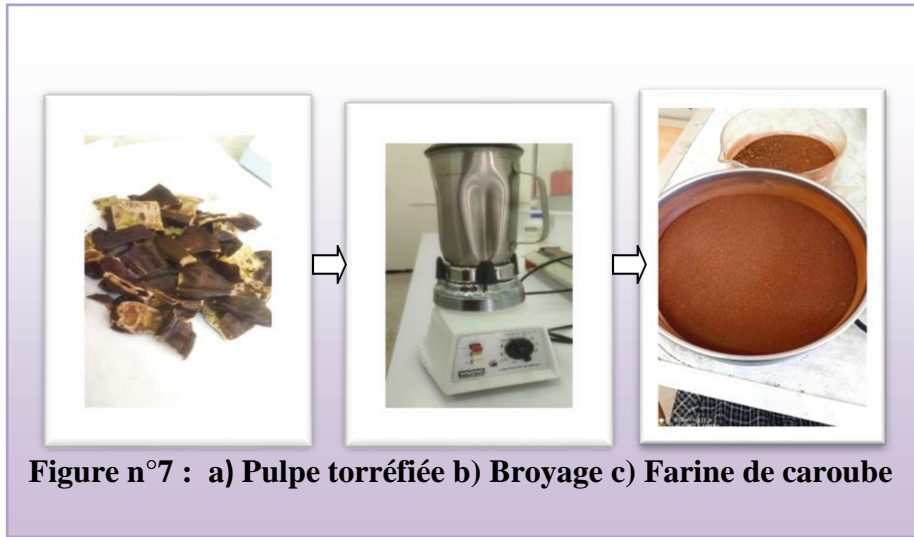


Figure n°6 : Pulpe de caroube découpée en morceaux

La torréfaction des gousses de caroube s'est déroulée dans une étuve (memmert) à différents temps et température selon un plan factoriel complet à deux niveaux et deux facteurs afin

d'optimiser le meilleur couple temps température qui permet d'obtenir une poudre de caroube ayant une odeur et couleur caractéristique du cacao.

Après la torréfaction la pulpe de caroube a été broyée à l'aide d'un broyeur (waring commercial) puis tamisée dans des tamis de 500µm de diamètre. La poudre obtenue et la poudre de caroube qui a fait l'objet de notre étude.



V. Elaboration du plan factoriel complet

Nous avons déterminé l'indice de brun (IB), la densité optique à 294 nm (DO₂₉₄), l'évaluation de l'intensité aromatique (EIA) et l'activité antioxydante de chaque poudre de caroube torréfiée, en variant les deux facteurs:

- X₁ : température de torréfaction (°C)
- X₂ Le temps de torréfaction (min). Selon la table de variation suivante :

Tableau n°7 : Table de variation et intervalle de variation es facteurs.

Facteurs	Niveau de variation des facteurs					Intervalle de variation (ΔX)
	-α -1,414	Niveau inf Xinf	Niveau cen Xcent	Niveau sup Xsup	+α +1,414	
X1 (°C)	192,42	120	150	180	107,57	30
X2 (min)	68,28	20	40	60	11,71	20

Le nombre des expériences totale est :

$$N = N_n + N_\alpha + N_0 = 2^K + 2K + N_0 ; (K \text{ est le nombre de facteur})$$

N_n : est le nombre de points noyaux de base,

N_α : est le nombre des points étoilés aux alentours,

N_0 : est le nombre de points nuls au centre. La matrice de planification des expériences est donc la suivante :

Tableau n°8 : Matrice de planification des expériences.

N° exp	Matrice de planification		Matrice de travail			Réponses		
	X1	X2	X1 (°C)	X2(min)	DO(294)	IB	AA(%)	EIA
1	+1	+1	180	60				
2	-1	+1	120	60				
3	+1	-1	180	20				
4	-1	-1	120	20				
5	-1,414	0	107,57	40				
6	+1,414	0	192,42	40				
8	0	-1,414	150	11,71				
9	0	+1,414	150	68,28				
10	0	0	150	40				
11	0	0	150	40				
12	0	0	150	40				
13	0	0	150	40				
14	0	0	150	40				

Tous les résultats de l'analyse du plan factoriel ont été réalisés à l'aide du logiciel Minitab 17.

1. Détermination de l'absorbance UV à 294 nm et de l'indice de brun (DO à 420 nm) :

L'absorbance UV et l'indice de brunissement des échantillons ont été mesurés selon la méthode rapportée par Sahin et al, (2009). Des extraits aqueux des différentes poudres de caroube torréfiées et témoin (non torréfiée) ont été préparés par immersion des poudres dans l'eau chaude à 70°C (1 :5), puis placés dans un bain marie agitateur à (80cycle/min). Les

mélanges ont été par la suite filtrés, puis les densités optiques des filtrats ont été mesurées à 294 nm et 420 nm. À l'aide d'un spectrophotomètre UV Visible type (JASCO (V-530)).



Figure n°8 : Les extraits aqueux de la poudre de caroube

2. Détermination de l'activité antioxydant de la poudre de caroube :

Afin d'étudier l'activité antiradicalaire des différents extraits de farine de caroube, nous avons utilisé la méthode basée sur le DPPH (1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl) comme un radical relativement stable, selon le protocole décrit par (Ghedadba et al, 2015).

La technique consiste à mettre le radical libre DPPH (de couleur violette), en présence de l'antioxydant, va être réduit et vire vers le jaune. Ce changement se traduit par une diminution de l'absorbance. La réaction de DPPH est représentée dans la figure suivante (Fig n°9).

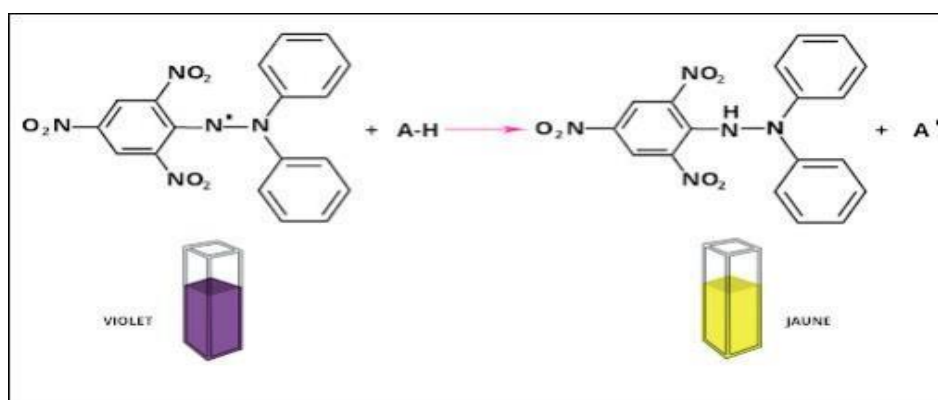


Figure n°9 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH et un antioxydant (chimiactif).

➤ **Préparation de l'extrait méthanolique :**

L'extrait méthanolique est la solution contenant le maximum des substances de la poudre de caroube ayant une activité anti radicalaire, il est préparé par la dissolution d'une prise d'essai de 2g de la poudre de caroube dans 50 ml de méthanol, le mélange est maintenu en agitation magnétique pendant 4 heure, puis filtré, l'extrait obtenu représente l'extrait méthanolique.

➤ **Dosage proprement dit :**

La solution de DPPH a été préparée par la solubilisation de 0.0025g de DPPH dans 100ml de méthanol. 50 ul d'extrait méthanolique, ont été ajoutée à 1.95 ml de DPPH, les mélanges ont été incubés à l'obscurité pendant 30 minutes et la décoloration est mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV visible type JASCO (V-530). Un contrôle négatif est préparé dans les mêmes conditions en remplaçant l'extrait méthanolique par 50 µl de méthanol. Tandis que le contrôle positif est préparé en remplaçant l'extrait méthanolique par l'acide ascorbique.

L'activité antiradicalaire (AA) de DPPH a été calculée comme suit :

$$(AA)\% = \left(\frac{A_{517\text{contrôle}} - A_{517\text{échantillon}}}{A_{517\text{contrôle}}} \right) \cdot 100$$

Sachant que :

$A_{517\text{contrôle}}$: est l'absorbance du contrôle négatif

$A_{517\text{échantillon}}$: est l'absorbance des extraits ou de la référence

3. Evaluation de l'intensité aromatique

Cette analyse a pour but d'estimer les qualités organoleptiques en termes d'arômes et parfums des poudres torréfiées ; cette évaluation est réalisée par un test sensoriel basée sur l'appréciation d'un jury d'évaluation (non spécialisée). Le test sensoriel est mené sur toutes les poudres torréfiées et témoin réalisé par la sensation des odeurs et parfums dégagés par les poudres. Cet aspect est évalué par 8 panélistes, les résultats sont estimés par le Quick Rank test de Kramer (Kramer 1961) au seuil de probabilité de 5%. Le score attribué par les panélistes (échelle hédonique) est donné d'une manière arbitraire (Annexe n°1).

1 : Odeur désagréable ; 2 : Odeur acceptable ; 3 : Bonne odeur ; 4 : Très bonne odeur.

VI. Caractérisation de la farine de caroube optimisée.

1. Détermination de la teneur en matière sèche :

La méthode utilisée pour la détermination de la matière sèche est celle décrite par la norme FNOR (AFNOR, 1980) appliquée pour les fruits et légumes. Le principe de la méthode consiste à sécher une prise d'essai de l'échantillon mise dans une capsule métallique à 105°C dans une étuve type (memmert) jusqu'au poids constant, la différence des poids avant et après séchage représente la quantité d'eau libre évaporée. Tous les essais ont été réalisés en triple.

La teneur en matière sèche est déduite d'après la formule suivante :

$$\text{MS}\% = \frac{(m_2 - m)}{(m_1 - m)} \cdot 100$$

Tel que :

MS % : est la teneur en matière sèche, en pourcent ;

m₂ : est la masse de la capsule avec la prise d'essai après séchage, en g ;

m : est la masse de la capsule vide, en g ;

m₁ : est la masse de la capsule avec la prise d'essai avant séchage, en g

On déduit l'humidité relative du produit comme suit :

$$\text{H}\% = 100 - \text{MS}\%$$

2. Détermination de la teneur en cendres :

Les cendres sont obtenues par calcination d'une prise d'essai du matériel végétal contenu dans des creusets en porcelaine à 550°C, dans un four à moufle pendant 4 heures, jusqu'à l'obtention d'une cendre blanchâtre à poids constant. Tous les essais ont été réalisés en triple.

La teneur en cendre est alors calculée comme suit :

$$\text{Cd}(\%) = 100(M_1 - M)/M_2$$

Où : **Cd%** : Teneur en cendre en pourcent ;

M₁ : Masse de creuset avec les cendres en g ;

M : Masse de creuset vide en g ;

M_2 : Masse de la prise d'essai en g ;

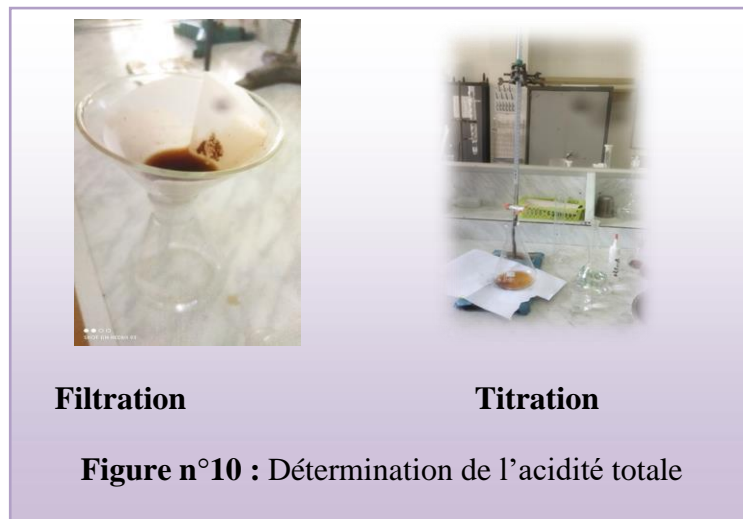
3. Détermination du PH :

Le pH représente la concentration des ions hydrogènes dans une solution. Cette mesure est importante car le pH régit un grand nombre d'équilibres physico-chimiques. (La Faune et des Parcs du Québec, 2014).

Une prise d'essai est maintenue en agitation pendant 30 minutes dans l'eau distillée chaude dans un Erlenmeyer muni d'un réfrigérant à reflux, après filtration et refroidissement à température ambiante, le pH est mesuré par introduction de l'électrode du pH-mètre dans la solution de mesure.

4. Détermination de l'acidité totale de la farine de caroube :

Les acides organiques sont des produits intermédiaires de l'échange des substances, ils se forment pendant le processus respiratoire. La méthode adoptée pour le dosage de l'acidité dans la poudre de caroube est celle appliquée pour le dosage de l'acidité dans les fruits et légumes (AFNOR, 1980). Les acides sont extraits du produit trituré par chauffage avec l'eau à la température de 80°-90°C pendant 30 minutes, puis filtré et titré par NaOH à 0,1 M.



La teneur (en %) en acide organique (Ac Or) est calculée comme suit :

$$\text{Ac Or \%} = \frac{100VCMV_0}{(1000mV_1)}$$

Où : V : est le volume de la solution de NaOH dépensé pour le tirage, en ml ;

C : est la concentration molaire de la solution de NaOH, en mol/l ;

M : est la masse molaire équivalente de l'acide organique, en ml ;

V₀ : est le volume totale de l'extrait = volume de la fiole mesurer, en ml ;

m : est la masse de la prise d'essai, en g ;

V₁ : est le volume de l'extrait pris pour le tirage, en ml ;

5. Dosage de l'extrait étheré non volatil (matière grasse) :

La méthode utilisée décrite par Audigié (Audigié et al., 1984) est basée sur l'extraction de la matière grasse (extrait étheré non volatil) par épuisement du produit dans un Soxhlet. L'extracteur de Soxhlet est un appareil en verre permettant d'extraire un échantillon à l'aide d'un solvant. Lors d'une extraction au Soxhlet, l'échantillon est placé à l'intérieur d'une cartouche en matériau poreux chimiquement inerte puis transféré dans le corps principal en verre de l'extracteur. Le solvant est placé dans le ballon, puis installé en dessous du corps principal, et au dessus d'un chauffe-ballon. Au-dessus de l'extracteur se trouve un réfrigérant facilitant la condensation des vapeurs de solvant et leur recyclage. De cette façon, le cycle d'extraction se répète continuellement (figure n°11). Le solvant utilisé est l'hexane.



