



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique
Université Abbes Laghrou de Khenchela
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : Biologie Moléculaire et Cellulaire



Mémoire MASTER ACADEMIQUE
Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie
Filière : Sciences Biologiques
Spécialité : Biochimie Appliquée
Présenté par : **SIFI Raouia, BOUSSALEM Rima**

Thème :

**Évaluation de la qualité D'extraits biologique
D'écorce de la caroubier**

Devant le jury :

Président : Dr. TAKOUACHET Radouane	MCA	Université de Khenchela
Encadrant : Dr. BADIS Zakaria	MCA	Université de Khenchela
Examinatrice : Dr. DJEMIL Randa	MCA	Université de Khenchela

Année : 2023/2024

Remerciements

Et surtout, nous remercions Dieu de nous avoir donné courage, volonté, patience et santé, tout au long de ces années d'études, grâce aux quelles ce travail peut être réalisé.

Tout d'abord, Nous remercions chaleureusement et surtout notre modérateur :

<<< Dr. Badis Zakaria >>>

Pour leur aide précieuse, leur gentillesse, leurs conseils, Et d'être toujours à nos côtés durant ces cinq années.

-Nous remercions également le jury :

Dr. DJEMIL Randa et **Dr. TAKOUACHET** Radouane c'est un honneur pour nous d'avoir

L'opportunité de discuter avec vous des résultats de la Recherche. Nous souhaiterons également remercier nos professeurs de la faculté pendant les cinq années du notre parcours et à tous ceux qui ont contribué de Près ou de loin pour l'aboutissement de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail à :

La personne la plus importante de ma vie, la chérie de mon cœur, ma chère mère et mon modèle de vie, qui a toujours été à mes côtés. Ce travail est le résultat des sacrifices que vous avez consentis pour ma réussite.

À celui dont je porte le nom avec toute la fierté de mon père, l'épaule forte qui ne m'a jamais quitté et l'œil vigilant qui a gardé ma protection.

Que Dieu vous protège tous les deux pour moi

À ceux dont les mains se sont tendues vers moi quand j'étais faible... vers ma côte ferme et la sécurité de mon cœur, mes frères (**Yousra, Sara, Khaled, Nidal, Nadjib**)

À mon superviseur, le Dr **Badis Zakaria** :

Merci pour votre soutien constant, vos conseils et vos conseils continus pendant cette période académique. Je vous souhaite tout le meilleur et le succès.

-À mes âmes sœurs : Un grand merci d'être toujours à mes côtés et de me soutenir « **Romaissa - Rima - Fatima Al-Zahraa - Rayan-Taima** »

À mes collègues : **Rofaida Majida** et **Zahra** pour leur soutien moral tout au long de ce projet.

-A tous ceux qui aiment Raouia et Raouia qui l'aime.

Raouia

Dédicace

Celui qui dit que je suis à elle (l'aura)

Le voyage n'a pas été court et il ne devrait pas l'être

Le rêve n'était pas proche et le chemin n'était pas facile

Mais je l'ai fait et je l'ai eu.

Louange à Dieu, amour, remerciement et gratitude, grâce auxquels je suis ici aujourd'hui face à un rêve tant attendu qui est devenu une réalité dont je suis fier.

Je dédie ce travail aux précieuses personnes illuminant ma vie les trésors inestimables que je chéris profondément.

A Mes très chers parents qui ont toujours été à mes côtés, qui n'ont jamais cessé de m'encourager et m'aider dans mes études, Leur fierté à mon égard 'aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses. **Papa, maman** je vous dis merci, et que Dieu vous protège pour nous.

A Mes Frères : ma source constante d'inspiration **Amer** et **Mohamed**

A MES SOEURS : je trouvé en vous tout l'Amour le réconfort et le soutien possibles, grâce à vous. J'ai trouvé le courage et la force de continuer, tu es mon point de référence l'ancre de ma vie, mes éternelles copines, les proches de mon cœur : **ABLA, khawla, niama, ikram.**

A mes petits cœurs mes nièces et mes neveux : **Maria, jouri, mayar, Adem, Ayla, Ayan**

A Mon encadreur : Dr. **Badis Zakaria**

Pour leur conseil, leur présence, Et leur patience.

A mon binôme **Raouia** Merci d'être mon ami, ma sœur, mon binôme, merci pour tous ces agréables et inoubliables moments passés ensemble, je te souhaite plein succès dans ta vie professionnelle.

A ma copine qui est loin des yeux et proche du cœur : **Taima**

A qui la coïncidence nous a réunis, et à mes compagnons dans ce travail, merci : **Rofaida, madjida, zohra**

A mes meilleures amies : **selma, Salima, Houda**, vous êtes comme ma
famille

A TOUS CEUX QUI M'AIMENT ET TOUS QUI J'AIME.

A TOUTE MA FAMILLE MATERNELLE ET PATERNELLE

A TOUTE MES COLLEGE ET DE MA CLASSE ET LA PROMOTION
EN GÉNÉRAL

En fin, à tous ceux qui m'ont aidé de prêt ou de loin

Merci

Rima

La liste des figures

Figure 1	L'arbre de caroubier	18
Figure 2	Feuille et foliole du caroubier	19
Figure 3	Tronc du caroubier (cliché Belfetni Mohamed Amine, 2021)	20
Figure 4	Racine du caroubier (photo internet)	21
Figure 5	Inflorescences mâles réunies en chaton, portant 5 étamines (HTTPS://sites.google.com/site/societenantaisedhorticulture, 2019).	23
Figure 6	Figure 01: Inflorescences de fleurs femelles sur un pied femelle(1)(http://www.snv.jussieu.fr.2012). Figure 02: Fleurs femelles se développant en fruits(2) : (https://www.lepeupleadacote,2019).	23
Figure 7	Composants de la graine du caroubier	24
Figure 8	Fruit de caroubier	25
Figure 9	Distribution du caroubier en Algérie suivant les domaines Bioclimatiques A.N.R.H, 2004)	29
Figure 10	Distribution du caroubier en Algérie suivant les domaines bioclimatique (A.N.R.H,2004)	29
Figure 11	Vue générale de la coupe transversale de l'écorce de Caroubier, Ceratonia siliqua (Fabaceae), observée au grossissement 10x 1,	37
Figure 12	Un Parichyme avec des cellules scléreuses et fibres sclérifiés.	38
Figure 13	Écorce de caroube	39
Figure 14	Poudre d'écorce de caroubier	44
Figure 15	Extraction solide liquide	45
Figure 16	Séparation liquide-liquide	46
Figure 17	Mélange des huiles	48
Figure 18	Mélange des huiles et de NaOH	49

Figure 19	Incorporation du caroube extrait	50
Figure 20	Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH (Molyneux, 2004)	53
Figure 21	Activité antioxydant par diphényle-picryl-hydrazyl (DPPH)	54
Figure 22	Appareil de spectrophotométrie	54
Figure 23	Dosages des polyphénols totaux D'écorce de ceratonia siliqua	57
Figure 24	Dosage de flavonoïde D'écorce de ceratonia siliqua	58
Figure 25	Évaluation de l'activité antibactérienne	61
Figure 26	Courbe d'étalonnage de l'acide gallique	72
Figure 27	Pourcentage d'inhibition du DPPH en fonction des concentrations de l'extrait	74
Figure 28	Photos des boîtes de pétris après incubation montrant les zones. D'inhibition des bactéries d'extrait 1	77
Figure 29	Photos des boîtes de pétris après incubation montrant les zones. D'inhibition des bactéries d'extrait 2	79
Figure 30	Aspect du savon de Caroube	81
Figure 31	Solubilité du savon	85
Figure 32	Solubilité du savon ;	86
Figure 33	Résultats du test d'irritation	87
Figure 34	Teste de langue	88

Liste des Tableaux

Tableaux 1	La production mondiale de caroube (FAOSTAT, 2010).	28
Tableaux 2	Surface cultivée, production et rendement de la caroube en Algérie, année 2009 (DSA de Tlemcen)	30
Tableaux 3	Composition moyenne de la pulpe de caroube (puhan et wielingan).	31
Tableaux 4	Les principaux domaines d'applications	33/34
Tableaux 5	Souches utilisées dans l'activité antibactériennes	40
Tableaux 6	Composition de savons	47
Tableaux 7		55
Tableaux 8	Rendement d'extraits	65
Tableaux 9	Les résultats obtenus	66/67
Tableaux 10	Les résultats obtenus exprimés en mg équivalent d'acide gallique par g d'extrait (mg EAG/g extrait)	72
Tableaux 11	Les résultats	73
Tableaux 12	Résultats du test de l'activité antioxydant exprimant la concentration efficace 50% en mg/ml	75
Tableaux 13	Teneur en poly phénols totaux dans l'extrait 01	76
Tableaux 14	Teneur en poly phénols totaux dans l'extrait 02	78
Tableaux 15	Caractéristiques morphologiques du savon de Caroube	80
Tableaux 16	Potentiel hydrogéné (pH) pour certains types du savon	82
Tableaux 17	Pourcentages d'alcali total dans certains types du savon	83

SOMMAIRE

Remerciement	
Dédicace	
Sommaire	
Résumé	
Liste des abréviations	
Introduction général	
Chapitre 01 : Généralité sur le caroubier	18
1- Etymologie	18
2- Description morphologique de la plante	18
2-1- feuille	19
2-2- le tronc	20
2-3- les Racine	21
2-4- fleurs	22
2-5- les Graines	24
2-6- les fruits	25
3-Taxonomie	26
4-Répartition géographique	26
4-1-production mondial du caroubier	26
4-2-répartition géographique en Algérie	29
5-les conditions favorables de la croissance de caroubier	30
6- la composition chimique de caroubier	31
7- Intérêt du caroubier	33
2-L'écorce:	36
2-1-Description morphologique : Écorce	36
2-2-Activité physiologique : L'écorcé	36
2-2-1-Activité anti-inflammatoire	36
2-3-Emplois :	36
2-3-1- Usage traditionnelle	36
2-3-2-Autres usages :	36
2-4-La coupe transverseur de l'écorce	37
Chapitre 2 : matériel et méthode Introduction	39
I. Matériel	39
1-Matériel de l'extrait :	39
1-1 - Matériel végétale :	39
1-2 - Matériel biologique	40
1-3 - Matériel biochimique :	41
1-Réactifs chimiques et solvants :	41
2-Appareillage	42
3-Verrerie	42
II- Méthodes	44
II-1-méthode de l'extrait :	44
II -1-1- préparation du matériel végétal pour l'extraction	44

II -1-2 préparation de l'extrait éthanolique :	45
II -1-2 -1-Extraction solide-liquide :	45
II -1-2-2. Séparation liquide-liquide :	46
II -2-Méthode d'élaboration du savon :	47
II -2-1-Préparation du savon :	47
II -2-1-1-Composants du savon	47
II -2-1-2-Préparation de la solution de Sodium	47
II -2-1-3-Préparation du mélange des huiles	48
II -2-1-4-Addition de NaOH et eau distillée	49
II -2-1- 5-Incorporation du Caroube extrait	50
II -2-1- 6-ETUDE EXPERIMENTALE	51
1-Extrait :	51
1-1- Criblage phytochimique	51
1-1-1. Test des composés phénolique	51
1-1-2. Test des flavonoïdes	51
1-1-3. Test des tanins	51
1-1-4-Test des composés réducteurs	51
1-1-5- Test des saponines	52
1-1-6- Test des alcaloïdes	52
1-1-7- Test des quinones libres	52
1-1-8-Test des stérols ou tri terpènes	52
1-2-Évaluation des activités biologiques :	53
1-2-1-Test du piégeage du radical DPPH	53
II -2-1- 7- Etude quantitative	55
II -2-1- 7.1. Dosages des polyphénols totaux	55
II -2-1- 8-Dosage des flavonoïdes	57
3. Évaluation de l'activité antibactérienne	58
3-1-Préparation des solutions mères et des dilutions des extraits	59
3-2-Préparation des cultures	59
3-3-Préparation de l'inoculum	59
3-4-Préparation du milieu de culture	59
3-5-Ensemencement	59
3-6-Préparation des disques	60
3-7-Lecture des résultats	60
2-le savon	61
2-1-Analyse physico-chimique	61
2-1-1-Mesure du pH (potentiel Hydrogène)	61
2-1-2-Détermination du pouvoir moussant du savon dans différents milieux	61
2-1-3-Détermination de la teneur en alcali libre total de savons (AFNOR, 1993)	62
Chapitre 03:Résultat et discussions	64
1-1 extrait	64
1-Rendement :	64
2.Criblage photochimique	64
3. Dosage des polyphénols totaux	70
4 -Dosage des flavonoïdes	72
5- Test du piégeage du radical DPPH	72
6-Calcul d'IC50	73

2-Le savon	79
2-1-Résultats et discussion	79
2-2-Caractéristiques physicochimique du savon	81
2-2-1-Total Alkali	82
2-2-2-Détermination du pouvoir moussant de savon dans différents milieux	83
2-2-1-1-En milieu acide	83
2-2-1-2-En milieu salin	85
2-2-Test d'irritation	86
2-3-Test de la langue	87

Résumé :

Le caroubier est un arbre méditerranéen largement utilisé en médecine traditionnelle et dans l'alimentation et la cuisine pour ses fruits et ses graines. Les feuilles et l'écorce sont donc des sous-produits, mais elles ont une grande valeur. L'objectif principal de cette étude est de distinguer les différents composants végétaux de l'écorce, puis étudier leurs composants chimiques, puis examiner l'identification des composants phytochimiques et la mesure spectrophotométrique des polyphénols et des flavonoïdes dans l'écorce du caroubier.

L'examen phytochimique a confirmé la présence de stérols, de saponosides ainsi que de polyphénols

($\mu\text{g EAG m gt}$) $0,45_{-}+28,2$

$10,12+0,03$ total ($\mu\text{g EAG/mg}$)

En Algérie, hormis le conditionnement et la fabrication de l'huile de caroube à partir de caroube molle, il n'existe aucune entreprise disposant d'une technologie de transformation de la caroube. Face à ce constat, afin de corriger le tir pour une meilleure valorisation de ce produit, il est nécessaire d'étudier sa transformation (sirop, vinaigre en poudre, etc.) et de l'intégrer dans d'autres industries pour générer de nouveaux produits, par exemple : Fabrication de savon.

Cette recherche permet de transformer la caroube par des méthodes traditionnelles en sirop de caroube (caroube), un aliment riche en sels minéraux, vitamines et antioxydants, qui sont ensuite incorporé dans la fabrication du savon.

Mots clés :

Caroubier- Criblage- phytochimique- Polyphénols Applications thérapeutiques.

Abstract:

The carob tree is a Mediterranean tree widely used in medicine traditional and in food and cooking for its fruits and seeds. The leaves and bark are therefore by-products, but they are of great value. The main objective of this study is to distinguish the different plant components of the bark, then study their chemical components, then examine the identification of phytochemical components and measurement spectrophotometric analysis of polyphenols and flavonoids in carob tree bark. Phytochemical examination confirmed the presence of sterols, saponosides as well as polyphenols

($\mu\text{g EAG m gt}$) 0,45_+28,2

10,12+0,03total ($\mu\text{g EAG/mg}$)

In Algeria, apart from the packaging and manufacturing of carob oil from soft carob, there is no company with carob processing technology. Faced with this observation, in order to correct the situation for better valorization of this product, it is necessary to study its transformation (syrup, vinegar powder, etc.) and integrate it into other industries to generate new products, for example: Soap making.

This research makes it possible to transform carob using traditional methods into carob syrup (carob), a food rich in mineral salts, vitamins and antioxidants, which are then incorporated into soap making.

Keywords:

Carob tree- Screening- phytochemical- Polyphenols Therapeutic applications.

الملخص:

شجرة الخروب هي شجرة متوسطة تستخدم على نطاق واسع في الطب وفي المأكولات والطبخ لثمارها وبذورها وبالتالي فإن الأوراق واللحاء هي منتجات ثانوية، ولكنها ذات قيمة كبيرة. الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو تمييز المكونات النباتية المختلفة للحاء، ثم دراسة مكوناتها الكيميائية، ثم فحص التعرف على المكونات الكيميائية النباتية وقياسها. التحليل الطيفي للبوليفينول والفلافونيدات في لحاء شجرة الخروب. أكد الفحص الكيميائي النباتي وجود الستيرول والصابونوسيدات وكذلك البوليفينول

ميكروجرام 28,2+0,45 (EAG m gt)

10,12+0,03 إجمالي (ميكروجرام/ EAG مجم)

في الجزائر، باستثناء تعبئة وتصنيع زيت الخروب من الخروب الناعم، لا توجد شركة تمتلك تكنولوجيا معالجة الخروب. وأمام هذه الملاحظة، ومن أجل تصحيح الوضع من أجل تثمين أفضل لهذا المنتج، من الضروري دراسة تحوله (شراب، مسحوق الخل، الخ) ودمجه في صناعات أخرى لتوليد منتجات جديدة، على سبيل المثال: صناعة الصابون. يتيح هذا البحث إمكانية تحويل الخروب بالطرق التقليدية إلى شراب الخروب، وهو غذاء غني بالأملاح المعدنية والفيتامينات ومضادات الأكسدة، والتي يتم بعد ذلك دمجها في صناعة الصابون.

الكلمات المفتاحية: شجرة الخروب - غريلة - كيميائيات نباتية - تطبيقات البوليفينول العلاجية.

