

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

تعماد ي للايح اتماعنوب

Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana

Faculté des sciences de la nature et de la vie et des sciences de la terre

Département de biologie



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention de diplôme de **Master** en

Domaine : Science de la Nature et de la vie

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Microbiologie Appliquée

Etude de l'activité biologique des extraits de *Ceratonia siliqua*

Présenté par:

- ZITOUNI Ghania
- HOUARI Wissam
- KHABCHER Nadjah

Devant le jury :

Mr Amrouche Z.	MCA	Président	(U.D.B Khemis Miliana)
Mr Brada M.	Prof	Promoteur	(U.D.B Khemis Miliana)
Mme Benouaklil F.	MCB	Examinatrice	(U.D.B Khemis Miliana)

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

Après la fin des travaux, il n'y a rien de plus beau ni de plus doux que la louange et la grâce à Dieu, comme il se doit à la gloire de son visage et à la grandeur de son autorité, et comme il se doit à sa grande bonté et sa grande bienveillance pour ce qu'il nous a accordé pour compléter cette modeste recherche et prières et paix soient sur le prophète et le plus honorable.

Nous ne pouvons que féliciter et remercier chaleureusement tous ceux qui ont contribué à la réalisation de cette recherche, et nous mentionnons en particulier le promoteur de notre recherche, le professeur Dr. Moussa Brada.

Je voudrais remercier les jurys Mr. Amrouch et Mme. Benouaklil, pour avoir discuté de la mémoire, et ils ont tous les appréciations.

Nous remercions également tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin, même par un mot gentil.



Dédicaces

*L'histoire s'est terminée et j'ai levé mon chapeau en disant
au revoir aux années qui s'étaient écoulées.*

*Je dédie ma remise de diplôme à celle qui est restée éveillée
la nuit pour éclairer mon chemin, à celle qui m'a soutenu
par ses prières, à la plus merveilleuse femme dans
l'existence, ma chère mère.*

*À celui qui m'a appris que le monde est un combat et que
son arme est la science et la connaissance, à celui qui s'est
efforcé pour mon confort et mon succès, au plus grand
homme de l'univers, mon cher père.*

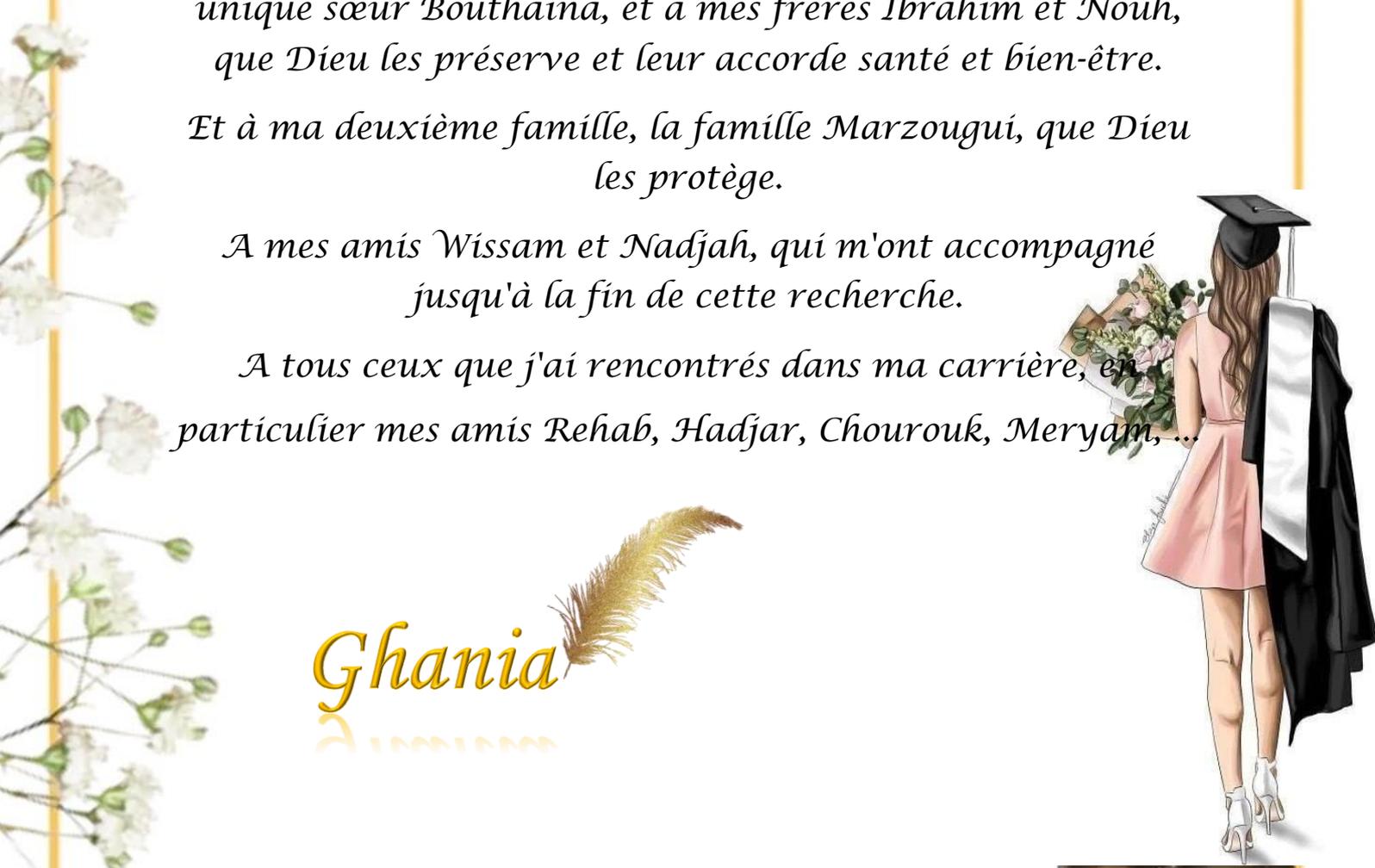
*À celui qui m'a soutenue dans mon parcours universitaire, à
celui qui m'a encouragée et motivée, et qui n'a ménagé ni
temps ni effort pour m'aider, à mon cher mari et compagnon
de route.*

*Je dédie le fruit de ma réussite à ma chère et précieuse
unique sœur Bouthaina, et à mes frères Ibrahim et Nouh,
que Dieu les préserve et leur accorde santé et bien-être.*

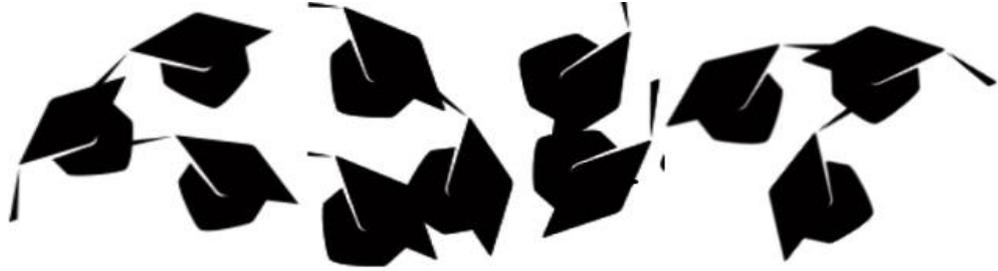
*Et à ma deuxième famille, la famille Marzougui, que Dieu
les protège.*

*À mes amis Wissam et Nadjah, qui m'ont accompagné
jusqu'à la fin de cette recherche.*

*À tous ceux que j'ai rencontrés dans ma carrière, en
particulier mes amis Rehab, Hadjar, Chourouk, Meryam, ...*



Ghania



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail, à :

L'âme pure de mon père.

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

Mes chères frères Mohamed et Ali et toute ma famille.

Mes fidèles amis : Bouchra, Abd allah, ikram, Lojain, Mahdi.

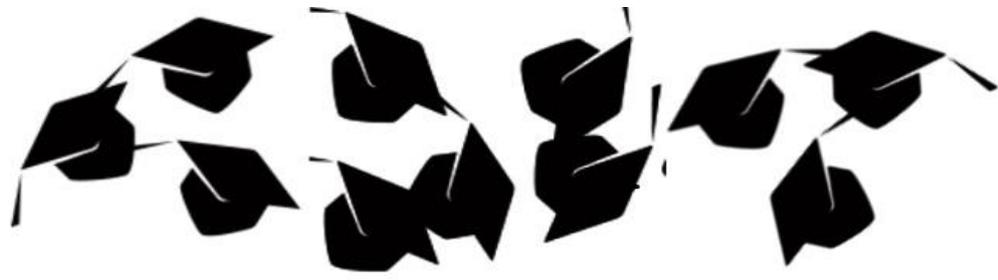
Mes amis éloignés qui ont été une source de soutien et d'aide pour moi.

Mes partenaires dans ce travail Nadjah et Ghania pour leur honnêteté, leur attention et tous les beaux moments que nous avons partagés.

A tous mes professeurs, et tous ceux qui me sont chers.

Wissam





Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à :
tous les personnes qui m'encouragent toujours aux moments
difficiles.*

Mon père:

*Mon soutien et ma force dans la vie, merci mon père pour
tout ce que tu m'as donné.*

Ma mère:

*La lumière de ma vie et le secret de mon bonheur, je
remercie ma mère d'être à mes côtés et de m'aider à
atteindre ce succès.*

*Mes Soeurs et mes frères: Soulef, Sabrina, Faïza, Hadil,
Nabil, Youssef*

*Je dédie mes salutations à mes grands-mères et à toute ma
famille élargie*

*Je remercie également mes amis qui m'ont soutenu et aidé
dans ce travail: Bouchra, Ikram, Mohamed.*

Mes partenaires mémo: Wissam, Ghania

Tous mes amis restants que je n'ai pas mentionnés.

Nadjah



Résumé

Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L) de la famille des légumineuses, originaire de la région méditerranéenne, est cultivé pour ses multiples bienfaits. Le but de ce travail est d'extraire les huiles essentielles de caroube et d'étudier leur activité biologique. Selon la recherche, *C. siliqua* est très riche en polyphénols et possède une teneur très faible en huiles essentielles. Cette plante a une valeur économique non négligeable car les gousses et les graines sont riches en glucides, en fibres alimentaires, en lipides et en protéines. Cette espèce est également riche en acides aminés tels que l'acide aspartique, l'alanine et la valine. Dans ce travail, l'extraction des huiles essentielles a été réalisée par hydrodistillation et le rendement obtenu est négligeable. L'activité biologique n'a pu être réalisée. Une installation d'extraction semi pilote pourrait être utilisée afin d'obtenir une quantité appréciable d'huile essentielle et l'exploiter. A la meilleure connaissance des auteurs, *C. siliqua* pourrait être utilisée dans les industries agro-alimentaires et

ملخص

شجرة الخروب (*Ceratonia siliqua* L) من عائلة البقوليات، موطنها منطقة البحر الأبيض المتوسط، تُزرع لفوائدها العديدة. الهدف من هذا العمل هو استخراج الزيوت الأساسية من الخروب ودراسة نشاطها البيولوجي. وفقاً للدراسات، فإن *C. siliqua* غني جداً بالبوليفينول ويحتوي على نسبة منخفضة جداً من الزيوت الأساسية. هذا النبات له قيمة اقتصادية كبيرة لأن القرون والبذور غنية بالكربوهيدرات والألياف الغذائية والدهون والبروتينات، وهو غني أيضاً بالأحماض الأمينية مثل حمض الأسبارتيك والألانين والفالين. في هذا العمل، تم استخلاص الزيوت العطرية عن طريق التقطير المائي والعائد الذي تم الحصول عليه ضئيل إن لا يمكن تنفيذ النشاط البيولوجي. يمكن استخدام منشأة استخراج شبيهة تجريبية للحصول على كمية كبيرة من الزيت العطري واستغلالها. إلى حد علم الباحثين، يمكن استخدام *C. siliqua* في الصناعات الغذائية والدوائية.

Abstract

The carob tree (*Ceratonia siliqua* L) from the legume family, native to the Mediterranean region, is cultivated for its many benefits. The aim of this work is to extract essential oils from carob and to study their biological activity. According to the literature, *C. siliqua* is very rich in polyphenols and has a very low content of essential oils. This plant has significant economic value because the pods and seeds are rich in carbohydrates, dietary fiber, lipids and proteins. This species is also rich in amino acids such as aspartic acid, alanine and valine. In this work, the extraction of essential oils was carried out by hydrodistillation and the yield obtained is negligible. Biological activity could not be performed. A semi-pilot extraction facility could be used to obtain a significant amount of essential oil and exploit it. To the authors' best knowledge, *C. siliqua* could be used in the food and pharmaceutical industries.

Liste des abréviations

AIB : acide indole-3-butyrique.

APG : L'Angiosperme phylogénie group.

ATCC : American Type Culture Collection

DPPH : diphenyl-1-picrylhydrazyl.

DMSO : Diméthylsulfoxyde

FAOSTAT : Food and Agriculture Organisation Corporate Statistical Database.

FRAP : Ferric ion Reducing Antioxydant Power.

HE: Huile essentielle

Liste des figures



Liste des figures

N° de Figure	Titre	Page
01	Caroubier	06
02	Racines et le tronc d'un caroubier	07
03	Feuilles du caroubier	08
04	Fleurs de caroubes en grappes	08
05	Fruit de caroube	09
06	Graines de fruit du caroubier	09
07	Distribution géographique du caroubier	11
08	Répartition du caroubier dans le monde	15
09	Blanc de caroube (<i>Oidium ceratoniae</i>)	17
10	Cochenille de la caroube	17
11	Zeuzène au stade larvaire	18
12	Larve de <i>Myelois ceratoniae</i>	18
13	Pitymys	18
14	Produit alimentaire de caroube (cacao, confiture)	19
15	Huile de caroube bio et naturelle	20
16	Glandes sécrétrices	24
17	Extraction par hydro distillation	25
18	Extraction par entraînement à la vapeur	26
19	Structure des acides hydroxy benzoïques	30
20	Structure des acides hydroxy cinnamiques	30
21	Structure d'une molécule de coumarine	31
22	Structure des tanins hydrolysables	32
23	Principales formes des tanins	33

Liste des figures

24	Organes aériens de <i>Ceratonia siliqua</i>	39
25	Wilaya d'Ain defla	40
26	Hydrodisstillateur	41

Table des matières



Liste des tableaux

N° de Tableau	Titre	Page
I	Estimation de la surface cultivée, de la caroube en Algérie	12
II	Production et rendement de la caroube en Algérie	16

Table des matières

Remerciements

Dédicaces

Résumé

Abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I. Matière végétale : <i>Ceratonia siliqua</i>	5
1. Généralités sur la famille des fabacées	5
2. Taxonomie et terminologie commune.....	5
3. Classification botanique de <i>Ceratonia Siliqua L</i>	6
4. Description botanique de la plante	6
a. Racines.....	6
c. Feuille	7
d. Fleurs	8
e. Fruits.....	8
f. Graines	9
5. Composition chimique de <i>Ceratonia siliqua L</i>	9
6. Origine et distribution du caroubier.....	9
a. Origine du caroubier :.....	9
b. Distribution géographique du caroubier	10
7. Ecologie du caroubier	11
8. Exigence édapho - climatique du caroubier	12
a. Climat	12
b. Eau	12
c. Sol.....	12
9. Reproduction et la multiplication de <i>Ceratonia siliqua</i>	12
a. Reproduction du caroubier	12
b. Multiplication du caroubier.....	13
10. Production du caroubier	14
a. Dans le monde.....	14
b. En Algérie.....	15

Table des matières

11.	Récolte du caroubier	15
12.	Maladies et ennemis	16
a.	Maladies	16
b.	Parasites	16
13.	Propriétés et utilisations du caroubier	17
a.	Propriétés	17
b.	Utilisation des produits de caroube.....	18
14.	Effets indésirables des produits de caroube	20
Chapitre II. Travaux antérieurs sur <i>Ceratonia Siliqua</i>		23
I.	Composition chimique de <i>Ceratonia siliqua</i>	23
A.	Huiles essentielles.....	23
1.	Définition des huiles essentielles.....	23
2.	Localisation des huiles essentielles dans la plante	23
3.	Extraction de l'huile essentielle	24
a.	Extraction par hydrodistillation	24
b.	Extraction par entraînement à la vapeur d'eau	24
c.	Autres méthodes d'extraction.....	26
4.	Composition chimique des huiles essentielles	27
a.	Terpènes et terpénoïdes	27
b.	Composés aromatiques	27
5.	Caractères physico-chimiques des huiles essentielles :	27
6.	Utilisation des huiles essentielles	28
a.	Phytothérapie	28
b.	Agro-alimentaire.....	28
c.	Parfumerie et cosmétologie	28
d.	Agriculture	29
B.	Huiles végétales	29
1.	Définition.....	29
2.	Sources des huiles végétales.....	29
a.	Traitement des graines.....	29
b.	Nettoyage et préparation des grains	30
c.	Décorticage	30
d.	Broyage et aplatissage	30
e.	Cuisson	30
f.	Pression.....	30
3.	Extraction des huiles végétales	30

Table des matières

a.	Par Pression (extraction physique)	31
b.	Extraction par solvataion (l'extraction chimique)	32
4.	Composition chimique des huiles végétales	33
a.	Triglycérides	33
b.	Tonstituants mineurs	33
5.	Classification des huiles	34
a.	En fonction du mode d'utilisation	34
1/	Huiles végétale pour friture et assaisonnement	34
2/	Huiles végétales pour assaisonnement	34
b.	En fonction de la Compositions en acides gras	34
6.	Différents types d'huiles végétales	35
C.	Polyphénols	35
1.	Présentation des polyphénols.....	35
2.	Classification des polyphénols	35
a.	Phénols simples (C6).....	36
b.	Composés phénoliques complexes.....	37
1/	Flavonoides	37
2/	Tanines	37
3.	Biosynthèse des polyphénols.....	40
a.	Voie de l'acide shikimique	40
b.	Voie de l'acétate malonate	40
II.	Activités biologiques de l'huile essentielle	40
1.	Activité anti inflammatoire	40
2.	Activité antimicrobienne	40
3.	Activité antidiabétique	40
4.	Activité antioxydante	41
5.	Activité toxicologique	41
6.	Activité antalgique	41
Chapitre III :	Matériel et méthodes	38
1.	Procédure expérimentale	38
2.	Plan de travail est le suivant.....	38
3.	Lieu de travail.....	38
4.	Matériel utilisé	38
5.	Méthodes :	40
a.	Séchage de plante :	40
b.	Extraction d'HE de <i>Ceratonia siliqua</i> :.....	40

Table des matières

6. Principe et protocole :	40
7. Mode opératoire :	41
8. Détermination de rendement en huiles essentielles :	41
9. Propriétés reconnues des huiles essentielles :	42
10. Evaluation de l'activité biologique :	42
a. Evaluation de l'activité antimicrobienne de <i>C. siliqua</i> :	42
b. Evaluation de l'activité antibactérienne :	43
c. Evaluation de l'activité antioxydante par le diphényl-picryl-hydrazyl (DPPH) ...	43
❖ Résultats et Discussion	45
Conclusion	47
Références bibliographique	48
Annexe	58



Introduction



Introduction générale

Les humains ont toujours utilisé les plantes à des fins thérapeutiques ; diverses plantes médicinales sont utilisées soit à l'état naturel soit sous forme d'extrait pour obtenir les principes actifs recherchés (Cowan, 1999). Un intérêt supérieur est fourni par la communauté scientifique pour améliorer les connaissances humaines dans l'extraordinaire complexité de la chimie des plantes ayant des effets thérapeutiques. La valeur médicinale des plantes est alors de plus en plus démontrée scientifiquement, ce qui constitue un argument de taille pour leur utilisation en médecine, particulièrement en prophylaxie. Ainsi, l'industrie des plantes médicinales est devenue, en peu de temps, le secteur de l'industrie pharmaceutique connaissant une forte croissance (Gherdia, 2005).