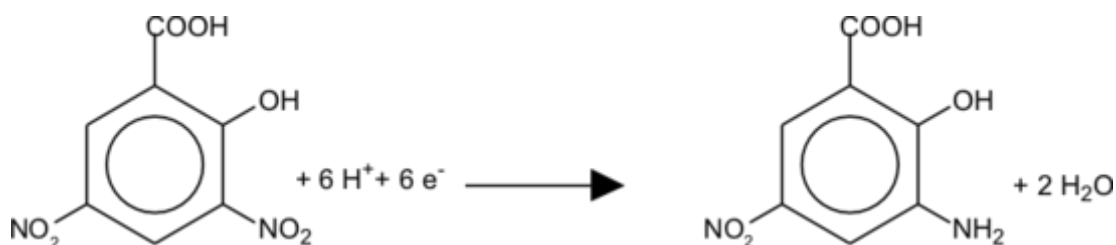
Figure n°11 : Extraction de matière grasse par sohxlet

La teneur en extrait étheré non volatil est calculée comme suit :

$$\text{Ext NV}(\%) = \frac{\text{Masse du ballon avec le résidus après extraction} - \text{Ballon vide}}{\text{Masse de la prise d'essai}} \cdot 100$$

6. Dosage des sucres réducteurs et totaux :

Cette méthode est décrite par Miller (Miller, 1959) tel qu'on utilise les propriétés réductrices du glucose. À chaud et en milieu alcalin, il y a réduction de l'acide 3,5-dinitrosalicylique ou DNS (aussi appelé acide 2-hydroxy-3,5-dinitrobenzoïque) qui joue le rôle d'oxydant, le glucose étant le réducteur. Réaction de réduction de l'acide 3,5-dinitrosalicylique en acide 3-amino-5-nitrosalicylique (aussi appelé acide 3-amino-2-hydroxy-5-nitrobenzoïque) :



Le glucose, quant à lui, est oxydé en divers produits d'oxydation :



L'acide 3-amino-5-nitrosalicylique est un composé rouge. L'intensité de la coloration rouge est proportionnelle à la concentration de l'ose si l'on opère dans des conditions physico-chimiques constantes. Les résultats sont exprimés par référence à une courbe d'étalonnage de glucose à 0,1%.

Les sucres totaux sont dosés en suivant le même protocole expérimental des sucres réducteurs, après avoir réalisé une hydrolyse acide en ajoutant à une prise d'essai de 50 ml de la solution sucrée 1 ml d'acide chlorhydrique concentré, puis le mélange est chauffé à 80°C pendant 30 minutes. Après refroidissement, la solution est neutralisée par NaOH à 1M.

➤ Préparation du courbe d'étalonnage :

La courbe d'étalonnage est construite à partir d'une solution-mère de glucose de concentration 100 mg/L qui a subi une série de dilutions (tableau n°9) :

Tableau n°9 : Préparation de la gamme standard de glucose

Tube	1	2	3	4	5
Glucose	0	0.2	0.5	0.8	1
Eau distillée (ml)	1	0.8	0.5	0.2	0
DNSA (ml)	2	2	2	2	2
Bain marie bouillant pendant 5min					
Eau distillée (ml)	10	10	10	10	10
Lire la DO à 540nm					

7. Dosage des substances pectiques :

Les substances pectiques sont des polymères glycosidiques d'origine végétale constitué essentiellement par l'acide α -D-galacturonique liés en 1-4, plus ou moins estérifiés par du méthanol. Le dosage de ces substances est généralement réalisé par la détermination de leur teneur en acides galacturoniques.

Le principe de la méthode est basé sur le chauffage en milieu acide concentrée, les substances pectiques qui sont totalement dépolymérisées et les oses obtenu (acide galacturonique est éventuellement hexoses, pentoses et méthyl pentoses) sont transformés en dérivés furfuriques (acide 5- formyl furoique). Ces dérivés se condensent alors avec le méta-hydroxydiphényl pour former des complexes colorés dont le maximum d'absorption est situé entre 520-530 nm (Thibault, 1979).

Tableau n° 10 : Préparation de la gamme standard d'acide galacturonique.

Tube	T ₀	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
A.Galacturonique	0	0.2	0.5	0.6	0.8	1
Eau distille (ml)	1	0.8	0.5	0.4	0.2	0
A.Sulfurique(ml)	6	6	6	6	6	6
Refroidie les tubes pendant 15min						
Placer les tubes dans un bain marie bouillant pendant 5min						
Refroidir les tubes dans bain glacé pendant 30min						
MDHP (ml)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Agite immédiatement et laisse développer la couleur pendant 10min						
Lire la DO à 525nm						

La teneur(en%) pectine(P) calculé comme suit :

$$P(\%) = \frac{m_1 \times f \times 100}{m_0 \times 1000}$$

Ou : m_1 : est La concentration de la pectine, en mg/ml;

f : est le facteur de dilution;

m_0 : est la masse

8. Dosage de l'acide ascorbique "vitamine C» :

L'acide ascorbique est un composé carbohydraté, sa molécule chirale comportant plusieurs groupements fonctionnels (éne-diol). Ce sont les propriétés réductrices de l'acide ascorbique qui sont à la base des méthodes de sa détermination. La plus utilisée est la réaction de la réduction du 2,6-DPIP (Dichlorophénol indophénol) en un leuco dérivé par la forme réduite de l'acide ascorbique (Audigié et al, 1984). Le 2,6-DPIP permet d'oxyder la vitamine C en milieu acide, il est coloré en rose sous sa forme oxydé et incolore sous sa forme réduite (figure n°11).

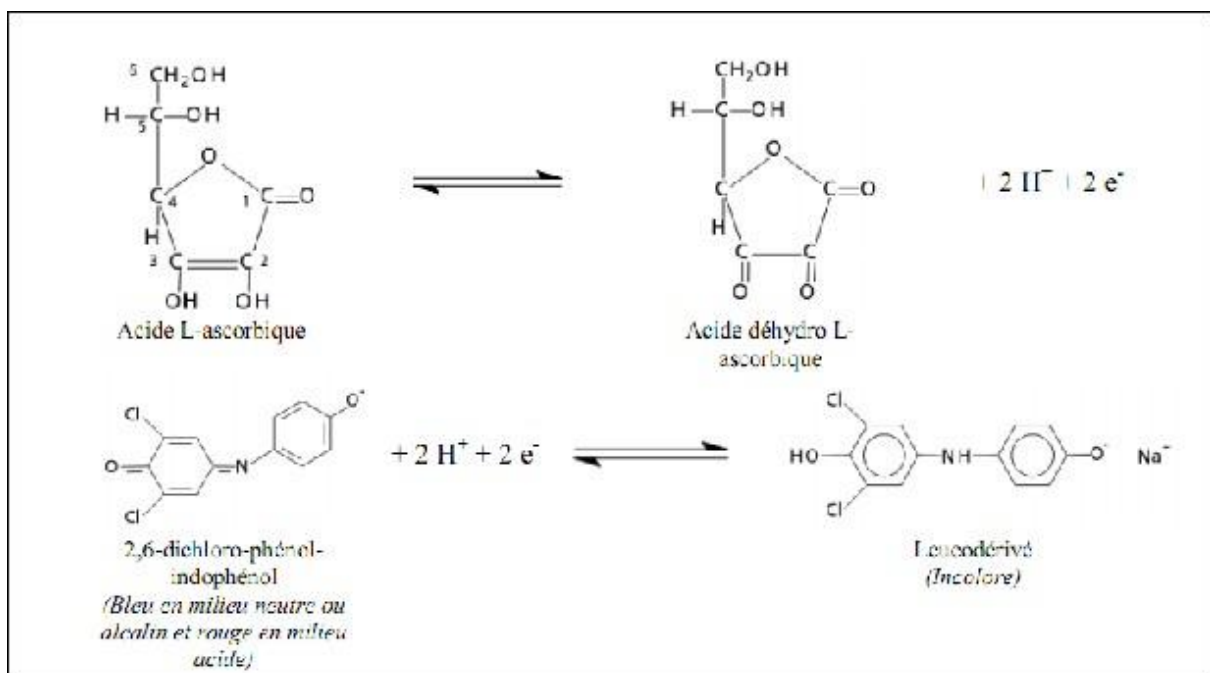


Figure n°11 : Propriétés réductrices de l'acide ascorbique avec le 2,6 dichlorophenolindophenol

La méthode consiste à extraire l'acide ascorbique par trituration d'une prise d'essai du matériel végétal dans un volume d'acide oxalique ; une aliquote du filtrat est titrés par le DPIP jusqu'à

coloration rose pâle dans le milieu réactionnel. La teneur en vitamine C relative à une solution étalon d'acide ascorbique pure titrée, est exprimée par la formule suivante (Audigié et al, 1984 ; Nouani, 1990):

$$\frac{\text{mg d'acide ascorbique}}{100\text{g de produit}} = 0.4 \frac{V2}{V1} \cdot \frac{V. 100}{10\text{g}}$$

Ou :

V 1, V 2 : volumes de DPIP dépensé pour l'acide ascorbique et l'échantillon respectivement (en ml).

V : volume total de broyat.

g : masse de produit (g).

0.4: Titre de la solution étalon de l'acide ascorbique

9. Dosage des polyphénols totaux :

La méthode utilisée est celle décrite par Singleton et Rossi, (1965), elle repose sur l'interaction des composés phénoliques avec le réactif de Folin Ciocalteu qui est un acide de couleur jaune constitué d'un mélange de deux acides : acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et phosphomolybdique (H₃PMO₁₂O₄₀). En milieu alcalin, le réactif de Folin-Ciocalteu, oxyde les phénols en ions phénolates et réduit partiellement ses hétéro-polyacides, d'où la formation d'un complexe de couleur bleu foncé. Cette coloration produite, dont l'absorption maximum est au voisinage de 765 nm, est proportionnelle à la quantité des composés phénoliques présents dans les extraits analysés.

Pour le dosage des polyphénols totaux 200µl d'extrait méthanolique sont mélangés avec 1,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu; après 5 min de repos, 1,5 ml de carbonate de sodium (6%) sont additionnés au mélange ce dernier est agité au vortex, puis incubé à température ambiante et à l'abri de la lumière pendant 20 min. au bout de ce temps, l'absorbance du mélange est lue à 750 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible type JASCO (V-530) contre un blanc préparé dans les mêmes conditions que l'échantillon.

Tableau n°11: Préparation de la gamme standard de l'acide gallique.

Tube	T ₀	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
A. Gallique (ml)	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1
Eau distillée (ml)	1	0.8	0.6	0.4	0.2	0
[a.Gallique],mg/ml	0	0.002	0.004	0.006	0.008	0.1
FolinCiocalteu (ml)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Repos 5min						
Na₂ CO₃ (6%)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Incubation 20 min à labri de la lumière						
Densité optique à 760 mn						

10. Dosage des flavonoïdes :

La détermination de la concentration en flavonoïdes totaux est effectuée en utilisant la méthode du trichlorure d'aluminium.

Le principe de la méthode est basé sur le fait que les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner, avec le groupement CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons.

Pour le dosage des flavonoïdes totaux, un volume de 2 ml de chaque extrait est mélangé avec 2 ml de la solution AlCl₃ (2%). Après agitation et homogénéisation, le mélange est incubé à la température ambiante pendant 1 heure et à l'abri de la lumière. Au bout de ce temps, l'absorbance maximale a été mesurée à 430 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible JASCO (V-530).

La quantification des flavonoïdes totaux a été déterminée par référence à une courbe d'étalonnage obtenue dans les mêmes conditions que le produit, en utilisant la quercétine (0,04 mg/ml) comme référence. La concentration finale en ces composés a été exprimée en mg d'équivalent de quercétine (EQ) par gamme de matière.

Tableau n°12: Préparation de la gamme standard de la Quercétine.

Tubes	T ₀	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅	T ₆
Quercétine (ml)	0	0.2	0.5	1	1.5	1.8	2
Eau distillée (ml)	2	1.8	1.5	1	0.5	0.2	0
[quercétine], mg/ml	0	0.004	0.01	0.02	0.03	0.036	0.04
+ 2 ml AlCl ₃ (2%)							
Incubation 1 heure et lecture de DO à 430 nm							

11. Dosage des tanins condensés :

Pour le dosage des tanins condensés 0,5 ml d'extrait méthanolique sont mélangés avec 1,5 ml de réactif de Folin-Denis. Après 5 min de repos, on ajoute 5 ml de carbonate de sodium (saturée). Après agitation le mélange est ajusté à 100ml (qsp) avec l'eau distillée, ce mélange est maintenu sous agitation magnétique pendant 30 min, après ce temps le mélange est incubé à température ambiante et à l'abri de la lumière pendant 10 min. au bout de ce temps, l'absorbance est déterminée par la lecture à 760 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible type JASCO (V-530). (Bessas, 2008)

La détermination de la concentration en tanins condensés est effectuée par référence à une courbe d'étalonnage préparée, dans les mêmes conditions, à partir d'une série de dilutions d'acide Tannique (0,1 / 100ml) tableau n. La concentration finale en ces composées a été exprimée en mg d'équivalents d'acide Tannique (EAT) par gramme de produit.

Tableau n°13 : préparation de la gamme standard de l'acide Tannique.

Tube	T ₀	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄
A.Tannique (ml)	0	0,2	0,5	0,8	1
Eau distillé (ml)	1	0,8	0,5	0,2	0
Lire le DO à 760nm					
Concentration A.Tannique en (mg/ml)	0	0,2	0,5	0,8	1

12. Détermination de l'activité de l'eau :

Les activités de l'eau des farines de caroube torréfiées à 150°C à différents temps de chauffage ont été déterminées à l'aide d'un appareil de mesure d'activité de l'eau (GBX) au niveau de l'unité "SAROS".

13. La capacité de rétention d'eau des farines de caroube (CRE) :

La capacité de rétention d'eau des différentes poudres de caroube a été évaluée à température ambiante selon le protocole décrit par Mounir et Allaf (2017) et Mounir et al (2020). Environ 5g de poudre de caroube était complètement immergée dans 30 ml d'eau distillée dans des tubes de centrifugation en plastique ces derniers sont préalablement pesés, le mélange est laissé au repos pendant 45 min à température ambiante ; ensuite, il est centrifugé à 3000 rpm pendant 30 min dans une centrifugeuse type (EB A20 Hettic Zentrifuger).

Le surnageant est ensuite soigneusement éliminé en drainant l'échantillon, le culot est alors pesé et la nouvelle masse est enregistré.

La CRE est calculée selon la relation ci-dessous :

$$\text{CRE} = (\text{masse hydratée} - \text{masse sèche}) / \text{masse hydratée}$$

14. La capacité de rétention d'huile des poudres de caroube (CRH) :

La capacité de rétention d'huile (CRH) a été déterminée à température ambiante selon le protocole décrit par Mounir et Allaf (2017) et Mounir et al (2020). Un gramme de poudre de caroube a été parfaitement mélangé avec 10 ml d'huile de tournesol comestible (densité : 0.89877g/ml) en utilisant un agitateur vortex à vitesse modérée, dans des tubes centrifugation en plastique pré-pesés. Le mélange a été laissé reposer 30 min à température ambiante puis centrifugé à 3000 rpm pendant 30 min dans une centrifugeuse type (EB A20 Hettic Zentrifuger). L'huile supplémentaire est par la suite délicatement retirée, puis la nouvelle masse est enregistrée. CRH est exprimé en g huile/ g de poudre de caroube.

15. Détermination de la masse volumique des poudres de caroube :

La masse volumique est déterminée par pesage d'un volume bien déterminé de la farine de caroube. La masse volumique étant la masse de la prise d'essai rapportée à son volume.

16. Détermination du volume interstitiel :

Dans une éprouvette graduée de 25ml, verser 10ml de toluène, ajouter un volume de 5ml de poudre de caroube préalablement pesée, noter le volume dégagé du toluène.