Liste d'abréviation :

- AlCl₃ : Trichlorure d'aluminium
- Ampc : "amplificateur colloïdal de microparticules"
- Abs : Absorbance
- °c : degré celsius
- DMSO : Diméthyle sulfacide
- Dpph: Le 2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle.
- FeCl₃ : Chlorure de fer
- faostat: food and agriculture organization corporate statistical database
- IC₅₀: La concentration inhibitrice médiane.
- GAE : Gallic Acid Equivalent
- HCL : Acide chlorhydrique
- HDL:lipoprotéines haute densité
- LDL : Lipoprotéine de basse densité
- mg/g : milligramme par gramme
- nm : nanomètre
- Na₂CO₃ : Carbonate de sodium
- NH₄OH : Hydroxyde d'ammonium
- NaOH : Hydroxyde de sodium
- mg/milligramme par gramme
- R% : rendement en pourcentage
- silqua: Ceratonia siliqua
- µg EAG/mg: microgramme équivalent de l'acide gallique par milligramme
- µg EAG/mg E: microgramme d'équivalent d'acide gallique par milligramme d'extraitC.
- µg EQ/mg : microgramme équivalent de quercitine par milligramme

Introduction

Introduction :

L'écorce de caroubier, un sous-produit souvent négligé de l'industrie agroalimentaire est en train de se révéler comme une ressource précieuse aux multiples facettes, Originaire des régions méditerranéennes et répandu dans diverses parties du monde, le caroubier (*Ceratonia siliqua*) est un arbre robuste et résistant, dont les gousses ont longtemps été utilisées dans l'industrie alimentaire pour produire de la gomme de caroube, un épaississant naturel. Cependant, l'écorce de cet arbre recèle également un potentiel remarquable, souvent méconnu jusqu'à récemment.

Composition Chimique Complexe : L'écorce de caroubier regorge d'une diversité de composés bioactifs qui suscitent l'intérêt des chercheurs et des industries. Parmi ces composés, on retrouve une concentration significative de polyphénols, de flavonoïdes, de tanins et de fibres. Ces molécules confèrent à l'écorce de caroubier un éventail impressionnant de propriétés biologiques, allant de l'anti-oxydation à l'anti-inflammation, en passant par des effets antidiabétiques et potentiellement anticancéreux.

Applications Alimentaires et Nutritionnelles : Les extraits d'écorce de caroubier trouvent leur place dans l'industrie alimentaire en tant qu'additifs fonctionnels. Leur capacité à améliorer la texture des aliments, à réduire la teneur en matières grasses et à augmenter la teneur en fibres en font des ingrédients attrayants pour la formulation de produits alimentaires sains et innovants. De plus, leur potentiel antioxydant contribue à la préservation des aliments et à la prolongation de leur durée de conservation.

Applications Pharmaceutiques : Les propriétés pharmacologiques de l'écorce de caroubier attirent également l'attention de l'industrie pharmaceutique et de la recherche médicale, Les études préliminaires suggèrent que les extraits d'écorce de caroubier pourraient avoir des effets bénéfiques dans le traitement de diverses affections, telles que les maladies inflammatoires, le diabète et même certains types de cancer, Leur capacité à moduler les voies biologiques clés, à réduire le stress oxydatif et à réguler le métabolisme en font des candidats prometteurs pour le développement de médicaments et de compléments alimentaires.

Applications Cosmétiques : Enfin, les extraits d'écorce de caroubier présentent un intérêt croissant dans l'industrie des cosmétiques en raison de leurs propriétés bénéfiques pour la peau, Leur pouvoir hydratant, anti-âge et apaisant en font des ingrédients recherchés pour les produits de soins de la peau et de beauté.

INTRODUCTION

En résumé, l'écorce de caroubier émerge comme une ressource naturelle polyvalente avec un potentiel considérable dans divers domaines, Son exploration ouvre de nouvelles perspectives dans le développement de produits alimentaires sains, de médicaments efficaces et de produits cosmétiques innovants, tout en contribuant à une utilisation plus durable des ressources végétales.

Généralité sur le caroubier :

1-Etymologie :

Le nom scientifique de Linnaeus pour le caroubier, *Ceratonia siliqua*, est dérivé du grec « Keras» (corne) et du latin « siliqua », faisant allusion à la dureté et à la forme de la gousse, La dénomination des espèces, Siliqua dans différents pays et langues est dérivée du nom arabe Al Kharroub ou kharroub, ou de la forme générale de del Algarrobo ou garroferoen

Espagnol. (**Rejeb et al, 1991**)

Par ailleurs, son nom commun vient de l'hébreu kharuv, donnant naissance à divers dérivés comme kharrubb en arabe, Algarrobo en espagnol, carrubo en italien, caroubier en français, catalan Le garroter ou garrover...etc. Dans certains cas, le caroubier est appelé « le pain de saint Jean-Baptiste ».

Cette dénomination dérive de la croyance qui raconte que Saint Jean-Baptiste s'alimenta du fruit de cet arbre durant son séjour dans le désert (**Albanell, 1990**).

2-Description morphologique de la plante :

Visuellement, le caroubier est un arbre ou arbuste mesurant de sept à vingt mètres avec une circonférence de deux à trois mètres à la base du tronc. Il se caractérise par la présence d'une écorce lisse et grise lorsqu'il est jeune et une écorce brune et rugueuse lorsqu'il grandit. Son bois de couleur rougeâtre est très dur.Sa croissance est lente et sa longévité est grande (dépassant souvent les 200 ans). (**Rejeb et al., 1991 ; Ait Chitt et al., 2007**). Cet arbre a un système racinaire rotatif pouvant atteindre une profondeur de 18 m (**Aafi., 1996 ; Gharnit., 2001**).



Figure 1 : L'arbre de caroubier

2-1-feuille :

Le caroubier est un arbre sclérophylle à feuilles persistantes, résistant à la sécheresse, mais peu tolérant au froid (**Biner et al, 2007**). Les feuilles sont ovales, d'un vert sombre et luisant sur le dessus et tirant sur le rougeâtre en dessous et elles ont un pétiole de 10 à 20 cm de longueur. Elles sont alternées pennées et ayant 2 à 5 paires de folioles coriaces (Figure 2), ovales et entières, légèrement échancrées au sommet et paripennées (**Diamantoglou et Mitrakos, 1981; Rejeb, 1995**). En outre, le caroubier ne perd pas ces feuilles en automne mais il les renouvelle partiellement au printemps tous les deux ans. Les vieilles feuilles mesurant 12 à 30 cm tombent en juillet (**Diamantogulou et Mitrakos, 1981**). Par ailleurs, le feuillage apporte une ombre appréciée dans les pays chauds et forment un rideau très efficace contre le bruit.

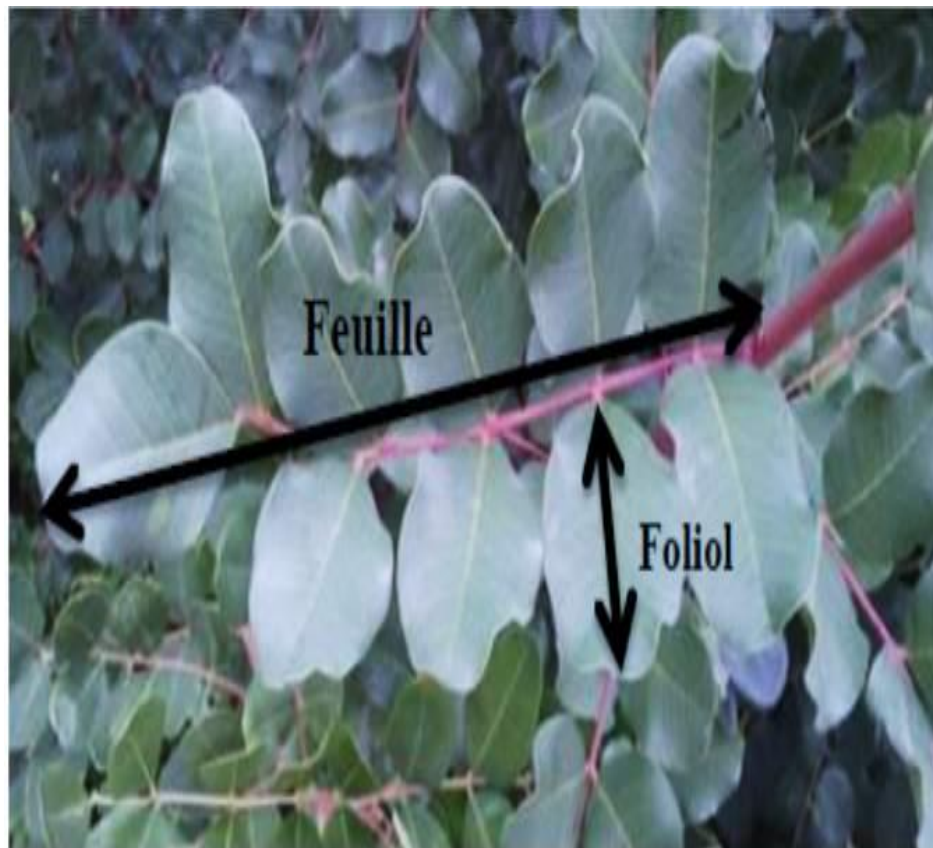


Figure 2 : Feuille et foliole du caroubier

2-2-le tronc :

Le tronc du caroubier est épais, le diamètre moyen est de 50 centimètres en fonction de l'âge de l'arbre (**Albanell, 1990**), sa circonférence à sa base est comprise entre 2 et 3 mètres (**Ait Chitt et al., 2007**).

Selon **Battle et Tous 1997**, l'écorce est lisse sur la partie supérieure du tronc et à la base des branches (Figure.3). Elle est rugueuse sur la partie inférieure de couleur grise à rougeâtre (**Melgarejo et Salazar, 2003 ; Albanell, 1990**).



Figure 3 : Tronc du caroubier

2-3-les Racines :

La racine est très étendue et spécialement distribuée en surface (**Melgarejo et Salazar, 2003**). Elle se caractérise par une croissance lente avec un développement important au niveau des extrémités (Figure.4), la racine principale est ramifiée en plusieurs racines latérales de grande longueur et avec de nombreux poils absorbants (**Aafi, 1996; Gharnit, 2003**).



Figure 4 : Racine du caroubier

2-4-fleurs :

Le caroubier est une espèce dioïque et rarement monoïque(**BATLLE et TOUS, 1980, LINSKENS et SCHOLTEN,1980 ;**). Les fleurs sont verdâtres, de petite taille (6 à 16 mm de longueur), spiralées et réunies en un grand nombre pour former des grappes droites et axillaires, plus courtes que les feuilles à l'aisselle desquelles elles se sont développées (**Batlle et Tous, 1997**).

Les fleurs groupées en grappes latérales sont de couleur pourpre et parfois rougeâtre. La morphologie florale chez cette espèce est très complexe, on distingue :

- ✓ Des inflorescences mâles avec des étamines courtes ou longues,
- ✓ Des inflorescences femelles avec des étamines rudimentaires, et occasionnellement, des inflorescences hermaphrodites.

Les fleurs femelles sont constituées d'un pistil court et recourbé avec un petitovaire (5 à 7mm) bicarpellé. Les stigmates sont bilobés et couvertes par des papilles. A la base, le disque nectarifère est entouré de 5 à 6 sépales rudimentaires. Par contre, la corolle est absente et les fleurs mâles portent 5 étamines (**Aafi, 1996**).



Figure 5: Inflorescences mâles réunies en chaton, portant 5 étamines



Figure 6:

Figure 01 : Inflorescences de fleurs femelles sur un pied femelle.

Figure 02 : Fleurs femelles se développant en fruits.

2-5-les Graines :

Les graines de caroube sont brunes, plates-ovales, biconvexes et très dures. Ils sont séparés les uns des autres par des cloisons pulpeuses. Chaque gousse en contient quinze à vingt. La chair jaune pâle de la gousse est poudreuse et sucrée à maturité. Comestible, aromatisé au chocolat, parfois consommé dans les pays pauvres. (Source : Wikipedia Fr).

Les graines de caroube sont constituées de trois éléments :

- **Les téguments** : sont une enveloppe résistante de couleur brune (Dakia et al., 2007 ; Dakia et al., 2008). Cette coque représente 30 à 35 % du poids sec de la graine (Neukom, 1988).
- **La radicule** : représente entre 15 et 30 % du poids sec de la graine (Neukom, 1988). Celle-ci possède une valeur énergétique élevée due à son taux important de protéines principalement solubles dans l'eau et de lipides majoritairement insaturés (Dakia et al., 2007).
- **L'endosperme** : se trouve entre les téguments et la radicule. Il représente 40 à 50 % du poids de la graine et constitue la matière de base utilisée dans la fabrication de la gomme de caroube (Neukom, 1988).

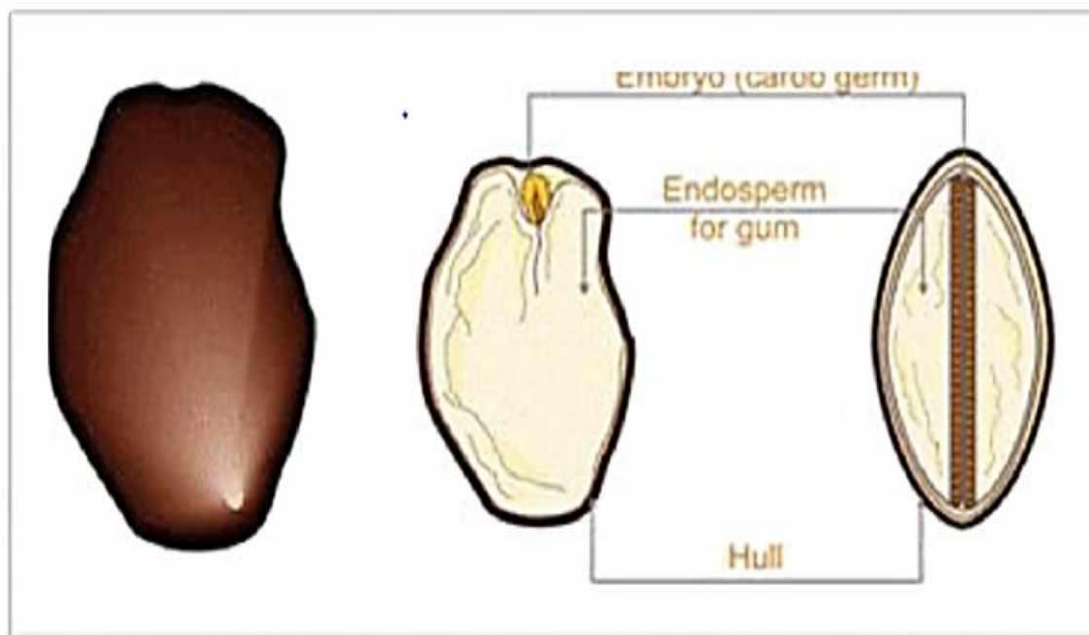


Figure 7 : Composants de la graine du caroubier

2-6-les fruits :

Les fruits du caroubier contiennent la pulpe enveloppant des grains régulières (**Ait Chitt et al. 2007**), avec dès sa teneur élevée en sucres et en composés phénoliques... (**Dakia et al., 2007**).



Figure 8: fruit de caroubier

3-Taxonomie :

Le nom scientifique du caroubier, *Ceratonia siliqua* L. dérive du grec Keras (corne) et du latin siliqua désignant une siliqua ou gousse et faisant allusion à la dureté et à la forme du fruit. Il est connu aussi sous le nom de pain de St. Jean-Baptiste (**Battle. I. 1997**). Il est aussi appelé Carouge, Pain de saint Jean-Baptiste, figuier d'Egypte, fève de Pythagore (**Battle et al., 1997**). Par ailleurs, le nom dialectal kharouv, originaire d'hébreu, a donné lieu à plusieurs dérivés tels Kharroub en arabe, algarrobo en espagnol, carroubo en italien, caroubier en français, etc... En outre, les graines de caroube, vu leur uniformité, sont appelées 'carats' (**Rejeb, 1995**).

Le caroubier est typique dans le sud de la région Portugaise de l'Algarve, où il porte le nom Alfarrobeira (pour l'arbre), et Alfarroba (pour les fruits), ainsi que dans le sud de l'Espagne (en espagnol : algarrobo, algarroba), en Catalogne et celle de Valence (catalan : garrofer, Garrofa), à Malte (Maltais : Ħarruba), dans les îles italiennes de Sicile et de la Sardaigne (Italien: carrubo, carruba), et dans le sud de la Grèce, de Chypre, ainsi que de nombreuses îles grecques telles que la Crète et Samos. Le nom grecque commun est (grec :

χαρουπιά, charoupia), ou (grec : ξυλοκερατιά, ksilokeratia), ce qui signifie corne de bois. En Turquie, il est connu comme keciboyuzu, qui signifie corne de chevre.

4-Répartition géographique :

4-1-production mondiale du caroubier :

Dans le monde : Le caroubier est distribué dans toute la région du bassin méditerranéen. On le Rencontre actuellement dans une zone allant de l'Espagne et du Portugal jusqu'en Turquie, en Syrie, en passant par le Maroc, l'Algérie, la Tunisie, la Lybie, l'Egypte, le Liban, la Grèce, L'Italie et la France (Figure 10).

Plus récemment, Le caroubier a été introduit en succès dans de nombreux autres pays à climats chauds et semi-arides es principalement aux Etats-Unis « Floride et Californie », l'Australie et l'Argentine, l'Arizona, le Chili, le Mexique et l'Afrique du Sud [(**Aafi, 1996**)et (**Battle et Tous, 1997**)].En général, la distribution des espèces arboricoles telles que *Ceratonia siliqua* L. est limitée par le stress lié au froid (**Mitrakos, 1981**).

La production mondiale de la caroube est estimée à 205.589 t et se concentre principalement en Espagne, premier pays producteur, suivi par l'Italie et le Portugal.la production mondiale (**Battle et Tous, 1997**) (Tableau 1).

