

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE MICROBIOLOGIE  
& BIOCHIMIE

N° :



DOMAINE : SCIENCES DE LA NATURE  
ET DE LA VIE

FILIERE : SCIENCE ALIMENTAIRE

OPTION : QUALITE DES PRODUITS  
ET SECURITE ALIMENTAIRE

**Mémoire présenté pour l'obtention**

**Du diplôme de Master professionnel**

Par :

CHAOUI RIDHA  
MEDDAH MOHAMMED  
BENCHEIKH DERRADJI

**Intitulé**

**Elaboration d'un film bioactif  
comestible.**

Soutenu devant le jury composé de :

Dr Chérif Kamel

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Président

Dr Rahali Abdallah

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Rapporteur

Dr Drif seiffeddine

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Examineur

Année universitaire : 2023/2024

## Dédicace

**Nous dédions ce modeste travail :**

❖ *A nos familles*

❖ *A nos amis*

❖ *À tous ceux que nous portons dans nos cœurs.*

## *Remerciement*

*Tout d'abord nous tenons à remercier **ALLAH** le tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour mener à terme notre formation et pourvoir réaliser ce travail de recherche.*

*Nos remerciements s'adressent particulièrement à **Mr. ABDELLAH RAHALI**, pour son encadrement de qualité, sa motivation professionnelle, ses conseils et critiques constructives, ses corrections, sa gentillesse et sa patience ainsi pour le temps qu'il a consacré à la réalisation de ce travail.*

*Nous adressons nos respectueux remerciements à **Mr. KAMEL CHERIF** pour avoir bien voulu accepter de présider le jury de ce mémoire. **Que, Mr. DRIF Seiffeddine** trouve ici l'expression de nos vifs remerciements pour avoir bien voulu juger ce travail.*

*Nous exprimons toute notre reconnaissance à nos enseignants, qui nous ont fourni les outils nécessaires à la réussite de nos études universitaires.*

## Liste des abréviations

(PHA) : polyhydroxylalcanoate.

(PHB) : le polyhydroxybutyrate.

(PHV) : polyhydroxyvalérate.

(PHBV) : polyhydroxybutyrate- co-hydroxyvalérate.

(PLA) : l'acide poly (lactique).

(EAB) : élongation à la rupture.

(TS) : résistance à la traction.

(WVP) : perméabilité à la vapeur d'eau.

(OP) : perméabilité à l'oxygène.

(EWS) : solution de lactosérum à base d'entérocin.

(MC) : taux d'humidité.

(TS) : La résistance à la traction (TS).

(WVTR) : Le taux de transmission de la vapeur d'eau (WVTR).

(MGGL) : Membrane du globule gras du lait.

(EWS) : sweet whey – enterocin (lactosérum – entérocin )

## Liste des figures

**Figure n°1** : procédé de fabrication du babeurre

**Figure n°2** : présente des films obtenus avec les différentes combinaisons amidon et gélifiant

**Figure n°3** : apparition des biofilm A /glycérol b /chitine c/cellulose d /agar

**Figure n°4** : Diagramme du protocole expérimental de l'étude

**Figure n°5** : préparation d'un biofilm

**Figure n°6** : les analyses microbiologiques du beurre

**Figure n°7** : Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.

**Figure n°8** : Mesure de l'humidité des biofilms par le dessiccateur.

**Figure n°9** : Le test de la solubilité des biofilms dans l'eau.

## Liste des tableaux

<b>Tableau n°1</b> : composition de divers produits écrémés exprimés en base de matière.....	21
<b>Tableau n°2</b> : Appareillage et produits chimiques utilisés dans l'étude.....	34
<b>Tableau n°3</b> : Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms.....	39
<b>Tableau n°4</b> : Valeurs de pH de beurre avant et après 14 jours de stockage .....	43

## ملخص

أدى عدم تحلل مواد التغليف البلاستيكية إلى ظهور العديد من المخاوف البيئية. وبالإضافة إلى ذلك، تتطلب تفضيلات المستهلكين للمنتجات الآمنة والصحية والملائمة وذات الجودة العالية ظهور أنظمة مبتكرة لتغليف الأغذية للحفاظ على جودة الأغذية المعبأة. وتوفر الأغشية النشطة المتينة وظائف تلبية هذه المتطلبات وتوفير حماية معززة بحاجز فريد من نوعه ضد البيئة الخارجية، مع تجنب الإضرار بالبيئة يمكن أن تمنح العوامل النشطة الأفلام خصائص مضادة للأكسدة ويمكن تحقيق الإطلاق المتحكم فيه للأغشية الحيوية عن طريق إعداد حاملات نانوية بوليمرية حيوية لتغليف العوامل النشطة. وتؤثر البنية المجهرية والتفاعل الجزيئي والفيلم البيئي على الإطلاق المتحكم به للفيلم النشط. وقد تم الإبلاغ عن تطبيقات الأفلام النشطة لإطالة العمر الافتراضي للمنتجات القابلة للتلف. كما توفر الأفلام النشطة إمكانات كبيرة لتوصيل الأدوية.

كلمات مفتاحية: مواد التغليف، جودة الأغذية، الأغشية النشطة، حماية، مضادة الأكسدة، الفيلم البيئي.

### Abstract

La non-dégradation des matériaux d'emballage en plastique a suscité de nombreuses préoccupations environnementales. En outre, les préférences des consommateurs pour des produits sûrs, sains, pratiques et de haute qualité nécessitent l'émergence de systèmes d'emballage alimentaire innovants pour maintenir la qualité des aliments emballés. Les films actifs durables offrent des fonctionnalités qui répondent à ces exigences et assurent une meilleure protection avec une barrière unique contre l'environnement extérieur, tout en évitant de nuire à l'environnement. Les agents actifs peuvent conférer aux films des propriétés anti oxydantes et/ou antimicrobiennes. La libération contrôlée des biofilms peut être obtenue en préparant des nano carriers bio polymériques pour encapsuler les agents actifs. La microstructure, l'interaction moléculaire et le film environnemental influencent tous la libération contrôlée du film actif. Il a été rapporté que les applications des films actifs ont prolongé la durée de conservation des produits périssables. Les films actifs offrent également un grand potentiel en matière d'administration de médicaments.

**Mots clés :** Emballage, produits sûrs, emballage alimentaire, Les films actifs, Les agents actifs.

### Résumé

Le babeurre, sous-produit de l'industrie beurrière obtenu après barattage de la crème, Son utilisation dans la fabrication du film bioactif pour beurre conduit à l'obtention d'un produit de bonne qualité organoleptique. Cette étude a pour but de valorisé le babeurre et l'utiliser pour confectionner un biofilm au rôle d'emballage comestible. La caractérisation des biofilms purs montre une bonne apparence visuelle, une épaisseur comprise entre  $0.160 \pm 0.003$  et  $0.180 \pm 0.005$  mm, une humidité de  $15.15 \pm 0.73$  à  $26.58 \pm 1.26\%$ , une solubilité dans l'eau allant de  $51.47 \pm 1.05$  à  $81.88 \pm 1.28\%$  et WVP est entre  $6.38 \times 10^{-8} \pm 0.4 \times 10^{-8}$  et  $1.46 \times 10^{-7} \pm 0.33 \times 10^{-7}$  ( $\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ) tandis que la transparence est incluse dans l'intervalle  $12.88 \pm 1.44$  à  $14.88 \pm 1.71$  %.

L'utilisation de biofilm sur le beurre pour le conserver.

**Mots clés :** le lait cru, babeurre, valorisation, beurre, Film bioactif

## Contenu

### Table des matières

Dédicace .....	i
Remerciement.....	ii
Liste des abréviations .....	iii
Liste des figures.....	iv
Liste des tableaux.....	v
ملخص.....	vi
Abstract .....	vii
Résumé .....	viii
Contenu .....	ix
Introduction .....	1
CHAPITRE I : Généralité sur le babeurre .....	3
I.1.Généralité .....	4
I.2.Définition .....	4
I.3.Nomenclature .....	4
I.4.Type de babeurre.....	4
I.4.1.Le babeurre acide : .....	4
I.4.1.Le babeurre doux : .....	4
I.5.Importance .....	4
I.6.Procédé de fabrication du babeurre.....	5
I.7.Composition de babeurre .....	6
I.8.Utilisation du babeurre.....	7
I.9.Conclusion : .....	8
CHAPITRE II : Partie expérimentale.....	13
II.1. Objectif .....	14
II.2. Présentation de l'organisme.....	14
II.3. Introduction.....	15
II.4. Supports courants chargés d'agents actifs pour la libération contrôlée de films bioactifs.....	16
II.5. Facteurs affectant la libération contrôlée des films actifs.....	16
II.6. Applications .....	16
II.7. Propriétés et importance des biofilm comestibles.....	17
II.8. Production des biofilms : .....	18
II.8.1. Films bioactifs : .....	18
II.8.2. Évaluation de l'activité du film contre L. monocytogenes.....	18

II.8.2.1. Évaluation qualitative .....	18
II.9.Caractérisation physico-chimique des films .....	19
II.9.1.Épaisseur des films .....	19
II.9.2.Teneur en eau et solubilité du film .....	19
II.9.3.Propriétés de traction du film.....	19
II.9.4.Mesure de la couleur et de l'opacité.....	19
II.9.5.Perméabilité à la vapeur d'eau .....	20
II.9.6.Analyse sensorielle de beurre enrobé .....	20
II.9.7.Matériels de laboratoire : .....	21
II.9.8.Évaluation microbiologique :.....	23
II.9.8.1.Mode opératoire : .....	23
<b>CHAPITRE III: Résultat et discussion .....</b>	<b>26</b>
III.1 Caractérisation des biofilms .....	27
III.1.1.Epaisseur des biofilms .....	27
III.1.2.La teneur en humidité de film.....	28
III.1.3.Solubilité dans l'eau .....	29
III.1.4.Perméabilité à la vapeur d'eau (wvp) du film : .....	29
III.1.5.Taux de transmission de la lumière et transparence du film : .....	30
III.1.6.PH.....	30
III.1.7.Analyse visuelle.....	31
III.2.Résultats d'analyses de beurre avec le biofilm après 25 jours .....	32
III.2.1.Résultat microbiologique :.....	32
III.2.2.Résultats physico-chimiques .....	32
III.3.Résultats d'analyses de beurre témoin après 25 jours .....	32
III.3.1.Résultat microbiologique :.....	32
III.3.2 Résultats physico-chimiques .....	32
III.4.Discussion : .....	32
III.5.Utilisation le ferment lactique à la préparation d'un biofilm.....	35
III.6.Conclusion.....	36
III.7.Référence bibliographiques .....	37
III.7.Références bibliographiques.....	37

# **INTRODUCTION**

### Introduction

Les plastiques traditionnels sont fabriqués à partir du pétrole, mais les ressources pétrolières non renouvelables ne peuvent répondre à la demande croissante d'énergie de la population. Dans le même temps, le recyclage du plastique est également un défi technique et économique complexe. Il serait donc utile de développer des emballages durables en bio polymères pour pallier les insuffisances des plastiques traditionnels, qui sont non biodégradables et éventuellement dangereux. Les films comestibles fabriqués à partir de ressources renouvelables sont apparus comme une stratégie efficace pour résoudre les défauts des emballages plastiques traditionnels (Oliveira Filho et al. 2019). Les protéines, les lipides et les polysaccharides sont les principaux biopolymères utilisés pour fabriquer des films comestibles, dont la combinaison permet de produire des mélanges aux propriétés souhaitées. En outre, l'enrichissement de ces films avec des agents actifs peut améliorer les propriétés mécaniques et fonctionnelles des films comestibles. La libération contrôlée d'agents actifs est devenue la question la plus importante car le taux de libération et son schéma ont un impact sur l'efficacité des agents actifs (Darbasi, Askari, Kiani, & Khodaiyan, 2017). Par conséquent, la manière d'obtenir une libération contrôlée d'un film actif avec des objectifs spécifiques, tout en respectant les exigences en matière de sécurité, est devenue un objectif important.