Ceratonia siliqua L. appartient à la famille des légumineuses ; c'est une espèce sclérophylle, xérophile, thermophile, héliophile et calcicole originaire des zones arides et semi-arides méditerranéennes et de la péninsule arabique. Sur le plan socio-économique et écologique, cet arbre a le potentiel de jouer un rôle important.

Il est particulièrement intéressant dans les zones sèches et les zones où le processus de décomposition se produit ; La désertification devient de plus en plus alarmante, en particulier dans les parties inférieures de l'océan. Malgré l'engouement et l'intérêt manifesté par les industriels, la position du caroubier en Algérie reste méconnue, notamment dans la région du nord-ouest. La cératoni culture a le potentiel de jouer un rôle significatif dans la valorisation des terres en montagne ainsi que les sols des régions steppiques à condition de prendre en considération le caractère frileux de l'espèce.

La production annuelle mondiale, principalement méditerranéenne, est estimée à 310 000 tonnes, l'Espagne fournissant la majorité, suivie de l'Italie, du Portugal, du Maroc et de l'Algérie (FAOSTAT, 2010). De plus, cet arbre a une valeur économique non négligeable ; ses gousses, plus riches en sucre que la canne à sucre et la betterave sucrière, sont utilisées dans les industries agro-alimentaires et pharmaceutiques, notamment comme anti-diarrhéique, et leur richesse en fibres apporte des bénéfices hypocholestérolémie et hypoglycémie (Hariri et al., 2009).

Les polyphénols possèdent un large éventail d'activités biologiques in vitro (antibactériennes, anticancérogènes, anti-inflammatoires, antioxydants, etc.) du fait de leur nature réductible et de leur affinité pour les protéines et les ions métalliques. Les polyphénols

Introduction générale

sont doués de propriétés antioxydantes bien établies et en lien avec l'inhibition de l'oxydation tant dans le domaine alimentaire (oxydation des lipides) que physiologique (stress oxydant).

Les dernières années, de nombreuses expérimentations ont été menées sur la plante de caroube en particulier, menées sur des grains, des fruits et des feuilles, ce qui a permis aux chercheurs d'accéder à de nombreuses propriétés de cette plante dans divers domaines médicaux biologiques.

Le caroubier est disponible en grande quantité en Algérie, mais cette plante n'a pas été très étudiée, nous l'avons alors choisie comme sujet d'étude et d'expérimentation.

Notre travail se subdivise en deux parties :

- La première partie consiste en une synthèse bibliographique sur la plante *Ceratonia siliqua* répartie en deux chapitres :
- Le premier chapitre est consacré à la présentation de la matière végétale : *Ceratonia siliqua*
- Le deuxième chapitre s'intéresse à l'étude des travaux antérieurs réalisés sur *Ceratonia siliqua*

La deuxième partie est l'étape expérimentale, qui a pour but d'extraire l'huile essentielle de la caroube, puis d'étudier les activités biologiques de ces huiles. Cette partie est divisée en deux chapitres :

- Le premier chapitre porte sur le matériel et les méthodes utilisées, Le deuxième chapitre, est réservé aux résultats et discussions.

Enfin, nous terminons par une conclusion générale et des recommandations.



Partie
Bibliographique





Chapitre I : Matière végétale

«Ceratonía síliqua»



Chapitre I. Matière végétale : *Ceratonia siliqua*

1. Généralités sur la famille des fabacées

Les Fabacées ou Papilionacées constituent avec les Césalpiniacées et les Mimosacées le groupe des légumineuses. Ce sont des Angiospermes dicotylédones.

Ils représentent les plus grandes familles de plantes à fleurs, avec plus de 730 genres et 19400 espèces, réparties aussi bien en milieu tempéré que tropical. Les feuilles sont alternes, généralement composées, pennées ou digitées, rarement unifoliées ou des feuilles simples. Les fleurs sont zygomorphes, le plus souvent hermaphrodites. Les racines sont généralement pauvres en azote. L'origine monophylétique de cette famille est confirmée grâce à l'arbre phylogénétique à partir de gène chloroplastique codant pour la sous-unité du ribulose-1,5-bisphosphat (Wojciechowski in moral, 2004).

Les Fabaceae peuvent être réparties en 4 sous-familles selon l'APG III (2009) :

- La sous-famille de Bauhinoïdes.
- La sous-famille des mimosoïdes.
- La sous-famille des Caesalpinoïdeae.
- La sous-famille des Papilionoïdeae.

2. Taxonomie et terminologie commune

Le nom scientifique du caroubier, *Ceratonia siliqua*, proposé par Linné est dérivé du mot grec "Keras" = corne et du latin "siliqua" (gousse), en allusion à la dureté et la forme de la gousse. La dénomination de l'espèce *C. siliqua* L. dans différents pays et langues découle d'une forme générale du nom arabe Al kharroub ou kharroub, comme c'est le cas de l'algarrobo ou garrofero en espagnol (Albanell, 1990). Par ailleurs, Batlle et Tous (1997) mentionnent que son nom commun vient de l'hébreu kharuv donnant lieu à plusieurs dérivés tels que, kharrub en arabe, algarrobo en espagnol, carrubo en italien, caroubier en français, garrofer ou garrover en catalan...etc. Le genre *Ceratonia* appartient à la famille des Légumineuses de l'ordre des Rosales, sous famille des Cesalpinoïdeae, tribu des Cassieae.

Toutefois, cette position taxonomique demeure controversée. En effet, Tucker (1992 a) suggère que *C. siliqua* peut avoir un lien avec la sous-famille des Mimosoïdeae. Par ailleurs, certains auteurs ont pu prouver que le genre *Ceratonia* est isolé morphologiquement des autres genres de Cassieae (Hillcoat et al. 1980 ; Tucker, 1992) et que de ce fait, il doit être exclu de la tribu des Cassieae (Irwin et Barneby, 1981 ; Tucker, 1992 b). De plus, des études

Chapitre I : Matière végétale

cytologiques ont révélé que le genre *Ceratonia* avec un nombre total de chromosome $2n = 24$ (Frahm-Leliveld, 1957 ; Goldblatt, 1981 ; Arista et Talavera, 1990) est éloigné des autres membres des Cassieae dont le nombre de chromosome est de $2n = 28$ (Goldblatt, 1981).

3. Classification botanique de *Ceratonia Siliqua L* :

Selon (Cronquist, 1981; Tucker, 1992) *Ceratonia siliqua* appartient au :

Règne : Plantae

Embranchement : Tracheobionta

Classe : Magnoliopsida

Ordre : Fabales

Famille : Fabaceae

Genre : *Ceratonia. L*

4. Description botanique de la plante :

Le caroubier est un arbre ou arbuste sclérophylle pouvant atteindre 7 à 20 mètres de haut, voir 15 à 20 mètres en sens inverse, et enregistrer une circonférence au ras du sol ; C'est un arbre xérophile avec une longue durée de vie de 200 ans, avec un tronc de 2 à 3 mètres (Rejeb et *al.*,1991).



Figure 1. Caroubier (Chial. N., 2020)

a. Racines :

Les racines du caroubier peuvent atteindre 18m de profondeur (Benmahioul et *al.*, 2011). Au cours du développement de la plante, ainsi qu'en réponse à des variables environnementales telles que la disponibilité de l'eau et la température, la structure des racines et le contenu des exsudats racinaires se modifient (Chaintreuil et *al.*, 2000).

b. Tronc :

Le tronc de cet arbre peut atteindre 2 à 3 mètres de circonférence ; le caroubier doit se développer et se maintenir sur un seul tronc, il faut surtout éviter que des branches démarrent des portes greffes au détriment de la variété (Ait chitt et *al.*, 2007). Le diamètre moyen est de 50cm en fonction de l'âge de l'arbre (Albanell., 1990).



Figure 2. Racines et le tronc d'un caroubier (Chial. N., 2020)

c. Feuille :

Les feuilles de *Ceratonia siliqua L* sont grandes (10 à 20 cm), de 4 à 10 folioles ovales opposées avec un dessus vert vif et un dessous vert pâle réduire. *Ceratonia siliqua L*, a des feuilles caduques en juillet tous les deux ans (Benamar et *al.*, 2011).



Figure 3. Feuilles du caroubier (Chial. N., 2020)

d. Fleurs :

Le caroubier est un arbre dioïque, parfois hermaphrodite et rarement monoïque (Linskens and Scholten., 1980 ; Batlle et *al.*, 1997). Les fleurs groupées en grappes latérales sont de couleur pourpre et parfois rougeâtre. Les floraisons femelles apparaissent à partir de juillet, tandis que les fleurs mâles apparaissent d'août à septembre (Benmahioul et *al.*, 2011).



Figure 4. Fleurs de caroubes en grappes (Chial. N., 2020)

e. Fruits

Les fruits du caroubier sont réunis en grappes et sont très gros. La longueur est de 10 à 30 cm et la largeur de 1,5 à 3,5 cm, avec 1 à 2,5 cm d'épaisseur. Le poids est de 15 à 40 gr. Le fruit est indéhiscent, brun foncé à noir à maturité, plat, allongé ou courbé, séparé intérieurement par des séparateurs pulpeux, contenant 5 à 16 graines brunes (Ait Chitt et *al.* 2007).



Figure 5. Fruit de caroube (Chial. N., 2020)

f. Graines

La couleur des graines de caroube dépend de la variété et peut être brune ou rougeâtre, ovale et dur. Les graines sont constituées de trois éléments : tégument, radicule, endosperme (Gillet, 2018), dont la longueur et la largeur sont respectivement de 8 à 10 mm et de 7 à 8 mm (Batlle et al., 1997).



Figure 6. Graines de fruit du caroubier (Chial. N., 2020)

5. Composition chimique de *Ceratonia siliqua* L :

Ceratonia siliqua L est une espèce avec un potentiel réservoir moléculaire naturel biologiquement actif, elle contient également des composés phénoliques qui lui confèrent différents effets biologiques (Dallali et al., 2018) : tanins insolubles condensés, terpénoïdes (stéroïdes), alcaloïdes, quinones (Klonew et al. 2007 ; Lachkar et al. 2016), acides phénoliques (acide coumarique et acide gallique) identifiés dans l'extrait pulpite (Fedal et al, 2011). Les flavonoïdes sont, les flavonols, et les isoflavones (Metrouh, 2009).

Les gousses et les graines de *Ceratonia siliqua* sont riches en glucides, en fibres alimentaires, lipides et protéines (Gaouar, 2011). Cette espèce est également riche en acides aminés tels que l'acide aspartique, l'alanine, la valine et il existe également des minéraux de potassium et de calcium (Irfan et Khalid, 2017).

6. Origine et distribution du caroubier :

a. Origine du caroubier :

Ceratonia siliqua L est une espèce thermophile originaire du Moyen - Orient qui est cultivée dans les climats méditerranéens .On le voit le plus souvent en Espagne, en Italie, en Grèce, au Portugal et au Maroc. Le caroubier est une plante résistante à la sécheresse et

sensible au froid (Sébastien, 2018). Le caroubier pousse en Algérie, comme dans de nombreux autres pays méditerranéens, il est associé à l'olivier (Benmahioul et *al.*, 2011).

b. Distribution géographique du caroubier :

1/ Dans le monde :

Selon Hillcoat et *al.*, (1980), le caroubier est présent à l'état sauvage en Turquie, à Chypre, en Syrie, au Liban, en Palestine, dans le sud de la Jordanie, en Égypte, en Arabie, en Tunisie et en Lybie avant d'atteindre la Méditerranée occidentale. Il a été diffusé par les Grecs en Grèce et en Italie, et par les Arabes le long des côtes nord-africaines, ainsi que dans le sud de l'Espagne, ce qui lui a permis de s'étendre au sud du Portugal et au sud-est de la France.

Il a également été introduit avec succès par les espagnols et les anglais dans d'autres pays à climat méditerranéen, tels que les États-Unis (Arizona, Californie du Sud), le Mexique, l'Australie et l'Afrique du sud (Estrada et *al.* 2006).

Sans aucun doute, la Méditerranée est le centre de diversité pour le caroubier, et même si ce n'est pas la zone d'origine, le facteur le plus important aux yeux d'un améliorant est que c'est dans le bassin méditerranéen qu'il y a une plus grande diversité de l'espèce, et pour l'instant, c'est la zone dans laquelle il est le plus susceptible de trouver de nouveaux matériels génétiques avec plus de chance de succès (Melgarejo et Salazar, 2003).

Le centre d'origine et la distribution géographique du caroubier dans le monde sont représentés dans la figure 7.

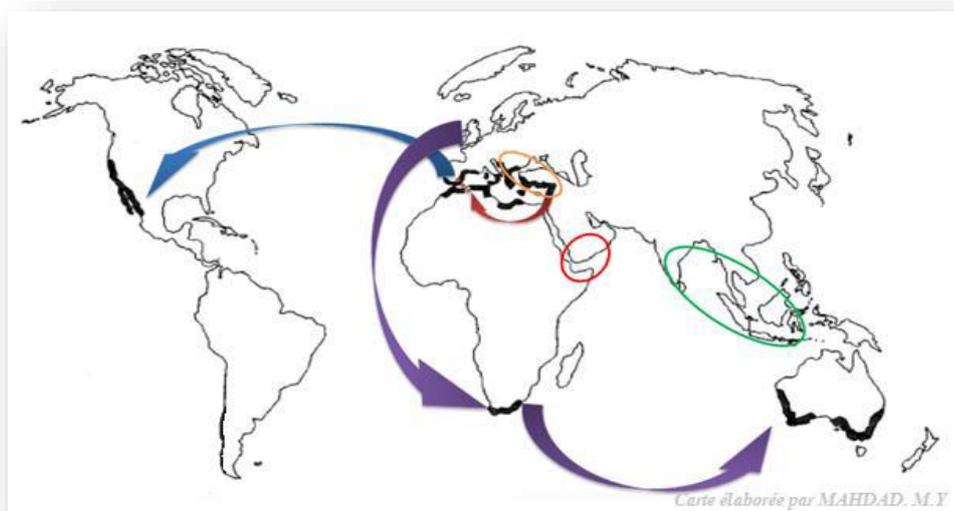


Figure 7. Distribution géographique du caroubier (Mahdad, année 2013)

2/ En Algérie

En Algérie, le caroubier est couramment cultivé dans l'Atlas et il est commun dans les régions semi-arides chaudes et humides, avec des altitudes de 100 m à 1300 m dans des vallées fraîches qui le protègent du gel ; avec des températures allant de 5°C à 20°C et une précipitation de 80mm à 600mm/an (Rebour, 1968).

Selon ces critères climatiques, la distribution de la caroube à alger et à Tlemcen a été établie dans les régions suivantes : Sidi Sebra, Henaya, Tlemcen, Aïn Tellout, Sidi Abdelli, Remchi, Ben Sekran, Yousef et Beni Saf à Marsat Ben M'hidi (Lavalée, 1962).

Tableau I. Estimation de la surface cultivée de la caroube en Algérie (Mahdad, 2013).

Wilaya	Surface cultivée (ha)
Bejaia	645
Tipaza	105
Blida	100
Boumerdes	32
Bouira	22
Mila	10
Tlemcen	5
B.B. Arreridj	4
Ain -Defla	2
Tizi-Ouzou	1
total	926

7. Ecologie du caroubier :

L'aire de répartition du caroubier s'étend dans les plateaux et les zones moyennement montagneuses jusqu'à 1700 m d'altitude. Indifférent à la nature du substrat, le caroubier tolère les sols limoneux, sableux, pauvres et rocheux (calcaire, schiste, grès) et pH de 6,2 à 8,6. Il craint les sols acides et très humides (Baum, 1989 ; Sbay et *al.*, 2006 ; Zouhair, 1996).

Le caroubier est une espèce végétale typiquement méditerranéenne répartie dans les régions humides, semi-humides et semi-arides. Les sécheresses périodiques ont montré que les caroubiers sont plus résistants à la pénurie d'eau que leurs associés chênes verts, cèdres et oliviers. C'est une espèce héliotrope, thermophile et très résistante à la sécheresse (200 mm/an). Il joue un rôle important dans la protection des sols contre la dégradation et l'érosion et dans la lutte contre la désertification (Zouhair, 1996).

8. Exigence édapho - climatique du caroubier :

a. Climat :

Les zones propices aux caroubiers doivent avoir des caractéristiques climatiques méditerranéennes subtropicales avec des hivers doux et des étés doux aux sources chaudes à très chaudes et secs (Batlle et Tous, 1997). Les arbres matures n'ont pas besoin de froid hivernal car ils peuvent être endommagés lorsque la température descend en dessous -2°C ou -4°C selon les variétés. Ils ne supportent pas les basses températures hivernales à -7°C .

b. Eau :

Le caroubier est un arbre qui aime la sécheresse, capable de survivre dans des climats secs et sans irrigation ; il s'adapte bien aux milieux à pluviométrie moyenne : 250 à 500 mm par an (NAS, 1979). Bien qu'ils soient résistants à la sécheresse, les arbres ont besoin d'au moins 550 mm de précipitations en moyenne pour assurer une production rentable. Cependant, de nombreux auteurs pensent qu'une pluviométrie annuelle de 300 à 350 mm est suffisante pour une production acceptable (Batlle et Tous, 1997).

c. Sol :

En général, le caroubier a sa capacité de production sous des conditions très indiquées et dans les endroits où les plantes ne peuvent pas être cultivées correctement. En sols pauvres limoneux, caillouteux, sableux, lourds et argileux de préférence sols calcaires à texture équilibrée toujours accompagnés d'un bon drainage; Il n'est pas Ne tolère pas les sols acides ou aqueux (Sby et Aborough, 2006).

9. Reproduction et la multiplication de *Ceratonia siliqua* :

a. Reproduction du caroubier :

Les caroubiers sont dioïques et parfois hermaphrodites. Les pieds masculins sont stériles et non productifs. Cet aspect a été bien étudié (Schroeder, 1959) ; il est considéré comme le seul arbre méditerranéen à fleurir en été : d'août à octobre (Aafi, 1996) ou en

automne : de septembre à novembre (Fournier, 1977). Cependant, le moment et la durée de la période de floraison dépendent des conditions climatiques, ce qui est le cas pour la plupart des arbres fruitiers (Batlle et Tous, 1997). La pollinisation des fleurs de caroubier est principalement assurée par les insectes et le vent. Par rapport aux fleurs mâles, les fleurs femelles sécrètent des quantités plus élevées de matériel de nectar et de teneur en sucre (Ortiz et *al.*, 1996).

b. Multiplication du caroubier

La multiplication du caroubier peut être réalisée :

1/ Par semis

Il s'agit d'une méthode classique de multiplication des plantes de caroubier. Cependant, il présente certains inconvénients (Ait Chitt et *al.* 2007), à savoir :

- Le caroubier est une espèce dioïque, et par conséquent le semis donne des plants avec un ratio de 50% de femelles et 50% de mâles improductifs.
- La non-conformité génétique liée à l'hétérozygotie de l'espèce, et donc une grande hétérogénéité de la descendance.
- L'entrée en production est très tardive, elle peut prendre plus de 8 ans.