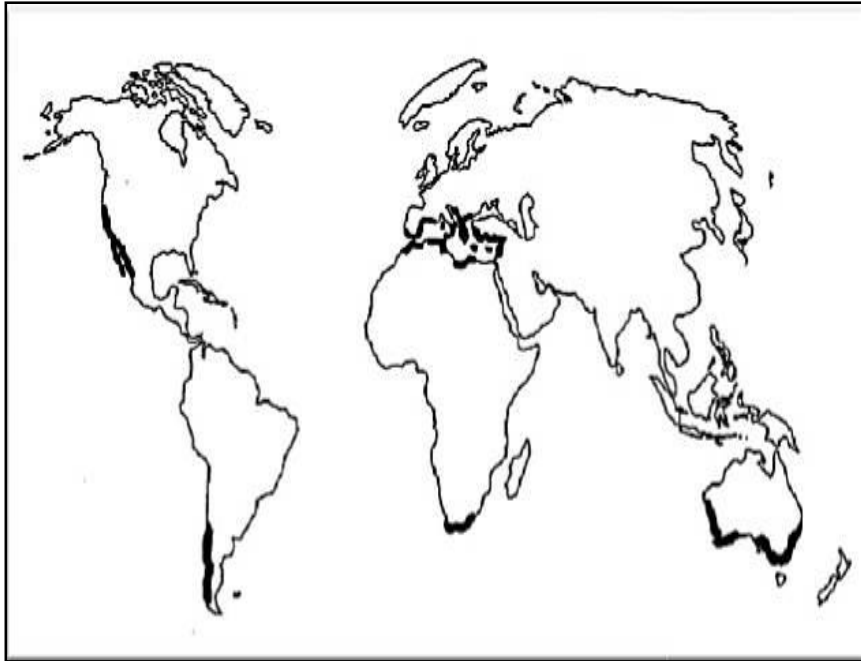


Figure 9 : Distribution ducaroubier en Algérie suivant les domaines bioclimatiques A.N.R.H,
2004

Tableau 1 : la production mondiale de caroube (FAOSTAT, 2010).

Pays	Production en tonne (2004)	Production en tonnes (2008)
Espagne	67000	72000
Maroc	40000	31224
Italie	24000	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

4-2-Répartition géographique en Algérie :

En Algérie, on le trouve un peu partout dans le nord du pays, et même au nord du Sahara dans des altitudes de moins de 1700 m (Arban, 2015).

L'aire de répartition du caroubier en Algérie (Figure 11) Ses lieux de prédilection sont les collines bien ensoleillées des régions littorales ou sublittorales : Sah el algérois, Dahra, Grande-Kabylie et Petite-Kabylie, vallée de la Soummam (1074ha) et de l'Oued-Isser, collines D'Oran et des coteaux de Mostaganem à étage semi-aride chaud, plaines de Bône, Mitidja et les vallées intérieures (1054). Il descend jusqu'à Bou-Saada, mais n'y porte pas de fruit, et dans la zone de Traras au Nord de Tlemcen (276ha). (L'avalée, 1962) et (Zitouni, 2010)

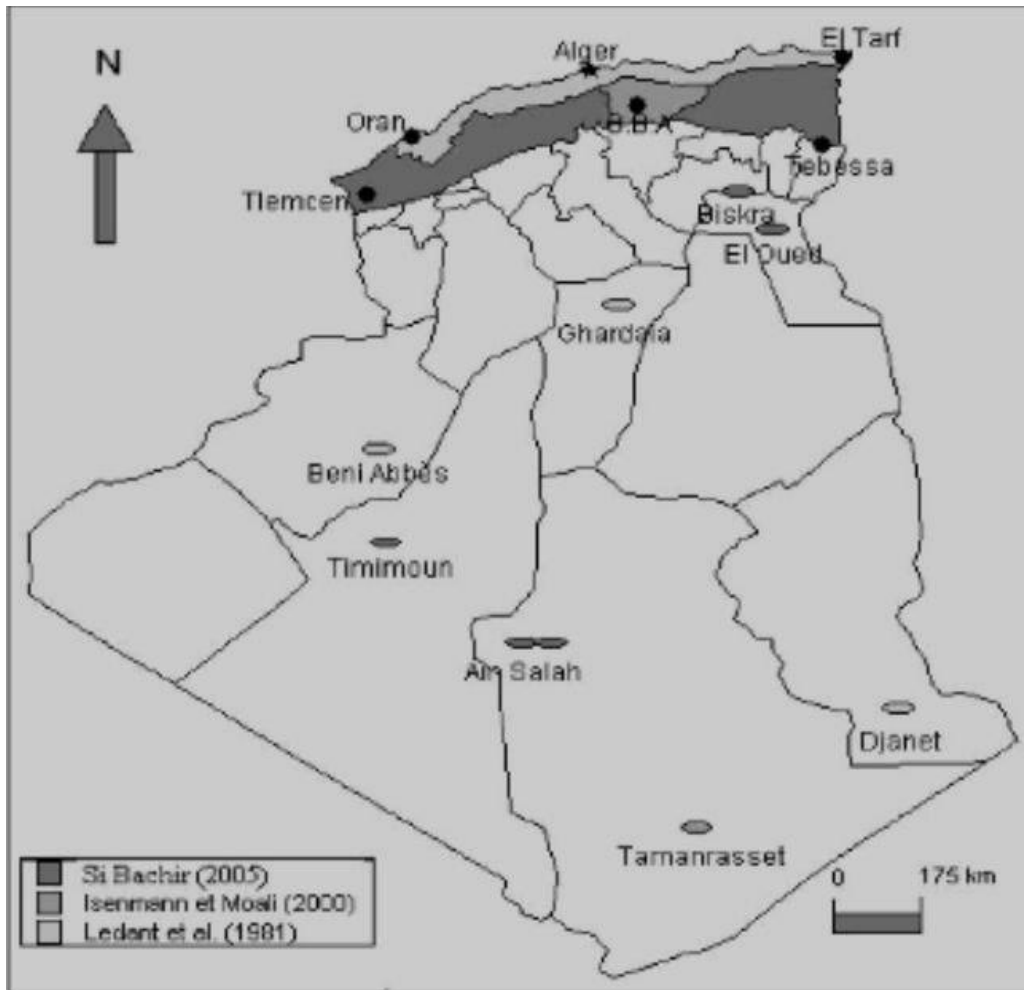


Figure 10: Distribution du caroubier en Algérie suivant les domaines bioclimatique (A.N.R.H,2004)

Tableau 02 - Surface cultivée, production et rendement de la caroube en Algérie, année 2009 (DSA de Tlemcen)

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.Arreidji	4	20
Ain.Defla	2	300
Mascara	1	30
Tizi.Ouzou	1	20
Total	927	33841

5-les conditions favorables de la croissance de caroubier :

Le caroubier, dont l'aire de répartition s'étend dans les secteurs des plateaux et en moyennes montagnes jusqu'à 1700 m d'altitude, est indifférent à la nature du substrat ; il tolère les sols pauvres, sableux, limoneux lourds, rocailleux et calcaires, schisteux, gréseux et des pH de 6,2 jusqu'à 8,6 ; mais il craint les sols acides et très humides (**Baum, 1989**, **Zouhair, 1996** ; **Sbay et Abrouch, 2006**). Il s'adapte à plusieurs types de sols à l'exception des sols hydromorphes et salés et les croûtes schisteuses. On le rencontre sur sols marneux, sur sols pauvres superficiels et rocailleux calcaires, sur des pentes rocheuses, des escarpements peu accessibles et des collines incultes (**Nabli, 1989**).

D'après (**Battle et Tous, 1997**), le climat méditerranéen subtropical, avec des hivers doux, des printemps suaves à chauds et des étés chauds et secs est le climat convenable pour la croissance du caroubier.

6- la composition chimique de caroubier :

La pulpe et les graines sont les deux principaux constituants de la gousse du caroubier et représentent respectivement 90% et 10% de son poids total. La composition chimique de la graine a été évaluée en 2007 par (bouzouita et col.) mettant en évidence la carence de cette dernière en minéraux et en fibres. Et d'après d'autres auteurs, la composition chimique de la pulpe dépend en général, du cultivar, de l'origine de la plante et parfois de la période de récolte (**Calixto et Cañellas, 1982**).

Tableau 3 : composition moyenne de la pulpe de caroube (puhan et wielingan).

Constituants	Pourcentage%
Sucres totaux	48-56
Sucrose	32-38
Glucose	5-6
Fructose	5-7
PintoL	5-7
Tannins	18-20
Polysaccharides non amines	18
Cendre	2-3

La gousse du caroubier présente une valeur énergétique importante (17 ,5kj /g de MS) (**biner et al ,2007**). Le caroubier contient également des composées phénoliques présentant différentes fonctions : antioxydant, facilite la digestion, baisse du taux cholestérol...

Différentes études ont montré que ces polyphénols sont essentiellement des tanins condensés (16 à 20 %), des proanthocyanidines, des flavonoïdes, des ellagitanins...(owen et al,2003; makris et kefalas,2004).

La gousse du caroubier contient d'autres composés comme les éléments minéraux et les vitamines.

Les minéraux se trouvent essentiellement dans la pulpe de la caroube, et pour 100 g de cette dernière on trouve : 970 mg de potassium, 300 mg de calcium, 71 mg de phosphore et 60 mg de magnésium. Il y a aussi des traces de fer, de manganèse, de zinc et de cuivre. (Ozcan **et al.**, (2007),

7- Intérêt du caroubier :

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 Les principaux domaines d'applications sont présentés dans **(le tableau4)**.

Tableau 4 :Les principaux domaines d'applications.

Domaine d'utilisation	Usage
Alimentaire	Les principales applications de la farine et de pulpe de caroube sont l'alimentation animale et humaine (Biner et al, 2007). Le fruit du caroubier ou la caroube est employé depuis longtemps, comme nourriture de bétail à côté d'autres aliment comme la farine d'orge (Aitchitt et al,2007). La farine et de la pulpe de caroube elle est très utilisée soit comme aliment diététique, soit comme substitution de cacao dans la production de chocolat car il est moins calorifique, il ne contient ni caféine ni théobromine (Craig et nguyen,1984). La gomme reste le produit le plus important utilisée en industrie alimentaire pour la fabrication d'un grand nombre de denrées alimentaires : crème glacée, soupe, sauce, biscuit, tourte, confiserie, produits,de boulangerie, fromage, mayonnaise, salades...) (Johnson et al,1988);(Neukom,1988).
Médicale	En pharmacopée traditionnelle, la pulpe est utilisée contre la diarrhée et pour le traitement de certaines maladies la gastrite, l'entérite, les angines, les rhumes, le cancer... (Aitchitt et al,2007). Mais la graine (endosperme) reste la plus important, puisqu'elle est utiliser, comme agent stabilisateur, gélifiant, fixateur dans l'industrie pharmaceutique (médicaments, sirop ...)(Battle et Tous,1997).
Cosmétique	Dans l'une des applications industrielles, la gomme de caroube est utilisée en cosmétique (crèmes, dentifrices...) (BattleetTous,1997), pour sa capacité à former une solution très visqueuse.
Chimique	Certains travaux ont déjà montré l'application de la farine de caroube (gousses broyées) pour l'extraction du sucre (Petit et Pinilla,1995), la fermentation de l'éthanol (Roukas,1993); (Roukas,1996), et la production d'acide citrique

	(Roukas,1998);(Roukas T,1999).
Ecologie	Le caroubier est une espèce qui résiste mieux à la sécheresse et souvent utilisé pour lutter contre l'érosion des sols, comme brise vent et comme arbre ornemental en bordure des routes et dans les jardins compte tenu de sa couronne sphérique, et de son feuillage persistant dense et brillant. Son bois est très apprécié en ébénisterie et utilisé pour la fabrication du charbon.l'écorce et les racines sont employées dans le tannage(Battle et Tous,1997).
Industriel	La graine de caroube est très recherchée par so intérêt économique et idustriel. Elle est utilisée en imprimerie, photographie, textile, matière plastique, encre, cirage, matière adhésive (Johnson et al,1988);(Neukom,1988)

Quelques Effets Biologiques Du Caroubier :

Plusieurs activités biologiques du caroubier ont été décrites :

✓ **Anticancéreuses** : dont la lutéoline, quécétine, apigénine, taxifoline empêchent l'apparition de certains cancers (**Decloitre,1993 ; Hertog, 1996**).

✓ **Antioxydant** : Limite l'effet oxydatifs des radicaux libres par formation des flavoxyles (**Oszmianski et al, 2000 et Pietta 2002, Frei**).

✓ **Anti-inflammatoires** : en inhibant les enzymes responsables des inflammations (**Kim et al., 2004, Gallego et al., 2007**).

✓ **Antibactériennes** : ils sont reconnus par leur toxicité vis-à-vis des micro-organismes et des enzymes hydrolytiques (**Cowen, 1999**).

✓ **Antivirales** : la quercétine, apigénine, catéchine et hespéridine ont démontré une bonne activité virale (**Tapas et al., 2008**).

✓ **Antiallergiques** : en inhibant les enzymes (AMP cyclique phosphodiester, ATPase Ca²⁺ dépendante) (**Marfek, 2003**).

✓ La consommation des fibres de caroube réduit les taux de cholestérol HDL (High density lipoprotein) et LDL (Low density lipoprotein), et de triglycérides dans le sang, donc ils contribuent à la prévention et au traitement de l'hyperlipidémie (**Ruiz-Roso., 2010**).

✓ La pulpe est recommandée contre la tuberculose pulmonaire et les affections des bronches (**Rejeb, 1995**)

2-L'écorce:

- **2-1-Description morphologique : Écorce**

Elle est brune, rugueuse et sillonnée longitudinalement sur la face externe, jaunâtre et lisse dans la face interne. L'écorce jeune est lisse et brun-verdâtre sur la face externe.

La cassure est fibreuse, l'odeur est faiblement aromatique, la saveur est amère.

La poudre est de couleur brunâtre.

- **2-2-Activité physiologique : L'écorcé**

2-2-1-Activité anti-inflammatoire : L'extrait méthanolique d'écorce de *Ceratonia siliqua* a été étudié pour ses propriétés anti-inflammatoires en utilisant du carraghénane et un œdème expérimental de la patte postérieure induit par un traumatisme chez des rongeurs à la dose de 50, 100, 200 mg/kg respectivement, L'indométacine à 10 et 20 mg/kg a été utilisée comme standard. D'après les résultats obtenus, l'extrait méthanolique d'écorces de *Ceratonia siliqua* a montré une réduction significative ($P < 0,001$) et une inhibition de l'œdème comparable au médicament de contrôle et de référence utilisé dans les deux modèles et cela a justifié l'usage de *Ceratonia siliqua* dans le traitement des affections inflammatoires

- **2-3-Emplois :**

2-3-1- Usage traditionnelle :

Phytothérapie traditionnelle a Kurdistan Iraq utilise *Ceratonia siliqua* pour soulager les douleurs abdominales et la diarrhée

2-3-2-Autres usages :

L'extrait aqueux des écorces est utilisé comme colorant de qualité dans les investigations histopathologiques

- **2-4-La coupe transverseur de l'écorce :**

La coupe transversale de l'écorce de la Platte résulté observée sous le microscope opoque aux grossissements 10 x 10 et 10 x 40, a présenté les différents éléments suivants :

-Comme vue générale on a observé un sabre avec un phelloderme et un parenchyme cortical après des péricycles des cellules scléreuses avec des fibres scléreuses péricycliques après un rayon médullaire et enfin un liber secondaire (Figure 11)



Figure 11: Vue générale de la coupe transversale de l'écorce de Caroubier, *Ceratonia siliqua* (Fabaceae), observée au grossissement 10x1,

A : Suber, **B :** Phelloderme, **C :** Parenchyme cortical, **D :** Péricycle des cellules scléreuses. **E :** Fibres scléreuses péricycliques, **F :** Rayon médullaire. **G :** Liber secondaire

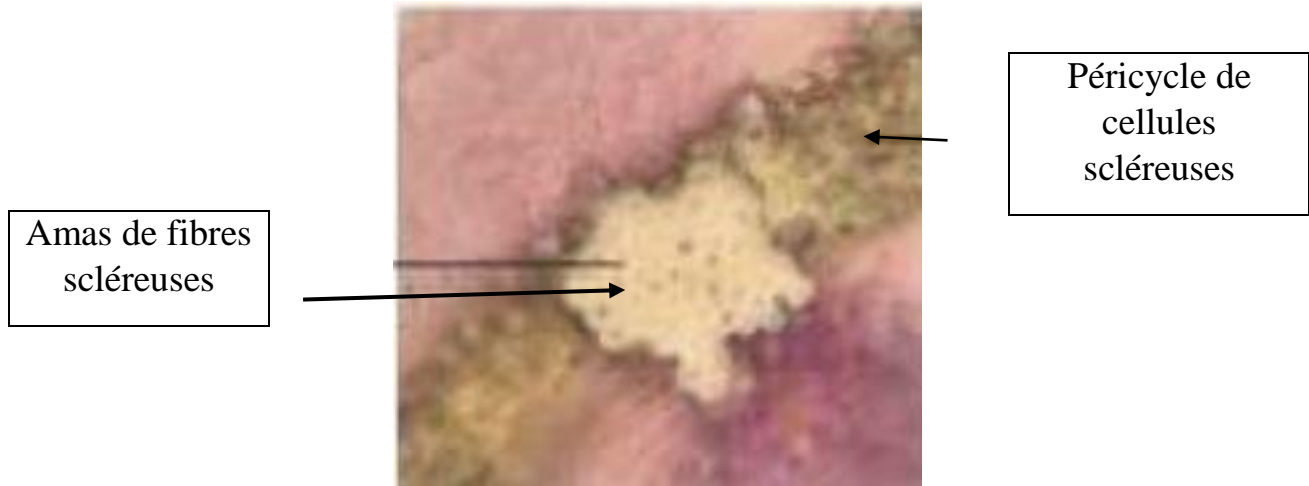


Figure 12 : Un Parenchyme avec des cellules scléreuses et fibres clarifiés.

Introduction :

Au sein du laboratoire Microbiologie/Physico-chimie de l'Université Abbes Laghrour Khenchela, notre étude a pour objectif de formuler savon à base d'écorce de caroube.