Les emballages à libération contrôlée peuvent améliorer la durée de conservation, faciliter la manipulation et prévenir les dommages physicochimiques des produits pendant le stockage ou le transport dans l'industrie alimentaire. Un article récent publié en 2020 indique qu'un matériau d'emballage bio-nanocomposite multifonctionnel peut retarder la dégradation des aliments en retardant le mûrissement, la déshydratation et l'invasion microbienne (Jung et al. 2020). Dong et al. (2019) ont rapporté un film d'emballage utilisant de l'attapulgite (phyllosilicate de magnésium et d'aluminium) pour contrôler la libération de l'HE d'*Allium sativum*, ce qui a prolongé la durée de conservation du crocodile jaune réfrigéré de 5 jours. De même, Qin, Zhuang, Wu et Li (2016) ont rapporté que le film à libération contrôlée de poly (acide lactique) (PA)/thymol était bénéfique pour le maintien de la qualité et la prolongation de la durée de conservation post-récolte des piments frais. En outre, la libération contrôlée de médicaments est également devenue un domaine d'étude permanent. Étant donné que la libération incontrôlée de médicaments conduit parfois à des concentrations toxiques élevées au départ, puis à des concentrations inefficaces du médicament, les chercheurs s'efforcent de mettre au point des systèmes d'administration de médicaments (DDS) qui offrent une concentration appropriée de médicament pour répondre aux besoins du traitement. Avec une bonne capacité de formation

d'hydrogel au bon pH, les films biocompatibles et hypoallergéniques à libération contrôlée peuvent fournir une plateforme médicale plus large, en particulier pour l'administration de médicaments et l'ingénierie tissulaire. Par exemple, Hosseini et Nabid (2020) ont utilisé le biopolymère de pulpe de graines de basilic pour concevoir des films à libération contrôlée et ont constaté que le film avait un effet thérapeutique idéal en tant que système d'administration de pansements.

Dans l'ensemble, le développement de films bioactifs naturels à libération contrôlée est une tendance inévitable. Bien que certaines technologies de micro- ou nano-encapsulation aient été rapportées récemment, la plupart des études se sont concentrées sur la structure des différents supports et leurs technologies de fabrication (Sahani & Sharma, 2021 ; Samrot et al. 2020), et peu d'études ont été consacrées au rôle des supports dans la libération contrôlée. En outre, des études sur l'importance de l'encapsulation, les mécanismes de libération et les approches de contrôle de la libération ont également été rapportées (Almasi, Oskouie, & Saleh, 2020 ; Boostani & Jafari, 2021 ; Rehman et al. 2020 a). Cependant, peu d'études ont prêté attention aux facteurs de libération contrôlée affectant le film actif, qui sont essentiels pour la préparation de films à libération contrôlée idéaux. L'objectif de cet article est donc de passer en revue le rôle des matrices filmogènes, des supports courants chargés d'agents actifs ainsi que les facteurs qui affectent/dépendent les propriétés de libération contrôlée. Certaines applications des films actifs dans les denrées périssables ainsi que dans les industries pharmaceutiques sont fournies afin d'établir la faisabilité de l'emballage par film actif. Les perspectives et les tendances futures sont également discutées afin d'identifier les lacunes de la recherche et de faire progresser la technologie dans ce domaine afin de fournir des orientations pour le développement futur des films à libération contrôlée.

# CHAPITRE I : Généralité sur le babeurre



**I.1.Généralité**

Le babeurre est le liquide qui se sépare du beurre au moment du barattage de la crème. Il est composé de matière grasse, de protéines, de lactose, d'eau et de sels minéraux. Il était jadis considéré comme un aliment de qualité, à la limite du médicament, que l'on donnait aux enfants malades et aux personnes fatiguées. C'est la fermentation à laquelle il était soumis avant le barattage qui lui conférait ses vertus uniques du beurre au moment du barattage de la crème (TANNAHILL, 1988).

**I.2.Définition**

C'est un liquide blanchâtre qu'on extrait après la formation du beurre, sa composition est voisine de celle du lait écrémé (POINTURIER et ADDA, 1969). Le babeurre est donc le produit obtenu au cours du barattage de la crème. La membrane des globules gras de la crème est rompue et la matière grasse est libérée. Les globules gras se soudent alors entre eux et forment les grains de beurre (SPITSBERG, 2005 ; DEWETTINK et al, 2008).

**I.3.Nomenclature**

Le Babeurre, en tant que produit dérivé de la crème du lait, vient de l'adjectif dépréciatif « bas » et du mot « beurre » il s'est écrit « bas-beurre ».

En tant que bâton actionné pour battre la crème et former le beurre, babeurre vient de « battre » et de « beurre » ; ce mot s'est d'ailleurs écrit « bat-beurre ». Le babeurre est également appelé « lait battu », « lait de beurre » ou « lait baratté » et même « petit lait » (POINTURIER, 1969).

**I.4.Type de babeurre**

**I.4.1.Le babeurre acide :** La crème est acidifiée au moyen de lactobacilles. Cette méthode permet d'obtenir du beurre à partir de crème acidifiée et du babeurre acide

**I.4.1.Le babeurre doux :** La crème n'est pas acidifiée avant d'être transformée en beurre. On obtient alors du beurre à partir de la crème douce et du babeurre doux. Etant celui qui suscite le plus d'intérêt pour la fabrication fromagère. (Veringa et al, 1976).

**I.5.Importance**

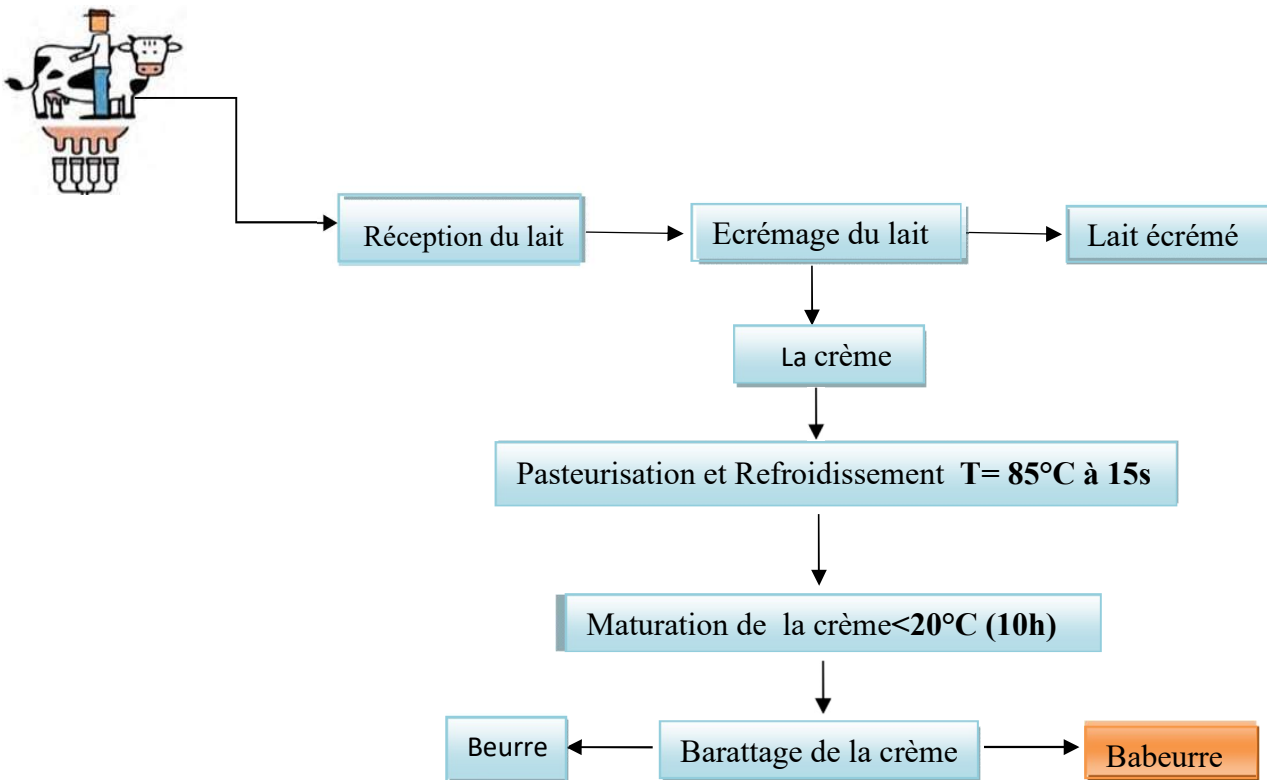
Le babeurre est particulièrement diététique et remplace idéalement d'autres produits laitiers plus riches, ils pourraient avoir des applications intéressantes en nutrition néonatale. Dans le cadre d'un régime, ses apports en calcium et en sels Minéraux sont également très importants (BURGAUD, 1969).

**I.6. Procédé de fabrication du babeurre**

En règle générale, le babeurre s'obtient par le barattage de la crème acidifiée soit spontanément, soit par addition de ferments lactiques (après pasteurisation).

Les facteurs qui influencent la production du babeurre (quantité, composition) sont ceux-là mêmes qui influencent le barattage.

Le procédé de fabrication du babeurre est représenté dans la figure suivante



**Figure n°1 : procédé de fabrication du babeurre**

**I.7.Composition de babeurre**

Le babeurre possède une composition similaire à celle du lait écrémé à l'exception du fait qu'il contient plus de matières grasses, soit environ 5,8% comparativement à 0,8%, lorsque quel est exprimé sur base sèche (Chandan, 2011). Il est caractérisé par une très haute valeur nutritionnelle grâce à sa richesse en protéines, lactose, lipide et des sels minéraux (Burgaud J.L, 1969).

