



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique  
Université de Tissemsilt



Faculté des Sciences et de la Technologie

Département des Sciences de la Nature et de la Vie

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme de

Master académique en

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Biochimie appliquée

Présenté par :

M<sup>elle</sup> BARED Siham

M<sup>elle</sup> BELHAOUAS Amina

*Thème*

---

**Élaboration et caractérisation d'un biofilm comestible à base de mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus indica* de la région de Tissemsilt.**

---

Soutenu le, .....

**Devant le Jury :**

M. BEGHALIA Mohammed	Président	Prof .	U-Tissemsilt
M. MOUSSAOUI Badreddine	Encadrant	M.C.B	U-Tissemsilt
M. MELIANI Kaddour	Examineur	M.A.A	U-Tissemsilt

**Année universitaire : 2020-2021**

## *Remerciements*

*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 **M. MOUSSAOUI Badre Eddine**, 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 **M. BEGHALIA Mohammed** pour avoir bien voulu accepter de présider le jury de ce mémoire. Que **M. MELIANI Kaddour**, trouve ici l'expression de nos vifs remerciements pour avoir bien voulu juger ce travail.*

*Nos remerciements vont également à **M. LAAFER Mohamed** ; ingénieur de laboratoire pour ses aides précieuses.*

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

*Dédicaces*

*A mes chers parents :*

*Que nulle dédicace ne peut exprimer mes sincères sentiments, pour leur patience illimitée, leur encouragement continu, leur aide, en témoignage de mon profond amour et respect pour leurs grands sacrifices.*

*A mes très chers frères et sœurs :*

*Nadjet ; Mohamed ; Saida ; Younes et Abd El-ghanni*

*A ma promotion, plus particulièrement mes chères amies surtout :*

*Imane ; Rajaa et souad.*

*A ma tante **Fatma Zohra** qui m'a toujours encouragé.*

*A tous ceux que j'aime.*

***Siham***

*Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

❖ *A ma famille*

❖ *A mes amis*

❖ *À tous ceux que je porte dans mon cœur.*

*BLHAOUAS Amina*

## *Résumé*

Cette étude a pour but d'extraire le mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus indica* local et de l'utiliser pour confectionner un biofilm au rôle d'emballage comestible. Le rendement d'extraction a été  $0.32 \pm 0.04\%$  pour la forme pure et  $2.18 \pm 0.14\%$  pour la forme brute. La caractérisation des biofilms purs montre une bonne apparence visuelle, une épaisseur comprise entre  $0.0308 \pm 0.003$  et  $0.0772 \pm 0.005$  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 un angle de contact avec l'eau qui s'étale de  $61.35 \pm 3.54$  à  $78.82 \pm 3.80^\circ$ . La 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'application du mucilage en solution d'enrobage sur les fraises a montré un effet variable selon la forme et les concentrations utilisés, en offrant la possibilité d'allonger inégalement la durée de vie avec une claire supériorité pour la forme brute de mucilage.

**Mots clés :** *Opuntia*, cladode, mucilage, biofilm, conservation.

## *Abstract*

The purpose of this study is to extract the mucilage from cladodes of local *Opuntia ficus indica* and its use to make a biofilm as edible packaging. The extraction yield of mucilage under pure and raw forms was respectively  $0.32 \pm 0.04$  and  $2.18 \pm 0.14\%$ . The characterization of pure biofilms shown a good visual appearance with a thickness between  $0.0308 \pm 0.003$  and  $0.0772 \pm 0.005$  mm, a humidity of  $15.15 \pm 0.73$  at  $26.58 \pm 1.26\%$ , a water solubility ranging from  $51.47 \pm 1.05$  to  $81.88 \pm 1.28\%$  and a water contact angle that ranges from  $61.35 \pm 3.54$  to  $78.82 \pm 3.80^\circ$ . WVP noted was between  $6.38.10^{-8} \pm 0.4 \times 10^{-8}$  and  $1.46.10^{-7} \pm 0.33 \times 10^{-7}$  ( $\text{g.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ ), while transparency interval was  $12.88 \pm 1.44$  to  $14.88 \pm 1.71\%$ . The application of the mucilage as coating solution for strawberries has shown a contrast effect depending on the form and the concentrations used, offering probably an unevenly lengthening of the shelf life of fruits with a clear superiority to the mucilage in raw form.

**Keywords:** *Opuntia*, cladode, mucilage, biofilm, conservation.

## ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى استخلاص الصمغ من فروع الصبار الشوكي المحلي واستخدامه لصنع غشاء تغليف حيوي صالح للأكل. كانت نسبة الاستخلاص  $0.04 \pm 0.32\%$  و  $0.14 \pm 2.18\%$  بالنسبة للصمغ النقي والصمغ الخام توالياً. أظهر توصيف أغشية الصمغ النقية مظهرًا خارجيًا جيدًا مع سماكة تتراوح بين  $0.003 \pm 0.0308$  و  $0.005 \pm 0.0772$  مم، ورطوبة تساوي  $0.73 \pm 15.15\%$  إلى  $1.26 \pm 26.58\%$ ، كما ان كلا من قابلية للذوبان في الماء للأغشية الصمغية و زاوية تلامسها مع الماء ونفاذيتها لبخار الماء امتدت من  $1.05 \pm 51.47$  إلى  $1.28 \pm 81.88\%$ ، من  $3.54 \pm 61.35$  إلى  $3.80 \pm 78.82$  درجة ومن  $10 \times 0.4 \pm 10 \times 6.38$  إلى  $10 \times 1.46 \pm 10 \times 2.33$  (غ. م<sup>-1</sup>. ثا<sup>-1</sup>. باسكال<sup>-1</sup>) توالياً. في المقابل فان قيم شفافية الاغشية المسجلة تراوحت بين  $1.44 \pm 12.88$  و  $1.71 \pm 14.88\%$ . في الاخير، أظهر غمس الفراولة في محلول الصمغ تأثيراً متبايناً يرتكز على طبيعته الخام او النقية وتراكيذه المستخدمة، مما ادى إلى التأثير بشكل غير متساو على مدة حفظ هذه الفواكه مع أفضلية واضحة للصمغ الخام.