VII. Application de la farine de caroube pour l'élaboration un biscuit de muffin :

Nous avons élaboré des biscuits de muffin industriel, selon la recette fournie par l'unité de fabrication (SAROS) en substituant complètement la poudre de cacao par la poudre de caroube optimisé. La quantité de sucre ajouté a été également diminuée à des pourcentages différents allant de 5% jusqu'à 50% (5%,10%,25%,50%). Après Refroidissement des muffins élaborés, ces derniers ont été analysés pour la détermination de l'humidité à l'aide d'un dessiccateur (RADWAG MA 100R) et l'activité de l'eau au niveau de l'unité de fabrication.

1. Analyse sensorielle de biscuit muffin de caroube :

Cette analyse vise à évaluer les qualités organoleptiques des muffins dont le cacao et complètement remplacé par la farine de caroube optimisée et à différents pourcentages du sucre, en se basant sur l'appréciation d'un jury dévaluation des propriétés sensorielles. Le test est réalisé par des échantillons de muffin, sur leurs aspects de couleur, gout, l'odeur et astringence. Les échantillons codés sont présentés à 15 panélistes qui notent des scores pour Chaque attribut. Les resultants sont estimé par la Quick Rank de (Kramer,1961) au seuil de probabilité 5%.



Chapitre II:
Résultats et discussions

I. Caractérisation morphologique des gousses de caroube :

Les gousses de caroube se caractérisaient par une couleur brune, marron foncé (ressemblant à la couleur du chocolat) de l'extérieur et jaune pâle à l'intérieur. Avant maturation les gousses étaient vertes au fur et à mesure de la maturation, elles brunissent et deviennent parfumées dures et indéhiscentes. La couleur brune marron est due à la modification certains composés biochimiques pendant la maturation. Les gousses utilisées se caractérisaient par une odeur fraîche caractéristique de caroube. Les parfums caractéristiques du caroube s'explique par la présence d'acides, d'esters et d'aldéhydes/cétones émises par les fruits et poudres de caroube, qui sont des composés organiques volatils biogéniques qui contribuent à la croissance, à la reproduction et à la défense de la plante (Krokou et al., 2019).



Figure n°13 : La gousse de caroube.

Les gousses avaient une allure droite légèrement arrondies dans les extrémités, la longueur moyenne de 10 gousses est de $13,55\text{cm} \pm 1,60$ et la largeur moyenne est de $1,94\text{ cm} \pm 0,18$; les gousses contenaient de 7 jusqu'à 14 graines par gousse.

Tableau n°14 : Caractéristiques morphologiques des gousses de caroube

Prametre/Gs	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Longueur (cm)	15.5	15	14	13.1	14	15	12.3	13	13.6	10
Largeur (cm)	2.11	1.78	1.8	2.17	2.1	2.03	1.8	2.14	1.81	1.67
Nombre de Gr/Gs	14	11	7	9	12	9	6	9	7	7

II. Torréfaction de pulpe de la caroube :

Après torréfaction de caroube à des températures différentes comme décrit dans le matériel et, puis broyage et tamisage, nous avons obtenus des farines de caroube de même granulométrie (500 μ m) à des degrés de torréfaction différents.

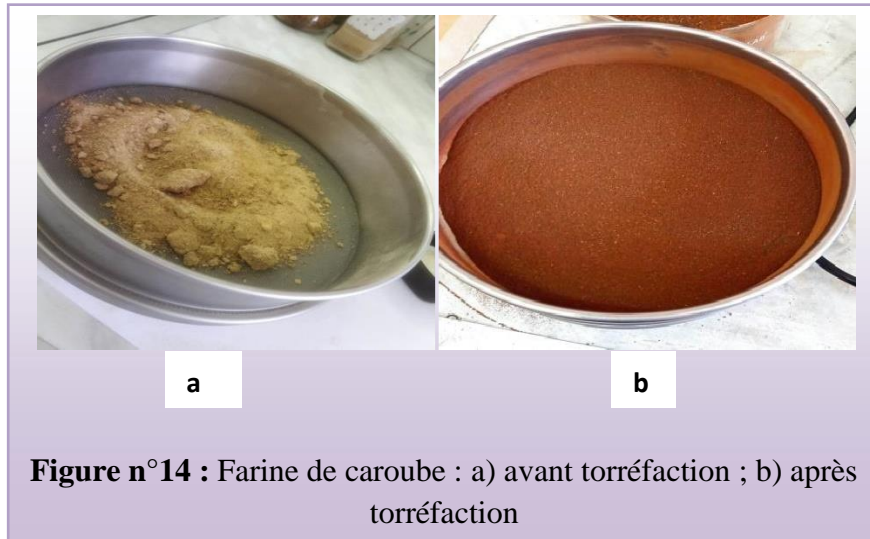


Figure n°14 : Farine de caroube : a) avant torréfaction ; b) après torréfaction

Après torréfaction la couleur de la farine de caroube a changé du jaune au marron (figure n°14) et brun foncé jusqu'au noir comme il a été observé dans la farine torréfiée 30 minutes à 180°C, l'intensité de la couleur après torréfaction et fonction de la température et temps de chauffage. Cette modification dans la couleur est dû à la réaction de Maillard (brunissement non enzymatique) et la caramélisation des sucres contenus dans la farine (Roman et al., 2017). L'avantage de la torréfaction est aussi le développement de certains arômes et parfums appréciables, notamment celle caractéristique du cacao et du chocolat, cette intensité varie d'une farine à l'autre selon le degré de torréfaction, nous avons perçu une odeur de brûlé dans la farine torréfiée à 180°C après 30 minutes de chauffage, la couleur de cette farine vire vers le noir. La torréfaction modifie la fraction volatile de farine de caroube en réduisant le pourcentage des acides, alcools et des aldéhydes et augmente la teneur en furanes pyrroles et esters, ce qui conduit à l'amélioration et le développement des arômes caractéristiques du cacao, et rend la farine de caroube plus semblable au cacao et au chocolat (Roman et al., 2017) de par sa couleur et son parfum. D'après ces mêmes auteurs, la torréfaction permet d'augmenter le niveau des poly phénols totaux, de l'activité antioxydante (AA) et de l'indice de brunissement (IB) et une légère diminution dans le pH. Cependant, la présence des produits intermédiaires toxiques de la réaction de Maillard comme les furfuraux ou

l'hydroxymethy-furaldehyde , HMF est indésirables, ce qui rend le processus de torréfaction limité. L'obtention d'une farine ayant des caractéristiques organoleptiques ressemblant à celles du cacao et contenant moins de substances toxiques, est optimisée en utilisant un plan factoriel complet en variant le temps et la température de torréfaction.

III. Analyse du plan factoriel

1. Influence des facteurs sur la torréfaction

Influence des facteurs sur l'AA: D'après le tableau d'estimation des coefficients, on constate que les effets principaux (temps et température) ont des valeurs de $P < \alpha = 0,05$; les valeurs de P des coefficients d'interaction sont aussi $< \alpha = 0,05$. Par ailleurs d'après le diagramme de Pareto et la droite d'Henry (figure n°15) tous les coefficients principaux et d'interaction sont significatifs. Dans le diagramme des effets (figure n°16) on observe que la température a une influence plus importante sur le processus par rapport au temps de chauffage, en parallèle le diagramme d'interaction des effets permet de visualiser que l'AA augmente en fonction du temps du chauffage.

Tables des coefficients (AA):Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE	Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant						87,389	0,151
Température (C°)					-4,178	-2,089	0,151
Temps (min)					2,827	1,414	0,151
Température (C°) * Temps (min)					1,773	0,886	0,151
						580,56	0,000
						-13,88	0,000
						9,39	0,001
						5,89	0,004
							1,00
							1,00
							1,00

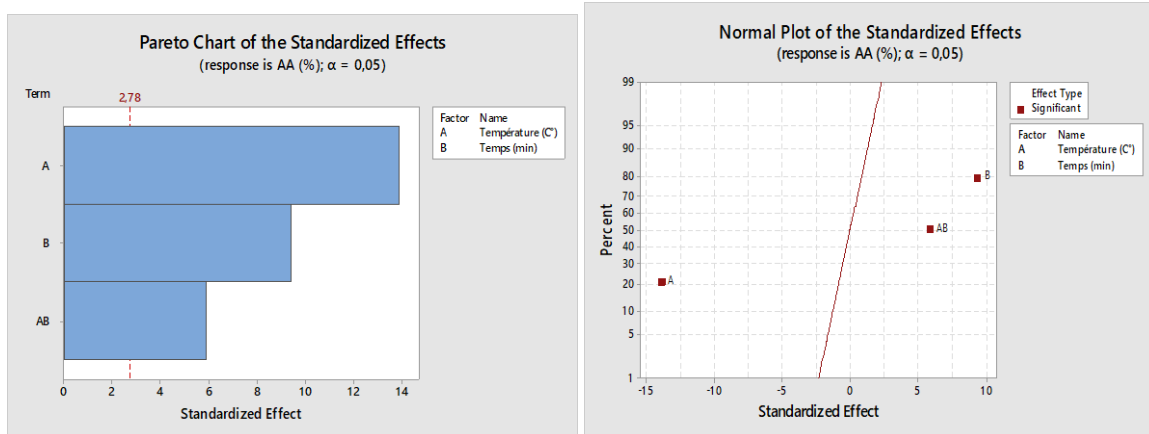
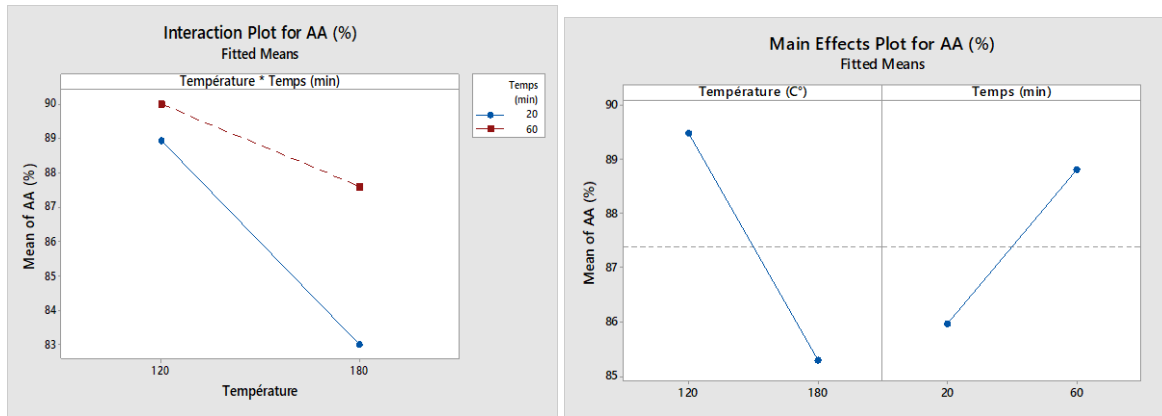


Figure n°15 : Diagramme de Pareto et droite normale 'Henry pour l'AA



**Figure n°16 : Diagramme des effets principaux et d'interaction pour l'AA.
Influence des facteurs sur l'intensité aromatique :**

Tous les facteurs principaux et d'interaction sont significativement important d'après la droite d'Henry et de Pareto (figure n°17) la température a un effet plus important que le temps de chauffage, le diagramme d'interaction des deux facteurs temps et température montre que l'arôme désirée par les panélistes s'intensifie au paramétrage inférieure de temps et supérieur de température (figure n°18).

Table des coefficients du test aromatique.

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant						
Température (C°)		1,12475	0,56238	1022,82	0,000	1,00
Temps (min)		-0,49525	-0,24763	-139,73	0,000	1,00
Température (C°)*Temps (min)		-0,74475	-0,37237	-210,12	0,000	

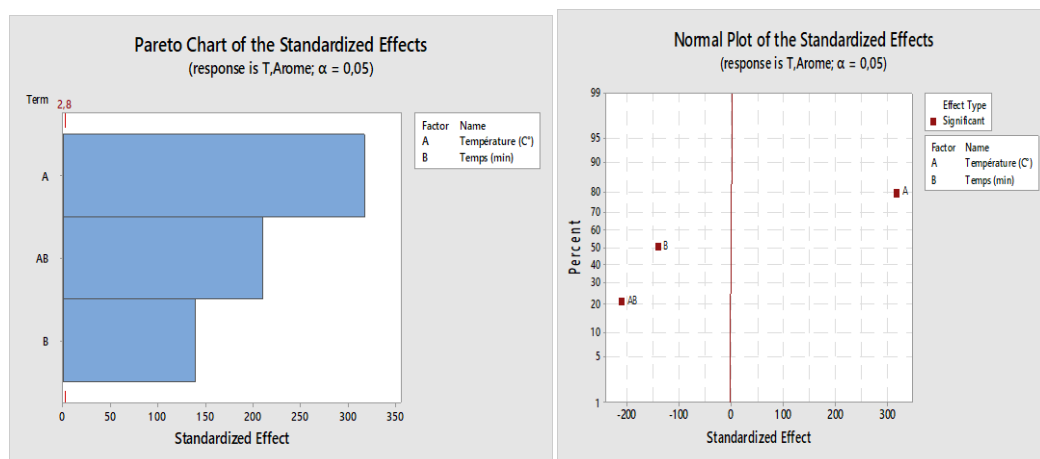


Figure n°17 : Diagramme de Pareto et droite d'Henry de l'intensité aromatique

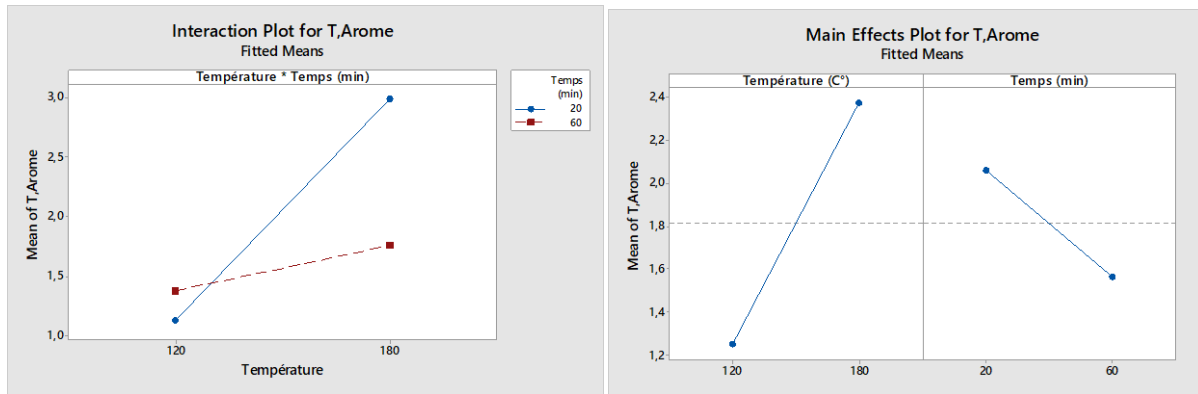


Figure n°18: Diagramme des effets et des interactions pour l'intensité aromatique

Influence des facteurs sur la densité optique à 294 nm : La densité optique à 294°C indique l'absorbance des produits intermédiaires de la réaction de Maillard qui sont considérés comme toxiques à la consommation.

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant					1,9245	0,0145
Température (C°)		0,2286	0,1143	7,87	0,001	1,00
Temps (min)		0,0227	0,0113	0,78	0,479	1,00
Température (C°)*Temps (min)		0,0238	0,0119	0,82	0,458	1,00

Le diagramme de Pareto et la droite normale d'Henry (figure n°19) visualisent que la teneur des produits absorbant à 294 nm dans les farines torrifiées est très influencée par la température de chauffage, l'effet de la température est significatif avec un $P = 0,001$, par contre que le temps de chauffage n'a aucune influence sur la DO_{294} . L'interaction des facteurs n'est pas significatif, cela est montré par le diagramme des effets et le diagramme d'interaction (figure n°20).