Le Tableau 1 présente la composition moyenne du lait entier et écrémé, comparativement à celle du babeurre.

**Tableau N°1 : composition de divers produits écrémés exprimés en base de matière sèche (100g) (CHANDAN, 2011)**

	Lait entier	Lait écrémé	Babeurre
- Protéine	26.3	36.2	34.3
-Matière grasse (g)	26.7	0.77	5.78
-saturés (g).	16.7	0.50	3.60
-mono –insaturés (g)	7.92	0.20	1.67
-polyinsaturés(g)	0.67	0.03	0.22
-cholestérols (mg)	97	20	69
-glucide (mg)	38.4	52.0	49.0
-Humidités	2.47	3.16	2.97
-Calcium (mg)	912	1257	1184
-Potassium (mg)	1330	1794	15.92
-Phosphore (mg)	776	968	933
-Sodium (mg)	371	535	517
-Magnésium (mg)	85	110	110

**I.8.Utilisation du babeurre**

Industriellement, le babeurre trouve peu d'applications. Dans l'industrie laitière, le babeurre est utilisé dans la formulation des fromages, des crèmes glacées et des yaourts. Toutefois selon (Trachoo et Mistry ,1998), bien que l'incorporation de poudre de babeurre dans les yaourts permette de réduire la synérèse et d'améliorer la texture du gel, ces derniers manquent des saveurs typiques. Dans la fabrication de Cheddar (Turcot et al, 2002) et de Mozzarella (Poduval et Mistry, 1999), l'addition de babeurre, par la rétention de fragments de MGGL, augmente le rendement fromager en haussant la rétention d'eau. Cette rétention est principalement due à la présence des phospholipides dans la MGGL. Les fromages additionnés de babeurre développent souvent un goût de beurre et de saveurs rances (Raval et Mistry, 1999 ; Turcot et al, 2001). De même, l'addition de babeurre au lait de fromagerie à des pourcentages de plus de 10% crée des caillés comportant des défauts de texture et une humidité trop élevée, attribuable à la présence de phospholipides (Joshi et al, 1994).

L'industrie de la boulangerie / pâtisserie utilise aussi le babeurre pour l'amélioration de la saveur et la texture des produits (Vetter, 1984). Les autres utilisations industrielles du babeurre visent la préparation de mixtures pour plusieurs aliments, tels que les sauces, et les produits à base de chocolat (Chandan, 1997). Toutefois, dû à sa faible stabilité oxydative et à sa valeur nutritionnelle similaire au lait écrémé, le babeurre est souvent employé en nutrition animale. Le contenu important en fragments de MGGL dans le babeurre lui confère des propriétés émulsifiantes intéressantes.

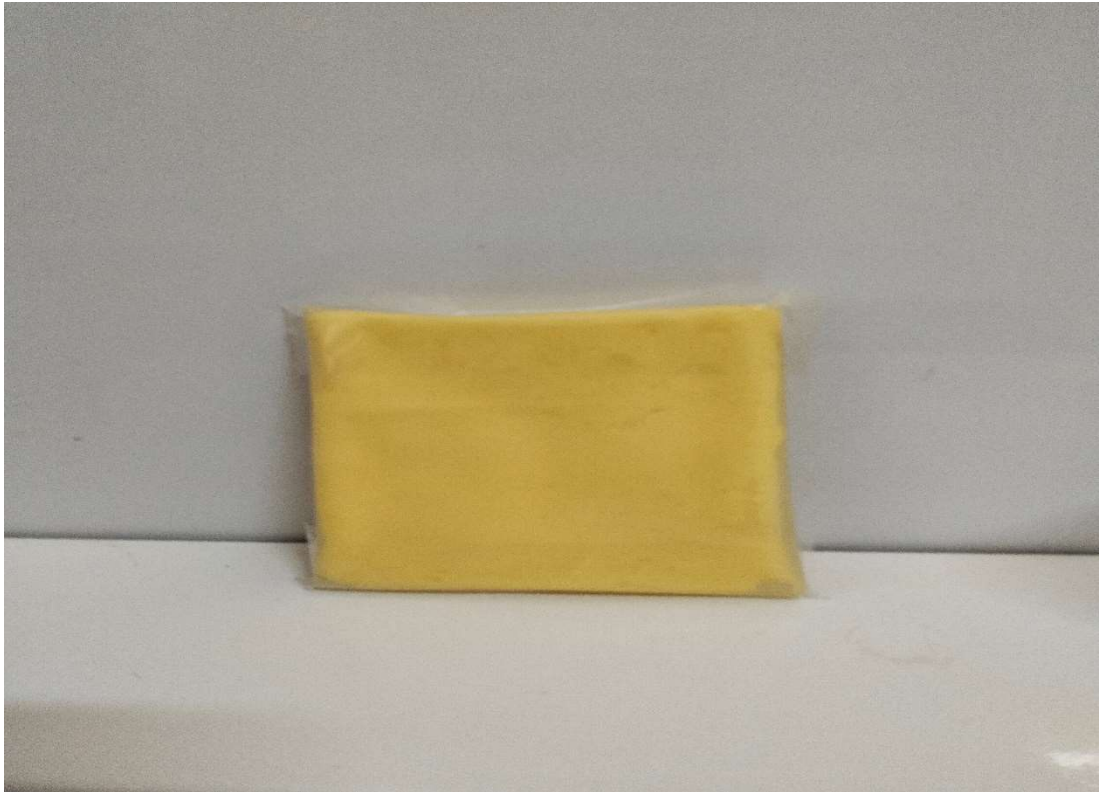
D'un point de vue économique, la composition et les propriétés du babeurre rendent cet ingrédient fonctionnel potentiellement très intéressant. Néanmoins, les domaines d'applications sont encore trop limités pour permettre une exploitation suffisante des ressources disponibles.

**I.9.Conclusion :**

Le babeurre, sous-produit du beurre, est peu valorisé par l'industrie laitière algérienne. Avec une composition similaire au lait écrémé, il constitue un fort potentiel de valorisation protéique utilisable dans l'industrie de la formulation alimentaire et plus précisément, dans l'industrie des beurres, et dans la fabrication des films bioactive comestible.

# CHAPITRE II

## Partie expérimentale



**II.1. Objectif**

Ce travail expérimental consiste à valoriser le babeurre dans la fabrication d'un film bioactif comestible.

L'objectif de cette étude est de développer un film bioactif utilisant de la gélatine avec l'incorporation d'une solution de bactériocine-lait produite par la fermentation du lactosérum.

L'activité antimicrobienne des films bioactifs contre *L. monocytogenes* et leur efficacité pendant le stockage du beurre ont été évaluées.

**II.2. Présentation de l'organisme**

- Notre stage s'est déroulé au niveau du laboratoire physicochimique et microbiologique  
(laboratoire centrale)
  - SARL HODNA LAIT M'SILA  
L'entreprise a été créée en 1999.

### II.3. Introduction

En termes généraux, un film comestible est défini comme une fine couche de matière comestible déposée sur un enrobage alimentaire ou placée sur ou entre les différents ingrédients. C'est un bio polymère dérivé de sources renouvelables végétales, animales ou bactériennes, apte à être biodégradable par l'action de micro-organismes (**Gallo et al., 1999 ; Khatem, 2019**).

Pour les films et les revêtements comestibles, les polymères utilisés doivent être non toxiques et destinés à consommation humaine (**Aloui et Khwaldia, 2016 ; Hassan et al., 2018**). Parmi les fonctions des bio-emballages figure la protection du produit contre les dommages mécaniques, activités physiques, chimiques et microbiologiques et d'être éventuellement le porteur des ingrédients ou des additifs alimentaires comme les antioxydants, les antimicrobiens et les saveurs (**Gallo et al., 1999 ; Falguera et al., 2011**).

En outre, les films comestibles sont appliqués sur de nombreux matériaux pour contrôler les processus de transfert d'humidité, d'échange de gaz ou d'oxydation (**Rojas-Graü et al., 2009**).

### II.4. Les type de biofilm

Selon **Khatem, (2019)**, les biofilms sont ceux synthétisés par les êtres vivants animaux, végétaux et micro-organismes. On peut les classer selon leur origine en biofilms polysaccharidiques ou glucidiques issus de l'amidon, la cellulose, la lignine et la chitine ; les biofilms protéiques obtenus à partir du gluten, la caséine, le collagène et la gélatine ; et les biofilms lipidiques fabriqués par les huiles de colza, soja et tournesol.

Les polymères d'origine bactérienne sont issus de la fermentation des sucres et de l'amidon par des bactéries ou produits par des micro-organismes génétiquement modifiés. Selon les bactéries, on obtient divers polymères comme les polyhydroxylalcanoate (PHA), le polyhydroxybutyrate (PHB), le polyhydroxyvalérate (PHV) ou encore le polyhydroxybutyrate- co-hydroxyvalérate (PHBV) (**Khatem, 2019**).

Les polymères biosynthétiques, dont le monomère issu d'une biomasse est obtenu par fermentation. La polycondensation de ces bio-monomères donne des polyesters dont le plus connu est l'acide poly (lactique) PLA (**Khatem, 2019**).



**Figure n2°** : présente des films obtenus avec les différentes combinaisons amidon et gélifiant

### **II.5. Supports courants chargés d'agents actifs pour la libération contrôlée de films bioactifs**

Le fait de mélanger les agents actifs directement dans le film entraînera une perte d'efficacité des agents actifs et une détérioration des propriétés physicochimiques du film (Lau et al. 2017). L'utilisation de la technologie des agents actifs encapsulés permet de conserver leurs caractéristiques d'origine au cours du processus et d'améliorer leurs propriétés physicochimiques. Un certain nombre de microcapsules et de nanomatériaux préparés à partir de matériaux de qualité alimentaire sont utilisés pour l'encapsulation de composés bioactifs.

### **II.6. Facteurs affectant la libération contrôlée des films actifs**

Les facteurs de libération contrôlée affectant les films actifs comprennent trois aspects : la microstructure, les interactions intermoléculaires et d'autres facteurs (principalement la température et l'humidité).

### **II.6. Applications**

Avec le développement de la technologie des films naturels à base biologique, les films bioactifs dotés de caractéristiques fonctionnelles attirent de plus en plus l'attention. En raison de la maturité progressive de la technologie de préparation des films bioactifs, un grand nombre de chercheurs se concentrent non seulement sur l'étude des propriétés des films, mais aussi sur leur valeur d'application. À l'heure actuelle, les films bioactifs sont largement utilisés dans les

industries alimentaires et pharmaceutiques. L'application des films bioactifs dans les fruits, les légumes, les viandes et les produits laitiers est très répandue.