**الكلمات المفتاحية:** الصبار الشوكي، الفروع، الصمغ، غلاف حيوي، الحفظ.

*Liste des abréviations*

°	Degré
° C	Degré Celsius
µl	Microlitre
µm	Micromètre
Ca <sup>2+</sup>	Calcium
CaCl <sub>2</sub>	Chlorure de calcium
Cm	Centimètre
CO <sub>2</sub>	Dioxyde de carbone
G	Gramme
H	Heure
HR	Humidité relative
K <sup>+</sup>	Potassium
M	Mètre
Min	Minute
ml	Millilitre
Mm	Millimètre
MUC	Mucilage
Nm	Nanomètre
O <sub>2</sub>	Oxygène
OFI	<i>Opuntia ficus indica</i>
p/p	Poids/poids
p/v	Poids/volume
Pa	Pascale
PEG	Polyethylene glycol
pH	Potentiel d'hydrogène
RMN	Résonance magnétique nucléaire
S	Seconde
UV	Ultraviolet

*Liste des tableaux*

<b>Tableau 1.</b> Principaux composants des cladodes d'OFI (Stintzing et Carle, 2005).....	4
<b>Tableau 2.</b> Appareillage et produits chimiques utilisés.....	15
<b>Tableau 3.</b> Les rendements d'extraction du mucilage pur et brut des cladodes d' <i>Opuntia ficus indica</i> de Tissemsilt .....	22
<b>Tableau 4.</b> Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms de mucilage.....	24
<b>Tableau 5.</b> La viscosité des solutions d'enrobage .....	28
<b>Tableau 6.</b> Valeurs de pH des fraises avant et après 14 jours de stockage.....	30

Liste des figures

<b>Figure 1.</b> A) <i>L'Opuntia ficus indica</i> et ses différentes parties B) les cladodes, C) les fleurs, D) le fruit (Habibi, 2004).....	2
<b>Figure 2.</b> Morphologie des cladodes du figuier de Barbarie a) Coupe transversale de l'ensemble du cladode ; b) les couches du cladode : la peau « S », chlorenchyme « CH », vaisseaux conducteurs « V », parenchyme « C » (Ginestra <i>et al.</i> , 2009).....	3
<b>Figure 3.</b> Morphologie d'un canal de mucilage (Inglese, 2018).....	4
<b>Figure 4.</b> Structure du mucilage des cladodes de <i>l'Opuntia ficus indica</i> (Rodríguez-González <i>et al.</i> , 2014).....	5
<b>Figure 5.</b> Les différents films obtenus avec les différentes combinaisons d'amidon et de la gélatine (Khatem, 2019).....	8
<b>Figure 6.</b> Fonctions sélectives des films et enrobages comestibles (Debeaufort <i>et al.</i> , 1998)....	10
<b>Figure 7.</b> Apparition de films de mucilage de cactus plastifiés avec A) du glycérol ,B) du sorbitol ,C) du PEG 200,D) PEG 400 (Gheribi <i>et al.</i> , 2018) .....	13
<b>Figure 8.</b> Lieu d'échantillonnage des nopals (Google,s.d) .....	14
<b>Figure 9.</b> Diagramme du protocole expérimental de l'étude .....	16
<b>Figure 10.</b> La poudre du mucilage en poudre.....	22
<b>Figure 11.</b> Les biofilms de mucilage d' <i>Opuntia</i> de Tissemsilt A) pur 4% ; B) pur 1% ; C) brut 4 %.....	23
<b>Figure 12.</b> Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.....	25
<b>Figure 13.</b> Le test de la solubilité des biofilms dans l'eau.....	26
<b>Figure 14.</b> A) Mesure de l'angle de contact par le logiciel d'image j et aspect de la gouttelette d'eau sur les biofilms de mucilage pur B) biofilm pur 1%, C) biofilm pur 4%.....	27
<b>Figure 15.</b> Histogramme représentant la baisse du poids des fraises enrobées par des solutions de mucilage après 15 jours de stockage à 5°C .....	29
<b>Figure 16.</b> Enrobage des fraises dans les solutions filmogènes à base de mucilage. ....	30

**Figure 17.** Radar représentant l'évaluation des qualités sensorielles des fraises enrobées ou non par les solutions de mucilage.....31

**Figure 18.** Les fraises enrobées ou non par les solutions de mucilage après 15 jours de stockage à 5°C **A)** Brut ; **B)** pure 1% ; **C)** pure 4% ; **D)** témoin .....32

## Table des matières

Remerciements	
Dédicaces	
Résumé	
Abstract	
ملخص	
Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction .....	1

### Partie bibliographique

#### *Chapitre I : Les mucilages d'Opuntia ficus indica*

I.1. Le figuier de barbarie .....	2
I.1.1. Morphologie .....	2
I.2. Les cladodes .....	3
I.3. Mucilage .....	4
I.3.1. Structure chimique .....	5
I.3.2. Propriétés physico-chimiques .....	5
I.3.3. Importance .....	6