Nous allons procéder à une étude de caractérisation des paramètres physico-chimiques et microbiologiques de cette matière, ainsi qu'évaluer ses propriétés antibactériennes et antioxydants.

I. Matériel :**1-Matériel de l'extrait :****1-1 - Matériel végétale :**

Dans ce travail de recherche, le matériel végétal est représenté par l'écorce de caroube *ceratonia siliqua* L. Cette plante a été récoltée au mois de décembre 2023 de la région de chechar de la wilaya de khenchela.



Figure13 : Écorce de caroube

1-2 - Matériel biologique :

L'activité antibactérienne des extraits a été testée sur quatre souches de référence :

Tableau 5 : Souches utilisées dans l'activité antibactériennes

Micro organisme	Gram	Code
Staphylococcus aureus	Positif	ATCC 25923
Pseudomonas aeruginosa	Négatif	ATCC 27853
Escherichia coli	Négatif	ATCC 25922
Bacillus cereus	Positif	ATCC 11778

1-3 - Matériel biochimique :**1-3-1-Réactifs chimiques et solvants :**

-Méthanol

-HCl

-Hydroxyde d'ammonium (NH₄OH)

-Chlorure de fer (FeCl₃)

-Hydroxyde de sodium (NaOH)

-Anhydride acétique

-Acide sulfurique

- Réactif de Fehling
- Folin-Ciocalteu
- Trichlorure D'aluminium ($AlCl_3$)
- Acide gallique
- Diméthyle sulfacide (DMSO)
- DPPH
- Mayer et Wagner
- Carbonate de sodium (Na_2CO_3)
- Éthanol
- Éther de pétrole
- Eau distillé

1-3-2-Appareillage :

- Bain-marie
- Balance
- Réfrigérateur
- Balance analytique avec chambre de pesé
- Vortex
- Autoclave
- Plaque chauffante
- Agitateur magnétique
- Rota vapeur
- Etuve universelle de 5 A 220 avec ventilation
- Etuve bactériologique
- Spectrophotométrie

1-3-3-Verrerie :

- Béchers
- Éprouvettes
- Lamelles
- Pissette
- Mortier
- Tubes à essai
- Verres de montres
- Fiole à jaugeée

2-matériel de savon :

- Eau distillé
- NaOH
- Balance
- Eprouvette graduée
- Huile
- Extrait d'écorce
- Bécher
- mixeur
- moule de silicone

II. Méthodes :**II-1-méthode de l'extrait :****II -1-1- préparation du matériel végétal pour l'extraction :**

-levage, séchage et broyage : Après la récolte, l'écorce ont été nettoyés, lavées avec de l'eau du robinet, afin de se débarrasser de toute poussière et matières étrangères comme le sable, le sol et d'autres. Puis nous avons suivi une méthode de séchages différente, qui est la suivante :

Séchage AL » (à l'ombre à l'abri du soleil) pendant une durée d'environ 21 jours. Enfin, broyées à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à l'obtention d'une poudre fine qui a été servi pour la préparation des extraits, afin de les utilisés dans l'étude phytochimiques et biologiques.



Figure14 : Poudre d'écorce de caroubier.

II -1-2 préparation de l'extrait éthanolique :

- **Extraction solide-liquide :**

Le broyat (7,3g de poudre) a été mis à macérer dans un volume de 150ml de méthanol à 70%, pendant 72h, à l'air libre avec renouvellement du solvant chaque 24h. Après filtration à l'aide d'un papier filtre et un entonnoir, le filtrat a été évaporé sous vide en utilisant un évaporateur rotatif, à une température de 45 °C (Figure 15), afin de concentrer l'extrait. L'extrait obtenu a été resuspendu dans 250 ml d'eau distillé.

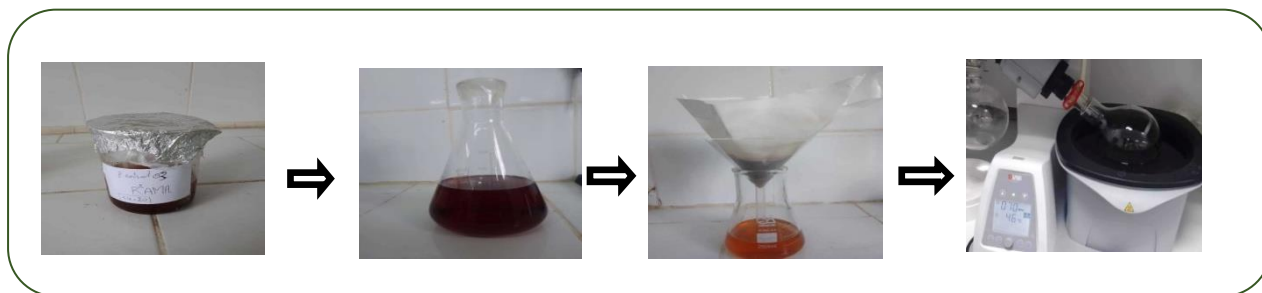


Figure15 : Extraction solide liquide

II.1.3. Séparation liquide-liquide :

L'extrait obtenu a subi l'élimination des graisses et de la chlorophylle par l'utilisation de l'éther de pétrole comme solvant, à l'aide d'une ampoule à décanter, la phase aqueuse a été mélangée avec la même quantité de l'éther de pétrole puis laisser séparer. La phase aqueuse obtenue est récupérée dans des boîtes de pétrie et séchée dans l'étuve à température 45°C, et stockée à température - 5°C jusqu'à son utilisation.

-Les rendements des extraits ont été calculés en utilisant la formule suivante :

- Rendement (6) = $m1/m0 \times 100$

-**M1** : Masse en gramme de l'extrait brut évaporé.

-**M0** : Masse en gramme de la matière végétale initiale sèche (7,3 g).

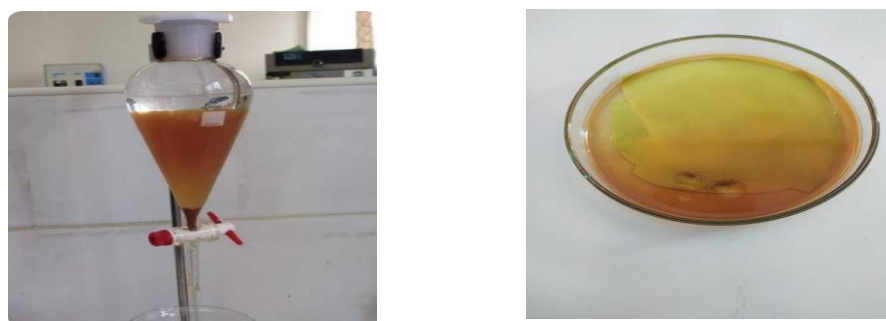


Figure 16 : séparation liquide-liquide

II -2-Méthode d'élaboration du savon :**II -2-1-Préparation du savon :****II -2-1-1-Composants du savon :**

Les pourcentages de différents composants des savons ont illustré dans le tableau suivant :

Tableau 6 : Composition de savons

Composants	Huile de caroubes	Naoh	Extrait	Eau distillée
Pourcentage (%)	75	10,62	0,75	25

II -2-1-2-Préparation de la solution de Sodium :**-Étapes de la fabrication du savon :**

Les étapes de préparation du savon ont été suivies selon le procédé de saponification à froid.

-La première étape consistait à préparer la solution de sodium

- en pesant l'eau séparément, puis en pesant le sodium.

- Ensuite, le sodium a été versé dans l'eau lentement pour éviter les éclaboussures.

- Pendant ce processus, la température de la solution a augmenté et a été agitée doucement pour assurer une bonne dissolution.

-Laisser la température redescende entre 40°C et 45°C

II -2-1-3-Préparation du mélange des huiles :

Dans un bicher placez l'huile d'olive

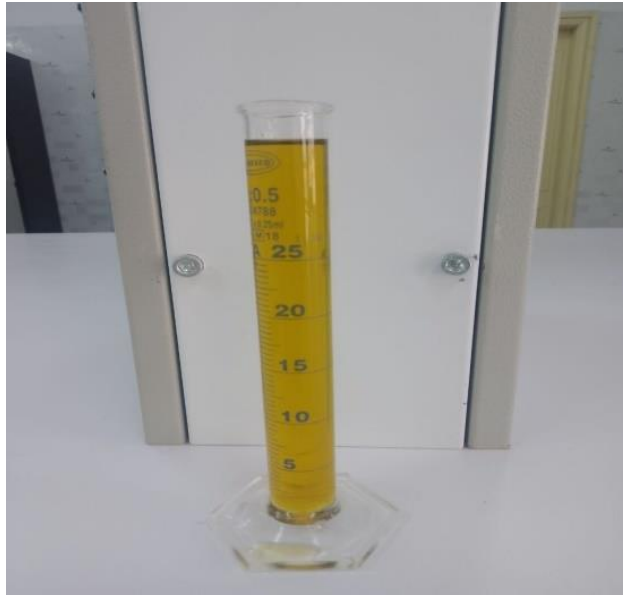


Figure17 : Mélange des huiles

II -2-1-4-Addition de NaOH et eau distillée :

Verser la solution d'hydroxyde de sodium sur les huiles (**figure 19**) et mélanger soigneusement pendant 15 minutes jusqu'à ce que les signes de saponification se manifestent.

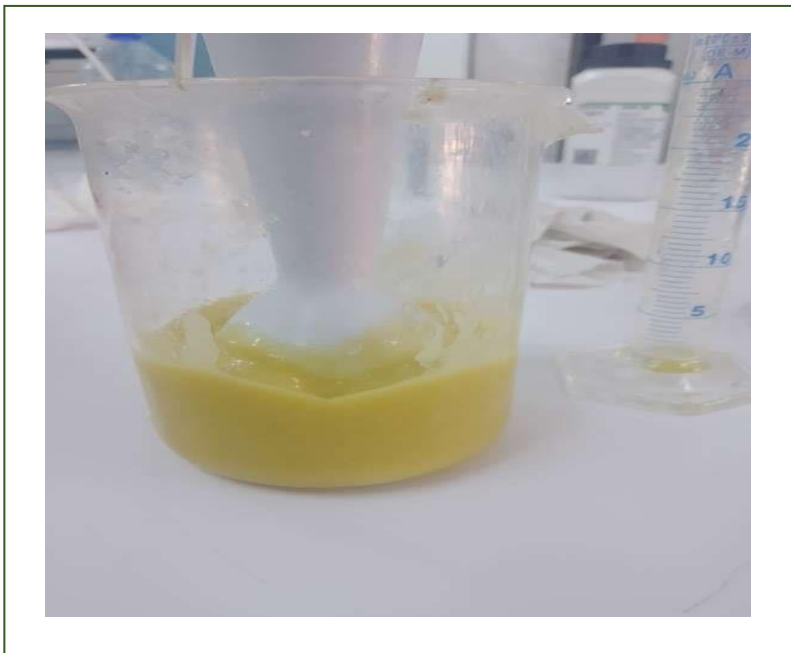


Figure18 : Mélange des huiles et de NaOH

II -2-1- 5-Incorporation du Caroube extrait :

Après avoir bien mélangé, ajoutez le Caroube en plus des huiles essentielles pour ajouter de la couleur à votre préparation



Figure19 : incorporation du caroube extrait.

II -2-1- 6-ETUDE EXPERIMENTALE :**1-Extrait :****1-1- Criblage phytochimique :**

Les tests phytochimiques consistent à détecter les différentes familles de métabolites secondaires existants dans la partie étudiée de la plante par des réactions qualitatives de caractérisation. Ces réactions sont basées sur des phénomènes de précipitation ou décoloration par des réactifs spécifiques à chaque famille de composés (Hagerman et al., 2000)

1-1-1. Test des composés phénolique :

Nous avons ajouté 2 ml d'éthanol à 2 ml de l'extrait hydrométhanolique, l'ajout de Quelques gouttes de $FeCl_3$ prvoquent l'apparition d'une coloration verdâtre qui indique la présence des phénols (Iqbalet al., 2011).

1-1-2. Test des flavonoïdes :

5ml de l'extrait sont traités avec quelques gouttes d' AlCl_3 (1%). La présence des flavonoïdes est confirmée par l'apparition d'une couleur jaune.

1-1-3. Test des tanins :

Pour détecter la présence des tanins, nous avons ajouté à l'extrait hydrométhanolique Quelques gouttes de FeCl_3 , (Chlorure ferrique) à 1%. La couleur vire au bleu noir en présence de tanins galliques et au bleu verdâtre en présence de tanins catéchiques (tanins condensés) Diallo et al., 2004).

1-1-4-Test des composés réducteurs :

Les sucres réducteurs ont été mis en évidence dans l'extrait hydrométhanolique par Réactif de Fehling. Un volume de 5 ml d'extrait brut a été additionné à 5 ml de liqueur de Fehling, La formation d'un précipité rouge brique après 2-3 min de chauffage au bain-marie à 70°C indique une réaction positive (Yves-Alain et al. 2007).

1-1-5- Test des saponines :

Leur présence est déterminée quantitativement par le test de la mousse. Les résidus ont été repris dans 5 ml d'eau distillée, puis introduits dans un tube à essai. Ce dernier a été agité vigoureusement. La formation d'une mousse (hauteur supérieure à 1 cm) stable, persistant pendant 1 h, indique la présence abondante de saponines (Yves-Alain et al, 2007).

1-1-6- Test des alcaloïdes :

Les alcaloïdes sont mis en évidence par le réactif de Mayer (Annexe 1). L'ajout de Quelques gouttes de ce réactif à 2 ml de la solution d'extrait éther de pétrole entraîne la formation d'un précipité blanc ou blanc-jaune en présence d'alcaloïde (Dohou et al, 2003).

1-1-7- Test des quinones libres :

Nous avons ajouté quelques gouttes de NaOH 1/10 à l'extrait d'éther de pétrole. La Présence de quinones libres est confirmée par un virage de la couleur des phases aqueuses au jaune, rouge ou violet (Najaa et al. 2011).

1-1-8-Test des stérols ou tri terpènes :

Ils ont été recherchés par la réaction de Liebermann. Le résidu est dissout à chaud dans 1ml d'anhydride acétique ; nous avons ajouté 0,5 ml d'acide sulfurique concentré au triturât, L'apparition, à l'interphase, d'un anneau pourpre ou violet, virant au bleu puis au vert indique : une réaction positive (koffi et al. 2009).

1-2-Évaluation des activités biologiques :

1-2-1-Test du piégeage du radical DPPH :

Le DPPH (2,2-Diphényle-1-picrylHydrazyl) est un radical libre stable qui possède un électron célibataire sur l'atome d'azote, il est de couleur violacée qui absorbe à 517nm(Chaabi, 2008). Il fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure activité antioxydant des composés phénoliques (Popovici, 2009).

En présence d'un antioxydant l'électron célibataire devient apparié, ce qui conduit à la décoloration de DPPH du violet (forme radicalaire DPPH) au jaune (forme réduite DPPH-H). (Figure21) (Popovici, 2009). Cette décoloration représente donc la capacité d'extrait dépeigner ce radical.

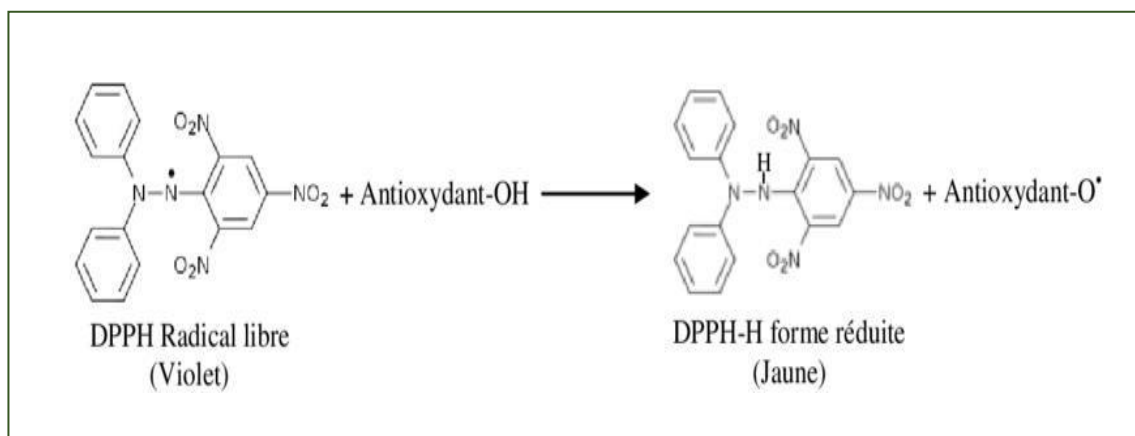


Figure20 : Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH (Molyneux, 2004)

Le pourcentage de piégeage du radical est calculé selon l'équation suivante :

$$\% \text{d'activité antiradicalaire} = \frac{[\text{Abscontrôle} - \text{Abs échantillons}]}{\text{Abscontrôle}} \times 100$$

Un volume de 100 µl de différentes concentrations de chaque extrait (ou l'acide ascorbique) a été ajouté à 1,95 ml de la solution méthanoïque du DPPH (0,024 g/) fraîchement préparée. Le

contrôle négatif a été préparé en parallèle en mélangeant 100ul du méthanol avec 1,95 ml d'une solution méthanolique de DPPH. Après incubation à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante (Figure22), la lecture des absorbances a été effectuée à 517 nm.