2/ Par bouturage

Il s'agit d'une technique de propagation végétative acceptable, mais elle est limitée dans la pratique. Pour montrer les limites techniques et physiologiques de l'esprit du caroubier, les résultats obtenus par Ait Chit et *al.*, (2007) varient selon l'arbre (génétique), la nature des boutures et la concentration d'auxine (AIB). C'est une technique prometteuse qui utilise la culture *in vitro*, mais elle est encore mal maîtrisée, notamment au stade de l'enracinement.

3/ Par greffage

La reproduction par greffage est une méthode efficace et contrôlable. Cette approche permet de :

a - Maintenir la cohérence des plantes productrices avec les plantes mères sélectionnées pour leurs caractéristiques de production et de qualité.

b - Conserver les avantages (racines profondes, rusticité, résistances aux maladies), enraciné à partir de semis. Ait chit et *al.*, (2007) ont suggéré d'utiliser la technique de greffe en fente apicale attachée au couvercle de la porte, qui présente les avantages suivants :

- ✓ Elle permet le greffage sur des vignes très jeunes (de 9 à 10 mois), alors que le greffage de l'apex nécessite un diamètre racinaire plus important (donc une période de reproduction plus longue).
- ✓ Elle permet d'obtenir un bon goût de racine associative.

10. Production du caroubier :

a. Dans le monde :

Selon le FAOSTAT (2019), la production mondiale totale de la caroube est estimée à 136 539 tonnes. La production la plus élevée est celle du Portugal avec 41 909 tonnes.

La production mondiale de caroube a connu une chute dramatique de 650 000 t en 1945 à 310 000 t en 1997 (Orphanos et Papaconstantinou, 1969). La grande perte a été enregistrée en Espagne où la production a chuté de 400 000 t en 1930 et à 150 000 t en 1990 (MAPA, 1994).

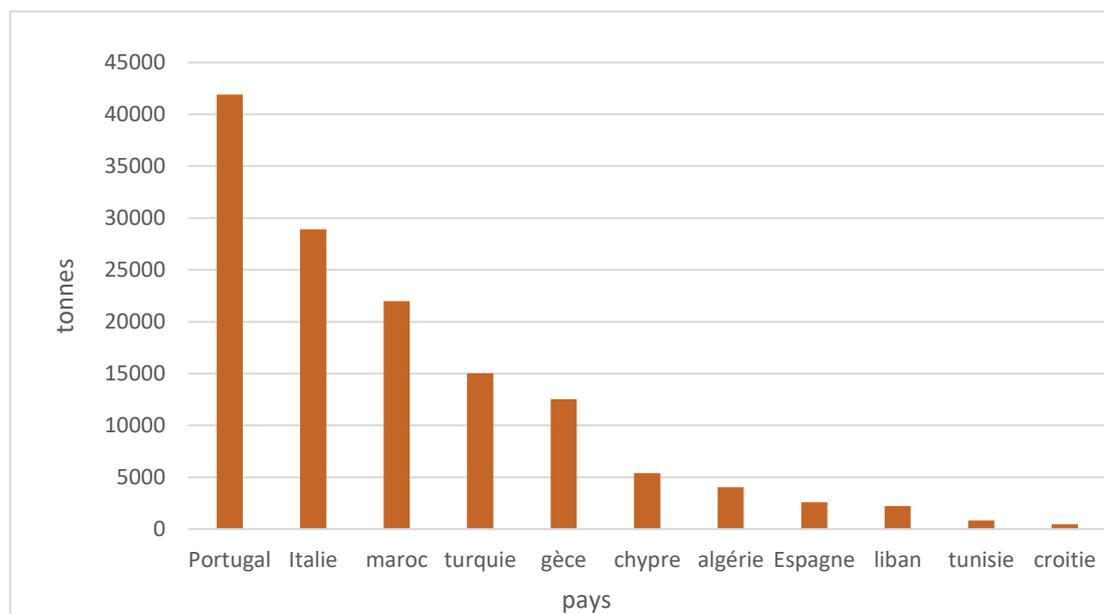


Figure 8. Répartition du caroubier dans le monde (Mahdad, 2013).

b. En Algérie :

La superficie cultivée totale du caroubier en Algérie a fortement baissé, passant de 11000 ha en 1961 à 1000 ha en 2011 (FAOSTAT). En 2009, cette superficie était de 927 ha dont 645 ha, soit 69,58 % de la superficie totale. La production nationale de la caroube est estimée à 33841q et se concentre principalement dans la wilaya de Béjaia avec une production de 18.417q, ce qui représente 54,42 % de la production nationale, suivie par la wilaya de Blida (23,79%) et enfin Tipaza (16,55%).

La superficie cultivée du caroubier dans le Nord-ouest de l'Algérie (comprenant les wilayas de Tlemcen et de Mascara), ne représente que 6 ha, soit 0,65 % de la superficie nationale, tandis que la production du caroubier est de seulement 0,39 %.

Tableau II. Production et rendement de la caroube en Algérie (Mahdad, 2013).

Wilaya	Surface cultivée (ha)	Production (qx)	Rendement (qx/ha)
Bejaia	645	18417	28,6
Tipaza	105	5600	53,3
Blida	100	8050	80,5
Boumerdes	32	1080	40,0
Bouira	22	144	6,9
Mila	10	80	8,0
Tlemcen	5	100	20,0
B.B.Arreridj	4	20	5,0
Ain-Defla	2	300	150
Tizi-Ouzou	1	20	20,0
Total	926	33811	412,3

11. Récolte du caroubier :

La récolte est manuelle à partir d'avril à septembre selon les conditions météorologiques de la région (Chial, 2020).

12. Maladies et ennemis :

a. Maladies :

Les maladies cryptogamiques de la caroube ne sont pas dangereux le plus commun est Oïdium ou le blanc du caroubier (Figure 9). Ces maladies attaquent surtout les jeunes feuilles qui se recouvrent d'une moisissure grise, cendrée blanchâtre. Elles tombent prématurément, parfois la maladie affecte les jeunes fleurs et fruits, cette maladie épuise l'arbre et il guérit douloureusement au bout de deux ans. Il est traité avec du soufre dans la rosée plusieurs fois au printemps ; le soufrage peut être remplacé par un traitement au penta-sulfure de potassium en hiver et au printemps.

Le polyporus est couramment observé sur les troncs et les branches charpentières des caroubiers, cependant les dégâts sont nuls et le polyporus est facile à éliminer. Les plantes cultivées dans un sol défavorable sont les seules atteintes (Evreïnoff, 1947).

b. Parasites :

Les insectes causent beaucoup de dégâts, mais les plus graves sont causés par les cochenilles de la caroube (Fig.10). Cette espèce attaque les feuilles et les fruits, surtout la pulpe, perdant ainsi toute sa valeur. Les premières larves apparaissent en juin-juillet, elles sont très mobiles et dispersées sur les rameaux. Protégées par leurs boucliers, les cochenilles sont difficiles à détruire, seuls les insecticides de contact peuvent les détruire. A cet effet, on utilise des émulsions d'huiles minérales, et de composés organiques de grande pénétrabilité ; généralement, elles sont appliquées pendant le repos la végétation, mais avec la période de reproduction printanière de cette tique, les traitements d'été sont plus efficaces, l'huile blanche d'été, par exemple Volck, ou les huiles végétales détruisent les jeunes larves avant qu'elles ne sécrètent leurs boucliers (Evreïnoff, 1947).



Figure 9. Blanc de caroube (*Oidium ceratoniae*) (Batlle et Tous, 1997)



Figure 10. Cochenille de la caroube (Batlle et Tous, 1997)

Il existe d'autres ennemis du caroubier tels que : *Zeuzène* au stade larvaire (Figure 11), Larve de *Myelois* (Figure 12), *Pitymys* (Figure 13) :



Figure 11. *Zeuzène* au stade larvaire
(Batlle et Tous, 1997)



Figure 12. Larve de *Myelois ceratoniae*
(Batlle et Tous, 1997)



Figure 13. *Pitymys* (Batlle et Tous, 1997)

13. Propriétés et utilisations du caroubier :

a. Propriétés

Le caroubier est considéré comme un arbre forestier et revêt une grande importance économique, écologique et sociale. Le caroubier est largement utilisé comme plante ornementales sur les routes de la Californie, l'Australie et ailleurs. Sur la base des faibles exigences et de la faible tolérance des sols, la plantation de caroubiers est de plus en plus encouragée et le reboisement des zones côtières dégradées sous l'effet de l'érosion ou de la désertification (Batlle et Tous, 1997). Aujourd'hui, le caroubier est considéré comme l'un des arbres fruitiers et forestiers les plus intéressants dans toutes ses parties (feuilles, fleurs, fruits,

bois, écorce et racines) qui est utilisé dans de nombreux domaines (Aafi, 1996 ; Mhirit et Et-Tobi, 2002).

b. Utilisation des produits de caroube :

1/ Alimentaire :

Les principales utilisations de la farine et de la pulpe de caroube sont l'alimentation des animaux et des humains (Biner et *al.*, 2007). Le fruit du caroubier a longtemps été utilisé comme fourrage pour le bétail en plus de la farine d'orge et d'autres fourrages (Ait chitt et *al.*, 2007).

La gomme est toujours le produit le plus important utilisé dans l'industrie alimentaire pour produire un grand nombre d'aliments : soupe, sauce, crème glacée, tourte, confiserie, produits de boulangerie, fromage, biscuit, mayonnaise, salades.... (Johnson et *al.*, 1988; Neukom, 1988).

La poudre de caroube des gousses est une substance naturelle dont le goût et l'apparence est semblable au chocolat. C'est pourquoi, il est souvent utilisé comme alternative du cacao. L'avantage d'utiliser la caroube réside dans le fait que le chocolat ne contient aucun stimulant car il ne contient ni caféine ni théobromine (Bengoechea, 2008).



Figure 14. Produit alimentaire de caroube (cacao, confiture) (amazon.fr)

2/ Médical :

Actuellement, la caroube est considérée comme une espèce végétale pour étudier de nouveaux antioxydants naturels présents dans l'enveloppe de la graine et la pulpe du fruit. Cette activité antioxydante est due à la présence de phénols et de fibres (Custódio, 2005).

3/ Cosmétique :

Dans l'une de ses applications industrielles, la gomme de caroube est utilisée en cosmétique (crèmes, dentifrices...), en raison de sa capacité à former des solutions très visqueuses (Battle et Tous, 1997).



Figure 15. L'huile de caroube bio et naturelle (amazon.fr)

4/ Chimique :

Plusieurs travaux ont montré l'application de la farine de caroube 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, 1999). De même, le bois du caroubier est prisé pour l'ébénisterie et pour la production de charbon de bois et d'écorces dont les racines servent à la tannerie.

5/ Industriel :

La graine de caroube est très recherchée pour ses propriétés économiques et industrielles. Elle est utilisée dans l'imprimerie, la photographie, le textile, les matières plastiques, le cirage et les adhésifs (Johnson et *al.*, 1988; Neukom, 1988).

14. Effets indésirables des produits de caroube :

Il existe certaines contre-indications à la consommation de caroube. Selon Filioglou et Alexis (1989), le germe de graines de caroube contient également des tanins, qui peuvent donner des problèmes d'appétence en raison de leur astringence et peuvent également réduire la digestibilité des aliments. Certaines personnes pensent que la digestibilité des protéines est liée directement à certaines parties de la molécule ou par réduction des tanins par inhibition non compétitive des enzymes digestives.



Chapitre II : Travaux antérieurs



Chapitre II. Travaux antérieurs sur *Ceratonia Siliqua*

I. Composition chimique de *Ceratonia siliqua*

A. Huiles essentielles

1. Définition des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des mélanges naturels complexes de métabolites secondaires volatils, isolés par hydrodistillation ou par expression mécanique (Kalemba, 2003). Elles sont obtenues à partir de feuilles, de graines, de bourgeons, de fleurs de brindilles, d'écorces, de bois, de racines, de tiges ou de fruits, mais également à partir de gommés qui s'écoulent du tronc des arbres (Burt, 2004). Les huiles essentielles sont obtenues par hydrodistillation, expression à froid, comme les agrumes.

De nouvelles techniques permettant d'augmenter le rendement de production, ont été développées, comme l'extraction au moyen de dioxyde de carbone liquide à basse température et sous haute pression (Santoyo et *al.*, 2005) ou l'extraction assistée par ultrasons ou micro-ondes (Kimbaris et *al.*, 2006).

2. Localisation des huiles essentielles dans la plante

Toutes les parties de la plante aromatique peuvent contenir des huiles essentielles.

- **Fleurs** : oranger, rose, lavande ; le bouton floral (girofle) ou les bractées (ylang-ylang) (Akhlaghi, 2008);
- **Feuilles** : eucalyptus, menthe, thym, laurier, sarriette, sauge, aiguilles de pin et sapin (Saad et *al.*, 1995);
- **Organes souterrains** : racines (vétiver, angélique), rhizomes (gingembre, acore) (Geiger, 2005);
- **Fruits** : fenouil, anis, épicarpes des Citrus (Glisic et *al.*, 2007b);
- **Graines** : noix de muscade (Özcan et Chalchat, 2007);
- **Bois et les écorces** : cannelle, santal, bois de rose (Howes et *al.*, 2004);

Les huiles essentielles sont stockées dans la structure cellulaire. Les cellules possèdent des huiles essentielles, les cellules sécrètent des poils et peuvent avoir un rôle défensif : protection du bois contre les insectes et les champignons, action répulsive contre les animaux.

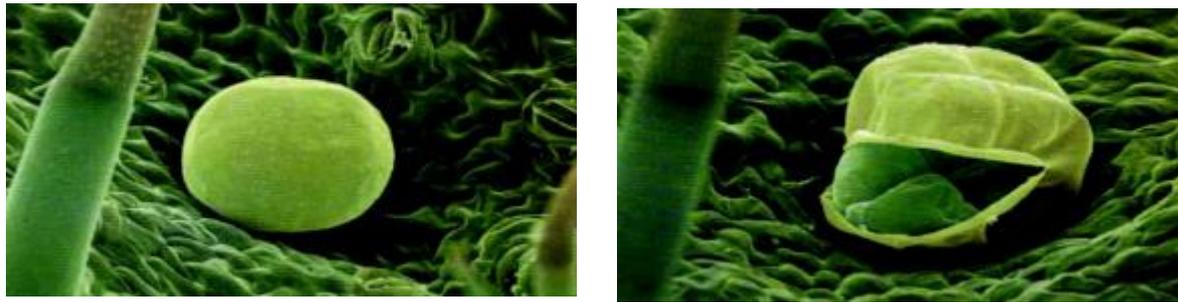


Figure 16. Glandes sécrétrices (Svoboda et Greenaway, 2003).

Glande sécrétrice de l'épiderme
d'une feuille avec cuticule intacte.

Rupture de la cuticule montrant les
cellules.

3. Extraction de l'huile essentielle :

a. Extraction par hydrodistillation :

Il s'agit d'immerger la matière végétale dans un bain-marie jusqu'à l'ébullition, sous pression atmosphérique, et ce processus se déroule avec ou sans collecte d'eau aromatique que nous obtenons lors du processus de décantation (Figure 17). Il y a des plantes et surtout des fleurs qui ne supportent pas ce traitement par distillation car elles sont très fragiles (Boukhatem, 2018).

b. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau :

L'extraction par distillation à la vapeur est l'un des moyens officiels d'obtenir l'huile essentielle (l'HE) (Figure 18). Dans ce système d'extraction, la matière végétale est soumise à un flux de vapeur sans imprégnation préalable. Les vapeurs saturées en composés volatils sont condensées, puis essentiellement décantées, puis séparées en une phase aqueuse (HA) et une phase organique (HE). Il n'y a pas de contact direct entre l'eau et la matière végétale et entre l'eau et les molécules aromatiques, évitant certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant affecter la qualité de l'huile. De plus, l'arôme de l'HE obtenue est plus délicat, avec une distillation régulière et plus rapide, ce qui signifie que les notes de tête sont riches en esters. La partie dite "de tête", un parfum très volatil dû aux molécules légères apparaissent en premier (Boukhatem, 2018).

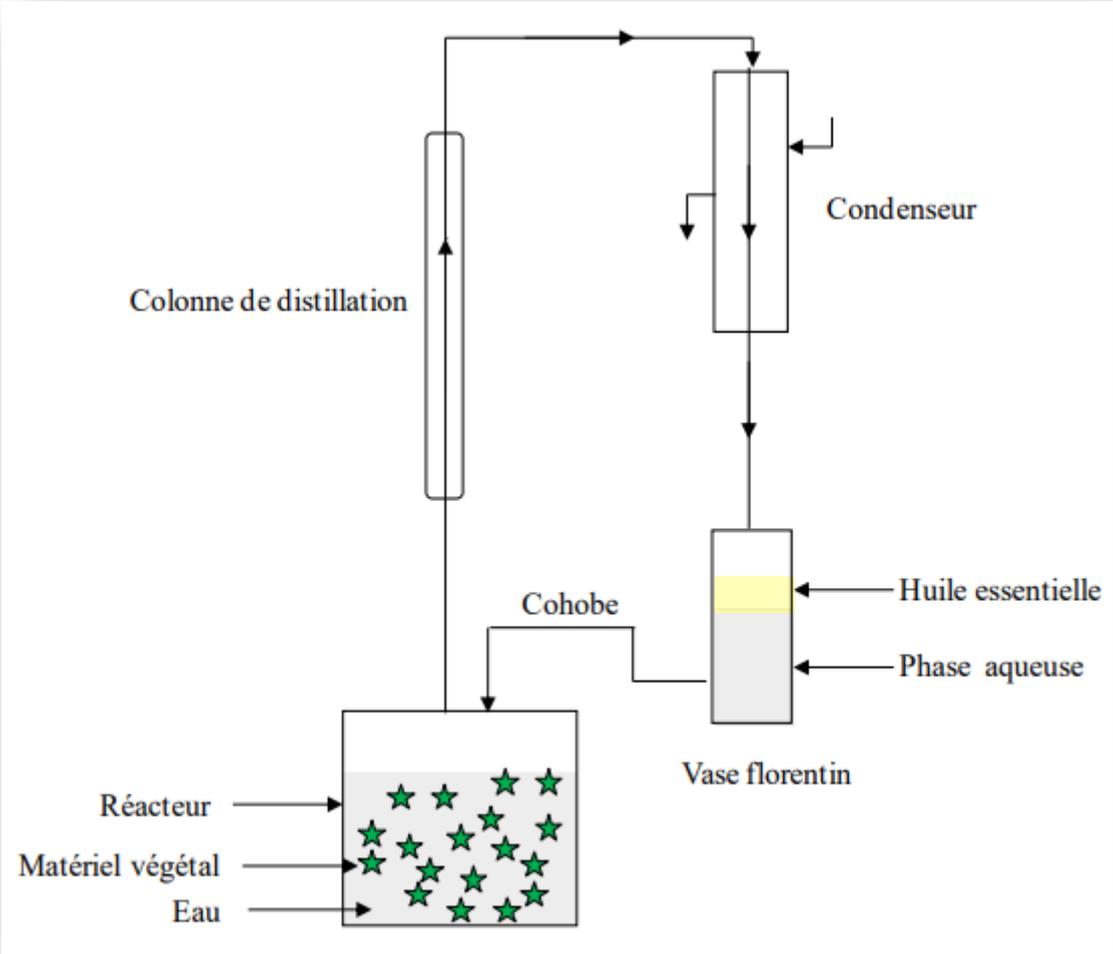


Figure 17. Extraction par hydrodistillation (Farhat, 2010).