#### *Chapitre II : Les biofilms*

II.1. Généralités .....	7
II.2. Les types des biofilms .....	7
II.2.1. Biofilms à base de mucilage .....	8
II.3. Source .....	8
II.4. Propriétés et importance des biofilms comestibles .....	9
II.5. Production des biofilms .....	10
II.5.1. Techniques de conception de biofilms .....	10
II.5.1.1. La voie humide ou voie solvant .....	10
II.5.1.2. La voie sèche ( thermoformage et extrusion) .....	11
II.5.2. Aditifs et plastifiants .....	11

## Partie expérimentale

### *Chapitre III : Matériels et méthodes*

III.1. Objectif .....	14
III.2. Matériel.....	14
III.2.1. Matière végétale.....	14
III.2.2. Matériel du laboratoire.....	15
III.3. Protocole expérimental .....	16
III.3.1. Extraction de mucilage .....	17
III.3.1.1. Rendement d'extraction.....	17
III.3.2. Préparation du film .....	17
III.3.3. Caractérisation des biofilms.....	18
III.3.3.1. Epaisseur du film.....	18
III.3.3.2. Teneur en humidité.....	18
III.3.3.3. Solubilité dans l'eau.....	18
III.3.3.4. L'angle de contact avec l'eau .....	19
III.3.3.5. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) .....	19
III.3.3.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film .....	19
III.3.4. Application des solutions filmogènes comme bioemballages .....	20
III.3.4.1. Préparation des solutions d'enrobage.....	20
III.3.4.2. La viscosité des solutions d'enrobage.....	20
III.3.4.3. Enrobage des fraises.....	21
III.3.4.4. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des fraises .....	21
III.3.4.5. Analyse sensorielle des fraises enrobées.....	21

### *Chapitre IV : Résultats et discussion*

IV.1. Rendement d'extraction de mucilage .....	22
IV.2. Caractérisation des biofilms .....	23
IV.2.1. Epaisseur des films .....	24
IV.2.2. Teneur en humidité du film .....	25
IV.2.3. Solubilité dans l'eau .....	25
IV.2.4. L'angle de contact avec l'eau .....	26
IV.2.5. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du film .....	27
IV.2.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film .....	28
IV.3. Application des solutions filmogènes comme bio-emballages .....	28
IV.3.1. La viscosité des solutions filmogènes.....	28
IV.3.2. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des fraises.....	29
IV.3.2.1. Perte de poids .....	29
IV.3.2.2. pH.....	30
IV.3.3. Analyse sensorielle .....	31
Conclusion .....	33
Références bibliographiques.....	34

# *Introduction*

## *Introduction*

Les plantes peuvent être considérées comme une bibliothèque moléculaire de métabolites et de composés organiques à structure introuvable dans un laboratoire de synthèse chimique (**Bindseil et al., 2001 ; Koehn et Carter, 2005**). Apte à une valorisation polyvalente en agroalimentaire, en cosmétologie et en pharmaceutique, ces phyto-métabolites peuvent susciter un rôle socio-économique très important à petite ou même à grande échelle (**Arba, 2009**).

L'exploitation des métabolites des plantes comme alternative biologique pour la conservation des aliments, s'est imposée comme réponse naturelle aux exigences accrues des consommateurs qui revendiquent des aliments de haute qualité, très nutritifs, avec un minimum de conservateurs chimiques, mais paradoxalement à une durée de conservation prolongée (**Olivas et Barbosa-Canovas, 2009**).

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 mucilage des cladodes de figuier de barbarie de la région de Tissemsilt, ainsi que sur son application sur les fraises afin de prolonger 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.

Ce mémoire est divisé en deux parties ; la première partagée elle-même en chapitre un et deux, est une collecte des données bibliographiques sur les mucilages d'*Opuntia ficus indica* et les biofilms. La seconde partie, nommée expérimentale, décrit le matériel utilisé et les méthodes mises en œuvre empiriquement durant cette étude, comme elle englobe les résultats obtenus pour chaque paramètre analysé et leur discussion. Le mémoire est clôturé par une conclusion générale résumant l'essentiel à retenir à l'issue de ce travail.

## *Partie bibliographique*

## *Chapitre I :*

### *Les mucilages d'Opuntia ficus indica*

### I.1. Le figuier de barbarie

Cette espèce connue sous le nom d'*Opuntia ficus indica* (L.) Mill, appartient à la famille des Cactaceae, l'ordre des Caryophyllales. C'est une plante indigène des régions arides et semi-arides du Mexique et du sud des États-Unis qui a été introduite en Europe et en Afrique du Nord par les expéditeurs vers le 16ème siècle (Schweizer, 1997).

#### I.1.1. Morphologie

*L'Opuntia ficus indica* est une plante robuste qui peut mesurer jusqu'à 5 mètres de hauteur. Ses articles aplatis de couleur vert mat sont baptisés cladodes ou raquettes, ils ont une longueur de 30 à 50 cm et une largeur de 15 à 30 cm, avec une surface couverte de petites aréoles, d'épines et de glochides blancs (Habibi, 2004).

Les fleurs sont souvent marginales sur le sommet des cladodes ; hermaphrodites ; de couleur jaune donnant des fruits en baies charnues ovoïdes ; verdâtres ou jaunes à maturité (Habibi, 2004).

**A****B****C****D**

**Figure 1.** *L'Opuntia ficus indica* et ses différentes parties **A)** l'arbre, **B)** les cladodes, **C)** les fleurs, **D)** le fruit (Habibi, 2004).