Figure21 : Activité antioxydant par diphényle-picryl-hydrazyl (DPPH)

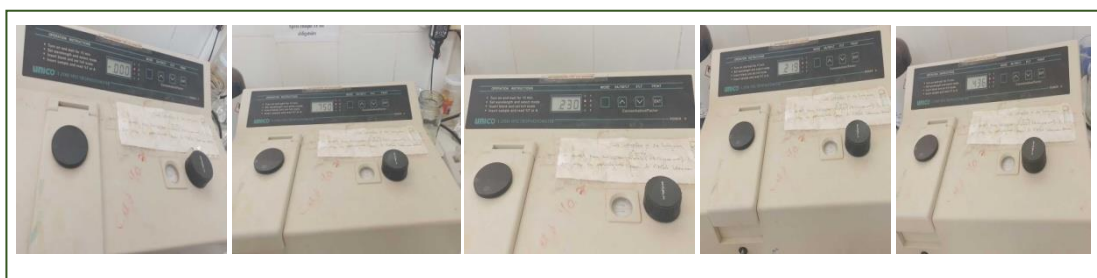


Figure22 :appareil de spectrophotométrie

II -2-1-7- Etude quantitative :

II -2-1-7-1- Dosages des polyphénols totaux :

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué selon la méthode de Folin-Ciocalteu (**Boizot et Charpentier, 2006**). Ce réactif est un acide de couleur jaune composé d'un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Il est réduit, au cours d'oxydation des phénols, dans un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (**Ribereau, 1968**). La coloration produite, dont l'absorption maximale est de 760 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols contenus dans les extraits végétaux (**Ghazi et Sahraoui, 2005**).

a. Mode opératoire :

1- Préparation de la gamme étalon d'acide gallique :

Mettre 0,005 g d'acide gallique en poudre dans 100 ml de l'eau distillée. Une gamme d'étalonnage a été préparée à partir d'une solution mère d'acide gallique de différentes concentrations (3-50 g/ml). Le dosage a été fait selon cette gamme.

Tableau 7 :la gamme étalon d'acide gallique .

Concentration ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	3	15	25	35	45	50
Volume prélevé de la solution	0,1	0,3	0,5	0,7	0,9	1
Mère de l'acide gallique (ml)						
Volume d'eau distillée (ml)	0,9	0,7	0,5	0,3	0,1	0

A-Analyse du standard et des extraits :

-Dans 6 tubes à essais :

- Introduire 1ml de chaque solution de la gamme étalon préparée.
- 5 ml du réactif Folin Ciocalteu (dilué 10 fois dans l'eau distillée).
- Après 10 min.
- 4 ml Carbonates de Sodium (Na_2CO_3) à 20%.
- Incubation de 30 min à une température ambiante dans l'obscurité.
- L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 760 nm avec un spectrophotomètre UV-Visible (UV 1601, SHIMADZU).
- Même méthode avec 1 ml de chaque extrait.
- Le blanc est préparé de la même façon mais l'acide gallique est remplacé par l'eau distillée.

b. Expressions des résultats :

La concentration des polyphénols totaux est calculée à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique à différentes concentrations et exprimée en microgramme d'équivalent d'acide gallique par milligramme d'extrait ($\mu\text{g EAG}/\text{mg E}$).

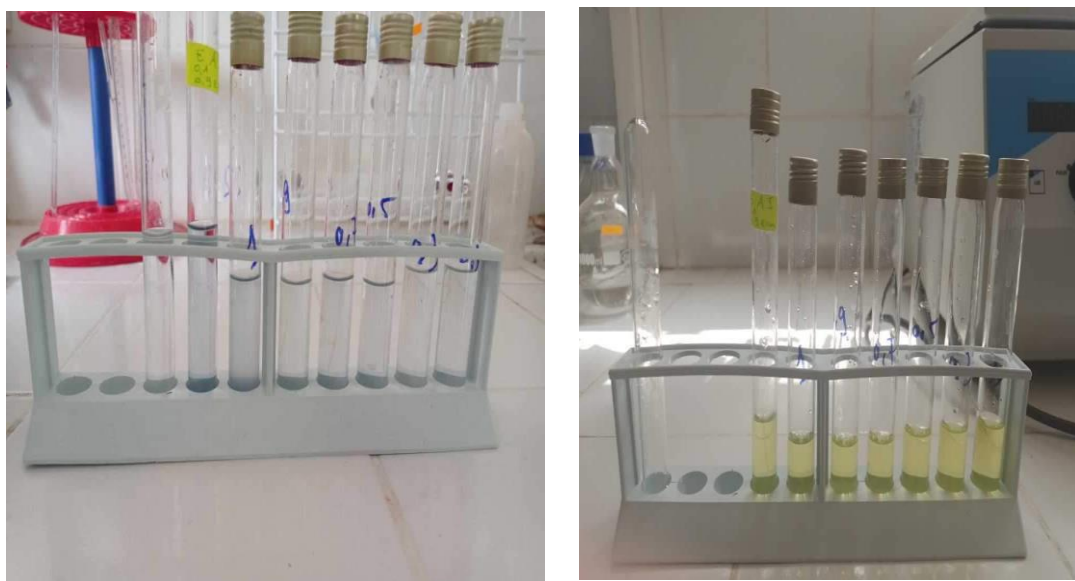


Figure23 : Dosages des polyphénols totaux D'écorce de ceratonia siliqua

II -2-1-8- Dosage des flavonoïdes :

La quantification des flavonoïdes a été effectuée par la méthode de (Quettier-Deleu et al. 2000) en utilisant le trichlorure d'aluminium. L' $AlCl_3$ forme un complexe jaune avec les flavonoïdes, absorbe dans le visible à 430 nm.

a. Mode opératoire :

- Dans les Eppendorf 500 μ l de chaque extrait ont été ajoutés à 500 μ l de la solution d' $AlCl_3$ (2 % dans le méthanol).
- Agiter puis incuber à l'obscurité et à température ambiante pendant 10 min.
- L'absorbance est mesurée à 430 nm en utilisant un spectrophotomètre UV (UV 1601, SHIMADZU).
- Le blanc est préparé de la même façon sauf que l'extrait est remplacé par le solvant le méthanol.

b. Expression des résultats :

La quantification des flavonoïdes a été évaluée à partir de la courbe d'étalonnage de la quercitrine à différentes concentrations (12.5-40 μ g/ml) (figure 6). Les résultats sont exprimés en microgramme d'équivalent de Quercitrine par milligramme d'extrait (μ g EQ/mg E).

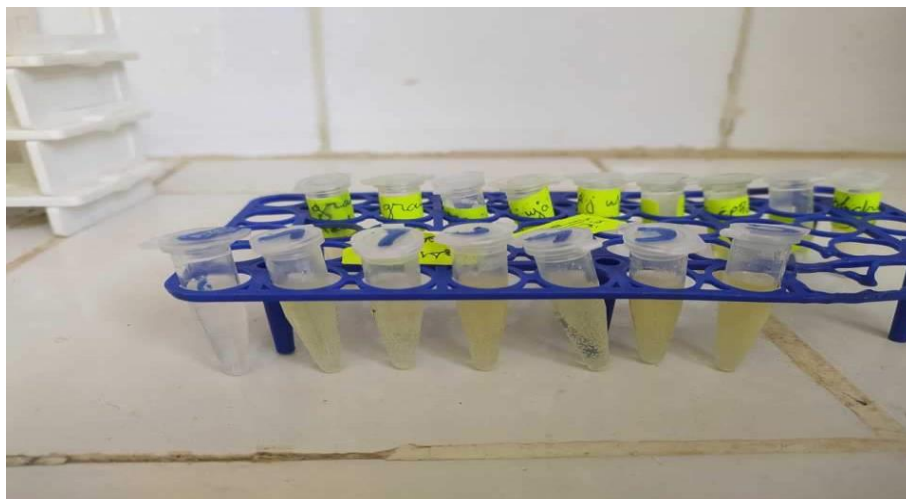


Figure 24 : Dosage de flavonoïde D'écorce de ceratonia siliqua

3. Évaluation de l'activité antibactérienne :

L'objectif de cette étude est de déterminer parmi les extraits préparés, ceux qui ont une activité inhibitrice sur les bactéries. L'évaluation de l'activité antibactérienne a été réalisée par la méthode de diffusion de disque sur un milieu gélose (Bammou et al. 2015).

Protocole

- **3-1-Préparation des solutions mères et des dilutions des extraits :**

Les extraits de notre plante ont été dissous dans le méthanol 50% pour préparer les différentes concentrations avec des dilutions en séries (10 dilutions), sachant que la concentration de la solution mère de chaque extrait est de 200 mg/ml (Figure 25).

- **3-2-Préparation des cultures :**

Les différentes espèces bactériennes ont été repiquées par la méthode des stries, puis incubées à 37 °C afin d'obtenir des colonies fraîches qui vont servir à la préparation de l'inoculum.

- **3-3-Préparation de l'inoculum :**

A partir des cultures bactériennes, quelques colonies bien isolées et identiques ont été prélevées à l'aide d'une pipette pasteur scellée, cette dernière a été déchargée dans 9 ml l'eau physiologique stérile (0.9%). La suspension bactérienne a été bien agitée. La turbidité de l'inoculum a été ajustée à 0.5 Mc Farland (Annexe 1).

- **3-4-Préparation du milieu de culture :**

La gélose de Muller-Hinton prête à l'usage a été coulée dans des boîtes de pétrie stériles. Les boîtes ont été séchées pendant 30 min à température ambiante avant l'emploi.

- **3-5-Ensemencement :**

Après l'ajustement de la turbidité de la suspension servant d'inoculum, nous avons trempé un écouvillon stérile dans la suspension. Ce dernier a servi d'étaler la surface entière de la gélose à trois reprises, de haut en bas, en stries serrées. Après chaque application, la boîte a été tomée de 60° environ en vue d'assurer une distribution homogène de l'inoculum. Enfin, l'ensemencement s'est achevé en passant l'écouvillon sur la périphérie de la gélose.

- **3-6-Préparation des disques :**

Des disques de 6 mm de diamètre découpés sur papier Wattman N°1, stérilisés, ont été imprégnés à raison de 20 µl d'extraits (le méthanol a été utilisé comme témoins négatif). À l'aide d'une pince stérile les disques ont été déposés aseptiquement à la surface du milieu préalablement ensemencé. Les boîtes ont été incubées pendant 18 à 24 heures à 37°C.

- **3-7-Lecture des résultats :**

Après incubation l'effet des extraits se traduit par l'apparition d'une zone d'inhibition Circulaire transparente autour de disque correspondant à l'absence de la croissance Bactérienne. L'activité antibactérienne a été déterminée à l'aide d'une règle mesurant le diamètre de la zone d'inhibition, plus le diamètre de cette zone est grand plus la souche est sensible (Choi et al. 2006). La zone d'inhibition des souches vis à- vis de l'extrait et interprétée selon Celikel et Kavas (2008) :

- Résistante : diamètre inférieur à 8 mm.
- Sensible : diamètre compris entre 9 et 14 mm.
- Très sensible : diamètre compris entre 15 et 19 mm.
- Extrêmement sensible : diamètre supérieur à 20 mm.

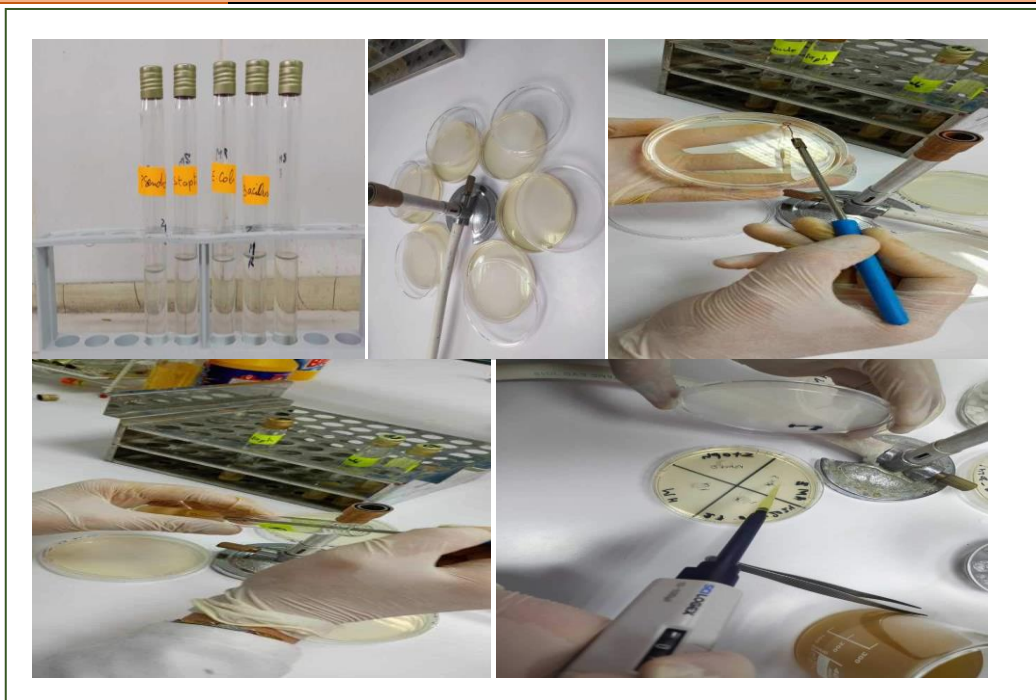


Figure25 : Évaluation de l'activité antibactérienne

2-le savon :

2-1-Analyse physico-chimique :

2-1-1-Mesure du pH (potentiel Hydrogène)

Pour mesurer le pH, une solution aqueuse est préparée en ajoutant 0,5 g de savon synthétique à 150 ml d'eau distillée. Cette solution est agitée constamment pendant 2 minutes à l'aide d'un agitateur. Ensuite, le pH est déterminé à l'aide d'un pH mètre.

2-1-2-Détermination du pouvoir moussant du savon dans différents milieux :

Le pouvoir moussant du savon dans différents milieux est estimé par la mesure de taux de mousse formée dans chaque milieu (acide, salin) par apport à un témoin distillée) selon la formule suivante :

$$\text{Taux de mousse (TM\%)} = \frac{\text{Hauteur de mousse l'échantillon (cm)} \times 100}{\text{Hauteur de mousse de témoin (cm)}}$$

A-En milieu acide :

Une solution savonneuse (S) est préparée en dissolvant 3 g de savon dans 100 ml d'eau distillée dans un tube à vis. Ensuite, on ajoute lentement 1 ml d'une solution d'acide

chlorhydrique (1 mmol/l) à 2 ml de la solution S. Après avoir fermé le tube, on agite vigoureusement horizontalement

B-En milieu salin :

On mélange soigneusement 1 ml d'une solution saline de NaCl (30%) avec 2 ml de la solution S dans un tube à vis. Après avoir bouché le tube, on agite vigoureusement en position horizontale pendant environ 15 secondes. Ensuite, on laisse reposer pendant 5 minutes avant de mesurer la hauteur de la mousse formée.

2-1-3-Détermination de la teneur en alcali libre total de savons (AFNOR, 1993) :

- **Définition :**

L'alcali libre total est la somme de l'alcali libre caustique et de l'acide libre carbonaté.

- **Principe :**

Le savon se dissout dans une solution éthanolique, l'alcali libre est neutralisé par une solution d'acide sulfurique, et l'excès d'acide est ensuite titré par une solution de potasse éthanolique.

- **Expression du résultat :**

-La tenue rénal cal libre totales t'exprimée en pour contage en masse de NaOH par :

$$\% \text{ NaOH} = 0,04 \times VT - V'T' / M \times 100$$

-M : masse en gramme de prise d'essai.

-V : volume en ml de la solution aqueuse de H₂SO₄

- T : normalité de la solution aqueuse de H₂SO₄

-V : volume en ml de la solution éthanolique de KOH

- T : normalité de la solution éthanolique de KOH.

- **Test d'irritation cutanée :**

Cette méthode permet d'évaluer la tolérance cutanée d'un produit. Elle consiste à appliquer le savon sur la peau pendant 1 heure ou 24 heures, puis à observer les éventuelles réactions cutanées qui peuvent survenir après son utilisation

Test de la langue :

-Ce test peut être utilisé pour vérifier la non-causticité du savon : il suffit de frotter

doucement un petit morceau de savon sur le bout de la langue.

- Si l'on ressent une sensation de picotement, cela signifie que le savon est trop alcalin.

1-L'extrait :**1-Rendement :**

Le rendement d'extraction est le rapport de la quantité de substances naturelles. Extrait par l'action extractive d'un solvant à la quantité de ces substances contenues dans la matière végétale. La phase aqueuse, a été concentrée à sous pression réduite, pesée et le rendement est donné dans le tableau

Tableau 08 : Rendement d'extrait

Matière Sèche	Extrait	Masse	Rendement
14 ,6 g	Éthanolique	0 ,7 g	4,79

- Selon divers facteurs tels que la qualité de l'écorce récoltée, le taux d'humidité et les méthodes de récolte et de transformation, le rendement de l'écorce de caroube peut varier, mais il se situe généralement entre 4 et 25%, ce qui signifie que pour chaque kilogramme d'écorce de caroube récoltée, on peut obtenir environ 40 à 250 grammes de produit fini.
- Cependant, cela peut varier en fonction des conditions de culture et de transformation
- Les résultats montrent que l'extrait éthanolique présente un rendement de 4,79 % par rapport au poids total de la matière végétale sèche (14,6g).

2. Criblage phyto chimique :

Le criblage photochimique sert à détecter certains constituants dans l'écorce de caroube *Ceratonia siliqua* L. Ce dernier est effectué par des tests et selon des réactions photochimiques, qui sont basées sur des changements de couleur et des précipitations spécifiques par des réactifs spécifiques, indiquant la présence ou non de ces constituants.

1-Rendement :

Le rendement d'extraction est le rapport de la quantité de substances naturelles. Extrait par l'action extractive d'un solvant à la quantité de ces substances contenues dans la matière végétale. La phase aqueuse, a été concentrée à sous pression réduite, pesée et le rendement est donné dans le tableau.