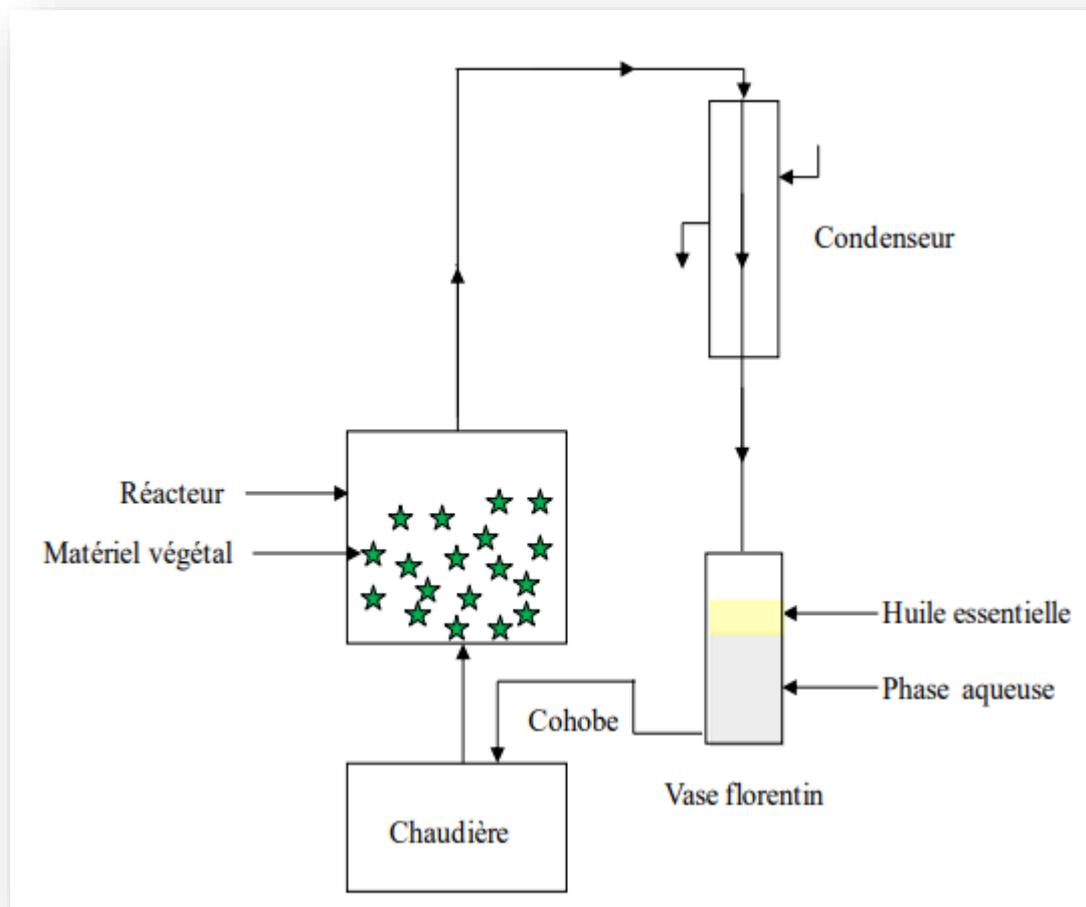


Figure 18. Extraction par entraînement à la vapeur (Farhat, 2010).

c. Autres méthodes d'extraction :

Il existe d'autres méthodes d'extraction des huiles essentielles (Boulefa. et Amaissia. 2020 ; Bousbia., 2011) telles que :

- L'extraction par solvant.
- L'extraction par les fluides supercritiques.
- L'extraction par micro-ondes.
- Extraction par des techniques innovantes.
- Techniques conventionnelles d'extraction.

4. Composition chimique des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et variables de différents composés chimiques qui se dissolvent les uns dans les autres pour former des solutions homogènes. Ces composants appartiennent presque exclusivement à deux groupes caractérisés par une origine génétique biologique distincte (Annexe 1) : le groupe des terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés (Bruneton, 1999; Rhayour, 2002; Clarke, 2008; Baser et Buchbauer, 2010).

a. Terpènes et terpénoïdes :

Dans le règne végétal, les terpénoïdes sont classés dans la catégorie des métabolites secondaires. Leur classification est basée sur le nombre de répétition de l'unité de base : isoprène ; hémiterpène (C5), monoterpènes (C10), sesquiterpènes (C15), diterpènes (C20). Ils représentent le groupe le plus important (Hernandez-Ochoa, 2005).

1/ **Monoterpènes** : Plus de 900 monoterpènes connus se trouvent principalement dans 3 catégories structurales : les monoterpènes acycliques, monocycliques ou bicycliques. Ils constituent parfois plus de 90 % d'HE (Annexe 02).

2/ **Sesquiterpènes** : C'est la classe la plus diversifiée des terpènes puisqu'elle contient plus de 3000 molécules. Les variations structurales dans cette série sont de même nature que dans le cas précédent, carbures, alcools et cétones étant les plus fréquents (Annexe 03) (Bakkali et *al.*, 2008).

b. Composés aromatiques :

Contrairement aux dérivés terpéniques, les composés aromatiques sont moins présents dans l'HE. Très souvent, il s'agit d'allyl et de propénylphénol. Ces composés aromatiques forment un groupe important car ils sont souvent responsables des propriétés organoleptiques des huiles essentielles. On peut citer en exemple l'eugénol qui est responsable de l'odeur du clou de girofle (Belaiche, 1979; Bruneton, 1999).

5. Caractères physico-chimiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles forment un groupe très homogène (Bruneton, 1993), les principales caractéristiques sont :

- Liquides à température ambiante.
- Elles n'ont pas le toucher gras et onctueux des huiles fixes.
- Volatiles et très rarement colorées.
- Une densité faible pour les huiles essentielles à forte teneur en monoterpènes .

- Un indice de réfraction variant essentiellement avec la teneur en Monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé, cependant une teneur élevée en dérivés oxygénés produira l'effet inverse.
- Solubles dans les alcools à titre alcoométrique élevé et dans la plupart des solvants organiques mais peu solubles dans l'eau.
- Douées d'un pouvoir rotatoire car elles sont formées principalement de composés asymétriques (Zabeirou et Hachimou, 2005).
- Très altérables, sensibles à l'oxydation et ont tendance à se polymériser donnant lieu à la formation de produits résineux, il convient alors de les conserver à l'abri de la lumière et de l'air.

6. Utilisation des huiles essentielles :

a. Phytothérapie :

Les huiles essentielles sont largement utilisées pour traiter les maladies tant internes qu'externes (infections bactériennes ou virales, troubles humoraux ou du système nerveux) (Buronzo, 2008, Marouf et Tremblin, 2009). Plusieurs HE ont donné des résultats positifs en médecine dentaire qui ont connu beaucoup de succès dans le traitement des infections de la pulpe dentaire ainsi que dans le traitement des maladies des gencives, traitement et prévention des caries (Sourai, 1989 ; In Rhayour 2002).

b. Agro-alimentaire :

Les traitements technologiques, notamment les traitements thermiques, entraînent une perte des arômes dans la majorité des cas, entraînant une modification organoleptique du produit. Des ajouts d'huiles essentielles sont recommandés pour pallier à cette carence. Dans le cas des boissons non alcoolisées, les HEs fonctionnent comme agents odorants ; elles sont aussi utilisées comme agent aromatisant en boulangerie - pâtisserie (Medjber et Djoudi , 1995).

c. Parfumerie et cosmétologie :

Les propriétés odoriférantes des HEs permettent de les consommer en grande quantité. Actuellement, quelque 300 huiles essentielles ont une importance économique et sont utilisées en parfumerie et en cosmétique (Marouf et Tremblin, 2009). Elles sont utilisées dans les parfums, les crèmes à raser, les dentifrices, les déodorants et les détergents, ainsi que dans les crèmes et les gèles (Medjber et Djoudi, 1995 ; Rhayour, 2002 ; Marouf et Tremblin, 2009).

d. Agriculture :

Face à l'inquiétude croissante des consommateurs vis-à-vis des pesticides de synthèse, l'alternative est de se tourner vers des insecticides naturels à base d'huiles essentielles ou de certains de leurs constituants.

Chiasson et Beloin (2007) ont étudié les effets du linalol, du thymol et du carvacrol sur la fécondité et le nombre d'œufs pondus par un bruche haricot. Il y avait également une suppression complète de la pénétration des larves dans les grains traités au linalol et au thymol. De plus, ce dernier produit s'est révélé être un inhibiteur de l'émergence chez l'adulte.

B. Huiles végétales

1. Définition

Les huiles végétales sont des substances insolubles dans l'eau, mais dans les solvants organiques constituées en majeure partie d'esters de glycérol et d'acides gras. Elles sont extraites des graines, des amandes et des fruits. Les oléagineux sont ceux qui servent à produire industriellement de l'huile et qui sont cultivés dans ce but. Parmi les plantes cultivées pour leur huile, en citant : l'arachide, l'olivier, le colza, le ricin, le soja et le tournesol, *Jatropha curcas*. En général toutes les graines contiennent de l'huile (Chaib et Khenfer.,2013)

2. Sources des huiles végétales :

Les procédés d'obtention des huiles diffèrent selon les matières premières qui peuvent être soit des graines oléagineuses (tournesol, soja) soit des fruits oléagineux (olive). Pour obtenir ces huiles deux étapes essentielles sont adoptées, la Préparation des graines et fruits, et l'extraction par pression ou par solvant (Fridi et Mazri, 1997).

De la graine à l'huile, vont se succéder différentes étapes industrielles, commençant par la trituration des graines (procédé d'extraction de l'huile brute) puis se poursuivant par le raffinage permettant d'obtenir une huile de qualité et répondant aux souhaits du consommateur. L'huile suit un parcours technologique spécifique visant à préserver son goût si particulier (Evrard et *al.*, 2007).

a. Traitement des graines

La production de l'huile brute est réalisée par trituration qui comporte, le nettoyage et la préparation des graines, le décorticage, le broyage et l'aplatissage, la cuisson, la pression suivie par une extraction (Bauer et *al.*, 2010).

b. Nettoyage et préparation des grains :

Les graines en provenance des organismes stockeurs sont nettoyées lors de leur réception en usine afin d'éliminer tous les corps étrangers qui pourraient nuire à la qualité des huiles et des tourteaux (Evrard et *al.*, 2007).

c. Décorticage :

Le décorticage est l'opération permettant de briser la coque entourant la graine pour permettre sa séparation de l'amande (Devillers et *al.*, 2010). Il a pour objectif de diminuer la friction et l'usure dans les presses, d'améliorer la qualité de l'huile et du tourteau, et bien sûr d'augmenter le rendement de l'étape de pressage (Isobe et *al.*, 1992).

d. Broyage et aplatissage :

Après le décorticage, les grains sont plus au moins entiers. Pour faciliter la libération de l'huile lors du pressage ou de l'extraction, il est nécessaire de concasser les grains oléagineuses en flocons, d'une épaisseur finale de 0,3 à 0,4 mm (Bauer et *al.*, 2010).

L'aplatissage est une opération de laminage, réalisée par écrasement entre des cylindres lisses, à une température de 40°C permettant d'augmenter la plasticité de la graine. Elle a pour objectif de régler la forme et les dimensions des particules en écailles d'épaisseur uniforme (Isobe et *al.*, 1992).

e. Cuisson :

Les flocons obtenus par l'aplatissage des graines sont cuits à une température voisine de 80-90 °C. La cuisson a pour effet de dénaturer les protéines (oléosines) entourant les globules lipidiques (oléosomes) et de provoquer ainsi leur coalescence dans les cellules, ce qui facilitera l'extraction de l'huile lors de l'opération suivante de pression (Evrard et *al.*, 2007). La cuisson permet de stériliser les grains en détruisant les bactéries et les champignons, d'inactiver les enzymes susceptibles d'affecter la qualité de l'huile et de tourteau (Emilie, 2005).

f. Pression :

Les flocons cuits, puis séchés, passent dans des presses continues. Cette opération permet d'extraire 50 % environ de l'huile contenue dans la graine. L'huile recueillie dite « huile brute de pression », chargée de matières solides est clarifiée par tamisage et décantation avant stockage. Les graines partiellement déshuilées au cours de l'opération de pression, encore appelées « écailles de presse » ou « tourteaux gras » contiennent encore 20 % d'huile (Evrard et *al.*, 2007).

3. Extraction des huiles végétales :

Les huiles sont extraites des graines et fruits oléagineux par pression (extraction physique) ou par solvatation (extraction chimique) (Cheftel et Cheftel, 1977).

a. Par Pression (extraction physique)

Elle s'effectue avec une pression relativement élevée de 400 à 500 bars dans des presses continues (Linden et Lorient, 1994). L'huile s'écoule ; le tourteau obtenu est constitué de fibres, de protéines, d'amidon mais aussi d'huile ; la proportion d'huile restante dans le résidu est variable selon le produit, elle est de 5 à 15%. Sur le tourteau, on procède à une extraction de l'huile par solvant (Legoff, 2003).

Toutes les presses sont équipées d'une vis, mais selon la cage de presse et la forme de la vis. On distingue :

1/ Presse à barreaux

L'huile passe à travers des barreaux ou des anneaux dont l'espacement peut être réglé suivant le type de graines à presser. Les tourteaux sortent sous la forme de plaquettes ou écailles. La vitesse de pressage est de 40kg/h à plus de 2 000 kg/h pour les grandes productions d'huiles végétales brutes.

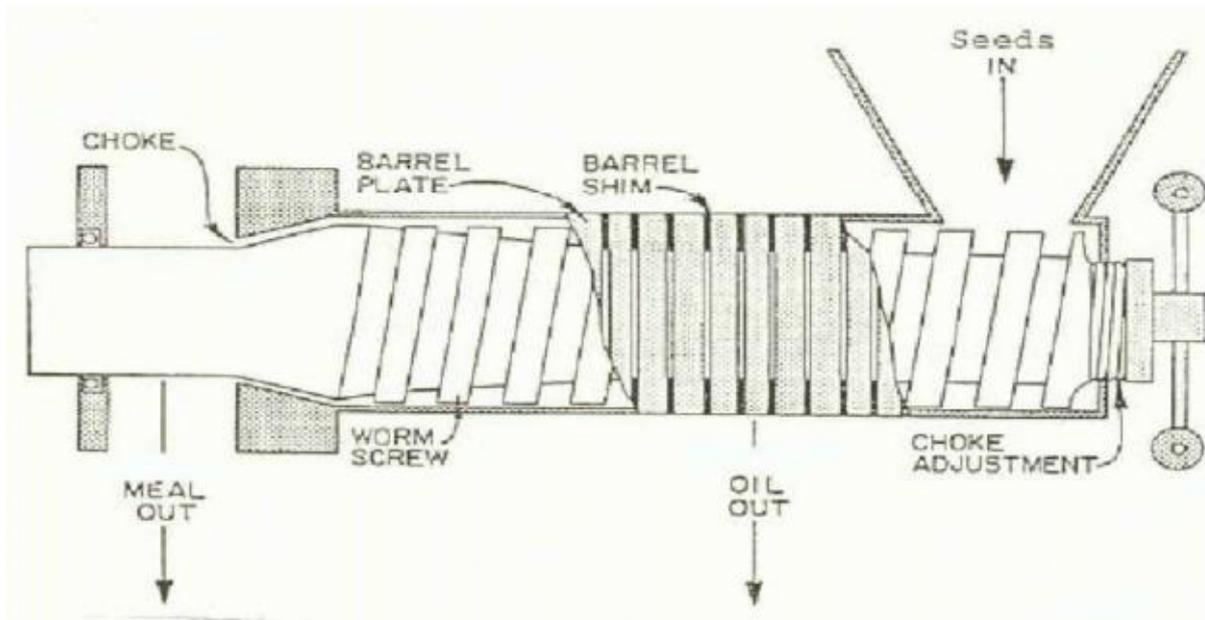


Figure 3 : Vue interne d'une presse à Barreaux (Beerens, P., 2007)

2/ Presse à vis

Le corps de la presse est percé pour permettre l'écoulement de l'huile au fur et à mesure du pressage.

La vis présente un diamètre croissant pour augmenter la pression en fin de parcours des graines. Les tourteaux passent dans des buses interchangeables dont ils épousent la forme. Les tourteaux sortent sous forme de granulés. La vitesse de pressage est de (< 50 kg/h) pour les faibles productions d'huiles.

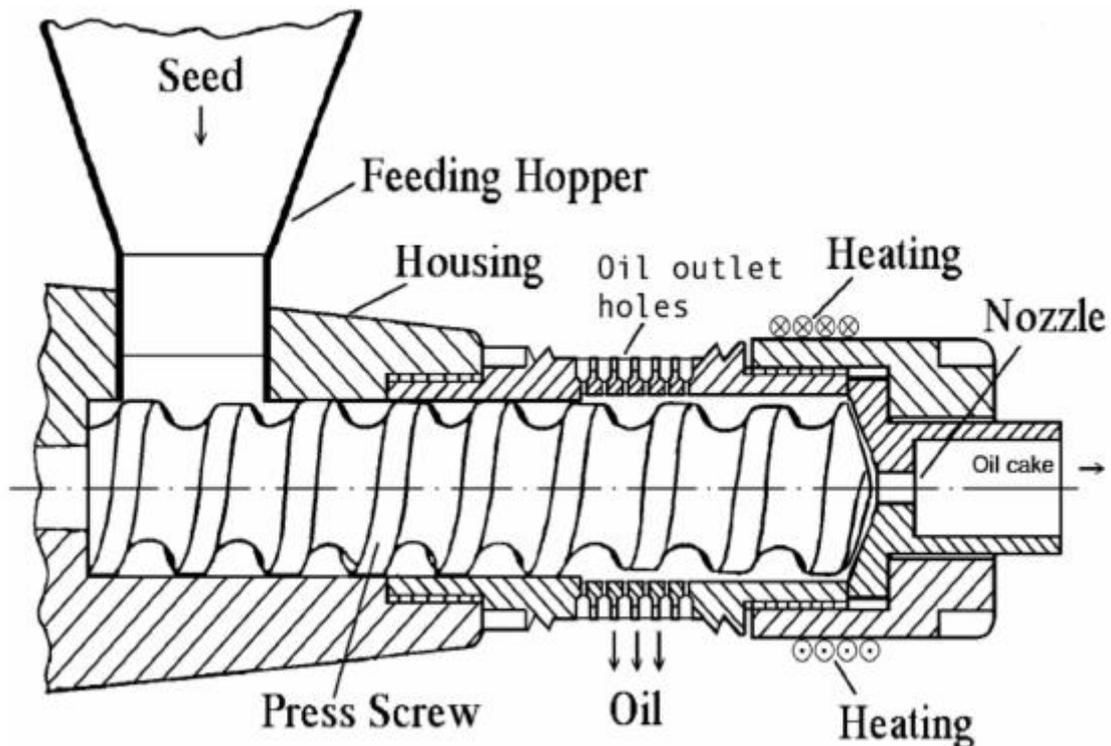


Figure 4 : Vue interne d'une presse à vis (Beerens, P., 2007)

b. Extraction par solvation (extraction chimique)

Elle consiste à laver les écailles issues de la presse ou les graines pauvres en huile (flocons) par un solvant organique, ce qui épuise ces tourteaux en huile. Le solvant le plus utilisé est l'hexane car il dissout peu de mucilage, de gommes ou de pigments. Peu toxique, son point d'ébullition reste bas (Boyeldieu, 1991).