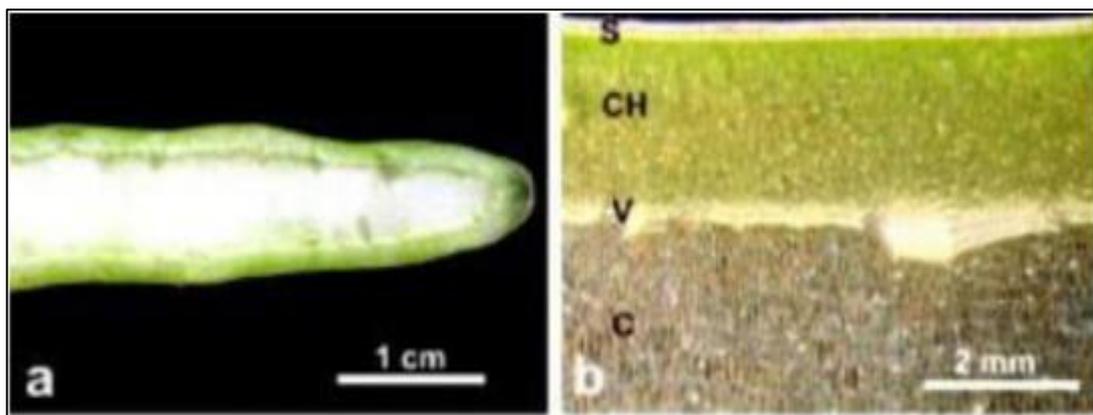
## I.2. Les cladodes

Le terme feuille de figue de barbarie est souvent utilisé dans la littérature pour désigner les segments de tige de la plante qui remplacent les feuilles internes. Ces tiges de cactus, ou cactus en raquette sont des termes précis, synonymes de "nopales" (Anderson, 2001).

La tige est composée d'un parenchyme blanc et de chlorophylle à l'intérieur du chlorenchyme (tissu de cortex) (Figure 2). Ce dernier est couvert d'épines et de poils ou de trichomes formant des aréoles et est caractéristique de la famille des cactacées (Anderson, 2001).

Les glochides contiennent 100% de cellulose cristalline en microfibrilles de 0,4 mm de longueur et de 6 à 10 µm de (Waldron *et al.*, 1996). Les épines ont une longueur de 1 à 3 cm et constituent 8,4% du poids total du cladode. Elles sont constituées de 96% de polysaccharides, divisés en 49,7% de cellulose et 50,3% d'arabinose, le reste est composé de cendres, de graisse, de cire et de lignine (Malainine1 *et al.*, 2003).

Les fonctions des épines comprennent la protection mécanique contre les herbivores, la réflexion de la lumière, l'ombrage des tiges et permettant de réduire la perte d'eau et la condensation du brouillard (Anderson, 2001 ; maritime, 2010).



**Figure 2.** Morphologie des cladodes du figuier de Barbarie : a) Coupe transversale de l'ensemble du cladode ; b) les couches du cladode : la peau « S », chlorenchyme « CH », vaisseaux conducteurs « V », parenchyme « C » (Ginestra *et al.*, 2009).

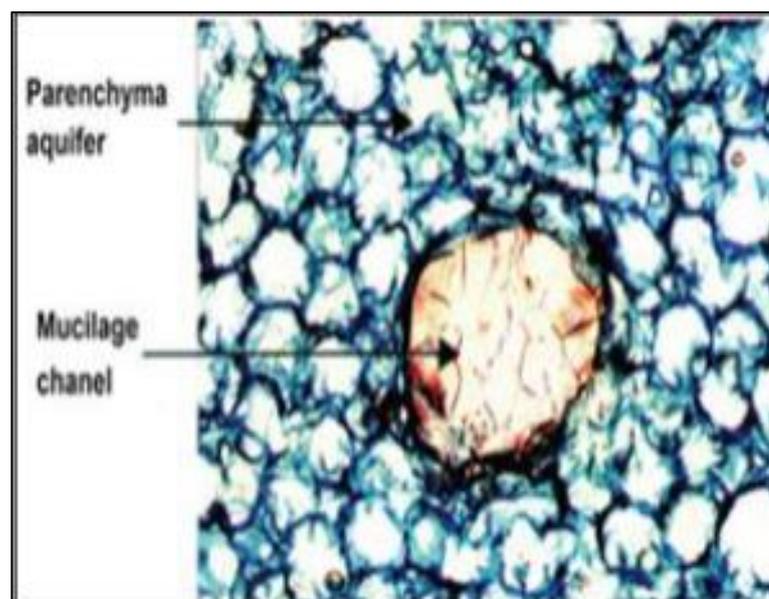
La composition chimique du cladode varie en fonction du sol, de l'emplacement de la culture, de la saison et de l'âge de la plante. Par conséquent, la teneur respective en éléments nutritifs varie entre les espèces et les variétés (Stintzing et Carle, 2005).

**Tableau 1.** Principaux composants des cladodes d'OFI (Stintzing et Carle, 2005).

Constituant	Matière fraîche (g/100g)	Matière sèche (g/100g)
Protéines	0.5-1	4-10
Matière grasse	0.2	1-4
Fibres	1-2	18
Cendre	1-2	19-23
Carbohydrates	37	64-71
Eau	88-95	

### I.3. Mucilage

Les cladodes du figuier de barbarie présentent une source d'une substance visqueuse extractible caractéristique appelée mucilage. C'est une substance macromoléculaire complexe de nature glucidique, avec une structure fortement ramifiée. Le mucilage se forme dans les cellules du parenchyme où il aide le cactus à retenir l'eau par sa capacité particulière de se gonfler en contact avec l'eau en prenant une consistance visqueuse (Figure 3) (Sepúlveda *et al.*, 2007 ; Sáenz *et al.*, 2004).