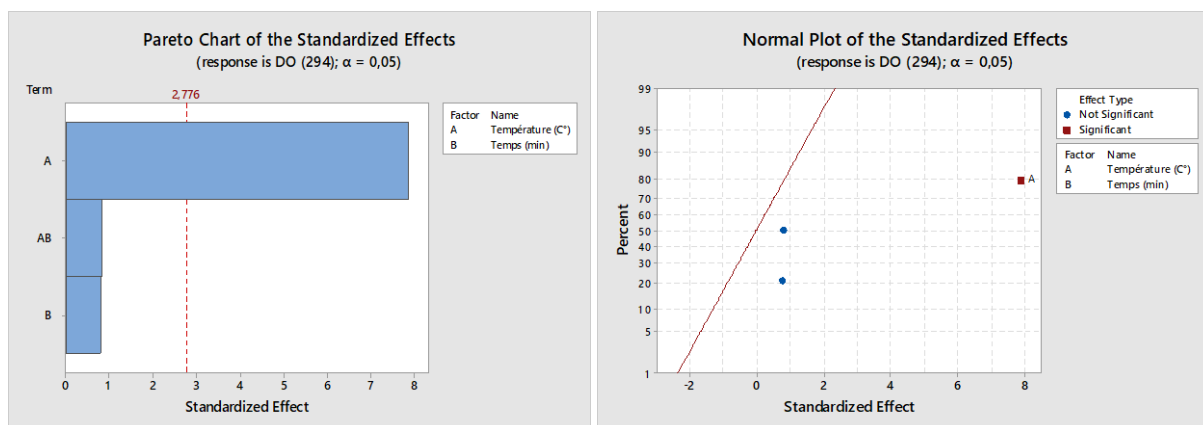


Figure n°19 : Diagramme de Pareto et d'Henry de la DO_{294}

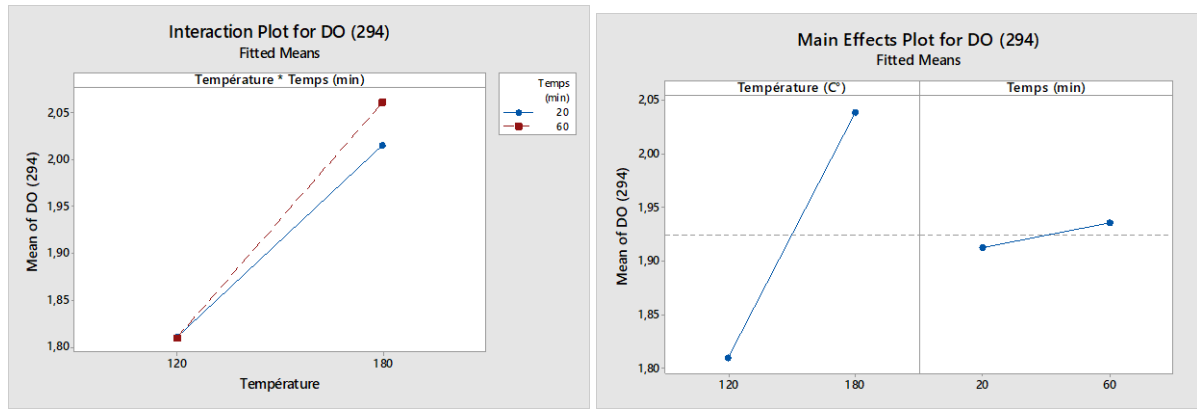


Figure n°20 : Diagramme des effets et d'interaction de DO 294

Influence sur l'indice de brun (IB): L'indice de brun qui est évalué par l'absorbance des extraits aqueux à 420 nm, exprime l'intensité de la couleur brune de ces derniers; Ils renseignent sur la concentration des substances solubles dans l'eau responsables de la couleur brune des différentes farines. D'après la table des coefficients il semble que c'est la température qui a l'effet le plus important sur l'IB ($P = 0,00$). Cela est bien montré par le diagramme de Pareto et la droite d'Henry. Le temps de chauffage et son interaction avec la température semblent avoir des effets négligeables sur le processus.

Tables des coefficients de l'indice de brun

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant					1,1625	0,0382
Température (C°)		1,7090	0,08545	22,36	0,000	1,00
Temps (min)		0,0175	0,0087	0,23	0,830	1,00
Température (C°)*Temps (min)		0,0515	0,0258	0,67	0,537	1,00

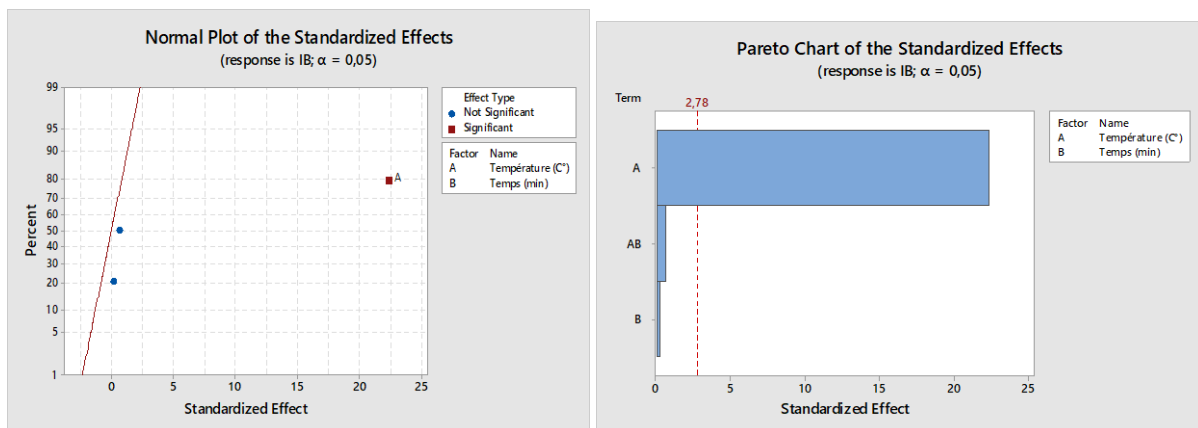


Figure n°21 : Diagramme de Pareto et droite normale d'Henry de l'IB

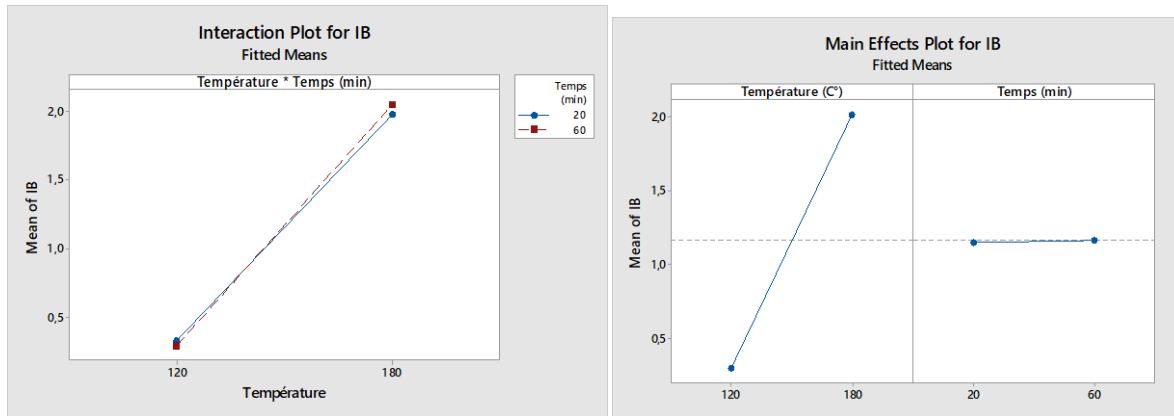


Figure n°22 : Diagramme des effets et d'interaction d'indice de brun

2. Optimisation du processus de torréfaction en utilisant la surface de réponse

La surface de réponse nous permet de visualiser les points optimums en fonction des facteurs étudiés. Les surfaces de réponses sont obtenues en utilisant le logiciel Minitab 17 par l'étude du modèle quadratique du plan factoriel complet qui donne les équations de régression pour chaque réponse :

- L'équation de régression de l'indice de brun permet d'obtenir le model suivant :

$$\text{IB} = -12,41 + 0,1517 \text{ Température } (^\circ\text{C}) + 0,0568 \text{ Temps (min)} \\ + 0,000446(\text{Température } (^\circ\text{C}))^2 - 0,000671 (\text{Temps (min)})^2 + 0,000042 \text{ Température } (^\circ\text{C}) \\ * \text{Temps (min)}$$

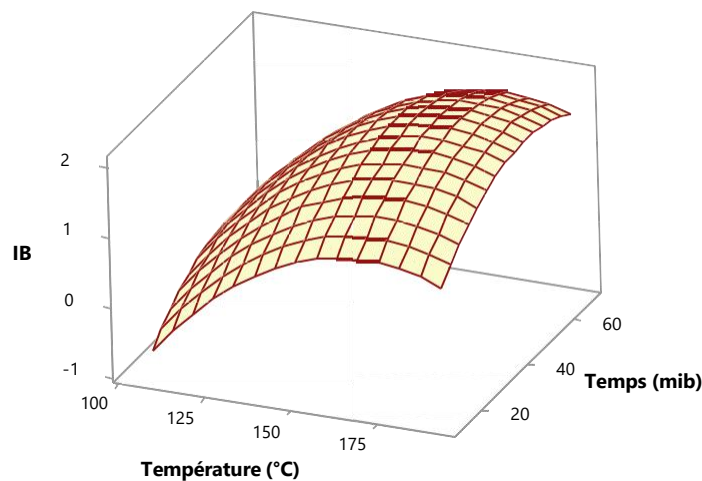


Figure n°23 : L'indice de brun en fonction du temps et la température.

D'après le graphe de la surface de réponse l'indice de brun est maximale à des températures supérieures à 150°C, une régression est observée à des températures supérieures à 175°C.

- L'équation de régression de la DO294 suit le model suivant :

$$\text{DO (294)} = 2,452 - 0,00829 \text{ Température } (^\circ\text{C}) - 0,00986 \text{ Temps (mib)} \\ + 0,000033 \text{ Température } (^\circ\text{C}) * \text{Température } (^\circ\text{C}) + 0,000096 \text{ Temps (mib)} * \text{Temps (mib)} \\ + 0,000021 \text{ Température } (^\circ\text{C}) * \text{Temps (mib)}.$$

L'optimum de la DO à 294 nm sont situées dans les valeurs minimales de ce paramètre ; ces valeurs sont observées à des températures de 150°C après 40 minutes de chauffage.

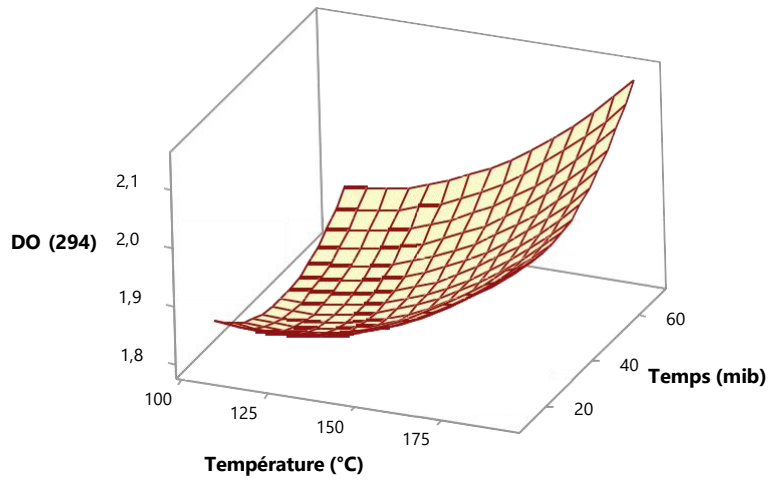


Figure n°24 : Surface de réponse de la DO₂₉₄

- L'équation de régression de l'AA:

$$\begin{aligned} \text{AA (\%)} = & 112,1 - 0,659 \text{ Température (}^\circ\text{C)} + 1,148 \text{ Temps (mib)} \\ & + 0,00190 \text{ Température (}^\circ\text{C)} * \text{Température (}^\circ\text{C)} - 0,01355 \text{ Temps (mib)} * \text{Temps (mib)} \\ & + 0,00125 \text{ Température (}^\circ\text{C)} \\ & * \text{Temps (mib)} \end{aligned}$$

Les valeurs optimales sont les maximales de l'AA, elles sont observées après un chauffage prolongé, mais ces valeurs ont tendance à diminuer après 60 minutes de chauffage (figure n°)

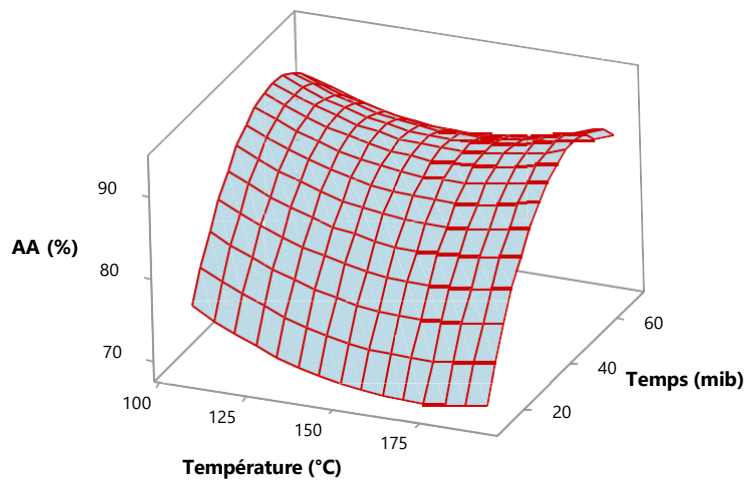


Figure n°26 : Réponse de surface de l'AA.

- Equation de régression de l'intensité aromatique :

$$T_{\text{arome}} = -32,73 + 0,4018 \text{ Température } (^\circ\text{C}) + 0,2421 \text{ Temps (mib)} - 0,001198 \text{ Température } (^\circ\text{C}) * \text{Température } (^\circ\text{C}) - 0,001757 \text{ Temps (mib)} * \text{Temps (mib)} - 0,000623 \text{ Température } (^\circ\text{C}) * \text{Temps (mib)}$$

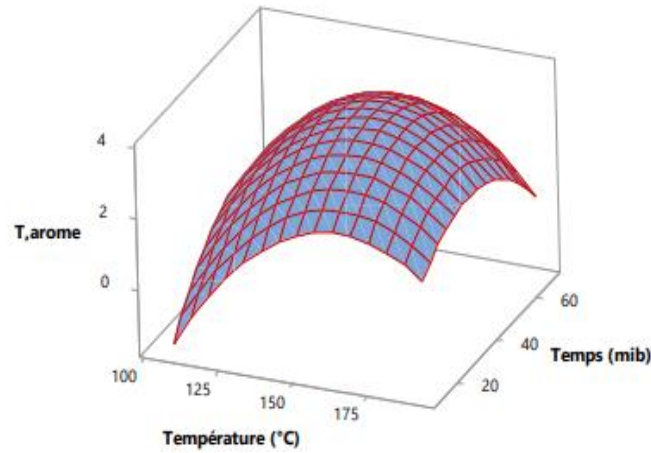


Figure n°26 : Réponse de surface de l'intensité aromatique

Les valeurs optimales de l'intensité aromatique sont observées à des températures allant de 150°C à 170°C après un chauffage de 40 minutes à 50 minutes. À des temps et températures supérieures l'arome des farines de caroube devient moins apprécié.