Tableau 08 : Rendement d'extrait






Matière Sèche	Extrait	Masse	Rendement
14 ,6 g	Éthanolique	0 ,7 g	4,79

- Selon divers facteurs tels que la qualité de l'écorce récoltée, le taux d'humidité et les méthodes de récolte et de transformation, le rendement de l'écorce de caroube peut varier, mais il se situe généralement entre 4 et 25%, ce qui signifie que pour chaque kilogramme d'écorce de caroube récoltée, on peut obtenir environ 40 à 250 grammes de produit fini.
- Cependant, cela peut varier en fonction des conditions de culture et de transformation
- Les résultats montrent que l'extrait éthanolique présente un rendement de 4,79 % par rapport au poids total de la matière végétale sèche (14,6g).

2. Criblage phyto chimique :

Le criblage photochimique sert à détecter certains constituants dans l'écorce de caroube *Ceratonia siliqua* L. Ce dernier est effectué par des tests et selon des réactions photochimiques, qui sont basées sur des changements de couleur et des précipitations spécifiques par des réactifs spécifiques, indiquant la présence ou non de ces constituants.

Tableau 09 : Résultats de criplage phytochimique de caroube ceratonia siliqua L

Composé chimique	Présence /absence dans l extrait	Résultat par a pour un témoin
Composés phénoliques	+++	
Flavonoïdes	+++	
Des tanins	+++	
Composés réducteurs	+++	
Saponines	+++	

Alcaloïdes	++	
Quinones libres	+++	
Stérols on triterpènes	+++	

L'étude phytochimique d'extrait d'écorce de *Ceratonia siliqua* montre une richesse relative en métabolites secondaires. Ces résultats qui sont confirmés avec d'autres travaux (El-Hajaji H, 2011) (Lachkar N, 2012), comme la présence des polyphénols, tanins catéchiques, les stérols, saponosides et terpènes.

- **Test des composés phénoliques :**

L'apparition d'une coloration verdâtre (Réaction positive) est due à l'utilisation principale du phénol en tant qu'intermédiaire dans l'industrie des matières plastiques, notamment pour la production de **bisphénol A** utilisé dans la fabrication de résines phénoliques. Pour la fabrication d'alkylphénols, caprolactame, d'acide salicylique, de chlorophénols, de nitrophénols et d'acide picrique.

- **Test des flavonoïdes (Cyanidine) :**

- Il y a une libération d'hydrogène accompagnée d'une coloration allant de l'orangé au rouge. Les flavonoïdes, également appelés vitamine P, tirent principalement leurs vertus anti-inflammatoires, immunostimulantes et antioxydants.

Ils renforcent intensément tous les vaisseaux sanguins pour améliorer la circulation, sans provoquer de chaleur ni de changement de couleur ((GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled2022))

- **Test des tanins :**

Le changement de couleur vers le bleu-noir indique la présence de tanins galliques. Ces tanins sont utilisés comme auxiliaire de collage, accélérant ainsi la précipitation des protéines en excès. Le Tanin gallique à l'alcool est l'un des tannins les plus fins, ce qui le rend parfait pour la production de vins blancs et rosés. Grâce à son excellent pouvoir anti-oxydant, il permet d'améliorer les macérations pelliculaires. Cependant, dans les vins blancs et rosés, mais dans (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled 2022) il n'y a pas de changement de couleur.

- **Test des composés réducteurs :**

Lors du test des composés réducteurs, la formation d'un précipité rouge brique après 2-3 minutes de chauffage au bain-marie à 70°C indique une réaction positive. Les réducteurs sont des substances qui réduisent un autre atome, ion ou composé, et qui sont oxydées au cours du processus.

Les réducteurs transfèrent des électrons à une autre espèce, ce qui la réduit. Ils sont également connus sous le nom d'agents réducteurs.

- **Test des saponines :**

La formation d'une mousse stable persistante pendant une heure, avec une hauteur supérieure à 1 cm, indique la présence abondante de saponines dans (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled2022)

La formation d'une mousse persistante de plus de 1 cm est provoquée par des substances ayant des propriétés tensioactives, se dissolvant dans l'eau pour former des solutions moussantes.

-Les plantes produisent ces saponines pour se défendre contre les insectes et les maladies telles que les bactéries et les champignons. Toutes les saponines ont des propriétés moussantes et sont d'excellents émulsifiants.

Une autre caractéristique des substances est leur capacité à libérer l'hémoglobine des globules rouges, ce qui explique leur effet toxique et les rend impropres à la consommation. De plus, elles peuvent également inhiber de nombreuses activités enzymatiques telles que la cholinestérase et la trypsine.

En plus d'être présentes dans les lessives et les shampooings, certaines substances comme la diosgénine et l'hécogénine ont pris une grande importance sur le marché commercial car elles peuvent être transformées en hormones stéroïdes par hémi-synthèse.

Les composés sont également réputés pour leur capacité hémolytique, ce qui explique pourquoi les saponosides du Gypsophile (*Gypsophila paniculata*) sont utilisés dans les laboratoires d'analyse hématologique comme réactif cytolitique pour les examens de numération sanguine.

Parmi les nombreuses activités des saponosides, celles qui suscitent un intérêt en thérapeutique sont les activités cytotoxiques, antitumorales (saponaire, lierre terrestre), antifongiques et immun modulatrices.

Récemment, les saponines de *Quillaja saponaria* (Rosaceae) sont devenues populaires comme adjuvants dans les vaccins vétérinaires et comme éléments des complexes immunostimulants.

- **Test des alcaloïdes :**

Lorsqu'il y a présence d'un alcaloïde, un précipité blanc ou blanc-jaune se forme, ce qui a des implications pour leur utilisation thérapeutique.

Les alcaloïdes ont à la fois des propriétés toxiques (même à très faibles doses de 1 mg) et médicamenteuses. Isolés à partir des plantes, ils ont souvent été utilisés comme précurseurs pour le développement d'une série de molécules d'intérêt pharmaceutique par modification chimique de la molécule de la base.

La nicotine est l'un des pesticides les plus efficaces. Sa synthèse est stimulée par les blessures causées par les herbivores.

La caféine contenue dans les graines de cacao, le café, le cola, le thé et le yerba maté peut tuer presque toutes les larves de sphinx (*Manducasexta*) en 24 heures. Il a des effets inhibiteurs sur la phosphodiesterase, une enzyme impliquée dans la signalisation de l'AMPc.

Les alcaloïdes sont également utilisés comme analgésiques primaires (morphine), hypertenseurs (caféine) ou antihypertenseurs (réserpine), antipaludiques (quinine)

Pour lutter contre l'excès d'acide urique, il est possible d'utiliser des médicaments tels que la colchicine. D'autres substances, telles que le curare, la caféine, la strychnine, la nicotine, la cocaïne, la mescaline, la pilocarpine, la vinblastine et la vincristine, ont également des effets paralysants, stimulants, toxiques, narcotiques, cholinergiques ou anticancéreux. Cependant, dans le (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled2022⁴), une telle formation ne se produit pas de manière précipitée.

- **Test des quinones libres :**

Est confirmé par un changement de couleur des phases aqueuses en jaune, rouge ou violet (réaction positive), alors que dans (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled2022⁴), il n'y a pas de changement de couleur (réaction négative)

- **Test des stérols ou triterpènes :**

La présence d'un anneau pourpre ou violet à l'interphase, qui vire au bleu puis au vert, est un signe de réaction positive en (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled2022⁴), même dans le cas de la réaction de Maillard. Cette observation est fréquemment utilisée dans les industries des parfums, des médicaments, des arômes et des colorants alimentaires.

Ils possèdent également des propriétés physiologiques puissantes et spécifiques, telles que des vitamines, des hormones ou des phéromones d'invertébrés, des substances de croissance des plantes, des alcaloïdes, des antimitotiques et des revêtements protecteurs des cellules végétales.

3. Dosage des polyphénols totaux :

Dans notre travail, la teneur en polyphénols totaux d'extrait a été déterminée par la méthode de réactif de Folin-Ciocalteu. La courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard est représentée dans la figure À partir de la courbe d'étalonnage :

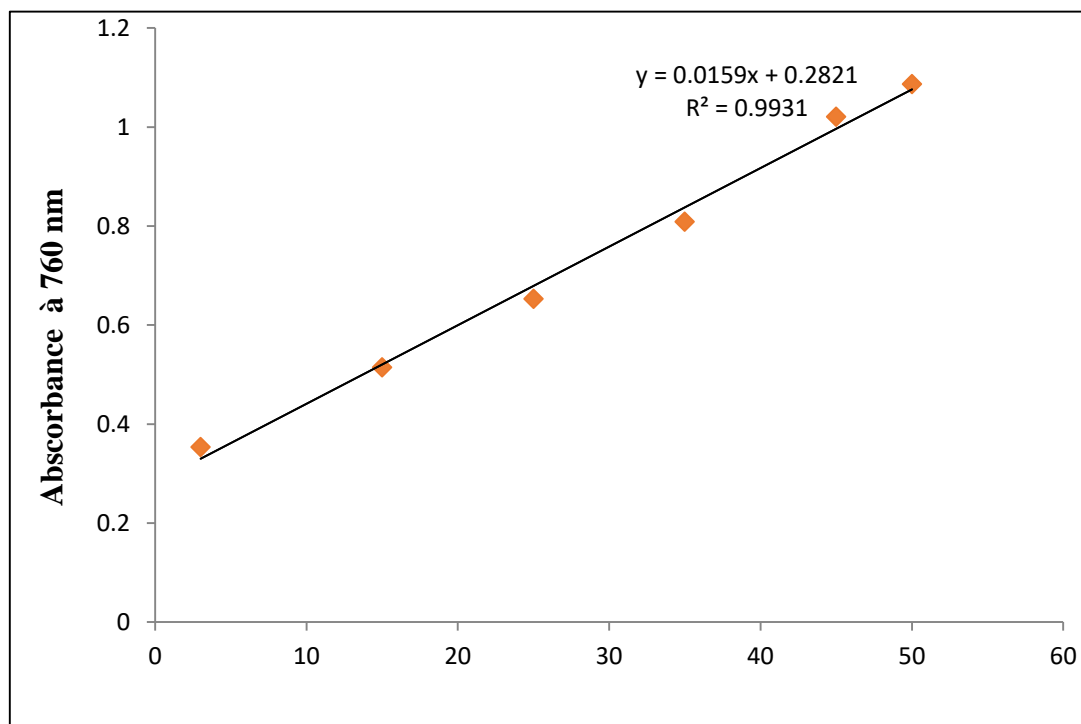


Figure 26 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

- La concentration des composés phénoliques totaux des extraits est estimée par l'équation suivante : $y=0,015x +0,282$ avec $R^2=0,993$
- Les résultats obtenus exprimés en mg équivalent d'acide gallique par g d'extrait (mg EAG/g extrait), sont présentés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Teneur en phénols totaux dans l'extrait

L'extrait	Poly phénols totaux (μg EAG/mg d'extrait)
Éthanolique	$28,2 \pm 0,45$

Le contenu total en phénols a été mesuré par le réactif Folin-Ciocalteu en termes d'équivalent acide gallique. Les résultats obtenus ont montré que le contenu phénolique total provenant de l'extrait d'écorce.

Pour l'écorce (El-Hajaji H et Al, 2011) est 2,28 (mg/L GAE), (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled2022⁵) le résultat est inférieur à la teneur en poly phénols que nous avons obtenus ($28,2 \pm 0,45 \mu\text{g EAG/mg}$)

3 – Dosage des flavonoïdes :

- -La teneur en flavonoïdes totaux est exprimée en microgramme équivalent de quercitrine par milligramme d'extrait (g EQ/mg. E)

Tableau 11 : Teneur en Flavonoïdes dans l'extrait.

L'extrait	Flavonoïde totaux ($\mu\text{g}/\text{mg}$ d'extrait)
Éthanolique	$10,12 \pm 0,03$

-la valeur de la teneur en flavonoïdes d'extrait éthanolique d'écorce de *C. siliqua* était de $10,12 \pm 0,03 \mu\text{g}$ (EQ/mg d'extrait) qui ne correspond pas à la quantité trouvée dans l'étude de (GUENDORUZ Hached et MANSOURI Khaled5,76)2022⁵ mg/g raison pour laquelle la réaction de caractérisation dans le screening a donné un résultat négatif

-il est nécessaire de se rappeler que la différence dans le contenu phénolique (y compris les flavonoïdes) décrit dans la littérature peut être attribuée à plusieurs facteurs à savoir la méthode d'extraction et la méthode de quantification. Par ailleurs, les facteurs climatiques et environnementaux (la zone géographique et la sécheresse), la période de la récolte et le stade de développement de la plante peuvent également influencer l'estimation de la teneur en poly phénols et en flavonoïdes (Locatelli M, Travaglia F, 2010)

-Les teneurs moyennes en poly phénols et en flavonoïdes totaux sont différentes selon la partie de la plante

4/ Test du piégeage du radical DPPH :

- Le DPPH est un radical libre stable avec une bande d'absorption à 517 nm. Elle perd cette absorption lorsqu'elle est réduite par un antioxydant. La méthode DPPH est employée couramment pour déterminer l'activité antioxydante des composés phénoliques purifiés ainsi que des extraits de plantes naturels (Fukumoto et Mazza, 2000 ; Brand-Williams et al., 1995).

-Dans ce test nous avons utilisé l'acide ascorbique comme standard évaluation de l'activité antibactérienne :

Les plantes contiennent de nombreux composés doués d'une action antimicrobienne Ces constituants comprennent les composés phénoliques, les flavonoïdes...

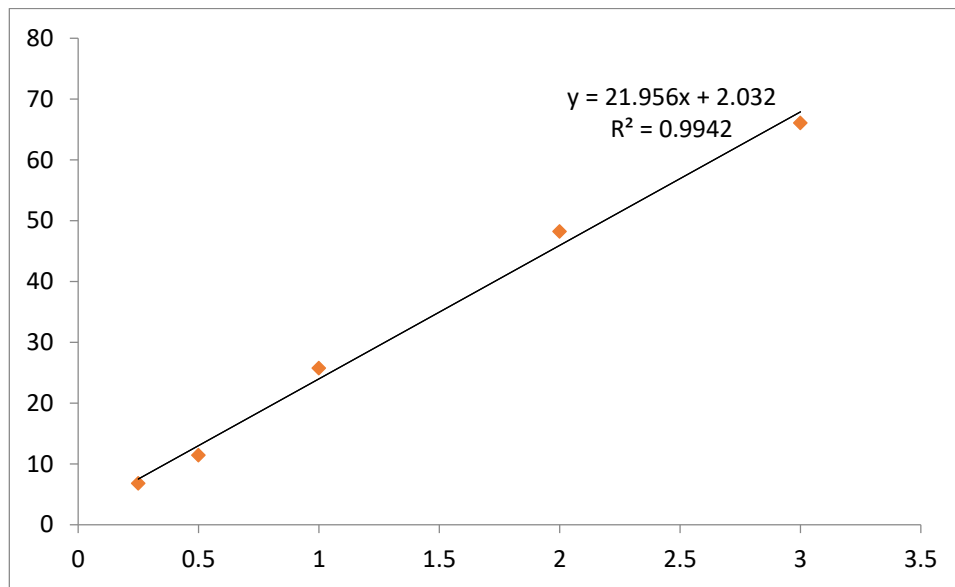


Figure 27: Pourcentage d'inhibition du DPPH en fonction des concentrations de l'extrait.

A partir des graphes ci-dessus, on observe une augmentation de pourcentage d'inhibition du radical libre proportionnellement avec l'augmentation de la concentration

5/Calcul d'IC50 :

La capacité antioxydant des différents extraits a été déterminée par ICs la concentration requise pour réduire les radicaux libres DPPH de 50%. Plus la valeur IC est faible, plus L activité Antioxydant du composé est élevée (Hobi et Eddouks, 2016).

Nous avons évalué la concentration de chaque extrait nécessaire pour réduire de 50% de DPPH ou L'IC50 des radicaux libres. L'IC a été déterminé à partir de l'équation de régression linéaire de la figure. Les valeurs sont indiquées dans le tableau ci-dessous

Tableau12 : Valeurs IC50 d'extrait de ceratonia siliqua L

Éxtrait	IC ₅₀ (mg/ml)
Extrait éthanolique	2,18

A-Activité Antioxydant :

L'écorce de caroubier est riche en composés phénoliques, tels que les tanins, qui ont des propriétés antioxydants. Référence : Djeridane, Amar, et al (2006)

B-Activité Antimicrobienne :

Des études ont montré que l'extrait d'écorce de caroubier possède une activité antimicrobienne contre diverses souches bactériennes et fongiques.

Référence : Hamad, Fatima Bet al (2015)

D'après les résultats dans le tableau 12 on a obtenu la valeur de l'activité antioxydant IC₅₀=2.18mg/ml

Les valeurs spécifiques de l'activité antioxydant de l'écorce de caroubier peuvent varier en fonction de facteurs tels que la variété de la plante, les conditions de croissance, les méthodes d'extraction et les conditions de test.

Cependant, voici quelques exemples de valeurs d'activité antioxydant rapportées dans la littérature pour l'écorce de caroubier :

Pour l'extrait d'écorce de caroubier, l'activité antioxydant peut être exprimée en termes de micromoles de vitamine C équivalents par gramme (μmol de Vitamine C Eq/g).

Une étude a rapporté une activité antioxydant ORAC de 630 $\mu\text{mol TE/g}$ (micromoles d'équivalent Trolox par gramme) pour l'extrait d'écorce de caroubier.

Une autre étude a rapporté une activité antioxydant FRAP de 340 $\mu\text{mol FeSO}_4 \text{ Eq/g}$ (micromoles d'équivalent FeSO₄ par gramme) pour l'extrait d'écorce de caroubier. Ces valeurs donnent un indication de l'activité antioxydant relative de l'écorce de caroubier, mais il est important de noter que les résultats peuvent varier selon les conditions expérimentales et les

méthodes de mesure utilisées. Pour obtenir des valeurs spécifiques et fiables, il est recommandé de consulter des études scientifiques spécifiques sur le sujet.