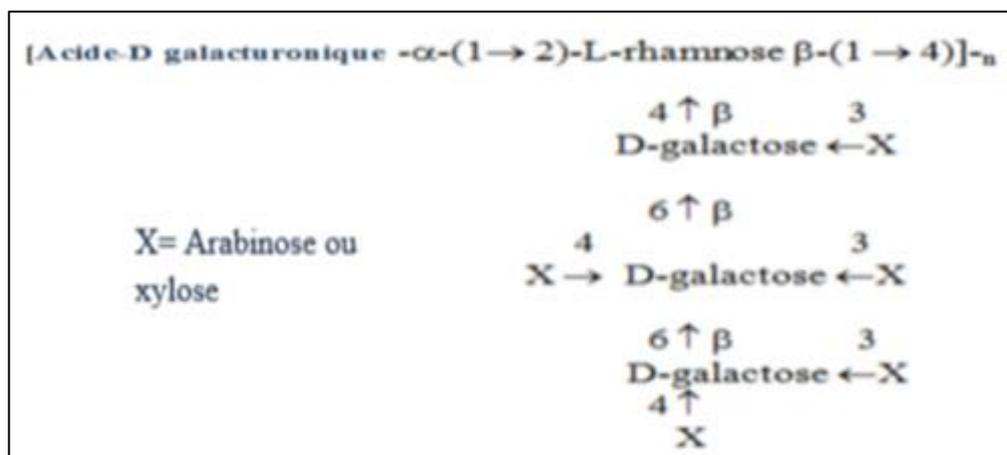


**Figure 3.** Morphologie d'un canal de mucilage (Inglese, 2018).

### I.3.1. Structure chimique

Le modèle de mucilage d'*Opuntia ficus indica* consiste à un enchaînement de résidus de rhamnose et d'acide galacturonique, liés aux chaînes latérales composées de trois résidus de galactose. Les sucres arabinose et xylose forment des branches liées aux chaînes latérales du galactose comme le montre la Figure 4 (Rodríguez-González et al., 2014).

Des minéraux tels que le  $\text{Ca}^{2+}$  et le  $\text{K}^+$  et les fibres alimentaires sont aussi retrouvés dans cette structure complexe et ramifiée (Sepúlveda et al., 2007).



**Figure 4.** Structure du mucilage des cladodes de *l'Opuntia ficus indica* (Rodríguez-González et al., 2014).

### I.3.2. Propriétés physico-chimiques

Le mucilage des raquettes de figue de barbarie est un hydrocolloïde à haute capacité de rétention d'eau (Stintzing, 2005). Il forme de gros agrégats en vrac, comme le montre son comportement en dispersion. La viscosité de la dispersion aqueuse de mucilage dépend du pH et de la concentration en ions  $\text{Ca}^{2+}$ . Son pouvoir viscosifiant augmente parallèlement à l'augmentation du pH des conditions acides aux conditions alcalines, ou lorsque la force ionique diminue. Ce dernier comportement est plus prononcé avec les divalents ions (Cardenas et al., 1997 ; Medina-Torres, 2000).

Les mucilages qui forment un complexe avec des bioactifs composés (acides phénoliques et flavonoïdes) apportent une activité antioxydante. Il a été rapporté aussi son potentiel utilisation comme agent de coagulation-floculation dans différents domaines (Nharingo et Moyo, 2016).

### **I.3.3. Importance**

Le mucilage *d'Opuntia ficus indica* est un ingrédient intéressant pour l'industrie alimentaire en raison de sa viscosité (**Sepúlveda et al., 2007**). Il a la capacité de créer des gels (former un réseau moléculaire) qui retiennent l'eau et a également de bonnes propriétés émulsifiantes (**Medina-Torres et al., 2003 ; Sáenz et al., 2004 ; Di Lorenzo et al., 2017**).

Ce composant a de multiples utilisations comme épaississant, adhésif pour la chaux, super plastifiant naturel et comme produit alimentaire (**Felkai-Haddache et al., 2016**). Le mucilage du cactus a été utilisé comme biomatériau durable pour le développement des films comestibles (**Gheribi et al., 2018**).

Il a été également utilisé comme bio-coagulant dans le processus d'électrocoagulation-électroflottation pour améliorer le rendement d'élimination du trouble et du cuivre en eaux polluées et comme activateur de l'infiltration de l'eau dans les sols, en raison à ses propriétés physiques (viscosité, élasticité, texture et émulsification) (**Adjeroud et al., 2015; Adjeroud et al., 2018 ; Gardiner et al., 1999**) .

D'autres applications de mucilage incluent son utilisation dans les aliments comme stabilisant, agent aromatisant, substitut de graisse (**Sáenz et al., 2004**).

*Chapitre II :*

*Les biofilms*

## II.1. Généralités

En termes généraux, un film comestible est défini comme une fine couche de matière comestible déposée sur un enrobage alimentaire ou placé sur ou entre les différents ingrédients. C'est un biopolymère 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**).