3. Optimisation par le composite centré

L'utilisation du composite centré (figure n°28) nous a permis d'obtenir les valeurs optimales des facteurs de torréfaction qui sont à la température de 149,08°C après un temps de chauffage de 40,85 minutes avec un coefficient de désirabilité globale $D=0,8711$.

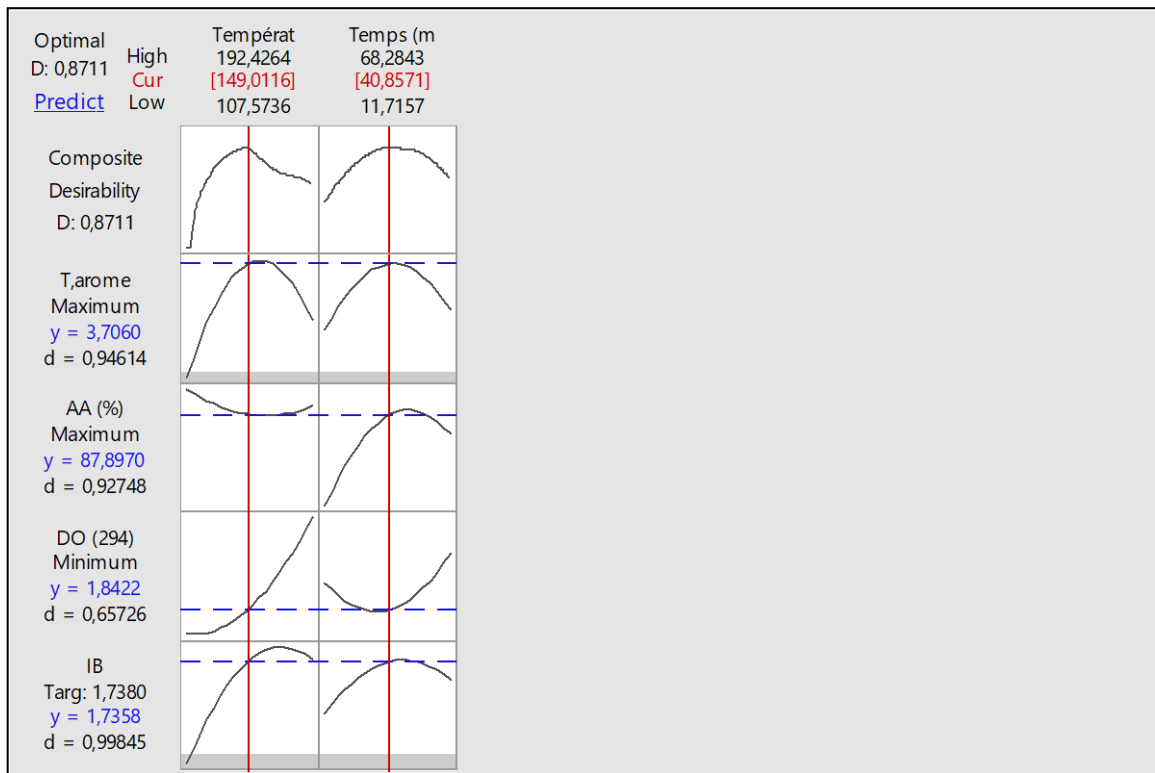


Figure n°27 : Optimisation des facteurs de torréfaction.



Figure n°28 : Aspect de la farine de caroube optimisée.

IV. Caractéristiques physico-chimiques de la poudre de caroube :

Les résultats des analyses physico-chimiques de la poudre de caroube sont représentés dans le tableau n°15.

Tableau n°15 : Analyses physico-chimiques de la farine de caroube torréfiée FCT et de la farine de caroube non torréfiée FCNT.

Paramètres	FCNT	FCT
PH	5.62	6.15
MS (%)	84.52	95.11
Acidité (%)	9.4	6.58
Les cendres (%)	2,094	
Sucres réducteurs	15	12,7
Sucres totaux (%)	53	40
Tanins (mg/g)	0.1173	0.424
Poly phénol (mg/g)	2.67	4.4
Flavonoïdes (mg/g)	0.062	0.48
Matière grasse (%)	2.42	
Vit C (%)	19,09	13,18
CRE (%)	0,70	0,47
CEH (%)	0,52	0,6
Masse volumique (g/l)	24,646	26,846
Volume interstitiel (%)	17	15
Pectine (%)	4,32	

La composition chimique de la pulpe de caroube varie selon les facteurs génétiques, environnementaux, les facteurs climatiques et la saison de récolte. Le type de plante (mâle, femelle ou hermaphrodite) et le cultivar influencent de manière significative la composition chimique et les activités biologiques de la pulpe de caroube (Brassesco et al., 2021).

D'après le résultats de tableau n°15, la valeur des cendres qui est de l'ordre de 2,094% est comparable à celle rapportée par Khalifa et al., (2013) et Avallone et al., (1997), qui se situe à la limite de 2 à 3,4 %, d'autres auteurs comme El Batal et al., 2016etBezzala, (2005) rapportent des teneurs comprises entre 2,4 à 3,9% et 2,1 à 2,4% pour la pulpe de caroube respectivement; d'après Amroune et al., (2022), la teneur en cendres de caroube se situe entre 2% et 6% selon le type et la variété de la caroube.

La matière sèche est de l'ordre de 84.52% dans la FCNT, soit 15,48% d'humidité, ces valeurs sont proches à celle trouvée par (Gouar, 2011).

La matière sèche c'est l'ensemble des substances biochimique et minérales contenus dans le produit, elle dépend du degré de maturité, la saison de récolte et la variété de la plante ainsi que les conditions de stockage après récolte. Après élimination de l'eau libre par torréfaction, l'humidité du produit a diminuée jusqu'à 10,07%, on estime que cette eau est la fraction de l'eau liée dans le produit soit une matière sèche de 89,93% dans la FCT. Nos valeurs après torréfaction sont supérieures à celles obtenues par Gahad et al., (2022), tel que l'humidité est de 10.4 % et 8.2 % dans la FCNT et FCT respectivement. Dans les travaux de Sahin et al. (2009) la teneur en humidité dans les FCT a diminué d'un facteur allant de 1,25 à 1,75 après torréfaction 90 minutes à 165°C et 135°C ; dans notre travail la valeur du facteur de réduction en humidité est de l'ordre de 1,53 ; ces différences peuvent être attribuées aux conditions de torréfaction, le procédé appliqué, l'appareillage, la taille des granules de la farine et leurs conductibilité thermique. Cependant, la réduction de la teneur en eau de la poudre de caroube pourrait minimiser la taille des particules en améliorant le broyage et en obtenant de petites particules. La faible teneur en eau pourrait également être à l'origine de la stabilité de la poudre et de, l'allongement de la durée de conservation du produit (Gahad et al., 2022).

La teneur en matière grasse est de 2.42%. Cette valeur se rapproche à celles enregistrées par Avallone et al. (1997) et Haddarah et al. (2013), qui sont respectivement de l'ordre de 3% et 3.85%. Il est à remarquer que notre valeur est plus élevée à celle signalée par Yousif (2000) (0.74%) et (Kumazawa et al. (2002) (0.4 - 0.8 %). Alors qu'elle est inférieure à la valeur mentionnée par Dakia et al., (2007) (6,6%) et Ayaz et al. (2009) (4,44). Khalifa et al., (2013) et Baston 2016 ont enregistrés une faible teneur en matière grasse (inférieure à 1 %).

La réduction de la teneur en lipides avec l'augmentation des températures de torréfaction pourrait être due à l'induction de l'oxydation causée par les températures élevées et les produits résultant de la réaction avec les protéines et les acides aminés provoquant la formation de pigments de couleur brune tels que les mela- noidines (Lipumbu 2008).

Dans les conditions expérimentales actuelles, un effet positif de la torréfaction de la caroube sur sa stabilité et sa durée de conservation a été obtenu par en obtenant des produits en poudre de caroube à faible teneur en matières grasses Gahad S et al.2022.

Le pH de FNT et FT est estimé respectivement à 5,62 et 4,8 respectivement, ce qui correspondant à un milieu l'égerment acide devenu acide. Nos résultats sont proches des

valeurs enregistrées par certains auteurs comme Radjem et al., (2016), dont la valeur est de l'ordre 5.39. (Yousif et Alghzawi, 2000) rapportent des valeurs de pH de l'ordre de 5,96 et 4,81 pour les farines de caroube non torréfiées et torréfiées, respectivement qui sont semblables à nos résultats.

Benjakul et al. (2005) ont rapporté qu'il y avait une réduction des valeurs de pH tout en augmentant les températures de torréfaction, ainsi que Davideck et al. (2006) ont attribué la réduction dans le pH après torréfaction à la formation des produits acides de réaction de Maillard, comme l'acide pyruvique qui est produit lors de la torréfaction.

L'acidité titrable est un paramètre d'estimation des acides organiques contenus dans les fruits (Stinzing, 1999). Les acides organiques jouent un rôle majeur dans la modification sensorielle des fruits et inhibe la reproduction des microorganismes.

L'acidité dans la poudre de caroube non torréfiée est d'ordre 9,4% et de 6,58% dans la poudre de caroube torréfiée, il paraît que ces résultats se contredisent avec les valeurs du pH qui diminuent, cela peut être expliqué par la volatilisation de certains acides pendant le chauffage et la nature des acides qui se trouvent dans le milieu réactionnel.

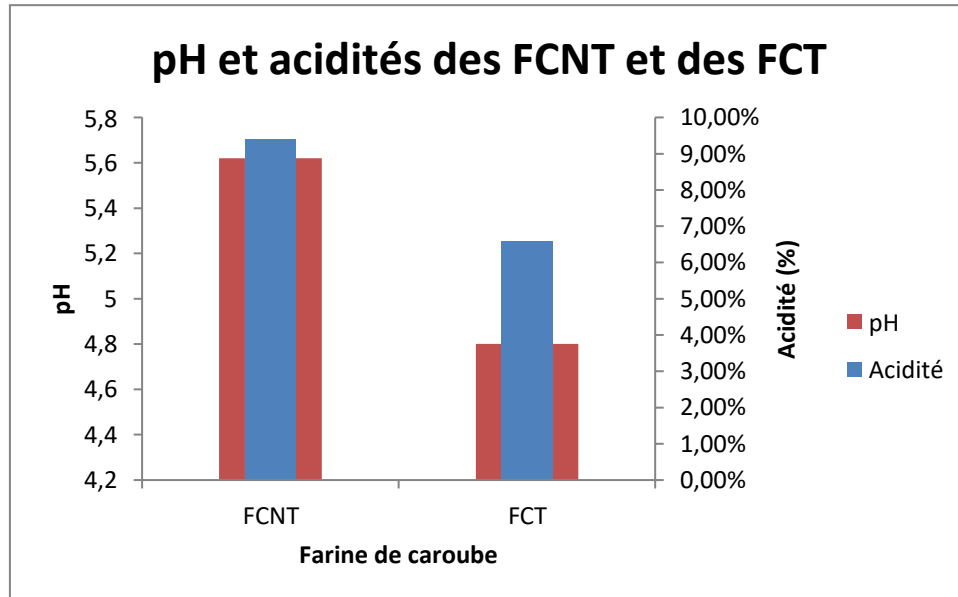


Figure n°29 : pH et teneur en acidité titrable avant et après torréfaction des farines de caroube.

En raison de sa teneur élevée en sucre, la caroube est considérée comme un produit sucré et un édulcorant naturel pour les formulations de produits alimentaires.

Les sucres réducteurs ont diminué de 15% à 12,7% après la torréfaction. Nos résultats sont supérieurs à ceux trouvés par (Yousif et Alghzawi, 2000) pour la farine de gousse caroube torréfiée et non torréfiées, qui sont respectivement (11,6% et 13,6%).

Cette diminution de taux de sucres est probablement en raison de leurs implications dans la réaction de Maillard (Boublenza et al.2017).

La FCNT est moins sucrées que la FCT (La teneur totale en sucres dans PCNT est de 53 %, et 40% dans PCT). Le chauffage de solution de saccharose à haute température et à des concentrations élevées provoque son hydrolyse en formant du glucose et du fructose, qui participent aux réactions de caramélisation et produisent du 5-hydroxyméthylfurfural (Bastos et al. 2012).

Les polyphénols agissent comme des antioxydants retardant la formation des radicaux libres et la diminution du taux d'oxydation (Kumazawa et al. 2002) et augmentant leur activité antioxydante lorsqu'ils sont liés aux fibres (Saura-Calixto et al. 2007 ; Pérez Jiménez et al. 2008).

Les polyphénols présentent une teneur de 2.67 mg/g pour la FNT et de 4.4 mg/g pour la FT. Ces valeurs sont proches à celles de Avallone et al., (1997) qui sont de l'ordre de 1,9mg/g de MS, ou d'Owen et al., (2003) qui sont de l'ordre de 3,94mg/g MS. Notamment ces valeurs sont conformes à celles obtenues dans l'étude de (Ayaz et al., 2007) qui ont mentionné que la farine de caroube peut contenir jusqu'à 13,51mg/g de MS.

Cette différence observée dans les différentes études peut s'expliquer par la provenance géographique, le cultivar, la variété et surtout le degré de maturité, ce qui a été prouvé par les travaux de Abi Azar (2007), réalisés sur des gousses de caroube vertes et qui ont montré que ces dernières contenaient 45,2 g/l de polyphénols totaux.

Boublenza et al. (2017) ont postulé qu'une augmentation de la teneur en polyphénols totaux, avec l'augmentation des températures de torréfaction pourrait être due à la libération des polyphénols des polymères pendant la torréfaction. (Sahin et al., 2009) ont trouvé que les teneurs totales en phénols ont significativement augmenté avec l'augmentation de température de séchage et de temps de séchage.

Les résultats des flavonoïdes qui sont 0.062 mg/g de MS pour la FNT et 0.48 mg/g de MS pour la FT ; sont similaires à celles d'Ayaz et al., (2007) qui ont trouvé que la caroube contenait entre 0,41 et 0,48mg/g MS de flavonoïdes, par contre Owen et al., (2003) ainsi que Ortega et al., (2011) ont démontré que le taux de flavonoïdes pouvait être plus important avec 1,02mg/g MS et 3,33mg/g MS respectivement ce qui rejoint à nos valeurs trouvées.

La teneur en vitamine C est de l'ordre de 13.18 g/100g de Ms dans la FCNT, et de 19.09 mg/100g Ms dans la FCT. Ces résultats sont plus élevés à ceux trouvés par Jammeli.,2012 dans ces études (7.03 g/100g de MS). La vitamine C est sensible à la température, or, l'augmentation de sa teneur dans la farine après torréfaction peut être expliquée à la méthode de dosage utilisée où la couleur brune de l'extrait de farine torréfiée empêche l'observation du virage de couleur vers le rose pale.

La teneur en pectine est de l'ordre de 4,32 %. Cette valeur concorde à celle trouvée par Jammeli.,2012 qui est de l'ordre de 4.9 g/100g de MS.