### II.7. Propriétés et importance des biofilm comestibles

De par leur comestibilité, plusieurs qualités sont requises pour l'utilisation des emballages comestibles. Ils ne doivent présenter aucune toxicité, ils nécessitent de présenter une stabilité biochimique, microbiologique et physico-chimique supérieures à celle du produit destiné à être protégé. De plus, ils doivent avoir des propriétés sensorielles favorables ou neutres vis-à-vis de l'aliment concerné (Debeaufort, 1994).

Des propriétés fonctionnelles particulières et variées des emballages comestibles sont également demandées (résistance mécanique, barrière au transfert de matières, thermosoudables, pliables, imprimables, etc.) (Figure 6) (Al Mahdi, 2006).

Ils peuvent être utilisés pour leurs propriétés barrières, c'est à dire leur sélectivité ou capacité à ralentir les transferts et migrations de diverses substances (eau, gaz, lipides, arômes, pigments, etc.) entre l'aliment et son environnement, ou entre divers constituants d'un aliment hétérogène dans le but de prolonger la durée de conservation des produits alimentaires (Al Mahdi, 2006).

Enfin, étant constitué de polymères naturels (protéines, polysaccharides, lipides), d'ingrédients et d'additifs alimentaires, ils ne sont donc pas ou très peu polluants et sont facilement dégradés. Par ailleurs, les technologies d'application ou de fabrication simples à mettre en œuvre ainsi que les matières primaires de faible coût sont souhaitables (Debeaufort, 1994).

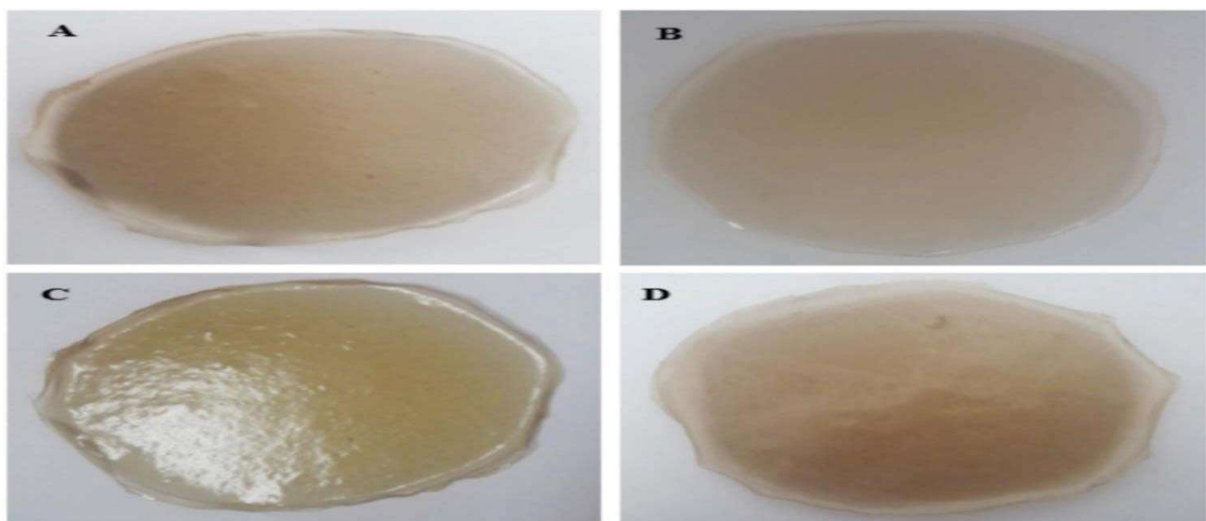


Figure n°3 : apparition des biofilm A /glycerole b /chitine c/cellulose d /agar

## II.8. Production des biofilms :

### II.8.1. Films bioactifs :

Les films actifs sont des couches minces préformées composées de matériaux comestibles, comprenant généralement trois classes de matériaux : les polysaccharides, les protéines et les lipides, et les matrices filmogènes sont l'un des facteurs importants qui déterminent les propriétés des films actifs. Ces propriétés sont généralement évaluées en fonction d'indicateurs importants tels que la résistance mécanique (élongation à la rupture (EAB) et résistance à la traction (TS), perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) et perméabilité à l'oxygène (OP)).

Pour préparer les films, 6 g de gélatine et 2 g de glycérol (pureté 99,5 % ; HiMedia Laboratories, Inde) ont été dissous dans 100 ml de babeurre ou de solution de lactosérum à base d'entérocyne (EWS). Trois séries de films ont été préparées

- films contenant du SAP préparé à partir d'*E. faecalis* L3A21K6. Le pH des films SW a été ajusté à 4,5 avec 0,1 mol/ml de HCL pour obtenir les mêmes valeurs que pour les films EWS L2 et EWS K6. Toutes les solutions de films ont été pasteurisées à 65 °C pendant 30 minutes pour tuer toutes les cellules bactériennes présentes. La solution du film a été versée sur des plaques de coulée en téflon et séchée à 20 °C, 60 ± 3 % d'humidité relative, pendant 48 h dans un incubateur à air pulsé (TH 30, Edmund Bühler GmbH).

### II.8.2. Évaluation de l'activité du film contre *L. monocytogenes*

#### II.8.2.1. Évaluation qualitative

Pour l'évaluation qualitative de l'activité antimicrobienne, des échantillons de films (20 × 20 mm) ont été placés sur de la gélose PCA contenant<sup>106</sup> Log CFU/mL d'une culture de *L. monocytogenes* d'une nuit. Les plaques ont été incubées à 20 °C pendant 48 h et la présence de halos d'inhibition a été évaluée et mesurée (pied à coulisse numérique (précision de 0,2 mm, TACKLife, Chine)). Les films SW ont également été testés en tant que contrôles négatifs. Tous les films ont été stockés dans des plaques de coulée scellées à 10 °C, 80-85% HR et analysés après 0, 5, 10, 15, 20, 30 et 90 jours.

### II.9.1. Caractérisation physico-chimique des films

#### II.9.2. Épaisseur des films

Un pied à coulisse numérique électronique (précision de 0,01 mm, Mitutoyo Ltd, Angleterre) a été utilisé pour mesurer l'épaisseur des films préparés. Cinq mesures ont été prises pour chaque film dans différentes positions. Deux échantillons de chaque film ont été analysés.

#### II.9.2. Teneur en eau et solubilité du film

Le taux d'humidité (MC) des films a été mesuré selon la méthode décrite par **Ma et al. (2019)**. Des échantillons de chaque film mesurant 20 × 20 mm de ont été pesés, et placés dans des plateaux en aluminium pré-séchés, et séchés dans un four à 105 °C pendant 24 h. Les valeurs de MC.

#### II.9.3. Propriétés de traction du film

La résistance à la traction (TS) et l'allongement à la rupture (EAB) ont été déterminés à l'aide d'un analyseur de texture TMS-PRO (Food Technology Corporation, USA) conformément à la méthode standard D 882-91 de l'ASTM avec quelques modifications. Des bandes rectangulaires de 100 × 15 mm ont été découpées dans chaque film. La force de traction a été appliquée à une vitesse d'essai de 5 mm/min avec une cellule de charge de 5 kg, à une température de 20 ± 3 °C et 60 ± 2 % HR. Au moins huit bandes de chaque échantillon de film ont été analysées.

La résistance à la traction (TS) a été déterminée à l'aide de la formule suivante :

$$TS (N / mm^2) = F/T \times W$$

Où  $F$  (N) est la force maximale à la rupture,  $T$  (mm) est la valeur moyenne de la force à la rupture,  $W$  (mm) est la largeur de l'échantillon de film.

#### II.9.4. Mesure de la couleur et de l'opacité

La couleur des films a été déterminée à l'aide d'un colorimètre Lovibond (RT8501, The Tintometer Limited, Angleterre) en utilisant les valeurs colorimétriques instrumentales  $L^*a^*b^*$ . Les paramètres de couleur vont de  $L^* = 0$  (noir) à  $L^* = 100$  (blanc), de  $-a^*$  (vert) à  $+a^*$  (rouge)

et de  $-b^*$  (bleu) à  $+b^*$  (jaune). Des échantillons carrés de chaque film ( $100 \times 100$  mm) ont été mesurés en trois exemplaires et au moins cinq positions ont été choisies au hasard.

L'opacité des films a été mesurée selon **Salvucci et al. (2019)**. Chaque film a été découpé en un morceau rectangulaire (45 mm de haut et 10 mm de large) et placé directement dans une cellule de spectrophotomètre, et les mesures ont été effectuées en utilisant l'air comme référence. Toutes les déterminations ont été effectuées en trois exemplaires pour chaque film. Un spectre de chaque film a été enregistré dans le spectrophotomètre UV-Visible Genesys 10 S (Thermo Fisher Scientific Inc, USA). L'opacité du film a été déterminée à l'aide de la formule suivante : l'épaisseur du film, et  $W$  (mm) est la largeur de l'échantillon de film. L'allongement à la rupture (EAB) a été calculé à l'aide de la formule suivante :  $Opacité (A / mm) = \underline{AT}(9)$

### II.9.5.Perméabilité à la vapeur d'eau

Le taux de transmission de la vapeur d'eau (WVTR) et la perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) ont été déterminés pour chaque film en trois exemplaires, conformément à **Giteru et al. (2015)** avec quelques modifications. Des cercles d'échantillons de films (90 mm de diamètre) ont été placés sur l'ouverture de bouteilles de pesage (5 mm de diamètre et 30 mm de hauteur) contenant de l'eau déminéralisée. Un joint étanche a été maintenu en place en maintenant un bord de 2 mm du film à l'aide d'un caoutchouc élastique. Les bouteilles en verre avec les films ont ensuite été placées dans un dissecteur sur un four à  $10 \pm 2$  °C avec  $67 \pm 2$  % de RT pour simuler les conditions de maturation du fromage.

Des bouteilles de pesée avec une feuille d'aluminium ont été utilisées comme échantillons de contrôle pour estimer la perte de solvant à travers le scellage.  $EAB(\%) = \frac{L_f - L_i}{L_f} \times 100$  (6)  $L_f$ . Où  $L_i$  est la longueur (mm) de l'échantillon de film avant l'essai et  $L_f$  est la longueur (mm) du film à la rupture.

### II.9.6.Analyse sensorielle de beurre enrobé

Le beurre a été analysé après la période de stockage pour l'aspect visuel, la texture (intégrité structurelle visible), la couleur et la brillance. Ces qualités sensorielles ont été évaluées en utilisant une échelle de notation à 5 points, selon **Colelli et al. (1991)**, où 5 = très bon, 4 = bon, 3 = passable (limite de commercialisation), 2 = médiocre (limite d'utilisation) et 1 = très faible (non comestible).