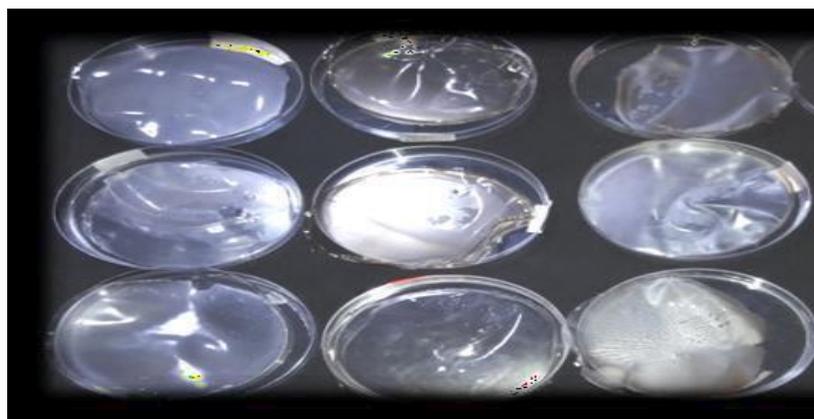
En outre, les films comestibles sont appliqués sur de nombreux matériaux pour contrôler les processus de transfert d'humidité, d'échange de gaz ou d'oxydation (**Rojas-Graü et al., 2009**).

## II.2. Les types des biofilms

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 5.** Les différents films obtenus avec les différentes combinaisons d'amidon et de la gélatine (Khatem, 2019).

### II.2.1. Biofilms à base de mucilage

Le mucilage des cladodes de cactus a été évalué par plusieurs recherche pour vérifier la possibilité de son utilisation comme additif nourrissant, comme agent augmentant la viscosité, ou avec d'autres gommes pour obtenir un effet synergique avec de tels polymères (Yahia, 2012).

Selon Espino-Diaz *et al.* (2010), le mucilage d'*Opuntia* pourrait représenter une bonne option pour le développement de films comestibles dans des pays comme le Mexique, où cette espèce est fortement produite à faible coût, constituant une ressource économique pour les communautés à faible revenu.

En fait, le mucilage d'*Opuntia* a déjà été inclus comme ingrédient dans les films comestibles et ceux-ci ont été appliqués sur des fruits comme la fraise et la mangue avec des résultats favorables pour prolonger la durée de conservation après récolte (Del-Valle *et al.*, 2005 ; Adetunui *et al.*, 2012).

Le mucilage d'*Opuntia ficus-indica* convient pour une production à grande échelle en raison de son abondance, son faible coût, sa non-toxicité, sa biodégradabilité et biocompatibilité, sa capacité filmogène et renouvelabilité (Rivera-Corona *et al.*, 2014).

### II.3. Source

Divers polymères biosourcés ont été étudiés afin de produire une structure des films ou des revêtements. Les hydrocolloïdes, à la fois polysaccharidiques et protéiques, sont les biopolymères les plus courants dans la production de matières comestibles. Ils peuvent être obtenus auprès de sources comme les plantes, les animaux ou les micro-organismes.

Dérivés cellulosiques, amidons, alginates, pectines, chitosanes, pullulane et carraghénanes sont les polysaccharides les plus utilisés dans la production de films comestibles et l'enrobage, alors que les protéines les plus populaires sont les protéines de soja, le gluten de blé, la zéine de maïs, les protéines de tournesol, la gélatine, le lactosérum, la caséine et la kératine (Falguera et al., 2011).

Cependant, le caractère hydrophile de ces matériaux est compensé par l'incorporation de différents types d'huiles et de graisses à la matrice hydrocolloïde afin d'améliorer leurs propriétés de barrière contre la vapeur d'eau. Les plus populaires sont les cires, les triglycérides, les acétyles monoglycérides, les acides gras libres et les huiles végétales (Galus et Kadzi, 2015).

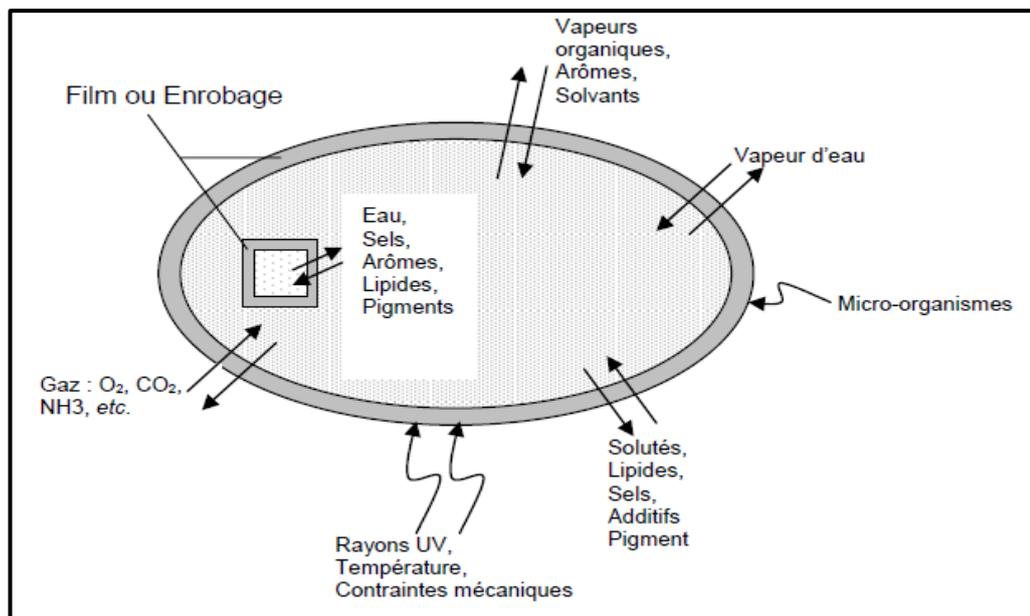
#### II.4. Propriétés et importance des biofilms comestibles

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 premières de faible coût sont souhaitables (Debeaufort, 1994).