Les flocons sont chargés dans l'extracteur pour constituer des lits à travers lesquels le solvant circule. Les flocons entièrement extraits sont en contact avec l'hexane pur qui entre dans l'extracteur et les flocons encore pleins d'acide gras sont en contact avec la micelle grasse (solution d'huile brute dans l'hexane) juste avant qu'elle ne quitte l'extracteur.

La température d'extraction est maintenue à 60°C pour accélérer la diffusion du solvant et abaisser la viscosité de la micelle. Ces deux paramètres améliorent l'extraction tout en réduisant l'huile résiduelle dans le flocon à moins de 1% (Allain et *al.*, 1999). Les huiles extraites par pression et celles extraites

par solvant sont généralement mélangées et désignées sous le terme général « huiles brutes » (Denise, 1983).

4. Composition chimique des huiles végétales :

Composition des huiles végétales Les huiles végétales et les corps gras d'origine animale appartiennent à la classe des lipides et sont essentiellement constitués de triglycérides et de constituants mineurs.

a. Triglycérides :

Sont des triesters de glycérol et d'acides gras (99%), lesquels peuvent être, saturés (AGS), qui ne contiennent aucune double liaison ; monoinsaturés (AGMI), contenant une seule double liaison et polyinsaturés (AGPI), contenant deux, trois (ou plus) doubles liaisons.

b. Constituants mineurs :

sont de nature diverse et comprennent (environ 1%):

1/ Tocophérols :

La vitamine E est le terme générique utilisé habituellement pour désigner les différents tocophérols (Evrard, 2007): les tocophérols de forme alpha est la plus active (100 %), les formes beta et gamma présentent des activités plus faibles (respectivement 50 % et 10 %) et la forme delta ne possède qu' un très faible pouvoir vitaminique E. Ils jouent un rôle d'antioxydant biologique, protecteur des acides gras polyinsaturés au niveau des membranes cellulaires et des lipoprotéines (Morin et Pares, 2012).

2/ Phytostérols:

Toutes les huiles végétales contiennent des phytostérols (en moyenne de 0,1 à 0,5 %) qui présentent une analogie de structure avec le cholestérol (Evrard, 2007).

3/ Composés phénoliques :

Ces constituants, encore appelés « biophénols », sont des substances naturelles aux importantes propriétés antioxydantes, présentes dans les huiles d'olive vierges (Evrard, 2007).

4/ Caroténoïdes :

Les caroténoïdes sont des pigments lipophiles sensibles à la lumière (rayonnement ultraviolet) et à la chaleur (Morin et Pares, 2012). Les caroténoïdes et plus particulièrement le trans-P-carotène, sont des précurseurs de la vitamine A. Les huiles végétales non raffinées en contiennent en général de faibles quantités. Les caroténoïdes sont en grande partie éliminés au cours du raffinage (Evrard, 2007).

5. Classification des huiles

a. En fonction du mode d'utilisation :

Il existe deux catégories d'huiles (Emilie, 2009) :

1/ Huiles végétale pour friture et assaisonnement :

Ce sont des huiles dont la teneur en acide linoléique est inférieure ou égale à 2%, ce qui leur permet de supporter les cuissons.

2/ Huiles végétales pour assaisonnement :

La teneur en acide linoléique est supérieure à 2%.

b. En fonction de la Compositions en acides gras :

Les corps gras d'origine végétale (huiles, graisses, beurres végétaux) se répartissent entre différentes familles. Selon les critères de caractérisation de ces familles, elles peuvent être plus ou moins nombreuses mais il en existe quatre principales famille (Dubois et *al.*, 2008):

1/ Famille oléique :

Ou cet acide gras, principal représentant des acides gras mono-insaturés (AGMI), est majoritaire : huiles d'olive, d'arachide, de noisette, les variétés de tournesol et de colza riches en acide oléique et l'huile de colza elle-même ;

2/ Famille linoléique

Ou cet acide gras (C18:2 oméga-6), acide gras polyinsaturé (AGPI), est majoritaire : huiles de soja, de tournesol, de germe de maïs et de pépins de raisin ;

3/ Famille α -linoléique

ou cet acide gras (C18:3 oméga-3/AGPI) est présent en quantité significative : huiles de colza, de soja, de noix et de lin ou cet acide gras est majoritaire ;

4/ Famille des corps gras

riches en acides gras saturés (AGS) avec leurs principaux représentants (C12:0, C16:0, C18:0) présents en quantité moyenne à forte : Les huiles de palme, les huiles de palmiste et de coprah riches en acide laurique (C12:0), le beurre de cacao et pour comparaison la matière grasse de beurre.

Les huiles de la famille α -linoléique autres que le lin se distinguent entre elles par leur acide gras majoritaire : l'acide oléique pour l'huile de colza et l'acide linoléique pour les huiles de soja et de noix. L'huile de sésame contient presque autant d'acide oléique que d'acide linoléique. Les huiles des familles oléique, linoléique et α -linoléique contiennent en moyenne de 8 à 15 % d'AGS, l'arachide dépassant cette fourchette avec environ 20 % (ou plus).

6. Différents types d'huiles végétales :

Les huiles végétales sont multiples c'est à cause de leurs origines est d'une façon général on trouve par ordre d'importance : soja, palme, colza, tournesol, cotonnier et arachide sont les plus disponibles par contre olive, carthame, coprah, amande, lin, maïs, courge, ricin, pistache, arganier, sésame, sont des espèces de moindre importance et sont des huiles de terroirs (Cheftel et Cheftel, 1977).

C. Polyphénols:

1. Présentation des polyphénols :

Les composants phénoliques, également appelés polyphénols (PP), sont des sous-produits du métabolisme secondaire des plantes (Fleuriet, 1982 ; Yusuf, 2006). Ils possèdent plusieurs groupements phénoliques, c'est-à-dire au niveau d'un noyau phénolique à six carbones lié à au moins un groupement hydroxyle (OH) libre ou impliqué dans une autre fonction: éther, ester ou hétéroside (Bruneton, 1999). Les polyphénols sont classés en dix groupes et chaque classe se distingue des autres par sa structure chimique. Les tanins sont similaires au phénol simple.

Le terme «phénol» englobe plus de 10000 composés naturels connus (Martin et Andriantsitohaina, 2002). La biosynthèse des polyphénols est assurée par deux grandes voies :

- La voie shikimate qui est responsable de la synthèse des acides aminés Phe et Tyr après transamination et désamination, aboutit à la formation d'acides (Knaggs, 2003).
- La voie polyacétate (condensation de la molécule d'acétyl, coenzyme) conduit à la formation de composants tels que les naphtoquinones (Bruneton, 1999 ; Naczka, et Shahidi, 2004).

Les polyphénols sont présents dans l'alimentation humaine et animale, comme les légumes, les fruits, les céréales, les boissons et le cacao (Martin et Andriantsitohaina, 2002). Ces molécules ont également un effet antioxydant qui protège contre l'apparition de certains cancers (Macheix et *al.*, 2006).

2. Classification des polyphénols :

La classification des polyphénols est basée sur la structure, le nombre de noyaux aromatiques et les éléments structuraux qui lient ces noyaux. On peut distinguer deux grands groupes: les composés phénoliques simples et les composés phénoliques complexes (Boros, 2010).

a. Phénols simples (C6):

1/ **Acides hydroxy benzoïques** : Ils dérivent de l'acide benzoïque, structure générale de base de type (C6-C1) (Sarni-Manchadoet Cheynier, 2006).

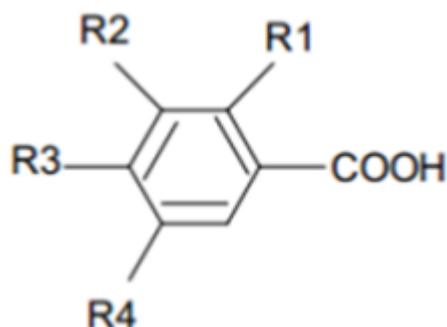


Figure 19. Structure des acides hydroxy benzoïques (Letkesse E., 2017)

2/ **Acides hydroxycinnamiques**: Ils dérivent de l'acide cinnamique, structure générale de base de type (C6-C3) (Sarni-Manchado et Cheynie , 2006).

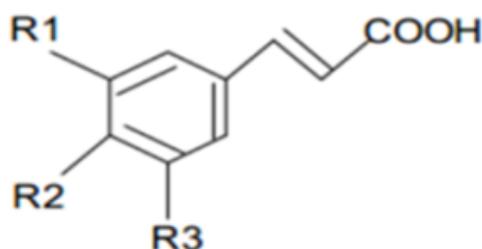


Figure 20. Structure des acides hydroxycinnamiques (Letkesse E., 2017)

3/ **Coumarines**: Les coumarines dérivent des acides hydroxy cinnamiques par cyclisation interne de la chaîne latérale (Guignard, 1998 ; Deina et *al.*, 2003 ; Booth et *al.*, 2004) (Figure 21). Ils sont présents dans la cellule végétale sous forme de glycoside (Hofmann, 2003 ; Macheix et *al.*, 2005). Cette forme permet d'éviter la toxicité des coumarines.

Les coumarines possèdent des activités : anti-agrégation plaquettaire, anti-inflammatoire, anticoagulante, anti tumorale, diurétique, antimicrobienne, antivirale et analgésique (Stefanova et *al.*, 2007).

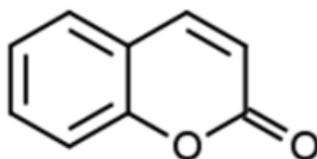


Figure 21. Structure d'une molécule de coumarine (Cowan, 1999).

b. Composés phénoliques complexes:

1/ Flavonoïdes :

a- Généralités:

Le nom flavonoïde proviendrait du terme flavus (jaune) (Bouakaz, 2006). Ce sont des composants de couleur jaune. Ils sont considérés comme des pigments quasi universels des végétaux. Ces composants sont présents sous forme libre (aglycone) ou sous forme de glycosides (Erlund, 2004). Sur le plan cellulaire, les flavonoïdes sont synthétisés dans les chloroplastes puis migrent vers les vacuoles (Piquemal, 2008).

Ils sont répartis dans toutes les parties des végétaux supérieurs : racines, tiges, feuilles, fruits, graines, bois, pollens (Verhoeven et *al.*, 2002). Les flavonoïdes possèdent de nombreuses activités biologiques : antivirales, antiinflammatoires et anticancéreuses puisque ils ont la capacité de piéger les radicaux libres tels que les radicaux hydroxyles (OH•) et superoxydes.

b- Classifications des flavonoïdes

La classification est basée sur la présence de double liaison C₂-C₃, du groupe 3-O et la fonction 4-oxo (Yao et *al.*, 2004 ; Tsimogiannins et Oreopoulou, 2006). Les flavonoïdes sont divisés en différentes classes (Annexe 4): anthocyanidines, flavonoles, isoflavonoles, flavones, isoflavones, flavanes, isoflavanes, flavanols, isoflavanols, flavanones, isoflavanones et aurones (Havsteen, 2002 ; Edenharder et Grünhage, 2003).

2/ Tanins:

a- Généralités:

Les tanins sont des substances d'origine végétale, non azotées, de structure polyphénolique. Ils sont soluble dans l'eau, l'alcool, l'acétone et sont peu soluble dans l'éther. De saveur astringente, ils sont responsables de transformer la peau fraîche en un matériau imputrescible (Brunet, 2008). Dans les plantes, les tanins existent à l'état complexe, les tannoïdes; certains sont combinés à des sucres.

Dans tous les cas, les tanins ont des rôles de protection des végétaux contre les prédateurs. Ils partagent la caractéristique fonctionnelle de tanner les protéines, c'est-à-dire de former des complexes avec celles-ci. Les tanins induisent une amélioration des performances animales, croissance du rendement en viande et en lait (Barry et *al.*, 1986).

b- Classifications des tanins:

Les tannins sont des macromolécules qui se divisent selon leur structure en deux groupes distincts. Les tanins hydrolysables, sont des phénols liés à un résidu sucré par un lien ester et

Chapitre II : Travaux antérieurs

les tanins condensés qui sont des polymères dérivés de résidus flavonols (Mueller-Harvey et Mc Allan, 1992; Bruneton, 1999; Hagerman, 2002).

➤ Tanins hydrolysables (THs) :

Ce sont des oligo- ou poly-esters d'un sucre, en général le glucose, associés à des molécules d'acide-phénol (Fig. 11) (Mueller-Harvey et Mc Allan, 1992; Jean-Blain, 1998; Bruneton, 1999; Mueller-Harvey, 2001). Ils sont classés selon la nature de l'acide-phénol en :

- ❖ Tanins galliques possédant un acide gallique, .
- ❖ Tanins éllagiques ont un acide hexahydroxyphénique (Hagerman, 2002).

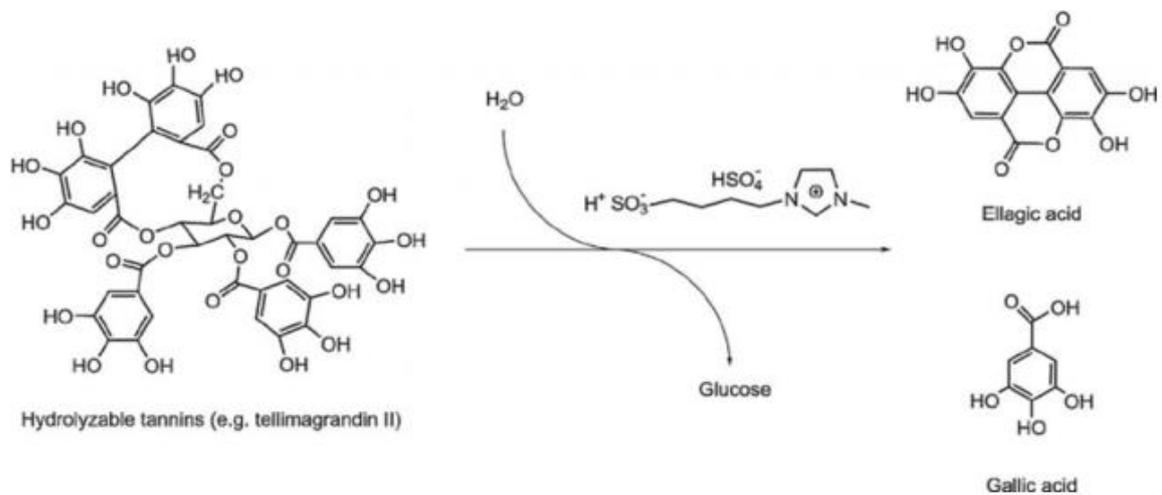


Figure 22. Structure des tanins hydrolysables (Hagerman, 2002)

Ces substances s'hydrolysent facilement en milieux acide et alcalin ou sous l'action d'enzymes, tannases, pour donner des glucides et des acides phénoliques (Leinmüller, 1991).

➤ Tanins condensés (TCs):

Ils sont des polyphénols appartenant à la famille des flavonoïdes (Mueller-Harvey et Mc Allan, 1992; Bruneton, 1999). Ce sont des oligomères ou des polymères d'unités de flavonoïdes. L'unité de base (ou monomère) des TCs est un flavan-3-ol (catéchine) liés par des liaisons de type C-C (Type B) ou C-O-C (type A) (Figure 24) (Mueller-Harvey et Mc Allan, 1992; Jean-Blain, 1998; Bruneton, 1999; Feucht et Treutter, 1999; Schofield et *al.*, 2001).

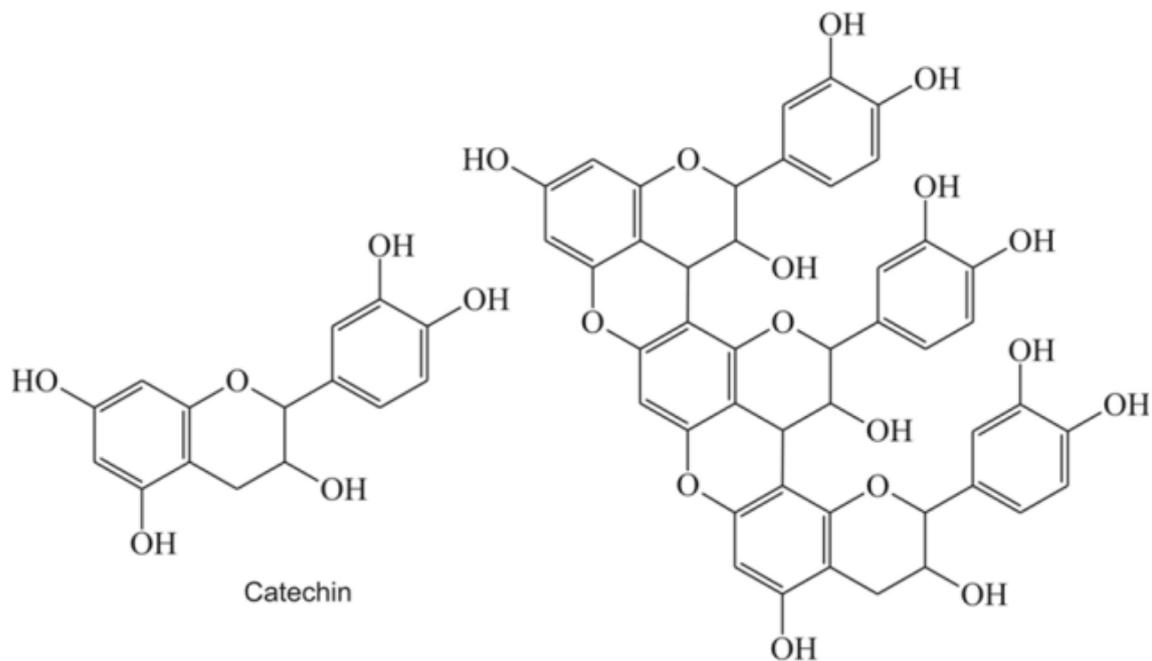


Figure 23. Principales formes des tanins condensés (Mueller-Harvey et Mc Allan, 1992; Jean)

3. Biosynthèse des polyphénols:

La biosynthèse des polyphénols se fait par deux voies principales qui sont :

a. Voie de l'acide shikimique:

C'est la voie de biosynthèse des composés aromatiques, phénolique C6-C1 (Kening et *al.*, 1995) à partir de l'érythrose 4-phosphate et le phosphoénol pyruvate qui proviennent de la dégradation du glucose par la voie des pentoses phosphate et la glycolyse respectivement (Annexe 5).

b. Voie de l'acétate malonate:

La glycolyse et la β -oxydation aboutissent à la formation de l'acétyl-CoA donnant le malonyl-CoA. Ce dernier subit une cyclisation des chaînes polycétoniques, obtenues par condensation répétée d'unités « Acétate » qui se fait par carboxylation de l'acétyl-CoA. Cette réaction est catalysée par l'enzyme acétyl-CoA carboxylase (Fleeger et Flipse 1964 ; Richter 1993).