**II.9.7. Matériels de laboratoire :**

Le Tableau 2 montre les produits chimiques et l'appareillage utilisés durant la réalisation de cette étude.

**Tableau 2.** Appareillage et produits chimiques utilisés dans l'étude.

Appareil	Produits consommables	Produit chimique
- Rotavapeur (Bushi R-200)	- Boites de pétri - Embouts jaunes	- Ethanol - Glycérol
- Mixeur	- Flacon stérile	- Toluene
- Agitateur magnétique		
- Etuve		
- Dessiccateur		
- Balance analytique		
- Four		
- Thermomètre		
- Plaque chauffante		
- Bain marie		

Le diagramme de la Figure n°4 récapitule l'ensemble des étapes réalisées durant la partie pratique de cette étude. Chaque analyse est répétée au moins trois fois.

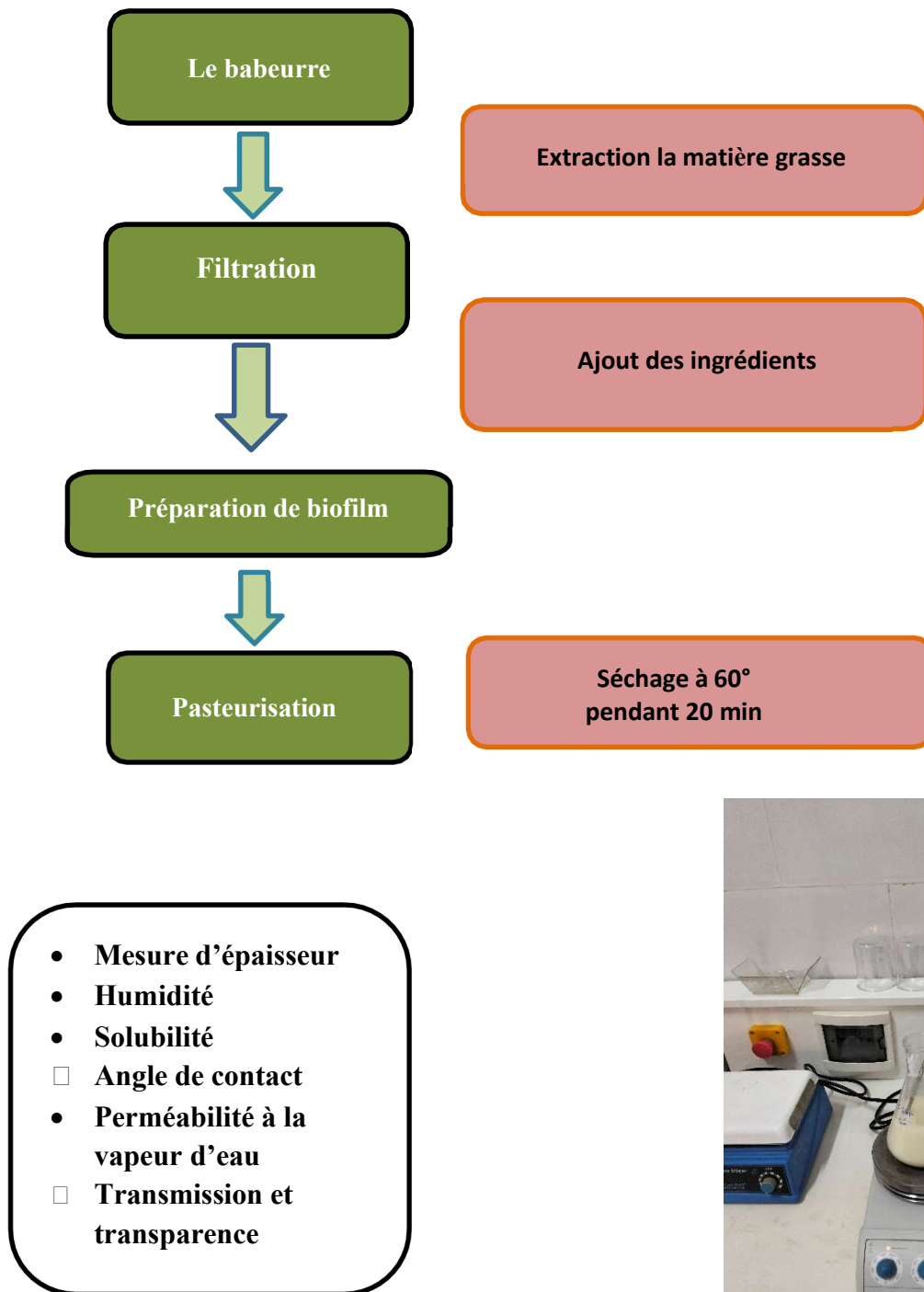


Figure 4. Diagramme du protocole expérimental de l'étude

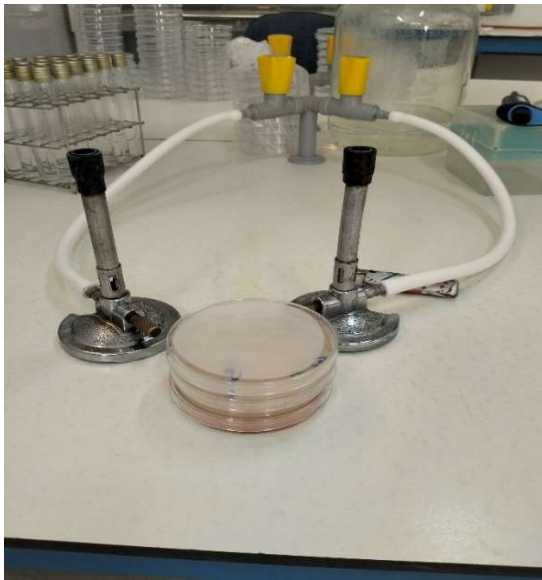


Figure n°5 : préparation d'un biofilm

**II.9.8.Évaluation microbiologique :****II.9.8.1.Mode opératoire :**

Dans le godet de centrifugation contenant 50 g de beurre, transférer 42 ml de solution à 2% de phosphate di potassique, pH  $7,5 \pm 0,1$  stérile.

Faire fondre dans un bain-marie n'excédant pas  $45^{\circ}$  C. JO 2004



**Figure n°5 :** les analyses microbiologiques du beurre enrobé par biofilm

# **CHAPITRE III**

## **Résultat et discussion**

### III.1 Caractérisation des biofilms

Les films de couleur jaune- crème étaient homogènes et lisses, à structure uniforme, en plus d'être facilement détachable des boites de pétri. Ces résultats sont similaires aux résultats de **Ghribi et al. (2018)** contrairement aux biofilms de **Lira-Vargas et al.(2014)** qui étaient très grumeleux quelle que soit la variété utilisée, avec des granules qui semblaient indépendants les uns des autres, d'où la structure à caractère de discontinuité.

Le Tableau 3 illustre les résultats enregistrés pour la caractérisation des propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms.

**Tableau 3.** Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms

Propriété	Biofilm	
	Spécification	Résultats
<b>Epaisseur Biofilm (mm)</b>	0.160 ± 0.007	0.2± 0.005
<b>Humidité (%)</b>	20.00 ± 1.01	4.45±0.73
<b>Solubilité (%)</b>	56.25 ± 2.76	51.47±1.05
<b>Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP)(g·m<sup>-1</sup>·s<sup>-1</sup>·Pa<sup>-1</sup>)</b>	1.63×10 <sup>-11</sup> à 8.40×10 <sup>-11</sup>	6.38×10 <sup>-8</sup> ±0.4×10 <sup>-8</sup>
<b>Transmission de la lumière et transparence (%)</b>	12.88±1.44	14.20±1.71

#### III.1.1.Epaisseur des biofilms

Le Tableau 3 démontre que les films de babeurre développés dans cette étude avaient des épaisseurs de 0.2± 0.005 mm Ce épaisseur est élevées que celles préparées par **Alma et al. (2014)** avec 0.03 à 0.04 mm, et presque le même à celles de **Gheribi et al. (2018)** et **Espino-Diaz et al. (2010)** (0.180± 0.006 mm et 0.184± 0.005 mm).

D'après l'interprétation d'**Espino-Diaz et al. (2010)** et **Gheribi et al. (2018)**, l'épaisseur du biofilm varie selon le type du babeurre et sa composition, le type d'ingrédients utilisé dans la

fabrication de ce biofilm, la teneur en plastifiant et la méthode de formation.

A cela, et d'après nos résultats, on peut dire que la quantité des ingrédients est un autre facteur d'influence sur l'épaisseur avec une relation de proportionnalité entre les deux.



**Figure 6.** Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.

### III.1.2. La teneur en humidité de film

La valeur de la teneur en humidité des biofilms de babeurre varient de  $4,47 \pm 0.73\%$  à  $10.59 \pm 1.26\%$ . Ces résultats sont inférieurs à l'intervalle trouvé par **Gheribi et al. (2018)**, qui a été entre  $14.54 \pm 1.15\%$  et  $35.80 \pm 0.45\%$ .

Des recherches précédentes ont montré que les films à base d'hydrocolloïdes ont une humidité plus élevée lorsqu'ils sont plastifiés avec du glycérol que lorsqu'ils sont plastifiés avec du sorbitol ou du PEG 200. En effet, le glycérol est un plastifiant hautement hygroscopique portant plus de groupes hydroxyle qui retiennent facilement l'eau dans la matrice du film pendant le processus de séchage et stockage (**Ghasemlou et al., 2011 ; Razavi et al., 2015 ; Zhang et al., 2016 ; Gheribi et al., 2018**).