**Figure 6.** Fonctions sélectives des films et enrobages comestibles (Debeaufort et *al.*, 1998)

Ces emballages peuvent également présenter un rôle actif dans le sens où ils peuvent améliorer les qualités organoleptiques, biochimiques, hygiéniques, microbiologiques et/ou physico-chimiques des aliments ainsi emballés. Ce rôle consiste à servir de support pour des substances actives (médicaments, vitamines, antioxydants, antimicrobiens, etc.), des agents de surface (colorants, agents brillants, etc.), des arômes, ou encore à renforcer la structure de produits fragiles (Debeaufort, 1994).

## II.5. Production des biofilms

### II.5.1. Techniques de conception de biofilms

Il existe deux types de procédés pour la fabrication des films :

#### II.5.1.1. La voie humide ou voie solvant

Cette technique consiste à former un film par séchage d'une solution filmogène. Tous les composants de la solution filmogène doivent être dissous ou dispersés d'une façon homogène dans un solvant (Krochta, 2002). Il faut souligner que les films fabriqués sont entièrement comestibles lorsqu'aucun additif non alimentaire ne leur est ajouté. Les films et les enrobages comestibles peuvent être formés par l'un des mécanismes suivants (Gouanvé et *al.*, 2007) :

- La coacervation simple où un hydrocolloïde dispersé dans l'eau est précipité ou subit un changement de phase par évaporation du solvant, après modification du pH ou addition d'un électrolyte provoquant un effet de « salting out » ou un pontage.

- La coacervation complexe qui consiste au mélange de deux solutions d'hydrocolloïdes des charges opposées, provoquant ainsi l'interaction et la précipitation du complexe de polymères.
- La gélification ou coagulation thermique au quelle le chauffage de la macromolécule, qui entraîne sa dénaturation, est suivi par une gélification (cas de l'amidon) ou une précipitation, ou encore un refroidissement d'une dispersion de l'hydrocolloïde provoquant la gélification (cas de la gélatine).

Dans la préparation des films par voie humide, une étape de dégazage est souvent effectuée pour éliminer les bulles susceptibles d'apparaître ultérieurement dans le film. Enfin, le film ou l'enrobage est formé par application de la solution/dispersion préparée sur la surface d'une plaque ou d'un produit. Pour la production d'un film préformé, la solution est étalée sur une plaque et le film est décollé après le séchage. Les enrobages, en revanche, nécessitent une application directe des solutions filmogènes sur le produit à enrober sous une forme liquide par l'étalement au pinceau, la pulvérisation, l'immersion, *etc* (Lourdin *et al.*, 1997).

#### II.5.1.2. La voie sèche (thermoformage et extrusion)

Certains hydrocolloïdes ayant une légère humidité présentent un comportement semblable aux thermoplastiques dans les procédés thermomécaniques tels que le moulage par compression et l'extrusion. Ces procédés permettent une transformation rapide avec des faibles taux d'humidité et des températures élevées, et évitent en effet les étapes de rajout et élimination de solvant lors du séchage, qui rendent la voie solvant lente et coûteuse (Lourdin *et al.*, 1997 ; Rouse, 1947).

Il est important de noter que les plastifiants ont un rôle indispensable dans la transformation des agro-polymères par les procédés thermomécaniques. Les plastifiants, en réduisant les forces intermoléculaires, augmentent la mobilité des chaînes polymériques et abaissent la température de transition vitreuse du matériau. En conséquence, les films obtenus sont souples et facilement manipulable (Huang *et al.*, 2006).

#### II.5.2. Aditifs et plastifiants

Dans la formulation filmogène, diverses substances telles que des plastifiants, des agents de réticulation, des émulsifiants et des renforts sont utilisés pour améliorer ou modifier la fonctionnalité de base du matériau. De plus, différents composés actifs tels que les antimicrobiens et les antifongiques, les antioxydants, les colorants, les arômes, et les

nutraceutiques sont incorporés afin d'améliorer la qualité, la stabilité et la sécurité des aliments emballés (**Rojas et al., 2009 ; Salgado, 2015**).

L'ajout d'additifs de réticulation est nécessaire pour augmenter la cohésion des films ; tandis que l'utilisation de plastifiants réduit la fragilité et améliore leurs propriétés mécaniques (**Villagomez et al., 2008 ; Fang et al., 1994**).