-Evaluation de l'activité antibactérienne :

Les plantes contiennent de nombreux composés doués d'une action antimicrobienne, Ces constituants comprennent les composés phénoliques, les flavonoïdes...

Tableau 13 : Résultats des tests de l'activité antibactérienne d'extrait 01.

Extrait 1

Souches	Références	Diamètres d'inhibitions	Observations	Gram ⁺ /-
<i>Escherichia coli</i>	ATCC 25922	14 mm	Sensible	-
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	ATCC 27853	18 mm	Très sensible	-
<i>Bacillus cereus</i>	ATCC 11778	10 mm	Sensible	+
<i>Staphylococcus aureus</i>	ATCC 25923	19 mm	Très sensible	+



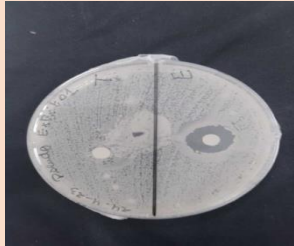
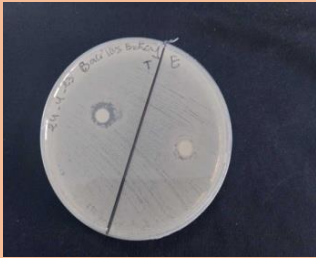
A		<i>Escherichia coli</i>
B		<i>Staphylococcus aureus</i>
C		<i>Pseudomonas aeruginosa</i>
D		<i>Bacillus cereus</i>

Figure 28 : Photos des boites de pétris après incubation montrant les zones. D'inhibition des bactéries d'extrait 1

Tableau 14 : Résultats des tests de l'activité antibactérienne d'extrait 02.**Étrait2 :**

Souches	Références	Diamètres d'inhibitions	Observations	Gram⁺/-
<i>Escherichia coli</i>	ATCC 25922	2 mm	Résistante	-
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	ATCC 27853	24 mm	Extrêmement sensible	-
<i>Bacillus cereus</i>	ATCC 11778	21 mm	Extrêmement sensible	+


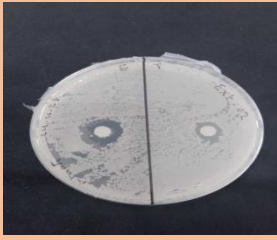

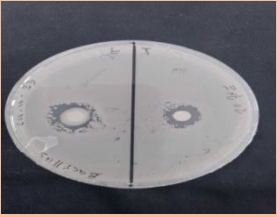
A		<i>Escherichia coli</i>
B		<i>Staphylococcus aureus</i>
C		<i>Pseudomonas aeruginosa</i>
D		<i>Bacillus cereus</i>

Figure29 : Photos des boites de pétris après incubation montrant les zones. D'inhibition des bactéries d'extrait 2

Les activités antibactériennes de l'écorce de caroubier sont souvent évaluées en mesurant son efficacité contre diverses souches bactériennes pathogènes. Ces évaluations peuvent être réalisées à l'aide de différentes méthodes, telles que la méthode de dilution en série pour déterminer la concentration minimale inhibitrice (CMI) ou la méthode de diffusion sur gélose pour évaluer l'activité antimicrobienne.

- **Voici quelques exemples de valeurs d'activité antibactérienne :**

Dans l'extrait 1 (dilué) ; Staphylococcus aureus avec des zones d'inhibition allant jusqu'à 19 mm. Escherichia coli 14mm. Pseudomonas aeruginosa 18mm. Bacillus cereus 10mm.

Et dans l'extrait 2 (CONCENTRÉ) une activité antibactérienne significative de l'extrait d'écorce de caroubier contre Staphylococcus aureus avec des zones d'inhibition allant jusqu'à 19 mm Escherichia coli 2mm. Bacillus cereus 21mm. Pseudomonas aeruginosa 24mm.

Une autre étude a rapporté une CMI de 125 µg/ml pour l'extrait d'écorce de caroubier contre Salmonella enterica.

Une recherche supplémentaire a montré une activité inhibitrice de l'extrait d'écorce de caroubier contre Helicobacter pylori, une bactérie impliquée dans les ulcères gastriques et le cancer de l'estomac.

Ces valeurs donnent un aperçu de l'activité antibactérienne potentielle de l'écorce de caroubier. Cependant, il est important de noter que les résultats peuvent varier en fonction de nombreux facteurs, notamment la méthodologie utilisée, la source de l'écorce de caroubier et les souches bactériennes testées

2-Le savon :

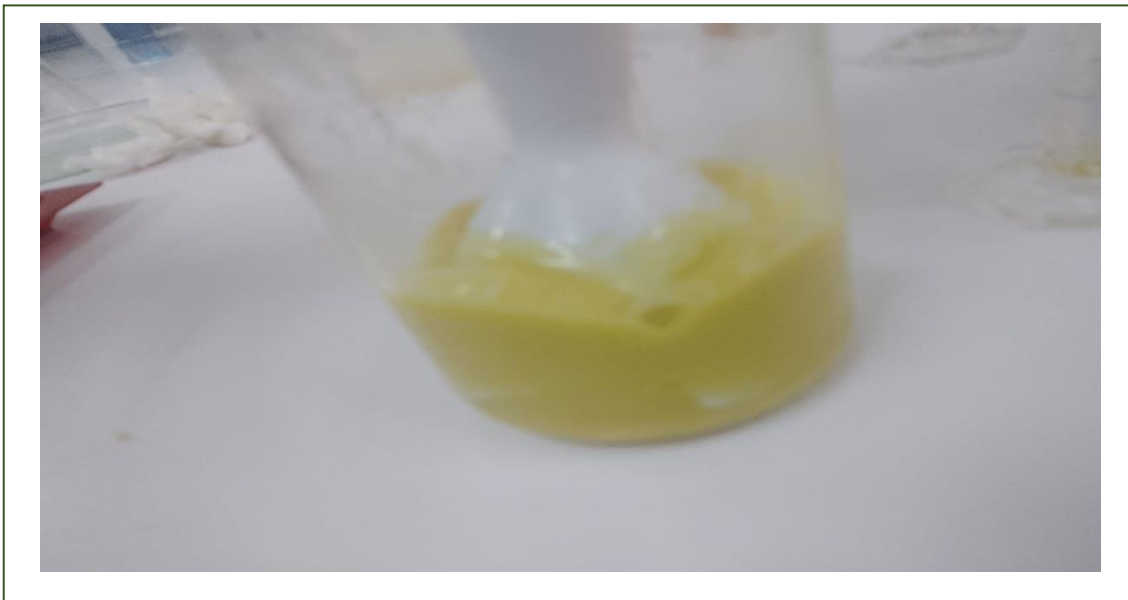
-Résultats et discussion :

-Caractéristiques morphologiques du savon obtenu

Les résultats détaillés concernant les caractéristiques morphologiques du savon obtenu sont donnés dans le tableau.

Tableau15 : Caractéristiques morphologiques du savon de Caroube

Caractéristiques morphologiques	Savon obtenu
Forme	Rose
Couleur	Marron foncé
Homogénéité	Homogène
Consistance	Sèche
Odeur	Parfumé
Poids	35.49g

**Figure 30** : Aspect du savon de Caroube

- Les résultats obtenus montrent que la couleur du Savon obtenu est Marron foncé révèle la couleur de Caroube et sa consistance est sèche avec une texture dure. Les poids nets du savon sont de 35,49g

L'aspect en général est acceptable avec une bonne odeur.

-Caractéristiques physicochimique du savon :**-pH :**

Les résultats obtenus pour le test de potentiel hydrogéné (pH) de notre savon et ceux de certains savons industriels sont présentés dans le tableau ().

Tableau 16 : Potentiel hydrogéné (pH) pour certains types du savon

Types du savon	Valeur du Ph
Savon d'écorce de caroubier	9.73
Savon du Caroube	9.61
Weel	10.31
Tibet Ball	10.32

Le tableau...montre que la valeur de pH de notre savon est de 9.73 à 25°C, qui est un pH basique. Cette valeur est comparable de celle du savon de l'écorce (pH=9.61). Par contre, la valeur de pH obtenu est supérieure à celles du savon médical (Borax) et du savon de toilettes Dove. Le pH obtenu est conforme à la norme des savons qui est fixée dans un intervalle de 7 à 10. Donc notre produit test bon.

Le pH de la peau entre 5,2 et 7,0 caractérise le type de peau. Une peau normale a un pH d'environ 6,5. La peau humaine a un pH relativement acide. Le savon est basique. Son pH est autour de 9. Lors de la toilette, il perturbe donc l'acidité de l'épiderme (Ho tentai, 1999). L'incorporation des huiles neutre permet un savonnage en douceur respectant le film hydrolipidique de la peau.

II.1.1. Total Alkali :

Les résultats obtenus pour le test de l'alcali libre caustique de notre savon et ceux de certains savons industriels sont présentés dans le tableau.

Tableau 17 : Pourcentages d'alcali total dans certains types du savon

Types du savon	L'alcali total
Savon d'écorce de caroubier	1.24
Borax (savon médicale)	0.19
Dove (savon de toilettes)	0.48
Savon fruit obtenu	2.33
Weel (savon de lessive)	1.89
Tibet bal (savon de lessive)	2.48

L'alcalinité totale signifie la présence de composants alcalins totaux (hydroxydes, oxyde de sodium (II), carbonates et bicarbonates) dans le savon fini. Les alcalins courants utilisés dans la fabrication du savon sont l'hydroxyde de potassium (KOH) et l'hydroxyde de sodium (NaOH) également connu sous le nom de soude caustique (Eu Bank *et al.*, 2006)

Les résultats obtenus (Tableau.....) pour la teneur totale en alcali d'échantillons de savon obtenu est de 1.24 %. Cette teneur est élevée par rapport aux celles des savons de toilettes commercialisés Dove et Savon d'écorce de caroubier de 0.48% et de 1.24% respectivement, ceci peut être résulte d'une mauvaise élimination de la soude, dans notre protocole expérimental lors de la préparation du savon, Par contre, notre résultat est comparable a celui mentionné par Habib *et al.*, (2016) pour les savons de lessives (Wheel et Tibet Ball) qui sont de 1.89 et de 2.48% respectivement, Le carbonate alcalin joue un rôle de détergent (élimination des saletés sur les vêtements). Par contre, l'excès de la teneur en carbonate alcalin dans notre savon est à éviter parce qu'il stresser veau toilette.

II.1.2. Détermination du pouvoir moussant de savon dans différents milieux :

La mousse est généralement définie comme étant une dispersion de gaz dans un liquide de telle façon que sa densité approche celle du gaz. Le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse dépendent de : la concentration en acides gras, de la nature des acides gras, de la température et le temps. Elle est maximale entre 20 et 40°C pour les composés ayant une longueur de chaîne de 12 à 14 atomes de carbone (Di douche, 2012).

II.1.2.1. En milieu acide :

L'ajout de la solution savonneuse au milieu acide (HCl), a permis l'obtention d'un

précipité blanc (figure, b)) et il n'y avait pas formation de mousse par rapport au témoin (figure). Le taux de mousse calculé (TM) est de 0% par rapport au témoin. Les ions carboxylates ont la base du couple $\text{RCOOH}/\text{RCOO}^-$, il se déroule à une réaction acide basique qu'on peut écrire pour l'équation.

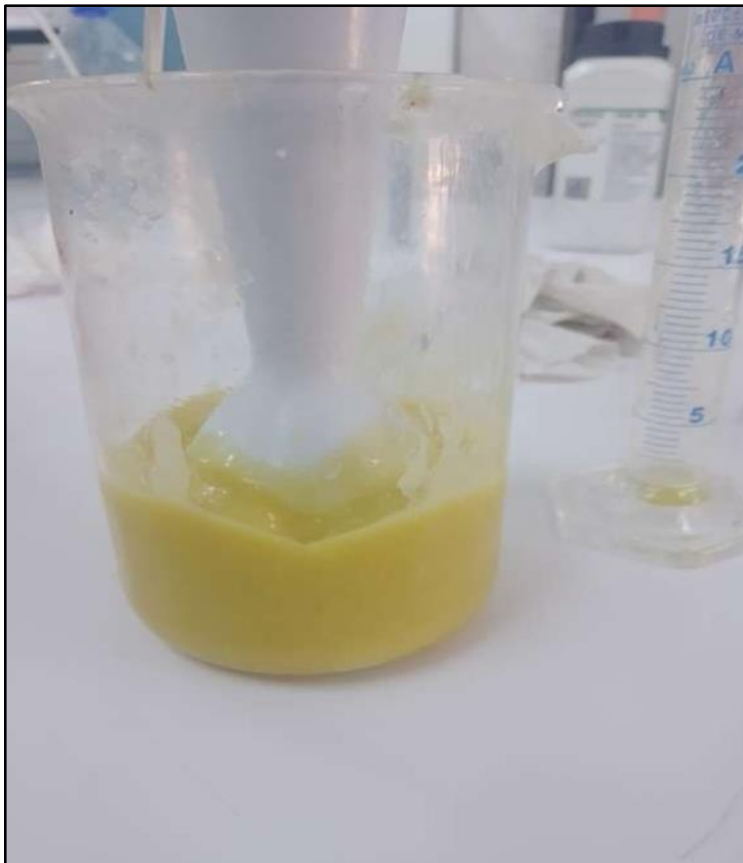


Figure 31 : Solubilité du savon

a) dans l'eau distillée :

b) dans l'acide chlorhydrique :

L'action détergente d'un savon est liée à sa solubilité dans l'eau, c'est-à-dire son pouvoir moussant. Donc un milieu acide n'est pas favorable à l'action du savon obtenu

II.1.2.2. En milieu salin :

Le pouvoir moussant du savon dans un milieu salin (NaCl) a largement diminué par rapport à l'eau distillée (figure 40). Le taux de mousse calculé (TM) est de 22.22% par rapport au témoin.

En présence d'ions sodium Na, les ions carboxylates vont agir en formant un

Précipité de carboxylate de sodium, c'est à dire du savon solide qui n'aura aucune action.

Cette réaction de précipitation a pour équation :

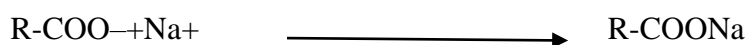


Figure32 : Solubilité du savon

A) dans l'eau distillée ;

B) dans le chlorure de Sodium

II.2.3. Test d'irritation :

Après une application du savon pendant 1 heure et 24 heures (figure), sur nos mains. Aucune réaction cutanée n'a été observée sur la zone traitée. Notre savon peut être considéré comme non irritant.



Figure 33 : Résultats du test d'irritation :

A) Lavage par le savon.

B) Après 1 heure

II.2.4. Test de la langue :

Les volontaires sont suggérés quel savon de Caroube aura simplement un goût savonneux ça veut dire que notre savon n'est pas caustique



Figure 34 : Teste de langue

-Les savons à base d'écorce de caroubier sont de plus en plus populaires en raison de leurs propriétés hydratantes et apaisantes pour la peau. Certains vantent également leurs propriétés anti-inflammatoires et antibactériennes.

Certains utilisateurs trouvent que les savons à base d'écorce de caroubier sont très doux et conviennent même aux peaux sensibles. D'autres apprécient leur parfum naturel et leur composition entièrement naturelle.

Cependant, d'autres personnes peuvent préférer des savons avec d'autres ingrédients ou préférer des produits plus parfumés. Certains peuvent également être préoccupés par le coût potentiellement plus élevé de ces savons par rapport à d'autres options plus conventionnelles. En fin de compte, chacun a des préférences différentes en matière de savons et il est important de trouver celui qui convient le mieux à votre peau et à vos besoins.

Conclusion :

En Algérie, hormis le conditionnement et la fabrication de l'huile de caroube à partir de caroube molle, il n'existe aucune entreprise disposant d'une technologie de transformation de la caroube. Face à ce constat, afin de corriger le tir pour une meilleure valorisation de ce produit, il est nécessaire d'étudier sa transformation (sirop, vinaigre en poudre, etc.) et de l'intégrer dans d'autres industries pour générer de nouveaux produits, par exemple : fabrication de savon.

Cette recherche permet de transformer la caroube par des méthodes traditionnelles en sirop de caroube (caroube), un aliment riche en sels minéraux, vitamines et antioxydants, qui sont ensuite incorporés dans la fabrication du savon, favorisant ainsi le caroubier.

Le savon est préparé selon la méthode à froid et ses principaux ingrédients sont des solutions de caroube, d'olive, de noix de coco et de soude ainsi que de l'huile essentielle de lavande pour parfumer le savon.

Les caractéristiques morphologiques montrent que le savon de caroube obtenu a une couleur foncée, une texture dure, un aspect uniforme et une odeur aromatique.

L'analyse physique et chimique du savon montre :

- Le pH du savon est de 9,61, ce qui correspond à la norme. La teneur totale en alcalis est de 2,33 %, ce qui est supérieur au savon commercial et équivalent au savon à lessive.
- Le pouvoir moussant du savon obtenu est de 0 %. Un environnement acide représente 20% d'un environnement salin. En effet, les savons dont le pH est supérieur à celui de la peau, c'est-à-dire les savons alcalins qui contiennent un excès de carbonates alcalins, peuvent irriter la peau et peuvent être considérés comme des savons nettoyants et ne sont donc pas recommandés pour un usage personnel.

En revanche, les résultats des tests départementaux, à savoir le test d'irritation et le test de la langue, indiquent que le savon synthétique est non irritant et non corrosif, mais ces tests ne suffisent pas et d'autres tests sont nécessaires pour mieux caractériser la qualité du ce savon... À long terme, nous espérons :

- ✓ Éliminez l'eau gazeuse du processus de production en la rinçant à l'eau distillée plusieurs fois de suite pour de meilleurs résultats.

CONCLUSION

- ✓ Colorants ajoutés, conservateurs et conservateurs naturels Analyses ensorie Ile parjury d'experts Détermination de l'activité antiseptique du savon Déterminez quand la persistance du savon disparaît ; Mener des recherche sapprofondies en chimie et en microbiologie pour élargir les usages de ce savon,

Références Bibliographiques

Abderrahman, A. (1996). Le caroubier.