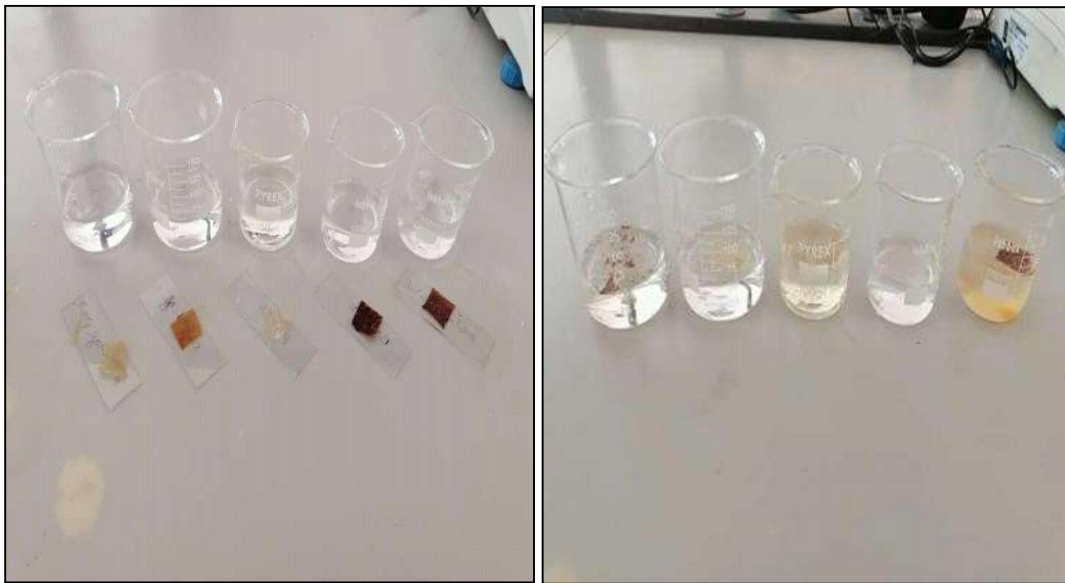


**Figure 7.** Mesure de l'humidité des biofilms par le dessiccateur.

### III.1.3.Solubilité dans l'eau

La solubilité des films comestibles dans l'eau est l'un des paramètres les plus importants affectant leur application finale (Figure 8). En effet, certaines applications nécessitent des propriétés hydrosolubles élevées pour être facilement dissous avant consommation, tandis que d'autres applications nécessitent une faible solubilité dans l'eau pour garantir la résistance à l'eau pendant le traitement et le stockage (Ghasemlou *et al.*, 2011).

D'après le Tableau 3, la solubilité respective de nos films était inversement proportionnelle à la dose des ingrédients, puisque on a noté des solubilités dans l'eau de  $51.47 \pm 1.05\%$ .



**Figure 8.** Le test de la solubilité des biofilms dans l'eau.

La solubilité des films dans l'eau est directement liée à l'utilisation du glycérol comme plastifiant. Le plastifiant peut augmenter la solubilité du film et l'affinité à l'eau en diminuant les interactions entre les chaînes des bios polymères en faveur des interactions polymère-plastifiant. Puisque le glycérol a le poids moléculaire le plus bas et le caractère hydrophile le plus élevé par rapport aux autres polyols, il peut être facilement inséré entre les chaînes polymères et agir ainsi comme un agent de rétention d'eau (Dick *et al.*, 2015 ; Turhan *et al.*, 2004 ; Yang et Paulson, 2000).

### III.1.4.Perméabilité à la vapeur d'eau (wvp) du film :

Les propriétés de barrière à la vapeur d'eau des films comestibles sont d'une grande importance car elles influencent l'efficacité de ces matériaux d'emballage dans la préservation de la qualité des aliments. La WVP est la quantité d'humidité qui traverse une unité de surface de matériau par unité de temps, due à la capacité du film à empêcher l'échange d'humidité entre

l'environnement et le matrice alimentaire (**Basiak et al., 2017 ; Nogueira et Fakhouri,2018**). Cette propriété donne une idée sur la capacité des biofilms à contrer la perte d'eau du produit conservé. Les films doivent avoir une faible perméabilité pour réduire la perte de l'humidité du produit (**Fan et al., 2009**).

Nos résultats de WVP étaient  $6.38 \times 10^{-8} \pm 0.4 \times 10^{-8}$  ( $\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ) pour. Les doses les plus faibles en gélatine sont les plus efficaces contre l'échange et la perte de la vapeur d'eau. La perméabilité de nos biofilms est supérieure à la perméabilité des biofilms élaborés par **González et al. (2019)**, pour lesquels ces chercheurs ont affiché une marge de  $1.63 \times 10^{-11}$  à  $8.40 \times 10^{-11}$  ( $\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ). La WVP dépend de la composition des films, la quantité de gélatine, la quantité du plastifiant ajouté et le temps de séchage (**Galindez et al., 2019**).

#### III.1.5.Taux de transmission de la lumière et transparence du film :

L'opacité est une propriété essentielle dans le choix des films d'emballage adaptés aux aliments. Pour la plupart des applications alimentaires, les films avec une bonne opacité offrent une résistance élevée à la lumière, et aide ainsi à améliorer la durée de conservation des produits sensibles à la lumière (**Stecher et al.,2020**). D'après nos résultats (Tableau «3»), la transparence des films qui est l'inverse de l'opacité, était supérieure ( $12.88 \pm 1.44\%$ ), malgré l'apparence visuelle trompeuse qui montre le contraire. Ici, il est utile d'attirer l'attention sur le fait que la transparence est le rapport d'absorbance lumineuse rapportée à l'épaisseur du film et non la couleur visuelle apparente.

La transparence élevée des films de gélatine peut s'expliquer par structure avec de gros granules et une grande quantité d'espace entre eux, suggérant une faible tortuosité à la transmission de la lumière (**Lira-Vargas et al., 2014**).

Il est rapporté que la transparence d'un film polymère dépend des ingrédients utilisés et l'interaction entre eux, qui est basée sur le développement de liaisons hydrogène (**Gorgieva et Kokol, 2011**).

#### III.1.6.PH

Le changement du pH des beurres avec et sans enrobage durant la période de conservation à 5°C est donnée dans le Tableau 4.

Tableau 4. Valeurs de pH de beurre avant et après 14 jours de stockage

Avant stockage		Après 15 jours de stockage			
	Té moi n				Témoi n
<b>PH</b>	$4.55 \pm 0.7$	$4.48 \pm 0.33$	$4.45 \pm 0.67$	$4.45 \pm 0.23$	$4.48 \pm 0.12$
<b>Différence</b>	/	$0.07 \pm 0.37$	$0.1 \pm 0.03$	$0.1 \pm 0.47$	$0.07 \pm 0.58$

Nos résultats révèlent que le pH du beurre diminue après 15 jours de stockage par rapport au pH du départ, ce qui se traduit par une hausse d'acidité. Aussi, la solution brute a été la plus efficace mais à une valeur très proche du témoin. %.

En accord avec la constatation de Stecher et *al.* (2020), on peut proposer que les solutions de gélatine n'aient pas amélioré l'effet de barrière aux échanges gazeux, et peuvent même intensifier la respiration et le métabolisme cellulaire, incluant la dégradation enzymatique et la détérioration de la qualité organoleptique du produit conservé. En plus, l'augmentation ou la diminution du pH est une fonction du type de légumes (Adetunji et *al.*, 2013).

### III.1.7. Analyse visuelle

L'analyse sensorielle de beurre enrobé par le film après 15 jours de stockage à 5°C. De même, il est difficile de constater des différences dans l'apparence, la texture, la brillance, la couleur et l'acceptabilité globale des beurres. Les résultats des beurres enrobés étaient contrastés ; offre une meilleure préservation de la brillance et de la couleur, et la préservation de la texture et la fermeté. La couleur L'appréciation sensorielle se côtoie aux résultats de l'évolution du pH et de la perte du poids, pour lesquels la solution brute s'était trouvée comme le meilleur revêtement.

### III.2. Résultats d'analyses de beurre avec le biofilm après 25 jours

#### III.2.1. Résultat microbiologique :

Germes aérobies : Absence

Entérobactéries : Absence

Levure et moisissure : Absence

Leisteria monocytogène : Absence

#### III.2.2. Résultats physico-chimiques

Acidité oléique : 0,18 (exprimé en acide oléique)

Matière grasse : 83,5

Indice de peroxyde : 0,25 Meq d'O<sub>2</sub> actif / kg de matière grasse.

### III.3. Résultats d'analyses de beurre témoin après 25 jours

#### III.3.1. Résultat microbiologique :

Germes aérobies : Absence

Entérobactéries : Absence

Levure et moisissure : Absence

Leisteria monocytogène : Absence

#### III.3.2 Résultats physico-chimiques

Acidité oléique : 0,17% (exprimé en acide oléique)

Matière grasse : 83,5%

Indice de peroxyde : 0,20% Meq d'O<sub>2</sub> actif / kg de matière grasse.

### III.4. Discussion :

On a constaté que les analyses physico-chimique et microbiologique du beurre stocké a -4°C avec le biofilm et le beurre témoin ont même résultats, donc on peut dire que le film bioactive a la même efficacité de l'emballage plastique.

#### III.4. Utilisation le ferment lactique à la préparation d'un biofilm :

Les films de gélatine/glycérol préparés avec l'incorporation de lactosérum (babeurre) EWS contenant des entérocinés synthétisées par *E. faecalis* L2B21K3 et L3A21K6 ont montré une forte activité antimicrobienne qui a duré plus de 90 jours. Dans un essai alimentaire, ces films actifs se sont révélés efficaces pour inhiber le transfert de *Listeria* dans le fromage et réduire le nombre de pathogènes dans l'enrobage. Les films présentaient des propriétés optiques, barrières et mécaniques adéquates et constituaient une matrice appropriée pour soutenir l'activité de l'entérociné. Par conséquent, l'utilisation de films actifs de gélatine/glycérol comme enrobage de beurre est une méthode prometteuse pour surmonter les problèmes associés à la contamination du fromage après la transformation et pourrait être un substitut sûr à l'utilisation

d'emballages plastiques hermétiques. Bien que des études supplémentaires soient nécessaires pour déterminer les propriétés toxicologiques et sensorielles de ces films, ils représentent une option simple, efficace et peu coûteuse pour une utilisation potentielle dans la bio préservation du fromage. La formulation de ces films bioactifs représente également une approche alternative à l'utilisation du lactosérum de fromage. Il s'agit d'un film naturel, biodégradable et sûr qui utilise un sous-produit de la fabrication du fromage comme substrat pour la production de composés antimicrobiens et comme matériau d'emballage, répondant ainsi aux exigences d'un emballage plus durable.

### III.5.Conclusion :

Le bio-emballage par des films comestibles est l'une des techniques prometteuses qui prennent de l'ampleur ces dernières années. Ces films polymériques de nature protéique, glucidique, lipidique ou en composite de ces macromolécules, confèrent l'avantage d'être biodégradables, non toxiques et compatibles avec des produits d'origine animale ou bien végétale (**Baldwin et Hagenmaier, 2012**).

Cette étude porte sur la possibilité de conception et de caractérisation d'un film biologique de gélatine, ainsi que sur son application sur les beurres afin de garder leur durée de conservation. L'idée de l'utilisation de ce polysaccharide visqueux provenant de source locale, est consolidée par les recherches menées par **Gallegos et al. (2009)** et **Sanchez et al. (2014)**, prouvant des fonctionnalités antimicrobiennes et l'antioxydantes qui les rendent probablement des emballages actifs en plus d'être protectrices.