La capacité de rétention d'eau (CRE) a diminué de 0.70 jusqu'à 0.47 après torréfaction des gousses des caroubes. Cette variation observée est significative dans CRE, ces mêmes observations ont été rapportées par Mounir et al., (2021) tel qu'ils ont cité que la CRE varie de 81,3 et 86,8 % de farine torréfiée et non torréfiées. D'après ces mêmes auteurs, la CRE de la poudre de caroube torréfiée est significativement influencée par la pression de vapeur saturante ; plus la pression de vapeur saturée est faible, plus la CRE de farine est faible, ceci est peut-être lié au ramollissement de la texture et la dégradation des fibres (Boumerdassi et Touatti.,2022).

La capacité de rétention d'huile (CRH) de la poudre de caroube torréfiée était significativement supérieure à celle de la poudre de caroube non torréfiée. L'augmentation de CRH peut être due à la densité globale et le comportement de surface de la poudre de caroube torréfiée, en particulier hydrophobie de surface résultant de la dénaturation des protéines dans des conditions sévères de torréfaction (Mounir et al., 2021).

Les résultats des tanins obtenus sont nettement plus faibles que ceux de la littérature (0.1173mg/100g de MS et 0.424 mg/100g de MS respectivement dans la FCNT et la FCT), selon Wursch et al., (1984), la teneur en tanins condensés des gousses de caroube se situe entre 16 et 20% de la masse sèche. Saura Calixto (1988) rapporte aussi une teneur de 17,9% de tanins condensés, par ailleurs Avallone et al., (1997) constatent une teneur en tanins

condensés de 2,75mg/g (proanthocyanidines) en comparaison avec les tanins hydrolysables ; de plus, les principaux polyphénols décrits dans les gousses de caroube sont insolubles, hautement polymérisés, appartenant aux tanins condensés contenant un noyau flavane (Wursch et al., 1984).

D'après les résultats obtenus, nous constatons que la masse volumique des farines augmente en fonction du temps de chauffage et en fonction de la température (de 24.646 jusqu'à 26.846). Avec une diminution dans le volume interstitiel (de 17% à 15%). Ce qui vérifie les travaux de Mounir et al., (2021).

1. Activité de l'eau de la farine de caroube

La teneur en humidité à l'équilibre de la poudre de caroube a été tracée en fonction de l'activité de l'eau. On peut observer sur la figure n°31, la teneur en humidité à l'équilibre qui augmente avec l'augmentation de l'activité de l'eau pour les deux échantillons. Le modèle de sorption obtenu est adéquat avec un $R^2 + 0,94$. La relation entre l'activité de l'eau a_w et la teneur en eau n'est pas linéaire. Dans les produits alimentaires, elle suit généralement une courbe en S marquée par deux points d'inflexion qui permettent de délimiter 3 zones principales (Bauer et al., 2010). Ainsi on dénote la zone A celle de l'eau liée, la zone B qui correspond à l'eau adsorbée ou faiblement liée et la zone C qui correspond à l'eau libre disponible pour de multiples fonctions et la zone C.

La FCNT a adsorbé moins d'humidité que la FCT à toutes les températures, probablement en raison des changements structuraux et chimiques initiés par la température élevée pendant le processus de torréfaction.

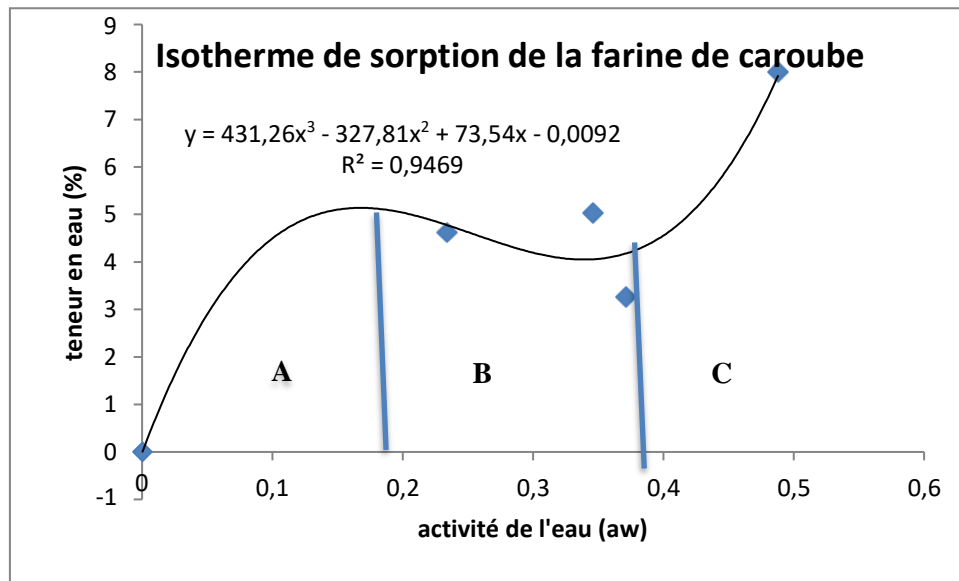


Figure n°30 : Isotherme d'adsorption de la farine torréfiée à 150°C.

V. Aspect des muffins élaborés à base de farine de caroube torréfiée.

Les muffins préparés dans les conditions industrielles à l'unité SAROS société agroalimentaire : Biscuiterie, Chocolaterie, Génoise, Transformation de fève de cacao, sont présentés par la figure n°32.



Figure n°31 : Muffins préparés à base de la farine de caroube substitut de cacao.

L'activité de l'eau dans les muffins préparés est de l'ordre de 0,57% et la teneur en humidité est de l'ordre de 21,5 %, ces valeurs sont conformes aux normes d'après les données de l'unité de fabrication.

VI. Analyse sensorielle des muffins élaborés à base de la farine de caroube substitut de cacao :

On a effectué une analyse sensorielle sur 4 échantillons (E1, E2, E3, E4), en utilisant le test de Kramer.

Les résultats de test sont présentés dans le tableau n° 16.

Tableau n°16 : Sondage des panélistes.

	E1	E2	E3	E4
1	1.5	1.5	2	3
2	1.5	2.5	2.5	1.5
3	1	2	3	2
4	1	3	2	2
5	2	1	3	2
6	1	1	3	3
7	1	2	3	2
8	2	2	2.5	1.5
Somme rangs	11	15	20	17
Moyenne des scores	1.25	1,75	2,5	2

Où :

E1 : Echantillon 1 à 5% de sucre.

E2 : Echantillon 2 à 10% de sucre.

E3 : Echantillon 3 à 25% de sucre.

E4 : Echantillon 4 à 50% de sucre.

L'analyse sensorielle montre que les échantillons 2, 3 et 4 ne montrent pas de différences significatives, par contre l'échantillon 1 est différents des trois autres au seuil de probabilité de $p : 0,05\%$. Les panélistes ont évalué positivement l'échantillon 3 en première position, puis l'échantillon 4 puis l'échantillon 2, soit excellent, bon et assez bon.

Le goût du muffin à la caroube s'est avéré moins sucré, étrange ou inconnu et moins amer que le goût des muffins au cacao. Toutefois, le goût du cacao était plus prononcé dans les muffins au cacao. Katarzyna et al., (2018) prétendent également que la caroube peut remplacer jusqu'à 30 % ou même 75 % le cacao dans certains produits sans modification perceptible de la saveur.

La couleur des muffins élaborés a été largement appréciée par les pénalistes, et similaires avec celle du muffin au cacao. L'odeur caractéristique de caroube a été présente dans l'échantillon, mais elle est proche à l'odeur de chocolat.

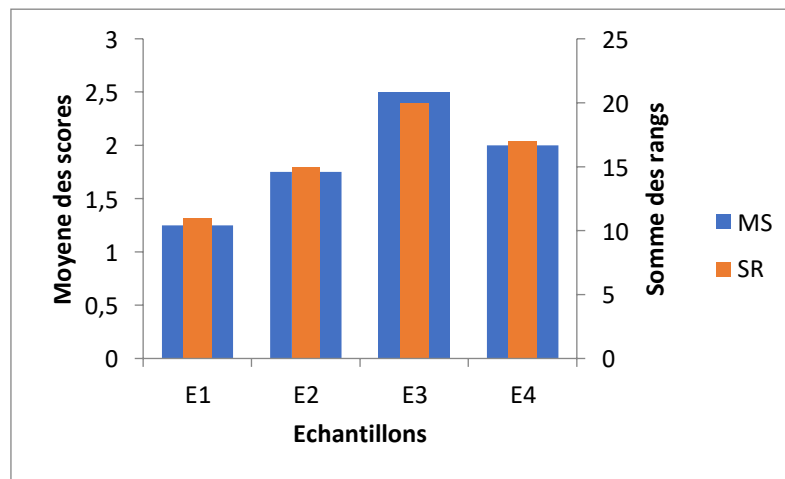


Figure n°32 : Histogramme d'analyse statistique des paramètres sensoriels (gout et aspect) au seuil de probabilité de 5%. L'intervalle des traits pleins (Somme des rangs compris entre 13 et 22) indique une différence non significative.



Conclusion

Conclusion :

Le caroubier est décrit comme une plante avec une grande adaptabilité à la région du bassin méditerranéen ; caractérisée par des conditions climatiques semi-arides méditerranéennes.

En raison de la demande croissante de cacao et la recherche d'ingrédients riches en composés bioactifs nous ont incités à étudier la possibilité de le remplacer par de la poudre de caroube dans les muffins.

La caroube constitue un substitut idéal au cacao, car elle contient divers composés phytochimiques similaires à ceux du cacao. En fait, la poudre de caroube présente certains avantages par rapport au cacao. La poudre de caroube contient moins de matières grasses et des quantités significativement plus élevées en fibres alimentaires par rapport au cacao, avec sa composition unique et ses composés polyphénoliques, offre de nombreux avantages pour la santé. En outre, la caroube a une forte concentration en calcium et sa teneur élevée en sucre en fait un édulcorant naturel.

Le remplacement de la poudre de cacao par de la poudre de caroube permet de minimiser la théobromine et la caféine, qui sont indésirables dans certains produits. Dans l'ensemble, les avantages nutritionnels et économiques que présente la caroube en font un excellent candidat pour remplacer le cacao. La caroube peut être utilisée comme substitut du cacao dans plusieurs produits à base de cacao et de chocolat, notamment les substituts de chocolat, les biscuits au chocolat, les boissons, les flocons et barres de céréales, les yaourts, les crèmes glacées et autres.

La farine de pulpe de caroube est d'une couleur jaune parfumée, la couleur de farine ne devient marronne qu'après torréfaction. Les conditions de torréfaction déterminent la qualité organoleptique de la farine de caroube notamment la couleur et les parfums désirés. L'optimisation du temps et de la température de torréfaction nous a permis d'obtenir une farine dont la couleur et les parfums sont très proches de celles du cacao. Certains paramètres comme l'activité antioxydante, la teneur en polyphénols ont été améliorées après torréfaction ; la quantité des sures a diminué dans la farine de caroube torréfiée. L'application de la farine torréfiée comme substitut de cacao pour l'élaboration d'un biscuit de muffin au niveau industriel tout en diminuant la quantité du sucre ajouté, a donné des résultats satisfaisants d'après les tests sensoriels effectués sur les muffins à base de farine de caroube torréfiée dans les conditions optimales de temps et de température.

Les références bibliographiques

A

1. Aafi A., (1996), Note technique sur le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.), Centre Nationale de la Recherche Forestière, Rabat (Maroc).
2. Aafi A., 1996. Le caroubier : Caractères botaniques et écologiques, groupements
3. Abi Azar R., (2007), Complexassions des protéines laitières par les extraits de gousses vertes de caroubier. Propriétés technologiques des coagulums obtenus, Agroparistech Ecole Doctorale Abies, Thèse de doctorat.
4. Ahmed Bessas. (2008) : Dosage biochimique de composés phénoliques dans les dattes et le miel récoltés dans le sud algérien. Mémoire en ligne ; Université Djillali Liabes-Sidi bel abbes.
5. Ait Chitt M., Belmir M. et Lazrak A., (2007), Production des plantes sélectionnées et greffées du caroubier. Transfert de technologie en Agriculture, N° 153, IAV Rabat. 1-4
6. Albanell E., 1990. Caracterización morfológica, composición química y valor nutritivo de distintas variedades de garrofa (*Ceratonia siliqua* L.) cultivadas en España. Tesis doctoral. Barcelona. España, pp. 209.
7. Amiot, J., Fournier, S., Lebeuf, Y., Paquin, P., & Simpson, R. (2002). Chapitre 1: Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait; Vignola C, editor. Science et Technologie du lait; transformation du lait. C. L. Vignola, ed. Presses Internationales Polytechniques, Montréal, Québec, 1-73.
8. Amroune M ; Gabour F ; (2020), Incorporation de la farine de la caroube dans un produit chocolaté (Mémoire de master, Université de Boumerdes) et production. Centre national de la recherche forestière. Maroc, pp 1-7. Végétaux, techniques d'élevage en pépinière, traitement et soins cultureux, utilisation
9. Avallone R., Plessi M., Bradli M., Monzani A., 1997 : Determination of chemical composition of caroub (*Ceratonia siliqua*) : protein, fat, carbohydrates, and tannins. *J. Food Comp. Anal.*, 10(2) .PP : 166/172.
10. Ayaz F. A., Torum H., R. H. Glew, Bak Z. D., Chuang L.T., Presley J. M. & Andrews R. (2009). Nutrient Content of Carob Pod (*Ceratonia siliqua* L.) Flour Prepared Commercially and Domestically. *Plant Foods Hum Nutr* 64, 286–292.

B

11. B. Carbas, M. V. Salinas, C. Serrano, J. A. Passarinho, M. C. Puppo, C. P. Ricardo, et C. Brites, 2018. Chemical composition and antioxidant activity of commercial flours from *Ceratonia siliqua* and *Prosopis* spp.
12. Baston O (2016) production and analysis of *Ceratonia siliqua* L. powders. *Ann Food Sci Technol* 17(1):50–54
13. Bastos DM, Monaro E', Siguemoto E', Se'fora M (2012) Maillard reaction products in processed food: pros and cons. INTECH Open Access Publisher, London, pp 281–300
14. Battle I. et 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. 97 p.
15. Bauer, W., Badoud, R., Loliger, J., Eturnaud, A., (2010) Science et technologie des aliments. Principe de chimie des constituants et de technologie des procédés. 1^{ere} ed. CH-1015 Lausanne.
16. Beckett, S. T. (2000). Chocolate ingredients. In *The science of chocolate* (pp. 8-30) Belkaid – Tlemcen.
17. Bengoechea, C., Romero, A., Villanueva, A., Moreno, G., Alaiz, M., Millán, F., Guerrero, A., Puppo, M.C., (2008). Composition and structure of carob (*Ceratonia siliqua* L.) germ proteins. *Food Chemistry* 107, 675–683.
18. Benjakul S, Lertittikul W, Bauer F (2005) Antioxidant activity of Maillard reaction products from a porcine plasma protein–sugar model system. *Food Chem* 93(2):189–196. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.10.019>
19. Berrougui, H. (2007). Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.), une richesse nationale aux vertus médicinales. *Maghreb Canada Express* 5, 20.
20. Biner B, Gubbuk H., Karhan M., Aksu M. et Pekmezci M., (2007), Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey, *Food Chemistry* N°100, pp.1453-1455.
21. Biner B, Gubbuk H., Karhan M., Aksu M. et Pekmezci M., (2007), Sugar profiles of
22. Boublenza I, Lazouni HA, Ghaffari L, Ruiz K, Fabiano-Tixier AS (2017) Influence of roasting on sensory, antioxidant, aromas and physicochemical properties of Carob pod powder (*Ceratonia siliqua* L.). *J Food Qual* 3:1–10. <https://doi.org/10.1155/2017/4193672>.
23. Boublenza, I., Ghezlaoui, S., Mahdad, M., Vasai, F., & Chemat, F. (2019). populations algériennes de caroubes (*Ceratonia siliqua* L.). Variabilité morphologique et chimique de leurs fruits et graines. *Scientia Horticulteur*, 256, 108537.