II. Activités biologiques de l'huile essentielle :

1. Activité anti inflammatoire :

En ce qui concerne la mesure de l'activité anti-inflammatoire in vivo, l'inhibition du développement de l'œdème de la patte induit par le formol (1%) chez les rats. Il est important de noter que les extraits métaboliques des tiges, des feuilles et des fruits de *Ceratonia Siliqua*, présentent une activité anti-inflammatoire significative. Cette activité est similaire à celle du diclofénac qui est un anti-inflammatoire de référence (Belkamla et *al.*, 2021).

2. Activité antimicrobienne :

L'activité antimicrobienne des extraits méthanoliques de *C. Siliqua* donne un effet différent contre trois souches bactériennes testées. L'extrait des gousses révèle un effet antibactérien significatif contre *E. coli* malgré un potentiel de résistance très élevé et moins actif contre les souches de *B. subtilus* et de *Staphylococcus*. Quant à l'extrait des graines, il a un effet inhibiteur contre *S aureus* et est moins actif contre *B. subtilus* et *E. coli* (Ladraa et *al.*, 2017).

3. Activité antidiabétique :

L'activité antidiabétique in vivo exercée sur les extraits de *C. Siliqua* mentionnés précédemment a montré que la caroube ne contient aucun niveau de sucre dans le sang et on ne peut donc pas dire quelle plante à une activité antidiabétique. Ces activités biologiques sont

probablement liées à la richesse spécifique de métabolites secondaires dont les flavonoïdes (Belkamla et *al.*, 2021)

4. Activité antioxydante :

Le rendement en polyphénols et l'activité antioxydante des extraits de *C. Siliqua* ont été déterminés (Benkhaldi, 2015). Le rendement obtenu est de 20% de polyphénols totaux ; 0,4 % pour les flavonoïdes et les tanins dans la pulpe, le rendement en polyphénols totaux à partir des graines est de 7,4%; pour les flavonoïdes (0,2%) et les tanins (1,6%). L'activité antioxydante des deux parties (pulpe et graines) du caroubier, - in vitro, a été attribuée par 3 tests différents à savoir : le test de piégeage des radicaux libres DPPH, le test de réduction du fer FRAP et la décoloration au β -3-carotène. Les résultats de l'activité antioxydante obtenus avec le test du DPPH sont pour les polyphénols - totaux ; les flavonoïdes ; les tanins de la pulpe respectivement $CE_{50} = 9,77$ mg/m ; 0,07 mg/ml ; 0,71 mg/ml et CE_{50} pour les pépins respectivement (0,56 mg/ml; 0,64mg ; 4,41 mg/mL).

Avec le test FRAP, la valeur enregistrée relative à l'activité antioxydant est : $EC_{50} = 5,42$ mg/mL (polyphénols totaux); 0,027mg/mL (flavonoïdes); 0,25 mg/mL (tanins). Concernant la pulpe et les pépins, EC_{50} est de 19,2 mg/ml (polyphénols totaux) ; 0,50 mg/ml (flavonoïdes) ; 2,38 mg/ml (tanins). Grâce au dosage du β -3-carotène, certains auteurs ont observé que les extraits phénoliques des graines et des pulpes testées inhibaient efficacement la décomposition oxydative du carotène et l'activité antioxydant était enregistrée par ce test est de 3,38 mg pour les flavonoïdes et de 2,68 mg 1 ml pour les tanins. Dans la pulpe, pour les graines : polyphénols totaux (39,63 mg/ml) ; flavonoïdes (5,51 mg/ml) et tanins (77,90 mg/ml). Tous les extraits de composés phénoliques de la pulpe et des graines ont une activité antioxydant importante (Benkhaldi, 2015).

5. Activité toxicologique :

Certains auteurs ont étudié les propriétés toxicologiques de *C. silqua L.* chez des lapins mâles néo-zélandais (Kulai et *al.*, 2012). Dans cette expérience, aucun signe de toxicité ou de mortalité lié à l'extrait de caroube, n'a été enregistré. Plus de sept semaines d'expérience, il n'y a eu aucun changement significatif dans le groupe de traitement. L'administration de l'extrait de caroube n'a pas d'effets toxiques, en particulier chez les animaux (Belkamla et *al.*, 2021).

6. Activité antalgique :

Ce travail pratique a été réalisé in vivo sur des souris albinos, basé sur l'évaluation de l'effet antalgique pour cette plante à travers trois tests différents (flick test, test de la plaque

Chapitre II : Travaux antérieurs

chauffante et test torsion) à différentes doses de 100 mg/kg, 300 mg/kg et 500 mg/kg. Les résultats obtenus à partir de l'évaluation de l'activité analgésique indiquent que l'extrait de feuilles de *Ceratonia siliqua L* à une activité antalgique confirmée par les trois tests réalisés.

Comme il existe une relation entre la dose et l'effet produit, lorsque la dose est augmentée, l'effet est le plus important.

La dose efficace dans cette étude est la dose de 500 mg/kg pour les trois tests. Les feuilles de caroube sont efficaces contre la douleur et donc possède une grande activité antalgique (Saadouni, 2021).

A decorative border composed of intricate black floral and scrollwork patterns, framing the central text. The border is composed of four corner pieces that meet at the center, each featuring a complex arrangement of swirling lines, loops, and small circular motifs.

*Partie
expérimentale*



*Chapitre III: Matériel et
méthodes*



Chapitre III : Matériel et méthodes :

1. Procédure expérimentale :

Cette étude porte sur l'extraction des huiles essentielles de *Ceratonia siliqua*. Les principaux objectifs sont l'extraction et la récupération des huiles essentielles, la détermination de la qualité de ces huiles extraites et l'étude de leurs activités biologiques (antioxydante, antibactérienne, antimicrobienne).

2. Plan de travail est le suivant :

- a. Extraction par hydrodistillation de l'huile essentielle de *C. siliqua* récoltée de la région d'Ain Defla.
- b. Évaluation des activités biologiques

3. Lieu de travail :

- a. Notre travail a été réalisé au niveau du laboratoire de biologie végétale de l'Université de Khemis Miliana.

4. Matériel utilisé :

- **Matériel végétale :**
 - **Récolte de l'échantillon :**

Notre étude a porté sur la partie aérienne (feuilles, tiges et fruits) de *Ceratonia siliqua* récoltée durant le mois de mars.



Figure 24. Les organes aériens de *Ceratonia siliqua* (Houari. W, 2022)

- **Zone d'étude : Ain defla**

La wilaya d'Ain Defla est insérée entre les massifs montagneux du Dahra-Zaccar (qui culmine à 1550 m) au Nord et l'Ouarsenis au Sud avec une plaine au centre sous forme d'une cuvette, traversée d'Est en Ouest par l'oued Chélif. C'est une wilaya montagneuse qui fait partie intégrante de la région du Telle climat est de type méditerranéen semi-aride, avec un caractère de continentalité très marqué et un écart de température de 20°C entre les températures du mois de janvier et celles d'août. La pluviométrie varie entre 500 à 600 mm/an.

Lorsque la vapeur d'eau est apportée de l'extérieur, on parle non plus d'hydrodistillation mais d'entraînement par vapeur.

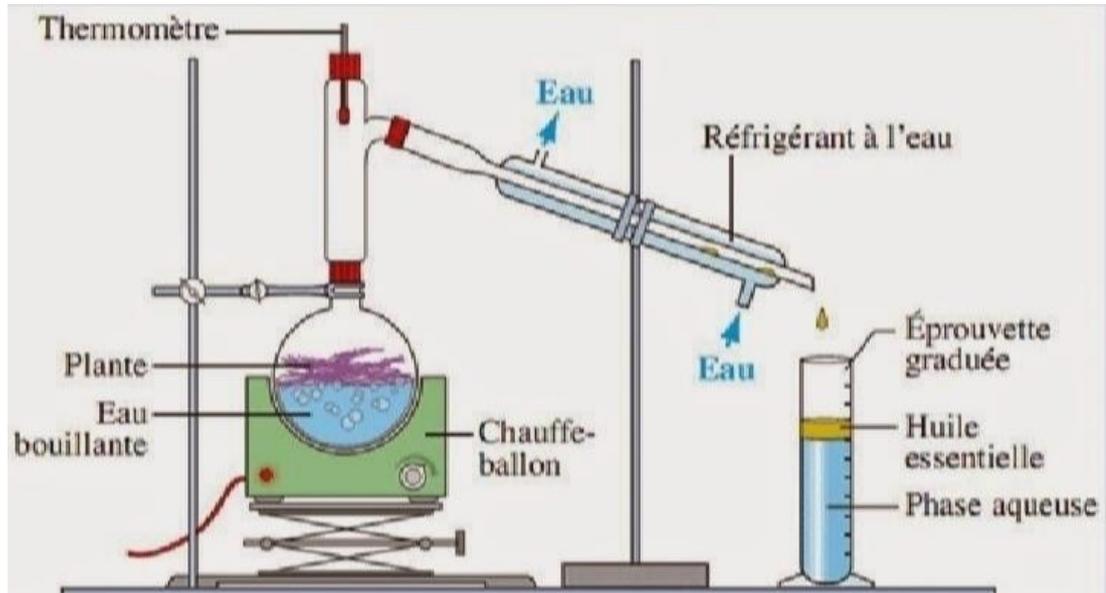


Figure 26. Schéma représentatif de l'hydrodistillation (Zinezine.I., 2016)

7. Mode opératoire :

- 50 g des gousses + 500 ml d'eau distillée sont introduits dans un ballon de 1 L.
- On chauffe le ballon rempli à 100 °c.
- Après les heures d'extraction, les deux phases non miscibles sont séparées.

L'huile essentielle est récupérée dans des petits flacons en verre.

- La même méthode s'applique pour les feuilles et les tiges (Annexe 06).

8. Détermination de rendement en huiles essentielles :

Le rendement en huiles essentielles est donné par la relation ci-dessous :

$$R(\%) = \frac{M \times 100}{M_0}$$

R(%) : rendement exprimé en % ; **M** : masse d'huile essentielle récupérée ;

M₀ : masse du matériel végétal à traiter (gr).

9. Propriétés reconnues des huiles essentielles :

Ces huiles essentielles présentent une palette extrêmement large d'activités et d'applications pour la médecine humaine, leurs principales propriétés sont : anti-infectieuses, anti-inflammatoire, antihistaminique, immuno-régulatrice, anticatarrhales, neurotropes, endocrino-régulatrices, digestives, cicatrisantes, analeptiques et thermorégulatrices.

10. Evaluation de l'activité biologique :

a. Evaluation de l'activité antimicrobienne de *C. siliqua* :

L'évaluation de l'activité antimicrobienne a été réalisée par la méthode de diffusion par puits. Les souches bactériennes gram⁺ et Gram⁻ de références ATCC ont été choisies : *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae*, *Bacillus subtilis* et les souches fongiques : *Candida albicans* et *Saccharomyces cerevisiae* (Bendif 2017).

➤ Protocole :

Le milieu de culture approprié à cette étude est la gélose nutritive (GN) préparée comme suit :

- Dissoudre 23 g de la gélose déshydratée dans 1 litre d'eau distillée
- Mesurer le pH à l'aide d'un pH-mètre.
- Ajuster le pH à l'aide d'une base NaOH ou d'un acide HCl jusqu'au pH=7.
- Faire bouillir avec agitation jusqu'à dissolution complète.
- Homogénéiser la suspension obtenue.
- Répartir le volume dans des flacons.
- Séchage dans l'autoclave pendant 15 minutes à 121°C.

La gélose de Muller-Hinton, milieu spécifique pour les bactéries, prête à l'usage est coulée dans des boîtes de pétri stériles alors que d'autres sont coulées par la gélose Sabouraud (milieu spécifique pour les champignons).

Les souches microbiennes sont repiquées par la méthode des stries, puis incubées à 37 °C pendant 24 h afin d'obtenir une culture jeune et des colonies isolées. A l'aide d'un inoculateur quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques sont prélevées et mises dans 10 ml

Chapitre III : Matériel et méthodes

d'eau physiologique stérile à 0.9% de sel (Na Cl). L'ensemencement se fait sur des boîtes contenant le milieu gélosé (Mueller Hinton) bien séché. 120 µl de l'inoculum sont introduits et à l'aide d'un écouvillon stérile, l'étalement uniforme est réalisé.

À l'aide d'une micropipette, ajouter 1ml de l'eau distillée à l'extrait éthanolique, et 1ml du DMSO pour l'extrait chloroformique. Agiter les 2 solutions à l'aide d'un agitateur vortex. Une série de dilution de demi (1/2) a été préparée afin d'obtenir les différentes concentrations suivantes : 20 mg/ml, 10 mg/ml, 5 mg/ml, 2.5 mg/ml.

À l'aide d'une pipette pasteur stérile, réaliser 4 puits de 6 mm de diamètre assez espacés les uns des autres afin d'éviter l'enchevauchement des zones d'inhibition, puis verser 20 µl de chaque dilution dans les puits.

Finalement, les boîtes de pétri sont incubées à l'étuve pendant 18 à 24 heures à 37°C.

b. Evaluation de l'activité antibactérienne :

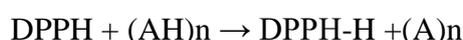
L'activité antibactérienne des extraits est déterminée par la méthode de diffusion en milieu gélosé (Muller Hinton) citée par (Celiktas et *al.*, 2007).

➤ **Protocole :**

La méthode repose sur la diffusion de l'extrait à partir des disques imprégnés d'extraits à différentes doses et déposés sur le milieu solide, préalablement ensemencé par inondation avec une suspension bactérienne. L'extrait diffuse à partir du disque en créant un gradient de concentration faisant apparaître une zone claire : plus la zone d'inhibition est grande plus la sensibilité de la souche bactérienne testée vis-à-vis de l'extrait est grande (Bektas et *al.*, 2003).

c. Evaluation de l'activité antioxydante par le diphényl-picryl-hydrazyl (DPPH) :

Le diphényle picryl-hydrazyle (DPPH) est un radical libre stable, violet en solution et présentant une absorbance caractéristique à 517 nm. Cette couleur disparaît rapidement lorsque le DPPH est réduit en diphényl picryl-hydrazine par un composé à propriété anti radicalaire, entraînant ainsi une décoloration (l'intensité de la coloration est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons) (Sanchez-Moreno, 2002). La réaction peut se résumer sous la forme de l'équation suivante :



Chapitre III : Matériel et méthodes

Où (AH)_n représente un composé capable de céder un hydrogène au radical DPPH (violet) pour le transformer en diphényle picryl hydrazine (jaune). Ceci permet de suivre la cinétique de décoloration à 517 nm. Un volume de 100µl de chaque extrait (avec dilution convenable) est incubé (30min).



*Chapitre IV : Résultats et
discussions*



❖ Résultats et Discussion:

L'extraction des huiles essentielles est réalisée par hydrodistillation à partir des feuilles, des fruits et des tiges de *C. siliqua*. La durée d'extraction était de 3h pour chaque échantillon. Les essais ont été répétés trois fois. Nous n'avons récupéré aucune goutte d'huile essentielle des diverses parties de la plante, le rendement est de 0,00%. Ce résultat pourrait être attribué à :

- la très faible quantité de matière végétale utilisée (quelques gr dans un ballon d'extraction de 500ml).
- à la volatilité de certains constituants lors du stockage et de la conservation de la matière végétale.
- L'absence totale d'huile essentielle dans la plante exploitée.



Conclusion générale



Conclusion générale

Conclusion :

Ceratonia siliqua est une plante très intéressante, malheureusement elle est encore très délaissée et inexploitée en Algérie. Le caroubier n'a pas encore gagné la place qu'il mérite dans les programmes de reboisement.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction des huiles essentielles de la plante de caroube et l'étude de son activité biologique. Bien que nous ayons essayé avec tous les moyens disponibles au niveau du laboratoire de notre université et utilisé toutes les parties de la caroube (gousses, feuilles, brindilles), les résultats escomptés n'ont pas été atteints.

A travers nos essais, nous pouvons dire que la plante de caroube exploitée ne contient pas d'huiles essentielles (Rendement: 0.0%). Ce résultat pourrait être dû :

- à la volatilité de certains constituants lors du stockage et de la conservation de la matière végétale et/ou à la faible quantité de matière utilisée.
- Et/ou à la faible quantité de matière végétale utilisée dans un ballon de 500ml.

Il est souhaitable de continuer ce travail:

- En utilisant une installation semi pilote d'extraction afin d'obtenir une quantité appréciable d'huile essentielle.
- De mener des expérimentations pendant la saison de récolte des caroubes.
- Utilisation de l'extraction par solvants des extraits de *C. Siliqua* pour l'étude des polyphénols dont la plante est très riche.
- Développer les outils et équipements nécessaires au pressage de cette plante.
- Fournir les moyens pour étudier les activités biologiques de cette plante.
- Beaucoup de plantation et d'entretien des caroubiers, et ne cueillir leurs fruits qu'au bon moment.

Références bibliographique :

A

- Aafi A., (1996). Le caroubier : Caractères botaniques et écologiques, groupements végétaux, techniques d'élevage en pépinière, traitement et soins culturaux, utilisation et production. Centre national de la recherche forestière. Maroc, pp 1-7.
- Ait Chitt, M., 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.
- Akhlaghi H. (2008). The Essential Oils from Flowers, Stems and Leaves of *Ferulago angulate* from Iran. *Chem Nat Compd.* 44 (3): 396-397.
- Albanell, E., (1990). Caracterizacion morfologica, composicion quimica y valornutritivo de distintas variedades de garrofa (*Ceratonia siliqua* L) cultivadas in España, Tesis Doctorat ; Barcelona ; España, P 209.
- Allain E., Comeaux L., Gorlier P., Lemarchand S., Strat P., Merlot M. Et Nejman R., (1999). Soja. Ecole nationale supérieure de chimie de Rennes. P.1 -20.
- APG. An update of the Angiosperm Phylogeny Group classification for the orders and families of flowering plants : APG III. *Botanical Journal of the Linnean Society* 2009 ; 161: 105-121.