Ahn, S. H., Kim, M., & Buratowski, S. (2004). Phosphorylation of serine 2 within the RNA polymerase II C-terminal domain couples' transcription and 3' end processing. *Molecular cell*, 13(1), 67-76.

Alfaro, L., Kalemli-Ozcan, S. et Volosovych, V. (2007). Flux de capitaux dans un monde globalisé : le rôle des politiques et des institutions. Dans Contrôles des capitaux et flux de capitaux dans les économies émergentes : politiques, pratiques et conséquences (pp. 19-72). Presses de l'Université de Chicago.

Arban, E. (2015). Recentraliser la subsidiarité : interprétations de la Cour constitutionnelle italienne. *Études régionales et fédérales*, 25 (2), 129-144.

Ashraf, M. (2016, January). Managing water scarcity in Pakistan: moving beyond rhetoric. In *Proceedings of AASSA-PAS regional workshop on challenges in water security to meet the growing food requirement*. Pakistan Academy of Sciences, Islamabad (pp. 3-14).

Baker, J. G., Centrella, J., Choi, D. I., Koppitz, M., van Meter, J. R., & Miller, M. C. (2006). Getting a kick out of numerical relativity. *The Astrophysical Journal*, 653(2), L93.

Bammou, M., Daoudi, A., Sellam, K., ElRhaffari, L., Ibjibijen, J., & Nassiri, L. (2015). Étude Ethnobotanique des Astéracées dans la Région Meknès-Tafilalet (Maroc)/ [Ethnobotanical Survey of Asteraceae Family used in Meknes-Tafilalet Region (Morocco)]. *International Journal of Innovation and Applied Studies*, 13(4), 789.

Battle, I., & Tous, J. (1997). Carob tree. *Ceratonia siliqua*, 92.

Belabbas Souheila, B., & zed Abeoub, C. Etude de l'activité antioxydant et antibactérien des extraits aqueux et méthanoliques de la plante médicinale *Glycyrrhiza glabra* L. de quatre régions.

Benmahioul, B., Harche, MK et Daguin, F. (2011). Le caroubier, une espèce méditerranéenne à usages multiples. *Forêt méditerranéenne*, 32 (1), 51-58.

Biner, B., Gubbuk, HAM İ. DE, Karhan, MUSTAFA, Aksu, M. et Pekmezci, M. (2007). Profils de sucre des gousses de caroubiers cultivés et sauvages (*Ceratonia siliqua* L.) en Turquie. *Chimie alimentaire*, 100 (4), 1453-1455.

Biner, B., Gubbuk, HAM İ. DE, Karhan, MUSTAFA, Aksu, M. et Pekmezci, M. (2007). Profils de sucre des gousses de caroubiers cultivés et sauvages (*Ceratonia siliqua* L.) en Turquie. *Chimie alimentaire*, 100 (4), 1453-1455.

Boizot, N., & Charpentier, J. P. (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Le Cahier des Techniques de l'INRA*, In : Numéro spécial, 79-82.

Références Bibliographiques

Boukraâ, D., Belabid, L., Benabdelli, K., & Hssaine, A. (2015). Role of salicylic acid in induction of plant defense system in chickpea Fusarium wilt caused by *Fusarium oxysporum* f. sp. *ciceris*. *BIOSCIENCE RESEARCH*, 12(1-2), 14-20.

Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. L. W. T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology*, 28(1), 25-30.

Calixto, FS et Cañellas, J. (1982). Composants d'intérêt nutritionnel des gousses de caroube (*Ceratonia siliqua*). *Journal de la science de l'alimentation et de l'agriculture*, 33 (12), 1319-1323.

Celikel, N., & Kavas, G. (2008). Antimicrobial properties of some essential oils against some pathogenic microorganisms. *Czech journal of food sciences*, 26(3), 174.

Chaabi, M. (2008). *Étude phytochimique et biologique d'espèces végétales africaines : Euphorbia stenoclada* Baill. (*Euphorbiaceae*), *Anogeissus leiocarpus* Guill. & Perr. (*Combretaceae*), *Limoniastrum feei* (Girard) Batt. (*Plumbaginaceae*) (Doctoral dissertation, Université Louis Pasteur (Strasbourg) (1971-2008)).

Chitt, M. A., Belmir, H., & Lazrak, A. (2007). Production de plants sélectionnés et greffés de caroubier. *Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA MAPM/DERD*, 153, 1-4.

Coucke, P., & Zouhair, A. (1996). Mort mitotique ou mort apoptotique par irradiation : Même combat ? *Médecine et hygiène*, 54(2121).

Cowan, N. (1999). An embedded-processes model of working memory. *Models of working memory: Mechanisms of active maintenance and executive control*, 20(506), 1013-1019

Craig, WJ et Nguyen, TT (1984). Niveaux de caféine et de théobromine dans les produits à base de cacao et de caroube. *Journal des sciences alimentaires*, 49 (1), 302-303.

Dakia, PA, Blecker, C., Robert, C., Wathelet, B. et Paquot, M. (2008). Composition et propriétés physicochimiques de la gomme de caroube extraite de graines entières par prétraitement de décorticage acide ou à l'eau. *Hydrocolloïdes alimentaires*, 22 (5), 807-818.

Diallo, D., Sanogo, R., Yasambou, H., Traoré, A., Coulibaly, K., & Maïga, A. (2004). Étude des constituants des feuilles de *Ziziphus mauritiana* Lam. (*Rhamnaceae*), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali. *Comptes rendus. Chimie*, 7(10-11), 1073-1080.

Diamantoglou, S. et Mitrakos, K. (1981, octobre). Longévité des feuilles des sclérophylles à feuilles persistantes méditerranéennes. Dans *Composantes de productivité des régions climatiques méditerranéennes, aspects fondamentaux et appliqués : Actes du Symposium international sur la photosynthèse, la production primaire et l'utilisation de la biomasse dans les écosystèmes de type méditerranéen, tenu à Kassandra, Grèce, du 13 au 15 septembre 1980* (pp. 17- 19). Dordrecht : Springer Pays-Bas.

Références Bibliographiques

Didouche, Z. (2012). *Effet du dosage et du type de superplastifiant sur comportement calorimétrique des ciments composés* (Doctoral dissertation, EZZIANE Karim).

Djeridane, A., Yousfi, M., Brunel, J. M., & Stocker, P. (2010). RETRACTED: Isolation and characterization of a new steroid derivative as a powerful antioxidant from *Cleome arabica* in screening the in vitro antioxidant capacity of 18 Algerian medicinal plants.

Dohou, R., Yamni, K., Tahrouch, S., Hassani, L. I., Badoc, A., & Gmira, N. (2003). Screening phytochimique d'une endémique iberomarocaine, *Thymelaea lythroides*. *Bulletin-Société de Pharmacie de Bordeaux*, 142(1/4), 61-78.

El Hajaji, H., Lachkar, N., Alaoui, K., Cherrah, Y., Farah, A., Ennabili, A., ... & Lachkar, M. (2011). Antioxidant activity, phytochemical screening, and total phenolic content of extracts from three genders of carob tree barks growing in Morocco. *Arabian Journal of Chemistry*, 4(3), 321-324.

Ennabili, A., & Gharnit, N. (2003). Effets d'aménagements du littoral tétouanais (nord-ouest du Maroc) sur la végétation hygrophile (Spermatophyta). *Acta Botanica Barcinonensia*, 199-216.

Fukumoto, L. R., & Mazza, G. (2000). Assessing antioxidant and prooxidant activities of phenolic compounds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 48(8), 3597-3604.

Gharnit, N., El Mtili, N., Toubi Ennabili, A., & Ennabili, A. (2001). Social characterization and exploitation of carob tree (*Ceratonia siliqua* L.) from Mokrisset and Bab Taza (NW of Morocco). *Sci. Lett*, 3(2), 1-10.

Ghazi, F., & Sahraoui, S. (2005). Evolution des composés phénoliques et des caroténoïdes totaux au cours de la maturation de deux variétés de dattes communes : Tantboucht et Hamraïa. *Mémoire d'ingénieur. Institut national d'agronomie. Alger*.

Gruber, N., Hauri, C., Lachkar, Z., Loher, D., Frölicher, T. L., & Plattner, G. K. (2012). Rapid progression of ocean acidification in the California Current System. *science*, 337(6091), 220-223.

Guerra, C., Schuhmacher, A. J., Cañamero, M., Grippo, P. J., Verdaguer, L., Pérez-Gallego, L., ... & Barbacid, M. (2007). Chronic pancreatitis is essential for induction of pancreatic ductal adenocarcinoma by K-Ras oncogenes in adult mice. *Cancer cell*, 11(3), 291-302.

Hadjoudj, O., Bensemmane, R., Saoud, Z., & Reggabi, M. (2014). Pollution des eaux souterraines de la mitidja par les nitrates : État des lieux et mesures correctives. *European journal of water quality*, 45, 57-68.

Hamad, F. B., & Mubofu, E. B. (2015). Potential biological applications of bio-based anacardic acids and their derivatives. *International Journal of Molecular Sciences*, 16(4), 8569-8590.

Références Bibliographiques

Heckman, TM, Baum, SA, Van Breugel, WJM et McCarthy, P. (1989). Propriétés dynamiques, physiques et chimiques des nébuleuses à raies d'émission dans les flux de refroidissement. *Journal d'astrophysique*, partie 1 (ISSN 0004-637X), vol. 338, 1er mars 1989, p. 48-77. Recherche soutenue par la Fondation Alfred P. Sloan et l'Observatoire national de radioastronomie. , 338 , 48-77.

Johnson, LL, Casillas, E., Collier, TK, McCain, BB et Varanasi, U. (1988). Effets des contaminants sur le développement ovarien de la sole anglaise (*Parophrys vetulus*) de Puget Sound, Washington. *Revue canadienne des sciences halieutiques et aquatiques*, 45 (12), 2133-2146.

Kandic, N. (1999). Testimonianze : Serbia, Kosovo, Montenegro.

Koffi, J. (2009). *Analyse multicritère des stratégies de ventilation en maisons individuelles* (Doctoral dissertation, Université de la Rochelle).

Linskens, HF et Scholten, W. (1980). La fleur de caroube. *Portugaliae Acta Biologica*, A, 16 (1/4), 95-101.

Locatelli, M., Travaglia, F., Coisson, J. D., Martelli, A., Stévigny, C., & Arlorio, M. (2010). Total antioxidant activity of hazelnut skin (*Nocciola Piemonte PGI*): Impact of different roasting conditions. *Food chemistry*, 119(4), 1647-1655.

Makris, DP et Kefalas, P. (2004). Gousses de caroube (*Ceratonia siliqua* L.) comme source d'antioxydants polyphénoliques. *Technologie alimentaire et biotechnologie*, 42 (2), 105-108.

Mathieu, AM, Albanel, C., Bré, S. et Lesage, T. (1990). Consentement et « placement » des personnes âgées : résultats d'une enquête. *Gérontologie et société*, (2), 24-29.

Melgarejo Moreno, P. et Salazar Hernández, DM (2003). *Tratado de fruticultura para zonas áridas y semiáridas* (Vol. II). Algarrobo, Granada et Jinjolo.

Mitrakos, K. (1981, octobre). Réponses à la germination en température dans trois sclérophylles à feuilles persistantes méditerranéennes. Dans *Composantes de productivité des régions climatiques méditerranéennes Aspects fondamentaux et appliqués : Actes du Symposium international sur la photosynthèse, la production primaire et l'utilisation de la biomasse dans les écosystèmes de type méditerranéen*, tenu à Kassandra, Grèce, du 13 au 15 septembre 1980 (pp. 277- 279). Dordrecht : Springer Pays-Bas.

Mohamed Amine, B. (2021). *Etude de la reproduction et la croissance du caroubier-Ceratonia siliqua* (Doctoral dissertation, Université laarbi tebessi tebessa).

Molyneux, P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. sci. technol*, 26(2), 211-219. Molyneux, P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. sci. Technol*, 26(2), 211-219.

Références Bibliographiques

Nabli, MK et Nugent, JB (1989). La nouvelle économie institutionnelle et son applicabilité au développement. *Développement mondial*, 17 (9), 1333-1347.

Najaa'Mokhtar, A. (2011). Teknik Pengamalan Khalwah dalam Tariqah di Malaysia. *AL-'ABQARI : Journal of Islamic Social Sciences and Humanities*.

Nandula, V. K., Eubank, T. W., Poston, D. H., Koger, C. H., & Reddy, K. N. (2006). Factors affecting germination of horseweed (*Conyza canadensis*). *Weed Science*, 54(5), 898-902.

Neukom, R. et Gergis, J. (2012). Records paléoclimatiques à haute résolution de l'hémisphère sud des 2000 dernières années. *L'Holocène*, 22 (5), 501-524.

Nizard, C., Martin, M., & Decloitre, F. (1993). Cytoskeleton modifications induced by phenobarbital, 2-acetylaminofluorene and 4-acetylaminofluorene in normal and initiated/selected hepatocytes: Relation with the "resistant" phenotype. *Cell biology and toxicology*, 9, 61-76.

Oszmiański, J., Wolniak, M., Wojdyło, A., & Wawer, I. (2008). Influence of apple purée preparation and storage on polyphenol contents and antioxidant activity. *Food Chemistry*, 107(4), 1473-1484.

Owen, RW, R. Haubner, WE Hull, G. Erben, B. Spiegelhalder, H. Bartsch et B. Haber. Isolement et élucidation de la structure des principaux polyphénols individuels de la fibre de caroube. *Toxicologie alimentaire et chimique*, 41 (12), 1727-1738.

Petit, MD, et Pinilla, JM (1995). Production et purification d'un sirop de sucre à partir de gousses de caroube. *LWT-Science et technologie alimentaire*, 28 (1), 145-152.

Pietta, P. G., Gardana, C., & Pietta, A. M. (2002). Analytical methods for quality control of propolis. *Fitoterapia*, 73, S7-S20.

Rejeb, J., Sarkar, T., & Arvas, E. (1995). Extension of the MoM Laplacian solution to the general Helmholtz equation. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 43(11), 2579-2584.

Rejeb, MN, Laffray, D. et Louguet, P. (1991). Modification de la conductance stomatique de diverses origines tunisiennes de caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) soumises à une contrainte hydrique prolongée. *L'amélioration des plantes pour l'adaptation aux milieux arides*. France : John Libbey Eurotext, 149-158

Ribéreau-Gayon, P. (1968). Applications de la chromatographie en phase gazeuse a l'œnologie. *Conn. Vigne Vin*, 2, 11-123.

Roukas, T. (1993). Production d'éthanol à partir de gousses de caroube par *Saccharomyces cerevisiae*. *Biotechnologie alimentaire*, 7 (2), 159-176.

Références Bibliographiques

Roukas, T. (1996). Ethanol production from non-sterilized beet molasses by free and immobilized *Saccharomyces cerevisiae* cells using fed-batch culture. *Journal of Food Engineering*, 27(1), 87-96.

Roukas, T. (1998). Pretreatment of beet molasses to increase pullulan production. *Process Biochemistry*, 33(8), 805-810.

Ruiz-Roso, B., Quintela, J. C., de la Fuente, E., Haya, J., & Pérez-Olleros, L. (2010). Insoluble carob fiber rich in polyphenols lowers total and LDL cholesterol in hypercholesterolemic subjects. *Plant foods for human nutrition*, 65, 50-56.

Taieb, A., & Mounira, E. E. (2022). Pilot findings on SARS-CoV-2 vaccine-induced pituitary diseases: a mini review from diagnosis to pathophysiology. *Vaccines*, 10(12), 2004.

Tapas, A. R., Sakarkar, D. M., & Kakde, R. B. (2008). Flavonoids as nutraceuticals: a review. *Tropical journal of pharmaceutical research*, 7(3), 1089-1099.

Tassone, F., Hagerman, R. J., Taylor, A. K., Gane, L. W., Godfrey, T. E., & Hagerman, P. J. (2000). Elevated levels of FMR1 mRNA in carrier males: a new mechanism of involvement in the fragile-X syndrome. *The American Journal of Human Genetics*, 66(1), 6-15.

Tubiello, FN, Salvatore, M., Rossi, S., Ferrara, A., Fitton, N. et Smith, P. (2013). La base de données FAOSTAT sur les émissions de gaz à effet de serre provenant de l'agriculture. *Lettres de recherche environnementale*, 8 (1), 015009.

Vanhoye, A. (1962). L'utilisation du livre d'Ezéchiel dans l'Apocalypse. *Biblica*, 43(3), 436-476.

Willhalm, T., Popovici, N., Boshmaf, Y., Plattner, H., Zeier, A., & Schaffner, J. (2009). SIMD-scan: ultra-fast in-memory table scan using on-chip vector processing units. *Proceedings of the VLDB Endowment*, 2(1), 385-394.

Yves-Alain, B., Janat, A., Mamyrbekova, B., Boua, B., Fézan, H., & Tra, B. I. (2007). Étude ethnobotanique et screening phytochimique de *Caesalpinia benthamiana* (Baill.) Herend. et Zarucchi (Caesalpinaceae). *Sciences & Nature*, 4(2), 217-225.

Zamorano, J. L., Lancellotti, P., Rodriguez Munoz, D., Aboyans, V., Asteggiano, R., Galderisi, M., ... & Suter, T. M. (2016). 2016 ESC Position Paper on cancer treatments and cardiovascular toxicity developed under the auspices of the ESC Committee for Practice Guidelines: The Task Force for cancer treatments and cardiovascular toxicity of the European Society of Cardiology (ESC). *European heart journal*, 37(36), 2768-2801.

Zitouni, B. (2010). Agglomérer : une anatomie de l'extension bruxelloise (1828-1915) (Vol. 3). ASP/VUBPRESS/UPA