Les références bibliographiques

24. Brassesco, M.E; Brand M.T; . Silva L.M.; , PintadoM.; (2021) Carob bean (*Ceratoniasiliqua L.*): A new perspective for functional food . Trends in food science et technology, 114, 310- 321.
25. Bravo L, Grados N, Saura-Calixto F (1994) Composition and potential uses of mesquite pods (*Prosopispallida L.*): comparison with carob pods (*Ceratoniasiliqua L.*). J Sci Food Agric 65:303–306

C

26. Calixto FS, Canellas J (1982) Components of nutritional interest in carob pods *Ceratoniasiliqua*. J Sci Food Agric 33:1319–1323

caroubier (*ceratoniasiliquaL.*) dans le Nord-ouest de l’Algerie , université Abou Bekr
27. Cepo DV, Mornar A, Nigovic B, Kremer D, Radanovic D, Dragojevic IV (2014) Optimization of roasting conditions as an useful approach for increasing antioxidant activity of carob powder. LWT—Food Sci Technol 58:578–586
28. Cervenka, ˇ L., Stępien, ´ A., Frühbauerova, ´ M., Velichov´ a, H., & Witczak, M. (2019b). Thermodynamic properties and glass transition temperature of roasted and unroasted carob (*Ceratoniasiliqua L.*) powder. Food Chemistry, 300(July), 125208. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125208>
29. Chial N.,2020 Le caroubier : utilisations et intérêt économique (Mémoire de master Université des Frères Mentouri Constantine 1).
30. Custódio L, Nogueira JMF, Romano A (2004) Sex and developmental stage of carob flowers affects composition of volatiles. J Horti Sci Biotechnol 79:689–692
31. Custódio, L., Carneiro, M. F., & Romano, A. (2005). Microsporogenesis and anther culture in carob tree (*Ceratoniasiliqua L.*). ScientiaHorticulturae, 104(1), 65-77.

D

32. Dakia, P. A., Blecker, C., Robert, C., Wathelet, B., &Paquot, M. (2008). Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment. Food Hydrocolloids, 22(5), 807-818.
33. Dakia, P. A., Wathelet, B., &Paquot, M. (2007). Isolation and chemical evaluation of carob (*Ceratoniasiliqua L.*) seed germ. Food Chemistry, 102(4), 1368-1374.
34. Dewick, 1995distintasvariedades de garrofa (*Ceratoniasiliqua L.*) cultivadas en España. Tesis doctoral.

E

35. El Batal H, Hasib A, Ouatmane A, Dehbi F, Jaouad A, Boulli A (2016) Sugar composition and yield of syrup production from the pulp of Moroccan carob pods (*Ceratonia siliqua* L.). *Arab J Chem* 9:S955–S959
36. EL Hajaji H., Lachkar N., Alaoui K., Cherrah Y., Farah A., Ennabili A., El Bali B. & Lachkar M, (2010). Antioxidant activity, phytochemical screening, and total phenolic content of extracts from three genders of carob tree barks growing in Morocco. *Arabian Journal of Chemistry*.

F

37. F. (2012). Organisation agricole des Nations Unies. 2012. Annuaire statistique de la FAO.
38. FAOStat, F. (2010). Agriculture Organization. Rome, Italy: <http://faostat.external.fao.org/>. Accessed on 17th April.
39. Farag, M. A., El-kersh, D. M., Ehrlich, A., Choucry, M. A., El-seedi, H., Frolov, A., & Wessjohann, L. A. (2019). Variation in *Ceratonia siliqua* pod metabolome in context of its different geographical origin , ripening stage and roasting process. *Food Chemistry*, 283(September 2018), 675–687. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.12.118>
40. Foundation, R. W., & Aue, I. Der (1997). Effects of roasting temperature on the aroma components of carob (*ceratonia siliqua* L .). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 8561(96), 1345–1350. <https://doi.org/10.1021/jf960468e>

G

41. Gaouar, N. (2011). Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes.
42. Goulas V, Stylos E, Chatziathanasiadou M, Mavromoustakos T, Tzakos A (2016) Functional components of carob fruit: linking the chemical and biological space. *Int J Mol Sci* 17(11):1875
43. Gunel, Z., Tontul, I., Dincer, C., Topuz, A., & Sahin, H. (2018). Influence of microwave , the combined microwave/hot air and only hot air roasting on the formation of heatinduced contaminants of carob powders. *Food additives & contaminants: Part A*, 0049. <https://doi.org/10.1080/19440049.2018.1544720>.
44. Gunel, Z., Torun, M., & Sahin-Nadeem, H. (2020). Sugar, d-pinitol, volatile composition, and antioxidant activity of carob powder roasted by microwave, hot air, and combined

Les références bibliographiques

microwave/hot air. *Journal of Food Processing and Preservation*, 44(4).

<https://doi.org/10.1111/jfpp.14371>. July, 1–10.

H

45. Haber B (2002) Carob fiber benefits and applications. *Cereal Food World* 47:365–369
46. Haddarah, A. (2013). L'influence des cultivars sur les propriétés fonctionnelles de la caroube Libanaise (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).
47. Hariri A, N.Ouis, Sahnouni F et D.Bouhadi (2009), mise en œuvre de la fermentation de certains ferments lactiques dans des milieux à base des extraits de caroube, *rev. microbiol. ind. san et environn.* pp. 37-55.
48. Harper JL, Lovell P, Moore K (1970) The shapes and sizes of seeds. *Annu Rev Ecol Evol Syst* 1:327–356
49. Hilal Sahin, Ayhan Topuz, Monika Pischetsrieder, Feramuz O, zdemir 2009. Effect of roasting process on phenolic, antioxidant and browning properties of carob powder

K

50. Katarzyna P, Maciej K, Iwona J, Marcin K, Aleksander S, Magdalena R, Jacek N (2018) Effect of Replacing Cocoa Powder by Carob Powder in the Muffins on Sensory and Physicochemical Properties. *Plant Foods for Human Nutrition* (2018) 73:196–202
51. Khalifa M, Bahloul A, Kitane S (2013) Determination of chemical composition of Carob pod (*Ceratonia Siliqua* L.) and its morphological study. *J. Mater. Env. Sci.* 4(3):348–353
52. Krokou, A., Stylianou, M., & Agapiou, A. (2019). Assessing the volatile profile of carob tree (*Ceratonia siliqua* L.). *Environmental Science and Pollution Research*, 26(35), 35365–35374.
53. Kumazawa S, Taniguchi M, Suzuki Y, Shimura M, Kwon MS, Nakayama TJ (2002) Antioxidant activity of polyphenols in carob pods. *J Agric Food Chem* 50:373–377.

L

54. Lev E, Amar Z (2002) Ethnopharmacological survey of traditional drugs sold in the Kingdom of Jordan. *J Ethnopharmacol* 82:131–145
55. Lipumbu L (2008) Compositional analysis of locally cultivated Carob (*Ceratonia siliqua*) cultivars and development of nutritional food products for a range of market sectors. University of Stellenbosch. <http://scholar.sun.ac.za/handle/10019.1/2927>
56. Loeb H, Vandenplas Y, Wursch P, Guesry P (1989) Tannin-rich carob pod for the treatment of acute-onset diarrhea. *J Pediatr Gastroenterol Nutr* 8:480–485.

M

57. Mahdad Mustapha Yacine, (2012-2013), Situation et perspectives d'amélioration du

58. Makris DP, Kefalas P (2004) Carob pods (*Ceratonia siliqua* L.) as a source of polyphenolic antioxidants. *Food Technol Biotechnol* 42:105–108
59. Maza MP, Zamora R, Alaiz M, Hidalgo FJ, Millán F, Vioque E (1989) Carob bean germ seed (*Ceratonia siliqua*): study of the oil and proteins. *J Sci Food Agric* 46:495–502
60. Melgarejo P. & Salazar D.M., (2003). *Tratado de fruticultura para zonas áridas y semiáridas*.
61. Mounir, S.; Ghandour, A.; Mustafa, R.; Allaf, K. (2021) Can hydro-thermo-mechanical treatment by instant controlled pressure-drop (DIC) be used as short time roasting process? Effect of processing parameters on sensory, physical, functional, and color attributes of Egyptian carob powder. *J Food Sci Technol* (February 2021) 58(2):451–464
<https://doi.org/10.1007/s13197-020-04553-9>

N

62. NAS. (1979). *Tropical legumes: resources for the future*, pp. 109- 116. National Academy of Sciences, Washington DC. USA

O

63. Owen R. W., R. Haubner, W. E. Hull, G. Erben, B. Spiegelhalder, H. Bartsch and B. Haber (2003), Isolation and structure elucidation of the major individual polyphenols in carob fibre, *Food and Chemical Toxicology* Vol. 41, N°12, pp. 1727- 1738

P

64. Papagiannopoulos M, Wollseifen HR, Mellenthin A, Haber B, Galensa R (2004) *J Agric Food Chem* 52:3784–3791
65. Papagiannopoulos M, Wollseifen HR, Mellenthin A, Haber B, Galensa R., (2004), Parrado J., J. Bautista, E.J. Romero, A.M. García-Martínez, V. Friaiza and M. Tejada, (2008), Production of a carob enzymatic extract: Potential use as a biofertilizer *Bioresource Technology* Vol. 99, N°7, pp. 2312-2318
66. Pérez-Jiménez J, Serrano J, Taberner M, Arranz S, Díaz-Rubio M, García-Diz L, Goñi I, SauraCalixto F (2008) Effects of grape antioxidant dietary fiber in cardiovascular disease risk factors. *Nutrition* 24:646–653.
67. Petit M.D et Pinilla J.M (1995) Production and purification of a sugar syrup from carob pods 1995, Pages 145-152.
68. Petkova, N., Petrova, I., Ivanov, I., Mihov, R., & Hadjikinova, R. (2017). Nutritional and antioxidant potential of carob (*Ceratonia siliqua*) flour and evaluation of

Les références bibliographiques

functionalproperties of its polysaccharide fraction. Journal of Pharmaceutical Sciences and Research, 9(11), 2189-2195.

Q

69. Quezel P. et Santa. S., 1962/63 : « Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques Méridionales (tome 1) ». Edition du centre national de la recherche scientifique, Paris .PP : 557.

R

70. Rajem N et Derghal W., 2016 : contribution à la formulation d'un biscuit à base de caroube et lactosérum p36
71. Rejeb, M. N., Laffray, D., & Louguet, P. (1991). Physiologie du caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) en Tunisie. Physiologie des arbres et arbustes en zones arides et semi-arides, Group d'Etude de l'Arbre, Paris, France. P, 417-426.
72. Roman L, Gonzalez A, Espina T, Gomez M, (2017) Degree of roasting of carob flour affecting the properties of gluten-free cakes and cookies. J Food Sci Technol (June 2017) 54(7):2094–2103
73. Roman L.; Gonzalez A.; Espina T.; Gomez M. (2017) Degree of roasting of carob flour affecting the properties of gluten-free cakes and cookies. J Food Sci Technol DOI 10.1007/s13197-017-2649-x.
74. Rtibi K., Jabri M.A., Selmi S., Sebai H., Amri M., Marzouki L., El-Benna J. (2016). Preventive effect of carob (*Ceratonia siliqua* L.) in a dextran sulfate sodium induced ulcerative colitis in rat. RSC Adv., 6, 19992-20000.
75. Rtibi K., Selmi S., Grami D., Saidani K., Sebai H., Amri M., Eto B. and Marzouki L. (2017). *Ceratonia siliqua* L. (immature carob bean) inhibits intestinal glucose absorption, improves glucose tolerance and protects against alloxan-induced diabetes in rat. Journal of the Science of Food and Agriculture, 97(8): 2664-2670.
76. Ruiz-Rodríguez, B. M., Morales, P., Fernández-Ruiz, V., Sánchez-Mata, M. C., Camara, M., Díez-Marqués, C., ... & Tardío, J. (2011). Valorization of wild strawberry-tree fruits (*Arbutus unedo* L.) through nutritional assessment and natural production data. Food Research International, 44(5), 1244-1253.
77. Ruiz-Roso B, Quintela JC, de la Fuente E, Haya J, Perez-Olleros L(2010) Insoluble carob fiber rich in polyphenols lowers total and LDL cholesterol in hypercholesterolemic subjects. Plant Food Hum Nutr 65:50–56

S

Les références bibliographiques

78. Sahin H, Topuz A, Pischetsrieder M, Ozdemir F (2009) Effect of roasting process on phenolic, antioxidant and browning properties of carob flour. *Eur Food Res Technol* 230:155–161
79. and betaxanthin formation in fruits from *Opuntia ficus-indica*. *Planta medica*, 65(07), 632-635
- Saura-Calixto F, Serrano J, Goñi I (2007) Intake and bioaccessibility of total polyphenols in a whole diet. *Food Chem* 101:492–501.
80. Seczyk L, Swieca M, Gawlik-Dziki U (2016) Effect of carob (*Ceratonia siliqua* L.) flour on the antioxidant potential, nutritional quality, and sensory characteristics of fortified durum wheat pasta. *Food Chem* 194:637–642.
81. Singleton, J.R. Rossi (1965): Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic – phosphothungstic acid. *Am. J. Enol. Vitic*, 1965, Vol. (16), page : 144. 38[5] L.
82. Singleton, J.R. Rossi (1965): Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic – phosphothungstic acid. *Am. J. Enol. Vitic*, 1965, Vol. (16), page : 144. 38[5] L.
83. Srour N, Daroub H, Toufeili I, Olabi A (2016) Developing a Carob based milk beverage using different varieties of Carob pods and two roasting treatments and assessing their effect on quality characteristics. *J Sci Food Agric* 96:3047–3057. <https://doi.org/10.1002/jsfa.7476>.
84. Stavrou, I. J., Christou, A., & Kapnissi-Christodoulou, C. P. (2018). Polyphénols dans les caroubes : Un examen sur leur composition, la capacité antioxydante et les effets cytotoxiques, et l'impact sur la santé. *Chimie alimentaire*, 269, 355-374.
85. Stintzing, F. C., Schieber, A., & Carle, R. (1999). Amino acid composition.

T

86. Tetik N, Turhan I, Oziyci HR, Karhan M (2011) Determination of D-pinitol in carob syrup. *Int J Food Sci Nutr* 62:572–576.
- the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey, *Food Chemistry* N°100, pp.1453-1455.
87. Thibault, J.F., (1979) : Automatisation de dosage des substances pectiques par la méthode au Méta-hydroxydiphényl. *Lebensm-Wisslu- Technol.* 12 ; 247- 251.
88. Thibault, J.F., (1979) : Automatisation de dosage des substances pectiques par la méthode au Méta-hydroxydiphényl. *Lebensm-Wisslu- Technol.* 12 ; 247- 251.
89. Tmizar I, Fodil L. (2020) Etude de la valeur nutritive et du potentiel antioxydant des graines de caroube (*Ceratonia siliqua* L.). (Mémoire de master Université de Boumerdès).