# Références bibliographiques

### Références bibliographiques

1. Adetunji CO, Arowora KA, Bolajoko FO, Bunmi AJ, Olagbaju AR (2013) Effect of edible coatings from carboxymethylcellulose and corn starch on cucumber stored at ambient temperature. *Asian J Agri Biol* 1(3):133–140
2. Adetunui, C.O., Fawole, O.B., Arowora, K.A., Abiodun, A.A., Adetunji, J.B. and Olatilewa, M.O. 2012. Development and evaluation of coatings from Cactus *Opuntia* in prolonging the shelf-life of mangoes (*Mangifera indica*) stored under evaporative coolant system (ECS). *Journal of Agricultural Research and Development* 11:31-42
3. Adjeroud, N., Elabbas, S., Merzouk, B., Hammoui, Y., Felkai-Haddache, L., Remini, H., Leclerc, J.-P., Madani, K., 2018. Effect of *Opuntia ficus indica* mucilage on copper removal from water by electrocoagulation-electroflotation technique. *Journal of Electroanalytical Chemistry*.
4. Adjeroud, N., Dahmoune, F., Merzouk, B., Leclerc, J.-P., Madani, K., 2015. Improvement of electrocoagulation–electroflotation treatment of effluent by addition of *Opuntia ficus indica* pad juice. *Separation and Purification Technology* 144, 168-176.
5. Al Mahdi, R. (2006). *Mise au point et caractérisation de films comestibles à base de polysaccharides et de matières grasses* (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine).
6. Alma Adela Lira-Vargas, J. Joel E. Corrales-García<sup>1</sup>, Salvador Valle-Guadarrama<sup>1</sup>, Cecilia Beatriz Peña-Valdivia<sup>2</sup> and Maria Andrea Trejo-Marquez. (2014). Biopolymeric films based on cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage incorporated with gelatin and beeswax. *JPACD* .16:51-70
7. Aloui, H.; Khwaldia, K ;(2016) .Natural antimicrobial edible coatings for microbial safety and food quality enhancement. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.*, 15, 1080–1103.
8. Amin, E. S., Awad, O. M., & El-Sayed, M. M. (1970). The mucilage of *Opuntia ficus-indica* mill. *Carbohydrate Research*, 15(1), 159-161.
9. Anderson, F. (2001). *The Cactus Family*, Timber Press, Portland, p. 15–72
10. Arba, M. (2009, May). Le cactus *Opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. In *Actes du Symposium International AGDUMED-durabilité des systèmes de culture en zone méditerranéenne et gestion des ressources en eau et en sol* (pp. 14-16). Rabat: Cana Print.
11. Association of Official Analytical Chemist "AOAC" (2000). *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 16th edition. AOAC International. Washington, D.C.

12. Baldwin, E.A. et Hagenmaier, R.D.( 2012). Introduction. In: Baldwin EA, Hagenmaier Rand Bai J (eds). *Edible Coatings and Films to Improve Food Quality. Boca Raton, FL: CRC Press*, pp.1-12
13. Basiak, E., Lenart, A., & Debeaufort, F. (2017). Effect of starch type on the physico-chemical properties of edible films. *International journal of biological macromolecules*, 98, 348-356.
14. Bindseil K.U., Jakupovic J., Wolf D., (2001). Pure compound libraries; a new perspective for natural product based drug discovery. *Drug Discov. Today*. Pp 840-847.
15. Bosquez, E., Vernon, E. J., Pérez, L., & Guerrero, I. (2000). Películas y cubiertas comestibles para la conservación en fresco de frutas y hortalizas. *Industria Alimentaria*, 22(1), 14-36.
16. Cárdenas, A., Higuera-Ciapara, I., & Goycoolea, F. M. (1997). Rheology and aggregation of cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage in solution. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, 2, 152-159.
17. Colelli, G., Mitchell, F. G., & Kader, A. A. (1991). Extension of Postharvest Life of Mission Figs by CO<sub>2</sub>-enriched Atmospheres. *HortScience*, 26(9), 1193-1195.
18. Debeaufort, F., Quezada-Gallo, J. A., & Voilley, A. (1998). Edible films and coatings: tomorrow's packagings: a review. *Critical Reviews in food science*, 38(4), 299-313.
19. Debeaufort, F. (1994). *Etude des transferts de matière au travers de films d'emballages: perméation de l'eau et de substances d'arôme en relation avec les propriétés physico-chimiques de films comestibles* (Doctoral dissertation, Dijon).
20. Del-Valle, V., Hernández-Muñoz, P., Guarda, A. et Galotto, M.J. 2005. Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. *Food Chemistry* 91:751–756.
21. Di Lorenzo, F., Silipo, A., Molinaro, A., Parrilli, M., Schiraldi, C., D'Agostino, A., Izzo, E., Rizza, L., Bonina, A., Bonina, F., 2017. The polysaccharide and low molecular weight components of *Opuntia ficus indica* cladodes: structure and skin repairing properties. *Carbohydrate polymers* 157, 128-136.
22. Dick, M., Costa, T. M. H., Gómea, A., Subirade, M., Rios, A. O., & Flôres, S. H. (2015). Edible film production from chia seed mucilage: Effect of glycerol concentration on its physicochemical and mechanical properties. *Carbohydrate Polymers*, 130, 198–205.
23. Espino-Díaz, M., Ornelas-Paz, J. J., Martínez-Tellez, M. A., Santillan, C., Barbosa-Canovas, G. V., Zamudio-Flores, P. B., et al. (2010). Development and characterization

- of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). *Journal of Food Science*, 75(6), E347–E352.
24. Falguera, V., Quintero, J.P., Jiménez, A., Muñoz, J.A. and Ibarz, A. (2011). Edible films and coatings, structures, active functions and trends in their use. *Trends in Food Science & Technology* 22:292-303.
  25. Fan, X., Niemira, B. A., Doona, C. J., Feeherry, F. E., & Gravani, R. B. (Eds.). (2009). *Microbial safety of fresh produce (Vol. 41)*. John Wiley & Sons.
  26. Fang SW, Li CF, Shih DYC (1994) Antifungal activity of chitosan and its preservative effect on low-sugar candied kumquat. *J Food Prot* 57:136–140
  27. Felkai-Haddache, L., Dahmoune, F., Remini, H., Lefsih, K., Mouni, L., Madani, K., 2016. Microwave optimization of mucilage extraction from *Opuntia ficus indica* Cladodes. *International journal of biological macromolecules* 84, 24-30.
  28. Felkai-Haddache, L., Remini, H., Dulong, V., Mamou-Belhabib, K., Picton, L., Madani, K., & Rihouey, C. (2016). Conventional and microwave-assisted extraction of mucilage from *Opuntia ficus-indica* cladodes: physico-chemical and rheological properties. *Food and bioprocess technology*, 9(3), 481-492.
  29. Galindez, A., Daza, L. D., Homez-Jara, A., Eim, V. S., & Váquiro, H. A. (2019). Characterization of ulluco starch and its potential for use in edible films prepared at low drying temperature. *Carbohydrate polymers*, 215, 143-150.
  30. Gallegos-Infante JA, Rocha-Guzman NE, Gonzalez-Laredo RF, Reynoso-Camacho R, Medina-Torres L, Cervantes-Cardozo V (2009) Effect of air flow rate on the polyphenols content and antioxidant capacity of convective dried cactus pear cladodes (*Opuntia ficus indica*). *Int J Food Sci Nutr* 60(Suppl 2):80–87
  31. Gallo, J. A. Q., Debeaufort, F. & Voilley, A. (1999). Interactions between aroma and edible films. 1. Permeability of methylcellulose and low-density polyethylene films to methyl ketones. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 47(1): 108-113.
  32. Galus, S.; Kadzińska, J. (2015). Food applications of emulsion-based edible films and coatings. *Trends Food Sci. Technol*, 45, 273–283.
  33. Gao, C., Pollet, E., & Avérous, L. (2017). Innovative plasticized alginate obtained by thermo-mechanical mixing: Effect of different biobased polyols systems. *Carbohydrate polymers*, 157, 669-676.
  34. Gardiner, D., Felker, P., & Carr, T. (1999). Cactus extract increases water infiltration rates in two soils. *Communications in soil science and plant analysis*, 30(11-12), 1707-1712.

35. Ghasemlou, M., Khodaiyan, F., & Oromiehie, A. (2011). Physical, mechanical, barrier, and thermal properties of polyol-plasticized biodegradable edible film made from kefiran. *Carbohydrate Polymers*, 84(1), 477–483.
36. Gheribi, R., Puchot, L., Verge, P., Jaoued-Grayaa, N., Mezni, M., Habibi, Y., & Khwaldia, K. (2018). Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: A comparative study of various polyol plasticizers. *Carbohydrate polymers*, 190, 204-211.
37. Ginestra, G., Parker, M. L., Bennett, R. N., Robertson, J., Mandalari, G., Narbad, A., & Waldron, K. W. (2009). Anatomical, chemical, and biochemical characterization of cladodes from prickly pear [*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(21), 10323-10330.
38. Goldstein, G., Andrade, J. L., & Nobel, P. S. (1991). Differences in water relations parameters for the chlorenchyma and the parenchyma of *Opuntia ficus-indica* under wet versus dry conditions. *Functional Plant Biology*, 18(2), 95-107.
39. González Sandoval, D. C., Luna Sosa, B., Martínez-Ávila, G. C. G., Rodríguez Fuentes, H., Avendaño Abarca, V. H., & Rojas, R. (2019). Formulation and characterization of edible films based on organic mucilage from Mexican *Opuntia ficus-indica*. *Coatings*, 9(8), 506.
40. Google (s.d.). [Google Maps: La commune de bordj bounaama, daira de bordj bounaama, wialaya de Tissemsilt-Algérie]. Récupéré le 26 juin 2021, de <https://maps.google.com/>.
41. Gorgieva, S., & Kokol, V. (2011). Collagen-vs. gelatine-based biomaterials and their biocompatibility: review and perspectives. *Biomaterials applications for nanomedicine*, 2, 17-52.
42. Gouanvé, F., Marais, S., Bessadok, A., Langevin, D., & Métayer, M. (2007). Kinetics of water sorption in flax and PET fibers. *European Polymer Journal*, 43(2), 586-598.
43. Habibi, Y. (2004). *Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de barbarie. Les polysaccharides pariétaux: caractérisation et modification chimique* (Doctoral dissertation, Université Joseph-Fourier-Grenoble I).
44. Han, G. R., Dohi, D. F., Lee, H. Y., Rajah, R., Walsh, G. L., Hong, W. K., ... & Kurie, J. M. (1997). All-trans-retinoic acid increases transforming growth factor- $\beta$ 2 and insulin-like growth factor binding protein-3 expression through a retinoic acid receptor- $\alpha$ -dependent signaling pathway. *Journal of Biological Chemistry*, 272(21), 13711-13716.