B

- Bakkali F., Averbeck S., Averbeck D. and Idaomar M. (2008). Biological Effects of Essential Oils - A Review. *Food Chem Toxicol.* 46 (2): p 446-475
- Barry, T.N., Manley, T.R. and Duncan, S.J. (1986). The role of condensed tannins in the nutritional value of *Lotus pedunculatus* for sheep 4. Sites of carbohydrate and protein digestion as influenced by dietary reactive tannin concentration. *British Journal of Nutrition.*
- Baser K. H. C. and Buchbauer G. (2010). *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications.* Ed. Taylor and Francis Group, LLC, USA, p 994.
- Batlle, I., Tous, J., 1997. Carob tree *Ceratonia siliqua* L., Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. 17, Gatersleben: Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Rome: International Plant Genetic Resources Institute. 92 pages.

Références bibliographique

- Battle. I et Tous J., 1997. Caroub tree. *Ceratonia siliqua* L. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops ». 17. Institut of plant Genetic and crops Plant Resarch. Médicinales, Maghreb Canada Express Vol. 5, N°9.
- Bauer,W.J.,Badoud,R.,Loliger,J.(2010).Science et technologie des aliments.Press polytechnique et universitaire romandes.pp 144-190.
- Baum N., (1989), Arbres et arbustes de l’Egypte ancienne, Article, Edité par Peeters Publishers, Vol.13 n°2 (2015), pp. 354.
- Beerens, P., 2007., Screw-Pressing of jatropha seeds for fuelling purposes in less developed countries.
- Belaiche P. (1979). Traité de Phytothérapie et d’Aromathérapie. Tome1 : l’Aromatogramme. Ed. Maloine S. A., Paris, 201p.
- Belkamla. C, Boudarbala. R, Benlatreche. K, 2021. Etude phytochimique et évaluation de l’activité antioxydante, antidiabétique et anti-inflammatoire de l’espèce *Ceratonia siliqua* L. (Elkharoub. Mémoire présenté en vue de l’obtention du diplôme de master. Université des frères Mentouri Constantine.P73.
- BEN KHALDI. H, 2015. Détermination de l’activité antioxydante des polyphinoles du caroubier (*Ceratonia siliqua*) de la région de tlemcen. Université abou bekr belkaid Tlemcen.P43_54.
- Benamar B, Meriem k, Harch et Florence D, (2011). Une espèce à usage multiple, forêt méditerranéenne. Edition t. XXXII, n° 1, mars 2011 pp51-58.
- Bengoechea, C., Romero, A., Villanueva, A., Moreno, G., Alaiz, M., Milla´ n, F., Guerrero, A., Puppo, M.C., (2008). Composition and structure of carob (*Ceratonia siliqua* L) germ proteins. Food Chemistry p 107, 675–683.
- Biner, B., Gubbuk, H., Karhan, M., Aksu, M. and Pekmezci, M. (2007). Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey. Gubbuk, Karhan, Aksu, & Pekmezc, food chemistry (pp. 1453-1455).
- Boros, B., Jakabova, S., Dornyei, A., Horvath,G., Pluhar, Z ., Kilar, F., Felinger, A.(2010). Determination of polyphenolic compound by liquid chromatography–mass spectrometry in Thymus species. Journal of Chromatography A.
- Bouakaz, I., (2006).Etude phytochimique de la plante *Genista Microcephala*. Mémoire de magister. Batna.

Références bibliographique

- Boukhatem, M. N., Hamaidi, M. S., Saidi, F., & Hakim, Y. (2010). Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens*) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). *Nature & Technology*, (3), p 37.
- Boulefa.H., Amaissia.F., 2020. L'extraction et l'activité biologique des huiles essentielles d'*Artemisia absinthium.*, Université Djilali Bounaama Khemis Miliana., Sciences de la Nature et de la Vie., Microbiologie Appliquée., Mémoire de fin d'étude (Master)., p 13.
- Bousbia. N., 2011. Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon et des pays du Vaucluse, Ecole Nationale Supérieure Agronomique., Thèse en co-tutelle., (p 9-16)
- Bousbia. N., 2011. Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Université d'Avignon et des pays de Vaucluse., Ecole Nationale Supérieure Agronomique., Thèse en co-tutelle., (p 9-16).
- Boyeldieu J., (1991). Produire des graines oléagineuses et protéagineuses. Paris, éd. Tec et Doc, Lavoisier.p 106-119.
- Bruneton J. (1999). Pharmacognosie, phytochimie, Plantes Médicinales. Tec et Doc, Lavoisier 3ème édition, Paris, 1120p.
- Bruneton, J. (1999).Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales, 3ème Ed. Médicales internationales and Tec & Doc Lavoisier, Paris.
- Buronzo A. M., 2008, Grand guide des huiles essentielles : santé, beauté, bien être, Edit. Hachette pratique, paye, p. 244.
- Burt S., 2004.- Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods – a review. *International Journal of Food and Microbiology*. 94: 223-253.

C

- Chaib.F, khenfer A., (2013). Synthèse de biodiesel par la transestérification des huiles alimentaire, volume : 1, édition : Technique et documentation, Lavoisier, Paris. p 252 253.
- Chaintreuil, C., Giraud, E., Prin, Y., Lorquin, J., Bâ, A., Gillis, M., ... & Dreyfus, B., (2000). Photosynthetic bradyrhizobia are natural endophytes of the African wild rice *Oryza breviligulata*. *Applied and environmental microbiology*, 66(12), P5437-5447.
- Cheftel. J.C et Cheftel.H., (1977).Introduction à la biochimie et à la technologie des

Références bibliographique

- Chial N.,(2020). le caroubier : utilisations et intérêt économique, mémoire de master, Université de frères Mentouri, Constantine 1. p 22.
- Chial. N (2020), Le caroubier : utilisations et intérêt économique. Université des Frères Mentouri Constantine 1 Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie. P 4_10.
- Chiasson H. et Beloin N., 2007, Les huiles essentielles, des bio-pesticides « nouveaux genres », Bulletin de la Société d'entomologie du Québec, vol. 14, n° 1, p. 6.
- Clarke S. (2008). Chemistry of Essential Oil. 1st ed. Elsevier. British, 302p.
- commercialisées. Mémoire master académique. Spécialité génie chimique. Université kasdi marbah, ouargla. p40.
- Cowan, M. M., (1999). Plants products as antimicrobial agents. Clinical Microbiology Reveys. Vol 12 N°4: 564-571.
- Cronquist, A. (1981) An Integrated System of Classification of Flowering Plants. Columbia University Press, New York, pp 248-250.
- Custódio, L., Carneiro, M. F. & Romano, A. (2005). Microsporogenesis and anther culture in carob tree (*Ceratonia siliqua L.*). Scientia Horticulturae, p 104: 65–77.

D

- Dellali S, Aloui F,Selmi H,Sebei H, (2018). Comparison of the chemical composition and the antioxidant activity of the leaves of Carob tree (*Ceratonia siliqua L.*) collected in three sites of Djebel Zaghuan (Tunisia). Journal of New Science Agriculture and Biotechnologie, Vol (21), pp 3429-3438.
- Denise J., (1983). Le raffinage des corps gras, éd : beffois, Dunkerque. p 53-55
- Devillers,P.H.,Thébault,J.,Mathellier,B.,Jadeau,L.,Labau,M.P.,Joly ,X.,Bosque,F.,Badey,L., Jolibert,F.(2010).Huiles végétales.JTERG..8-70.
- Dubois, V., Breton, S., Linder, M.(2008). Proposition de classement des sources végétales d'acides gras en fonction de leur profil nutritionnel. Oléagineux Corps gras Lipides,15 ,56-75.

E

- Emilie,F.(2005). Connaissance des aliments, Base alimentaire et nutritionnel de la diététique.Tec et Doc Lavoisier, 295-314.

Références bibliographique

- Estrada C., Vázquez M., Melis B. & Vadell J., 2006. Fruticultura de secano.El Algarrobo. In : Labrador. J, Porcuna. J.L & Bello. A (Cords), Manual de agricultura y ganadería ecológica. Eumedia. España, pp. 186-195.
- Evreïnoff, V. A (1947) Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée, OpenEdition page 399.
- Evrard,J.,Pares ,X.,Argenson,C.,Morin,0.(2007). Procédé d'obtention et composition des huiles de tournesol, Olive et Colza.Cah.Nutr.Diét, 42.13-23.
- Extraction, Séparation et identification des espèces chimiques (tronc commun bac international) cours p.c. 2017

F

- Fadel, F., Fattouch, S., Tahrouch, S., Lahmar, R., Benddou, A., Hatimi, A., (2011). The phenolic compound of *Ceratonia siliqua* pulps and seeds. J. Mater. Environ. Sci., Vol (2), pp 285-292.
- FAO. Data from the FAOSTAT Statistical data base. See www.fao.org. Orphanos P. I. and Papaconstantinou J. (1969), The carob varieties of Cyprus, Tech. Bull. 5. Cyprus Agricultural Research Institute, Ministry of Agriculture and Natural Resource, Nicosia.
- FAOSTAT. (2010). Food and Agriculture Organization of the United Nations Statistics.www.fao.org.
- Farhat, A. (2010). Vapo-diffusion assistée par micro-ondes : conception, optimisation et application. Thèse de Doctorat en Sciences (option : Sciences des Procédés, Sciences des Aliments), Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse (France) & Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès (Tunisie).
- Filioglou, et Alexis. (1989). Protein digestibility and enzyme activity in the digestive tract of rainbow trout fed diets containing increasing levels of carob seed germ meal. In N. (E. De Pauw, H. Jaspers, Ackefors, & N. Wilk, Édés.) Aquaculture. A biotechnology in progress, pp. 839-843.
- Fleuriet, A. (1982). Thèse Doc. Etat, Montpellier.
- Fournier P. (1977), Les quatre flores de la France (générale, alpine, méditerranéenne, littorale). Le Chevalier, Paris.
- Frahm-Leliveld J.A., (1957). Observations cytologiques sur quelques légumineuses tropicales et subtropicales. Rev. Cytol. Et Biol. Vég. 18: 273-287.

Références bibliographique

- Fridi K., Mazari M., (1997). Effet du stockage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'arachide. Mémoire d'ingénieur Agronome, El Harrach, Institut National Agronomique. p78.

G

- Gaouar N., (2011). Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes, thèse en vue de l'obtention du diplôme de Magister en agronomie, Université Abou Bekr Belkaid- Tlemcen.
- Geiger J. L. (2005). The Essential Oil of Ginger, *Zingiber officinale*, and Anaesthesia. Int J Aromather. 15 (1): 7-14
- Ghedira K. 2005. Les flavonoides : structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique. *Pharmaconosie*, 10 : 16-22.
- Glisic S. B., Mistic D. R., Stamenic M. D., Zizovic I. T., Asanin R. M. and Skala D. U. (2007b). Supercritical Carbon Dioxide Extraction of Carrot Fruit Essential Oil: Chemical Composition and Antimicrobial Activity. *Food Chem.* 105 (1): p 346-352.
- Goldblatt P., (1981). Cytology and phylogeny of the leguminosea. In : Polhill R.M & Raven P.H., (Eds). *Advances in Legume Systematic*. Vol. 2. Royal Botanic Gardens, Kew, England, pp. 237-464.
- Guignard, J. L. (2000). *Biochimie végétale*.

H

- Hariri A., Ouïs N., Sahnouni F et Bouhadi D. (2009). Mise en œuvre de la fermentation de certains ferments lactiques dans des milieux à base des extraits de caroube, *Rev. microbiol. ind. San et environn.* 37-55.
- Hernandez-Ochoa L. R. (2005). Substitutions des Solvants et Matières Actives de Synthèse par Combiné 'Solvant/Actif'. D'origine végétale. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechniques de Toulouse, Spécialité : Sciences des Agroressources, France, p 225
- Hillcoat D., Lewis G. & Verdcourt B., (1980). A new species of *Ceratonia* (Leguminosae-Caesalpinioideae) from Arabia and the Somali Republic. *Kew bull.* 35 : 261-271.
- Hoffmann, L., Maury, S., Martz, F., Geoffroy, P. & Legrand, M. (2003). Purification, cloning, and properties of an acyltransferase controlling shikimate and quinate ester intermediates in phenylpropanoid metabolism. *J Biol Chem* 278, 95-103.

Références bibliographique

- Howes M.-J. R., Simmonds M. S. J. and Kite G. C. (2004). Evaluation of the Quality of Sandalwood Essential Oils by Gas, Chromatography–Mass Spectrometry. *J Chromatogr. A*. 1028 (2): p 307-312.

I

- Irfan H., and Khalid H., (2017). Ethnopharmacological basis for antispasmodic, antidiarrheal and antiemetic activities of *Ceratonia siliqua* pods, Bangladesh. *J Pharmacol*, Vol (12): 384-392.
- Irwin H.S. & Barneby R.C., (1981). Cassieae. In : Polhill R.M & Raven P.H., (Eds). *Advances in Legume Systematic*. Vol. 1. Royal Botanic Gardens, Kew, England, pp. 97-106.
- Isobe,S.,Zuber,F.,Uemura,K.,Noguchi,A.(1992).A new twin-screw press design for oil extraction of dehulled sun flower seeds ,*JAm.Oil Chem.Soc*, 69,884-889.

J

- Johnson,. (1988). Application of LBC in food and pet food systems. In Bruun, Okkala, Neukom, P. Fitoanf, & A. Mulet (Eds.), in *Proceedings of the II International Carob Symposium Valencia, Spain* (pp. 577-587).

K

- Kalembe D. & Kunicka A., 2003.- Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Current Medicinal Chemistry*. 10: 813-829.
- Kening Y., Vincenzo D. L. Et Normand B. (1995). Creation of a metabolic sink for tryptophan alters the phenylpropanoid pathway and the susceptibility of potato to *Phytophthora infestans*. *The plant cell*.
- Kimbaris A.C., Siatis N.G., Daferera D.J., Tarantilis P.A., Pappas C.S., Polissiou M.G., 2006.- Comparison of distillation and ultrasound-assisted extraction methods for the isolation of sensitive aroma compound from garlic (*Allium sativum*). *Ultrason Sonochem*. 13: 54-60.
- Klenow S., Gleis M., Haber B., Owen R et Pool-Zobel B.L, (2007). Carob fibre compounds modulate parameters of cell growth differently in human HT29 colon adenocarcinoma cells than in LT97 colon adenoma cells. *Food and Chemical Toxicology*.

Références bibliographique

- Knaggs, A.R. (2003). The biosynthesis of shikimate metabolites. Natural Product Reports.

L

- Lavalée P., (1962). Le caroubier, son utilisation dans l'alimentation du bétail en Algérie et en Tunisie ». Alger, p 47.
- Leinmüller, E., Steingass, H. And Menke, K.H. (1991). Tannins in Ruminant feed stuff.
- Letkesses. H, Ladraa. I, 2017. Evaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne des extraits de *Ceratonia siliqua L.* Mémoire présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master. Université des Frères Mentouri Constantine.P65.
- Ladjal ettoumi. Y(2009), Carte géographique de la wilaya d'Ain Defla (DPAT)
- Leggof A., (2003). Aliments dénaturés, raffinage des céréales, sucre, sels et huiles. In : www.biogassendi.com. (Mai 2014)
- Letkesse Essaadia., LADRRAA Ismahane(2017). Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de master sur Evaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne des extraits de *ceratonia siliqua L.* Université des frères Mentouri constantine. p30
- Linden G., Lorient D., (1994). Biochimie agro-industrielle. Paris, éd. Masson. p90-100

M

- Macheix et al., (2006), Les polyphénols en agroalimentaire, Lavoisier 1-28. Mueller-Harvey, I. et Mc Allan, A.B. (1992). Tannins: their biochemistry and nutritional properties. Adv. Plant Cell Biochem. Biotechnol.
- MAPA. (1994), Ministerio de Agriculture, Pesca Y Alimentación. Anuario d'Estadística Agraria. Ed. Secretaría General Técnica, Madrid, Spain.
- Marouf A. et Tremblin G., 2009, abrégé de chimie appliquée, edit., EDP sciences, coll. Grenobles sciences, p 133-146
- Martin, S., Andriantsitohaina, R. (2002). Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. Annales de cardiologie et d'angéiologie. P304-315
- Medjber N. et DJOUDI M., 1995, Etude des huiles essentielles d'orange, essai de valorisation, Th. Ing., ENSA (ex. INA), El-harrache, p.61.
- Melgarejo P. & Salazar D.M., 2003. Tratado de fruticultura para zonas áridas y semiáridas. Vol. II. Mundi-Prensa. España, pp. 19-162

Références bibliographique

- Metrouh H., (2009). Etude du pouvoir antioxydant de *Ceratonia siliqua* : Effets de la température et du solvant d'extraction, Mémoire En vue de l'obtention du Diplôme de Magister en Biologie, Université Abderrahmane Mira Bejaia.
- Mhirit O. et Et-Tobi M., (2002). Les arbres hors forêt : le cas du Maroc. Archives de documents de la FAO.
- Mueller-Harvey, I. (2001). Analysis of hydrolysable tannins. Anim. Feed Sci. Technol.

N

- Naczki, M., Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. Journal of Chromatography A. P 95-111
- NAS, (1979). Tropical legumes: resources for the future, pp. 109- 116. National Academy of Sciences, Washington DC. USA.
- Neukom. H., (1988). Carob bean gum: properties and applications. (In : P. Fito, & A. Mulet, Éds.) Proceedings of the II International Carob Symposium, pp. 551-555. A Valencia, Spain.

O

- Ortiz P.L., Arista M. & Talavera S., (1996). Producción de néctar y frecuencia de polinizadores en *Ceratonia siliqua* L. (Caesalpinaceae). Anales del Jardín Botánico de Madrid 54 : 540-546.
- Özcan M. M. and Chalchat J. C. (2007). Chemical Composition of Carrot Seeds (*Daucus carota* L.) Cultivated in Turkey: Characterization of the Seed Oil and Essential Oil. Grasas y Aceites. 58(4): 359-365.

Q

- Quezel P. et Santa S. (1962/63). Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méditerranéennes. Tome 1. Edit CNRS. Paris.

R

- Rebour H., (1968), fruits Méditerranéens, la maison rustique, Paris.

Références bibliographique

- Rejeb, M. N., Laffray, D., & 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.
- Rhayour K. (2002). Etude du Mécanisme de l'Action Bactéricide des Huiles Essentielles sur *Esherichia coli*, *Bacillus subtilis* et sur *Mycobacterium phlei* et *Mycobacterium fortuitum*. Thèse de Doctorat. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah. Fès, Maroc, p 170
- Rhayour K. 2002, Etude du mécanisme de l'action bactéricide des huiles essentielles sur *Esherichia coli*, *Bacillus subtilis* et sur *Mycobacterium phlei* et *Mycobacterium fortuitum*. Th. Doct. Univ. Sidi Mohamed Ben Abdellah. Fès, Maroc, p161.
- Roukas T., (1993). Ethanol production from carob pods by *Saccharomyces cerevisiae*, *Food Biotechnology* p 7,159–176.
- Roukas T., (1996). Continuous ethanol production from nonsterilized carob pod extract by immobilized *Saccharomyces cerevisiae* on mineral kissiris using a two-reactor system, *Applied Biochemistry and Biotechnology* p59, 299–307.
- Roukas T., (1998). Citric acid production from carob pod extract by cell recycle of *Aspergillus niger*, *Food Biotechnology* p 12, 91–104.
- Roukas T., (1999). Citric acid production from carob pod by solid-state fermentation, *Enzyme and Microbial Technology* p 24, 54–59.