Les références bibliographiques

90. Tsatsaragkou K, Yiannopoulos S, Kontogiorgi A, Poulli E, Krokida M, Mandala I (2014) Effect of carob flour addition on the rheological properties of gluten-free breads. *Food Bioprocess Technol* 7:868–876

U

91. USDA (2015) USDA National Nutrient Database for Standard Reference, Release 28. Version Current: September 2015. Internet: <http://www.ars.usda.gov/ba/bhnrc/ndl>. Accessed 26 March 2016

V

92. Valero-Mun˜oz M, Martin-Fernandez B, Ballesteros S, Lahera V, de las Heras N (2014) Carob pod insoluble fiber exerts antiatherosclerotic effects in rabbits through sirtuin-1 and peroxisome proliferator-activated receptor-gamma coactivator-1 alpha. *J Nutr* 144:1378–1384
93. Vitali Cepo˘ et al., 2014 Vol. II. Mundi-Prensa. España, pp. 19-162.
94. Vujic L, Cepo DV, Sebecic B, Dragojevic IV (2014) Effects of pseudocereals, legumes and inulin addition on selected nutritional properties and glycemic index of whole grain wheat-based biscuits. *J Food Nutr Res* 53:152–161

W

95. Wursch P (1991) Treatment of diarrhoea with compositions derived from carob pod. Google Patents

Y

96. Yesli Abdenour, Latreche Sabrina, Aissiou Mohammed Yehya El Amin1 et Azouz Latifa (2021). Laboratoire Alimentation, Transformation, Contrôle et Valorisation des Agro-ressources, Ecole Supérieure des Sciences de l'Aliment et des Industries Agroalimentaires. Avenue Ahmed Hamidouche, Beaulieu Oued Smar 16200 Alger, Algérie.
97. Yousif AK, Alghzawi HM (2000) Processing and characterization of carob powder. *Food Chem* 69:283–287.
98. Youssef M. K. E., El-Manfaloty M. M., Ali H. M. (2013). Assessment of proximate chemical composition, nutritional status, fatty acid composition and phenolic compounds of carob (*Ceratonia siliqua* L.). *Food and Public Health*. 3 (6) : 304-308

Les références bibliographiques

99. Youssif A.K. et Alghzawi H.M (2000), Processing and characterization of carob powder, Food chemistry, Vol.69, N°3. 283-287.

Z

100. Zunft, H. J. F., Lüder, W., Harde, A., Haber, B., Graubaum, H. J., Koebnick, C., &Grünwald, J. (2003). Carob pulp preparation rich in insoluble fibre lowers total and LDL cholesterol in hypercholesterolemic patients. European Journal of Nutrition, 42(5), 235-242.

Les annexes

Annexe n° 1 : fiche de test sensoriel

Test sensoriel (Odeur)

Panéliste :

Treize échantillons vous ont présentés, veuillez les sentir et leurs attribuer un score selon votre appréciation, en suivant l'échelle suivante :

1: Odeur désagréable; 2: Odeur acceptable; 3: Bonne odeur; 4: Très bonne odeur

E1 E2 E3 E4 E5

E6 E7 E8 E9 E10

E11 E12 E13

Test sensoriel (Odeur)

Panéliste :

Treize échantillons vous ont présentés, veuillez les sentir et leurs attribuer un score selon votre appréciation, en suivant l'échelle suivante :

1: Odeur désagréable; 2: Odeur acceptable; 3: Bonne odeur; 4: Très bonne odeur

E1 E2 E3 E4 E5

E6 E7 E8 E9 E10

E11 E12 E13

Annexe n°2 : Préparation des solutions et les courbes d'étalonnage

1. Dosage des sucres réducteurs et totaux :

➤ Préparation de solutions sucrées :

1g de poudre dans 250ml d'eau distillée chaude, laisser reposer 40min jusqu'à 1 heure, puis filtrer et ajuster à 250ml.

➤ Défécation :

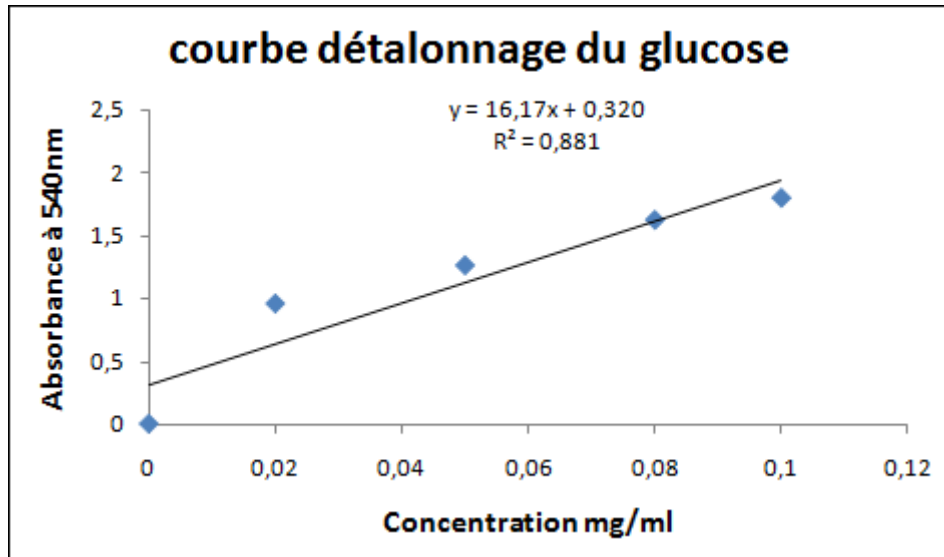
- _ 20ml de solution sucrée ;
- _ 2ml ferro cyanure de potassium (150g/l) ;
- _ 2ml d'acétate de zinc (300g/l) ;
- _ 100ml d'eau distillée ;

➤ Préparation des réactifs :

- _ 2.5g DNSA
- _ 75g de tartrate double de sodium et de potassium
- _ 4g de NaOH
- _ Qsp ml d'eau distillée



Figure : La gamme standard de glucose



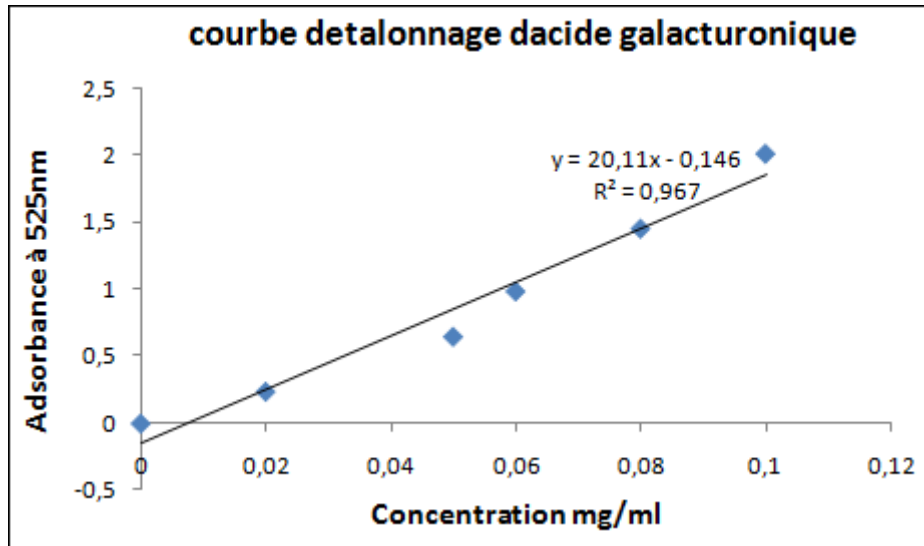
2. Dosage des substances pectiques :

➤ Préparation des solutions :

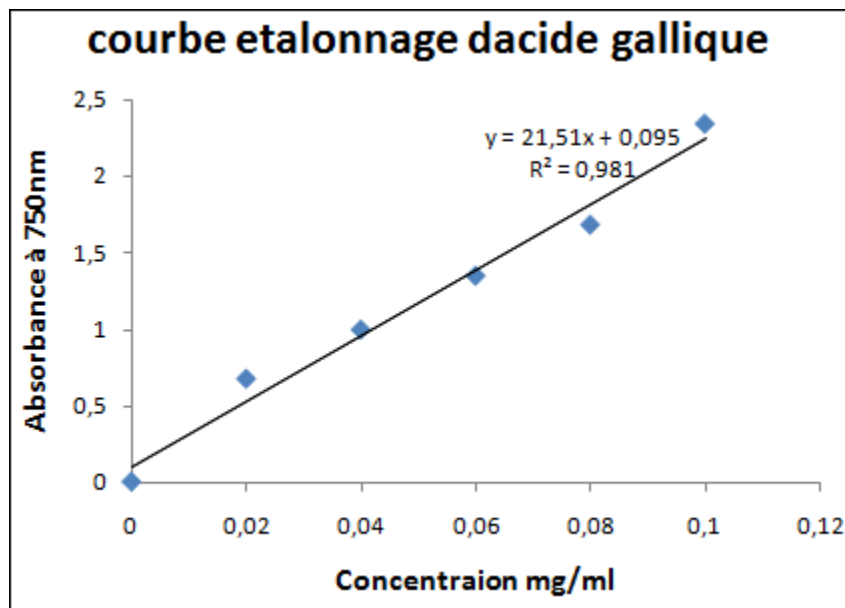
- _ 109.3mg d'acide galacturonique dans 100ml d'eau distillée
- _ 0.5g de NaOH dans 100ml d'eau distillée
- _ 0.15g MDHP dans 100ml de NaOH
- _ Acide sulfurique concentré



Figure : La gamme d'étalonnage d'acide galacturonique.



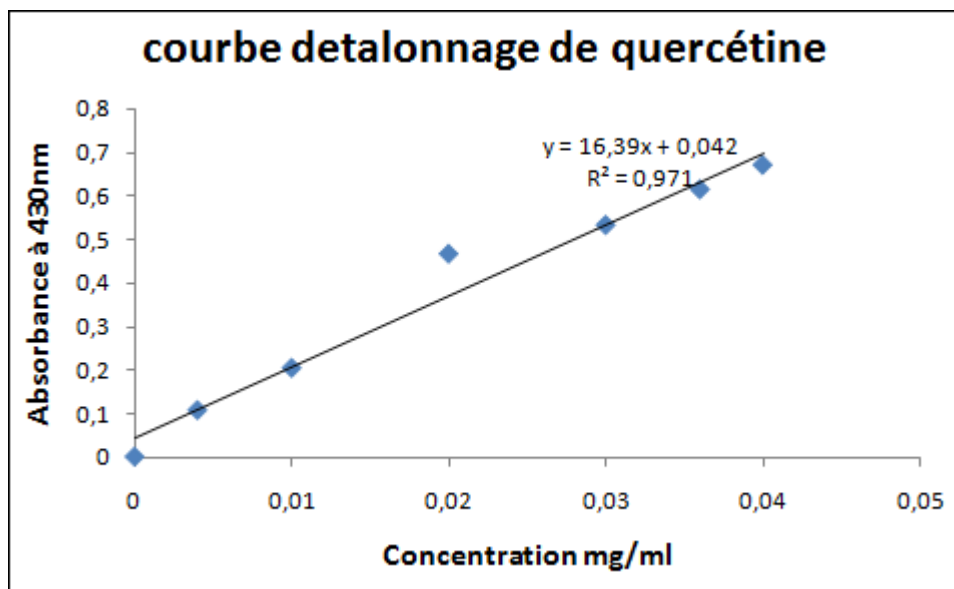
3. Dosage des polyphénols totaux :



4. Dosage des flavonoïdes :



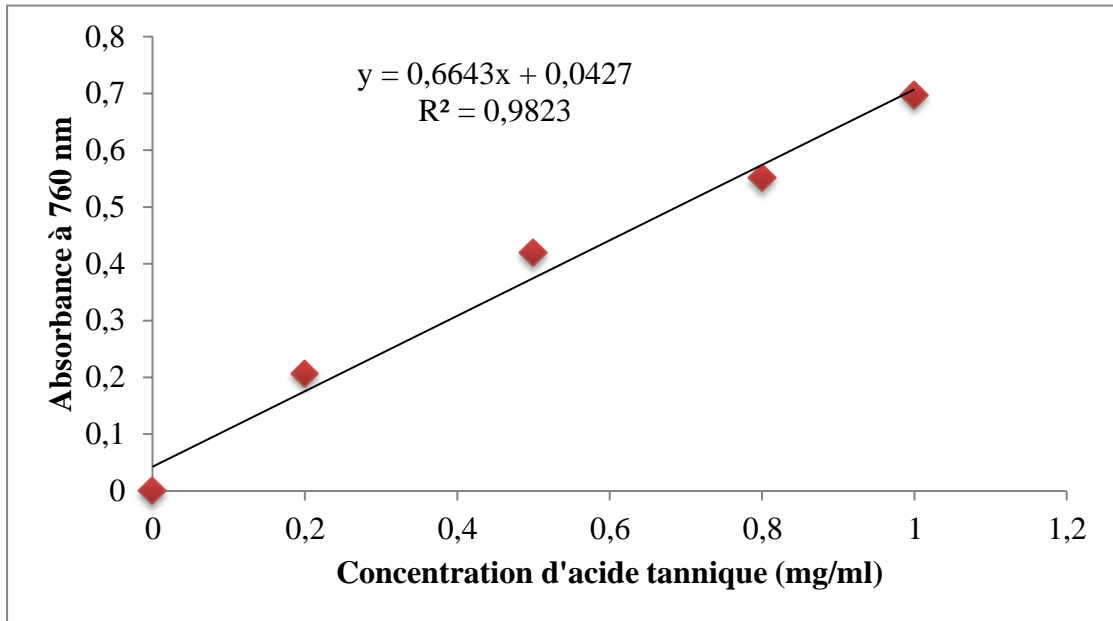
Figure : La gamme d'étalonnage de quercétine.



5. Dosage des tannins condensés :



Figure : La gamme d'étalonnage d'acide tannique.



6. Dosage d'acide ascorbique (vitamine C) :

- 50mg de DPIP et 48mg de Na_2CO_3 dans 500ml d'eau distillée ; la solution est filtrée, et conservée au froid et à l'obscurité.
- Solution étalon d'acide ascorbique : dissoudre 40mg d'acide ascorbique pur dans 100ml d'acide oxalique à 0.25%. Faire une solution au 1/10 avec la même solution d'acide oxalique.
- Solution d'acide acétique à N/20

Tableau : activité de l'eau avec différents temps

Aw	Temps (min)
0.488	11.72
0.346	20
0.371	40
0.234	68

Annexe n°4 : Le matériel utilisé



Activité de l'eau mètre GBX



Spectrophotomètre UV- Visible type JASCO (V-530)



Dessiccateur (RADWAG MA 100R)



Pied à coulisse (Electronic digital caliper)



Etuve de séchage (memmert)



Rotavapor (Heidolph)



Bain marie (mermmet)



Centrifugeuse EB A20 Hettic Zentrifuger

Figure : Quelques matériel utilisé.