45. Hassan, B.; Chatha, S.A.S.; Hussain, A.I.; Zia, K.M.; Akhtar, N( 2018) ;. Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review. *Int. J. Biol. Macromol.*, 109, 1095–1107.
46. Huang, M., Yu, J., & Ma, X. (2006). High mechanical performance MMT-urea andformamide-plasticizedthermoplasticcornstarchbiodegradablenanocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 63(3), 393-399.
47. Inglese, P. (2018). Ecologie, Culture Et utilisations du Figuier De Barbarie. *Food and Agriculture Organization of the United Nations*. ISBN: 9789251303443-9251303444-250 pages.
48. Jakobek, L. (2015). Interactions of polyphenols with carbohydrates lipids and proteins. *Food Chemistry*, 175, 556–567.
49. Jouki, M., Yazdi, F. T., Mortazavi, S. A., &Koocheki, A. (2013). Physical, barrier and antioxidant properties of a novel plasticized edible film from quince seed mucilage. *International Journal of BiologicalMacromolecules*, 62, 500–507.
50. Khatem.B (2019).*Elaboration et caractérisation des biofilms biodégradables bioactifs à base d'amidon et de gélatine*. Mémoire de Master univ. Mosta.
51. Khwaldia, K. (2013). Physical and mechanicalproperties of Hydroxypropylmethylcellulose–coatedpaper as affected by coatingweight and coating composition. *BioResources*, 8(3), 3438-3452.
52. Koehn F.E., Carter G.T., (2005). The evolving role of natural products in drug discovery. *Nat Rev Drug Discov*. Pp 206-220.
53. Krochta, J. M. (2002). Proteins as rawmaterials for films and coatings: definitions, currentstatus, and opportunities. *Protein-based films and coatings*, 1, 1-40.
54. Lira-Vargas, A. A., Corrales-Garcia, J. J. E., Valle-Guadarrama, S., Peña-Valdivia, C. B.,&Trejo-Marquez, M. A. (2014). Biopolymeric films based on cactus (*Opuntiaficus-indica*) mucilage incorporated with gelatin and beeswax. *Journal of the professional Association for Cactus Development*, 16, 51-70.
55. Lourdin, D., Coignard, L., Bizot, H., & Colonna, P. (1997). Influence of equilibrium relative humidity and plasticizer concentration on the water content and glass transitionof starchmaterials. *Polymer*, 38(21), 5401-5406.
56. Malainine, M. E., Dufresne, A., Dupeyre, D., Mahrouz, M., Vuong, R., & Vignon, M. R. (2003). Structure and morphology of cladodes and spines of *Opuntia ficus-indica*. Cellulose extraction and characterisation. *Carbohydrate Polymers*, 51(1), 77-83.

57. Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sanchez, B., & Alonso, S. (2003). Mechanical properties of gels formed by mixtures of mucilage gum (*Opuntia ficus indica*) and carrageenans. *Carbohydrate polymers*, 52(2), 143-150.
58. Medina-Torres L, Brito-De La Fuente E, Torrestiana-Sanchez B, Katthain R (2000) Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). *Food Hydrocoll* 14:417–424
59. Mograne, M. A. (2018). *Viscosimétrie ultrasonore ultra large bande* (Doctoral dissertation, Université Montpellier).
60. Nharingo, T., & Moyo, M. (2016). Application of *Opuntia ficus-indica* in bioremediation of wastewaters. A critical review. *Journal of environmental management*, 166, 55-72.
61. Nogueira, G. F., Fakhouri, F. M., & de Oliveira, R. A. (2018). Extraction and characterization of arrowroot (*Maranta arundinacea* L.) starch and its application in edible films. *Carbohydrate polymers*, 186, 64-72.
62. Olivas GI, Barbosa-Ca´novas G (2009) In: Embruscado ME, Huber KC (eds) Edible films and coatings for food applicatios. *Springer, New York*, pp 211–238
63. Petera, B., Delattre, C., Pierre, G., Wadouachi, A., Elboutachfaiti, R., Engel, E., ... & Fenoradosoa, T. A. (2015). Characterization of arabinogalactan-rich mucilage from *Cereus triangularis cladodes*. *Carbohydrate Polymers*, 127, 372-380.
64. Razavi, S. M. A., Amini, A. M., & Zahedi, Y. (2015). Characterization of a new biodegradable edible film based on sage seed gum: Influence of plasticizer type and concentration. *Food Hydrocolloids*, 43, 290–298.
65. Rivera-Corona, J.L.; Rodríguez-González (2014)., F.; Rendón-Villalobos, R.; García-Hernández, E.; Solorza-Feria, J. Thermal, structural and rheological properties of sorghum starch with cactus mucilage addition. *LWT FooSci. Technol.*, 59, 806–812.
66. Rodríguez-González S, Martínez-Flores HE, Cha´vez-Moreno CK, Macías-Rodríguez LI, Zavala-Mendoza E, Garnica-Romo MG, Chaco´n-García L (2014) Extraction and characterization of mucilage from wild species of *opuntia*. *J Food Process Eng* 37:285– 292
67. Rojas-Graü, M.A., Soliva-Fortuny, R. and Martín-Belloso, O. (2009)b. Edible coatings to incorporate active ingredients to fresh cut fruits: a review. *Trends in Food Science & Technology* 20:438-447.
68. Rompothi, O., Pradipasena, P., Tananuwong, K., Somwangthanaroj, A., & Janjarasskul,

- T. (2017). Development of non-water soluble, ductile mungbeanstarchbasededible film withoxygenbarrier and heatsealability. *Carbohydrate Polymers*, 157, 748-756.
69. Rouse Jr, P. E. (1947). Diffusion of vapors in films. *Journal of the American Chemical Society*, 69(5), 1068-1073.
70. Sáenz, C., Berger, H. (2006). Utilizaciónagroindustrialdel nopal (Vol. 162). *Food & Agriculture Org.*.
71. Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhira, B. (2004). Opuntia spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of arid environments*, 57(3), 275-290.
72. Salgado, P.R.; Ortiz, C.M.; Musso, Y.S.; Di Giorgio, L.; Mauri, A.N. (2015) Edible filmsand coatings containing bioactives. *Curr. Opin. Food Sci.*, 5, 86–92.
73. Sanchez E, Da´vila-Avin˜a J, Castillo SL, Heredia N, Va´zquez-Alvarado R, Garcı´a S (2014) Antibacterial and antioxidant activities in extracts of fully grown cladodes of 8 cultivars ofcactus pear. *J Food Sci* 79:M659–M664
74. Schweizer, M.( 1997) Docteur Nopal, Le m´edecin du bon dieu. *Edition APB (Aloe Plantes et Beaut´e)*. Paris (France).
75. Sepúlveda, E. S. C. A. E., Sáenz, C., Aliaga, E., & Aceituno, C. (2007). Extraction and characterization of mucilage in Opuntia spp. *Journal of arid environments*, 68(4), 534-545.
76. Sothornvit, R., &Krochta, J. M. (2005). Plasticizers in edible films and coatings. *In Innovations in food packaging* (pp. 403-433). AcademicPress.
77. -Stecher, G., Tamura, K., & Kumar, S. (2020). Molecular evolutionary genetics analysis (MEGA) for macOS. *MolecularBiology and Evolution*, 37(4), 1237-1239.
78. Stintzing, F.C., Carle, R., (2005). Cactus stems (Opuntia spp.): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular nutrition &foodresearch* 49, 175-194.
- tomorrow’s packagings : a review. *Cri. Rev. Food Sci.*, 38(4), 299-313.
79. Turhan, K. N., Sahbaz, F., &Guner, A. (2001). A spectrophotometric study of hydrogen bonding in methylcellulose-based edible films plasticized by polyethylene glycol. *Journal of Food Science*, 66(1), 59–62.
80. Villagomez-Zavala DL, Gomez-Corona C, San Martin Martinez E, Perez-Orozco JP, Vernon-Carter EJ, Pedroza-Islas R (2008) Comparative study of the mechanical properties of edible films made from single and blended hydrophilic biopolymer matrices. *Revistamexicana de ingenieriaquimica* 7:263–273
81. Rompothi, O., Pradipasena, P., Tananuwong, K., Somwangthanaroj, A., &Janjarasskul,

- T. (2017). Development of non-water soluble, ductile mungbean starch based edible film with oxygen barrier and heat sealability. *Carbohydrate Polymers*, 157, 748-756.
82. Rouse Jr, P. E. (1947). Diffusion of vapors in films. *Journal of the American Chemical Society*, 69(5), 1068-1073.
83. Sáenz, C., Berger, H. (2006). Utilización agro industrial del nopal (Vol. 162). *Food & Agriculture Org.*.
84. Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhira, B. (2004). Opuntia spp mucilage is a functional component with industrial perspectives. *Journal of arid environments*, 57(3), 275-290.
85. Salgado, P.R.; Ortiz, C.M.; Musso, Y.S.; Di Giorgio, L.; Mauri, A.N. (2015) Edible films and coatings containing bioactives. *Curr. Opin. Food Sci.*, 5, 86–92.
86. Sanchez E, Da'vila-Avinã J, Castillo SL, Heredia N, Va'zquez-Alvarado R, Garcí'a S (2014) Antibacterial and antioxidant activities in extracts of fully grown cladodes of 8 cultivars of cactus pear. *J Food Sci* 79:M659–M664
87. Schweizer, M. (1997) Docteur Nopal, Le médecin du bon dieu. *Edition APB (Aloe Plantes et Beauté)*. Paris (France).
88. Sepúlveda, E. S. C. A. E., Sáenz, C., Aliaga, E., & Aceituno, C. (2007). Extraction and characterization of mucilage in Opuntia spp. *Journal of arid environments*, 68(4), 534-545.
89. Sothornvit, R., & Krochta, J. M. (2005). Plasticizers in edible films and coatings. In *Innovations in food packaging* (pp. 403-433). Academic Press.
90. Stecher, G., Tamura, K., & Kumar, S. (2020). Molecular evolutionary genetics analysis (MEGA) for macOS. *Molecular Biology and Evolution*, 37(4), 1237-1239.
91. Stintzing, F.C., Carle, R., (2005). Cactus stems (Opuntia spp.): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular nutrition & food research* 49, 175-194.
- tomorrow's packagings : a review. *Cri. Rev. Food Sci.*, 38(4), 299-313.
92. Turhan, K. N., Sahbaz, F., & Guner, A. (2001). A spectrophotometric study of hydrogen bonding in methylcellulose-based edible films plasticized by polyethylene glycol. *Journal of Food Science*, 66(1), 59–62.
93. Villagomez-Zavala DL, Gomez-Corona C, San Martín Martínez E, Perez-Orozco JP, Vernon-Carter EJ, Pedroza-Islas R (2008) Comparative study of the mechanical properties of edible films made from single and blended hydrophilic biopolymer matrices. *Revista mexicana de ingeniería química* 7:263–273