S

- Saad H-E. A., El-Sharkawy S. H. and Halim A. F. (1995). Composition of the Essential Oils of the Leaves and Stems of *Torilis arvensis*. *Pharm Acta Helv.* (70): p 85-87.
- Saadouni. M, 2021. Etude invivo de l'activité antalgique de l'extrait méthanolique de caroube «*Ceratonia siliqua* L», Mémoire présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master. Université des Frères Mentouri Constantine 1. P59.
- Santoyo S., Cavero S., Jaime L., Ibanez E., Senorans F.J. & Reglero G., 2005.- Chemical composition activity of *Rosmaris officinalis* L. essential oil obtained via supercritical fluid extraction. *Journal of Food Protection.* 68: 790-795.
- Sarni-Manchado, P., Cheynier, V. (2006). Les polyphénols en agroalimentaire, Lavoisier, Editions Abrégé de botanique. Masson (Ed). Paris. P 02-11

Références bibliographique

- Sbay H. et M. Abourouh, (2006). Apport des espèces à usages multiples pour le développement durable : cas du pin pignon et du caroubier, Centre de Recherche Forestière Haut-Commissariat aux Eaux et Forêts et à la Lutte Contre la Désertification, Rabat, pp.1-9.
- Schroeder C.A. (1959), The floral situation of the Carob in California, Proc. Am. Soc. hort. Sci. N°74, pp. 248-251.
- Sébastien G., (2018). Etude des relations entre la structure des galactomannanes de caroube et leurs propriétés fonctionnelles (communauté française de Belgique, Université de Liège. Gembloux agro bio tech, pp 28-30.
- Svoboda K. P. and Greenaway R. I. (2003). Investigation of Volatile Oil Gland of *Satureja hortensis* L. (Summer savory) and Phytochemical Comparison of Different Varieties. Int Jour Aromather. 13 (4): p 196-202.

T

- Tucker S.C., (1992). The developmental basis for sexual expression in *Ceratonia siliqua* (Leguminosae: Ceasalpinoideae: Cassieae). Am. J. Bot. 79 : 367-327.

W

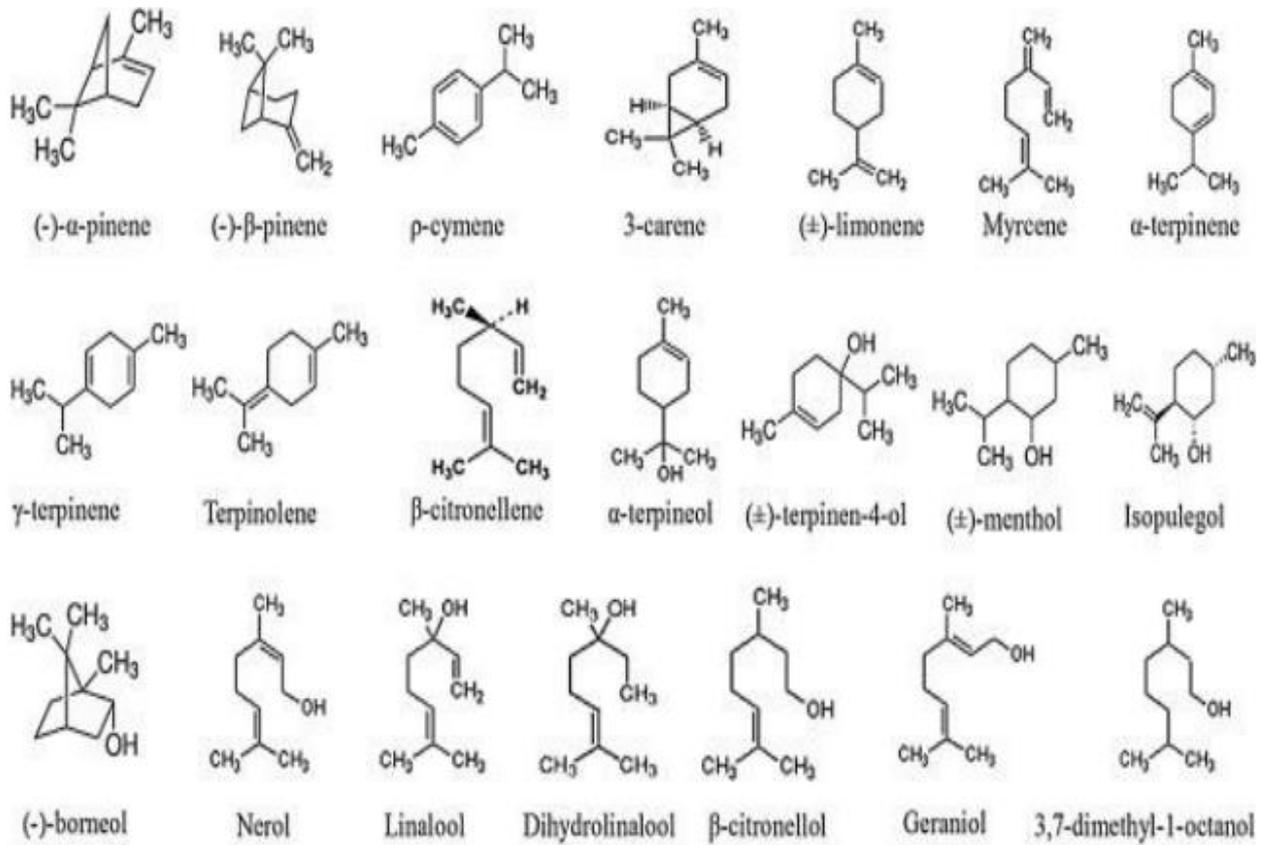
- Wojciechowski MF, Lavin M, Sanderson MJ, (2004) « A phylogeny of legumes (Leguminosae) based on analysis of the plastid matK gene resolves many well-supported subclades within the family », American Journal of Botany, vol. 91, n° 11, pp. 1846-1862.

Z

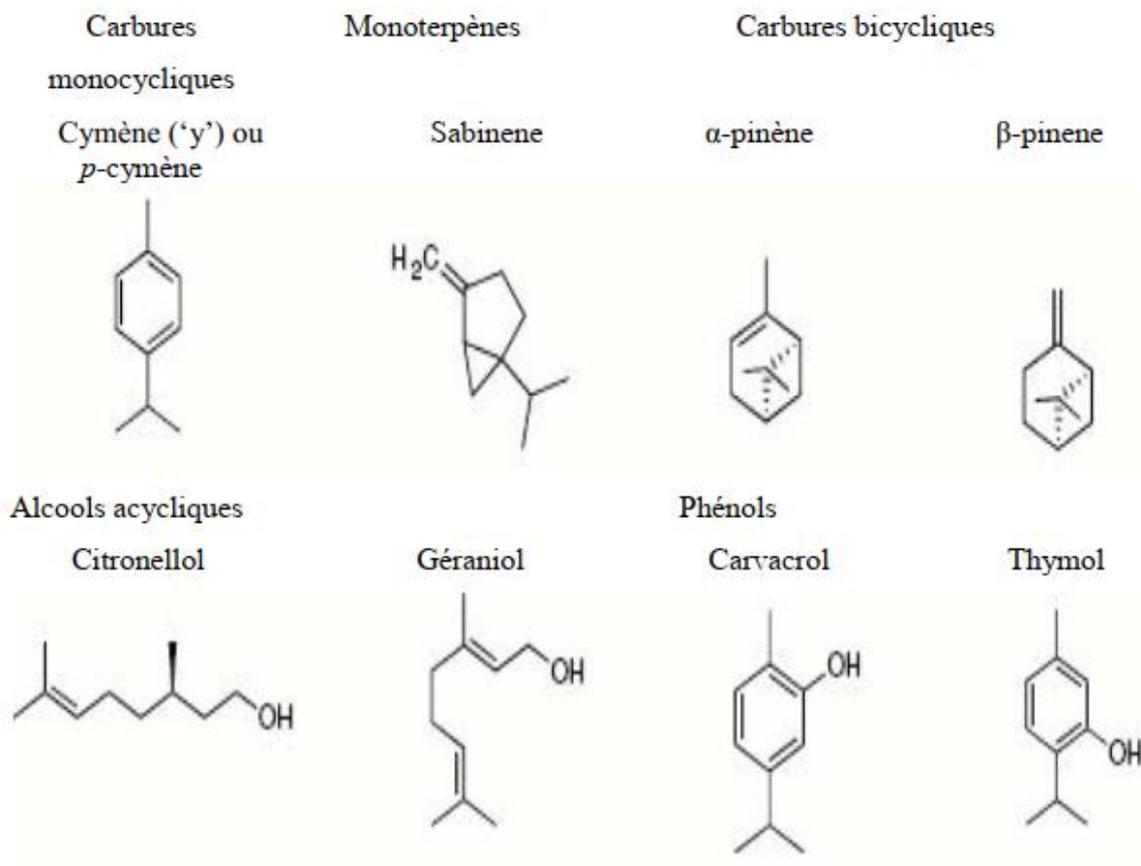
- Zabeirou ; Hachimou (2005). Étude comparative entre les Huiles essentielles de la Menthe Verte (*Mentha Spicata* L) et de la Poivree (*Mentha Piperita* L) dans la région d’Ouargla .Mémoire de DES, Biochimie –Université de Kasdi Merbbah _Ouargla .p16
- Zouhair O., (1996), Le caroubier : situation actuelle et perspectives d’avenir, Document interne, Eaux et forêts, Maroc, pp 22.

<https://www.amazon.fr/BALLA-Huile-Caroube-naturelle-60ml/dp/B06WD8XHTM>

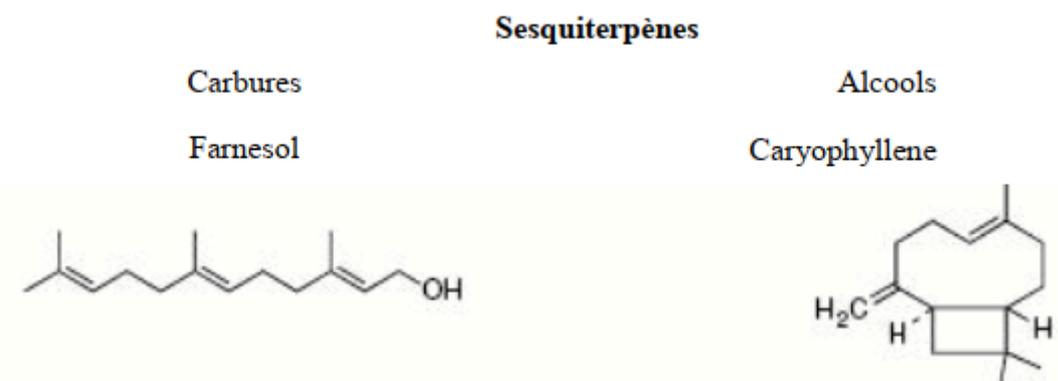
Annexe 1 : structure chimique de quelques constituants des huiles essentielles



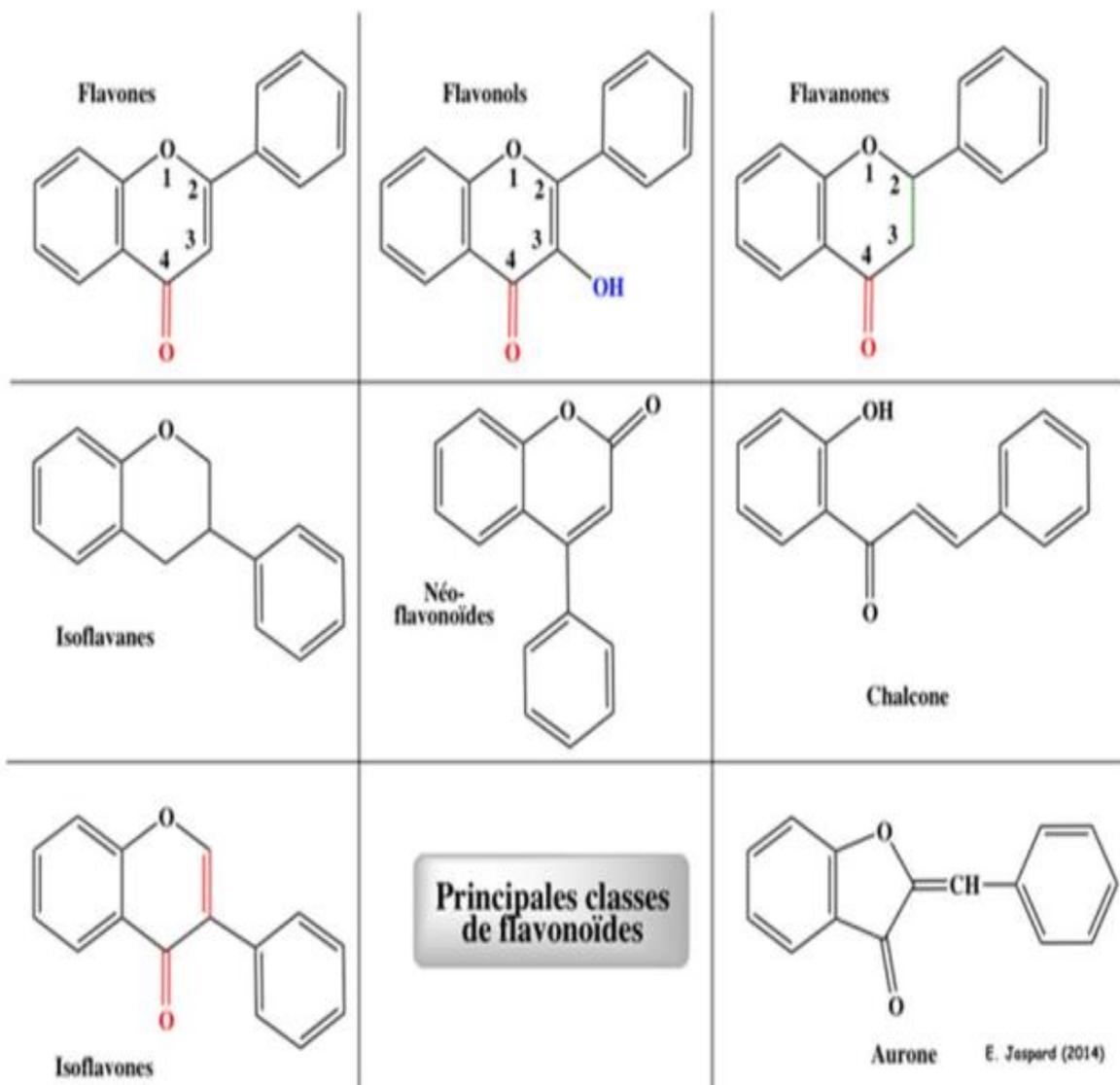
Annexe 02: Structure chimique de certains monoterpènes.



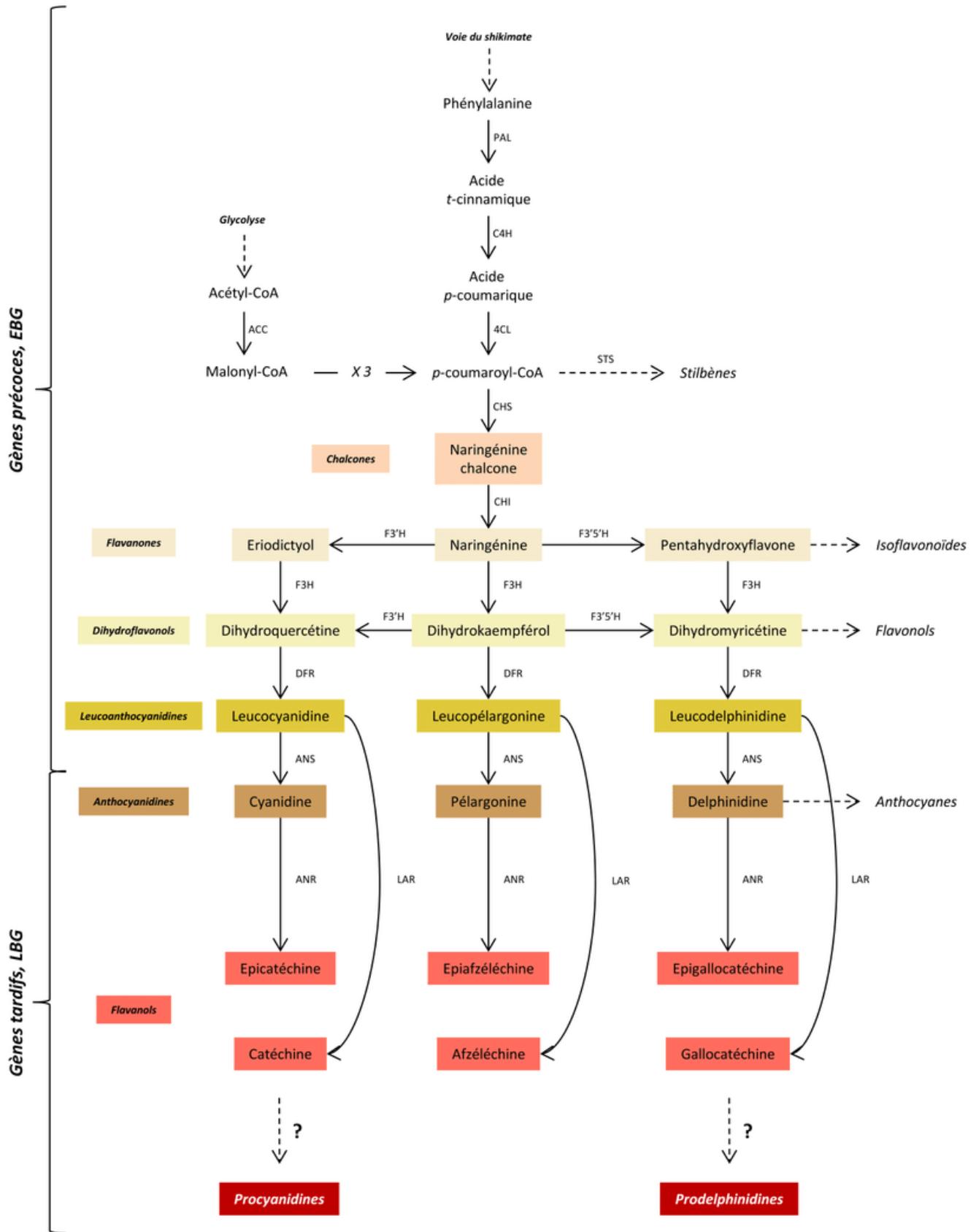
Annexe 03 : Structure chimique de certains sesquiterpènes.



Annexe 04 : Principales classes de flavonoïdes



Annexe 05: Biosynthèse des composés phénoliques



Annexe 06 : Échantillons expérimentaux