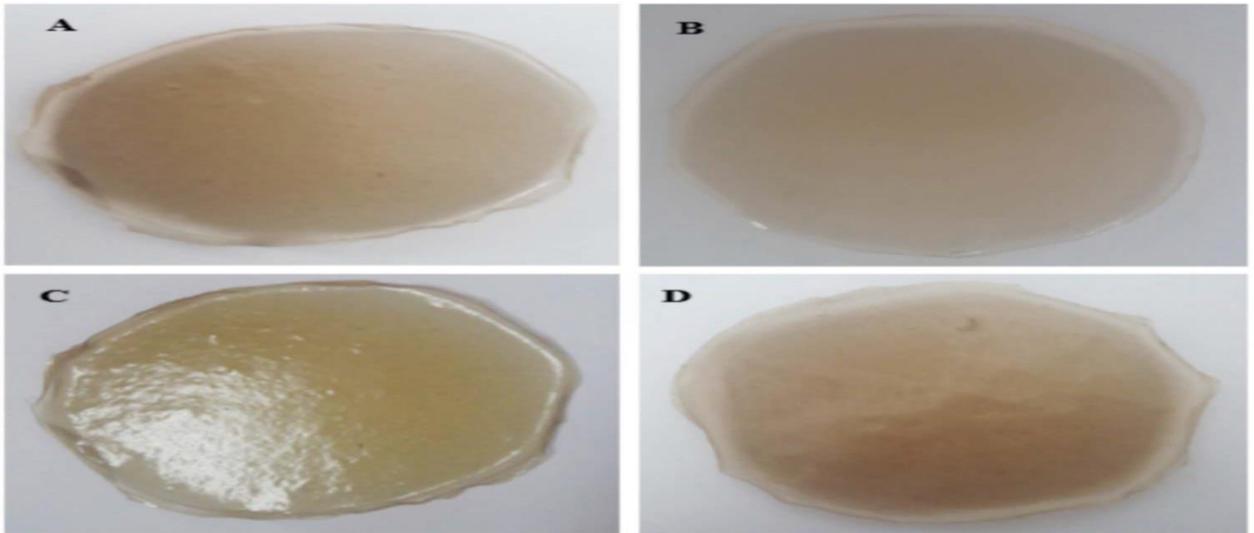
L'effet plastifiant dépend de la taille moléculaire du plastifiant, sa forme, sa polarité, son état physique et le nombre et l'espacement de ses atomes d'oxygène dans la structure polyol (**Rompothi et al, 2017 ; Sothornvit et Krochta, 2005 ; Yang et Paulson 2000**). En effet, selon son type et concentration, le plastifiant diminue les forces intermoléculaires et augmente la mobilité des chaînes polymères donnant au biomatériau plus de souplesse et moins de rigidité et de fragilité (**Gao et al, 2017**).

La plupart des études sur les films comestibles à base de mucilage de cactus utilisaient du glycérol comme plastifiant. Les polyols conviennent au développement de films glucidiques en raison de leur compatibilité et leur impact sur la solubilité dans l'eau, sur les propriétés mécaniques et barrières des films fins (**Khwaldia, 2013 ; Sothornvit et Krochta, 2005 ; Zhang et al, 2016**).

Le glycérol donne généralement l'effet le plus prononcé sur les propriétés mécaniques et thermiques des films, mais impacte négativement leurs propriétés de barrière. A l'inverse, le sorbitol et le polyéthylène glycol (PEG) offrent généralement une plus faible perméabilité à la vapeur d'eau sans aucune amélioration des propriétés mécaniques (**Gao et al., 2017**).

L'ajout de gélatine n'affecte pas l'épaisseur et la transparence de ces films, mais provoque une modification de la morphologie microscopique, de la résistance mécanique et des propriétés de barrière aux gaz et à la vapeur d'eau (**Lira-Vargas et al., 2014**).

Par ailleurs, l'ajout de cire d'abeille favorise la formation d'agrégats dans la morphologie microscopique de films qui acquièrent une épaisseur plus petite, une résistance plus élevée à la traction et de meilleures propriétés de barrière pour l'O<sub>2</sub>, le CO<sub>2</sub> et la vapeur d'eau, ce qui leur confère un meilleur potentiel de conservation post-récolte des produits, bien qu'ils soient moins transparents (**Lira-Vargas et al., 2014**).



**Figure 7.** Apparition de films de mucilage de cactus plastifiés avec du A) glycérol, B) sorbitol, C) PEG 200 et D) PEG 400 (Gheribi *et al*, 2018).

## *Partie expérimentale*

***Chapitre III :***  
***Matériels et méthodes***

### III.1. Objectif

L'objectif de notre travail est de :

- Extraire et purifier le mucilage des cladodes du figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica*) de la région de Tissemsilt,
- Elaboration et caractérisation d'un biofilm à base du mucilage extrait,
- Application du biofilm sur les fraises comme enrobage et évaluation de son effet de conservation.

### III.2. Matériel

#### III.2.1. Matière végétale

Les cladodes matures du Fiquier de barbarie de la région de Bordj bounaama (35° 51' 00" nord, 1° 37' 00" est) situé à 55 km au nord-ouest de Tissemsilt, ayant une longueur de 30 à 50 cm et une largeur de 15 à 30 cm, ont été récoltés aléatoirement le mois de février 2021 à partir de plusieurs sujets vivants de la région.

Les échantillons sont ensuite débarrassés de leurs épines, désinfectés à l'hypochlorite de sodium 10%, rincés à l'eau distillée et séchés, puis conservés au congélateur jusqu'à leur utilisation.



Figure 8. Zone d'échantillonnage des cladodes d'*Opuntia* (Google, s.d)

## III.2.2. Matériel du 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	- Ethanol
- Pompe à vide	- Tissu de mousseline	- Glycérol
- Mixeur	- Embouts jaunes	- Chlorure de calcium (CaCl <sub>2</sub> )
- Agitateur magnétique	- Cuves de spectrophotomètre	
- Etuve		
- Dessiccateur		
- Balance analytique		
- Four		
- Thermomètre		
- Plaque chauffante		
- Spectrophotomètre UV-VIS (JENWAY 7305)		
- Bain marie		

### III.3. Protocole expérimental

Le diagramme de la Figure 9 récapitule l'ensemble des étapes réalisées durant la partie pratique de cette étude. Chaque analyse est répétée au moins trois fois.

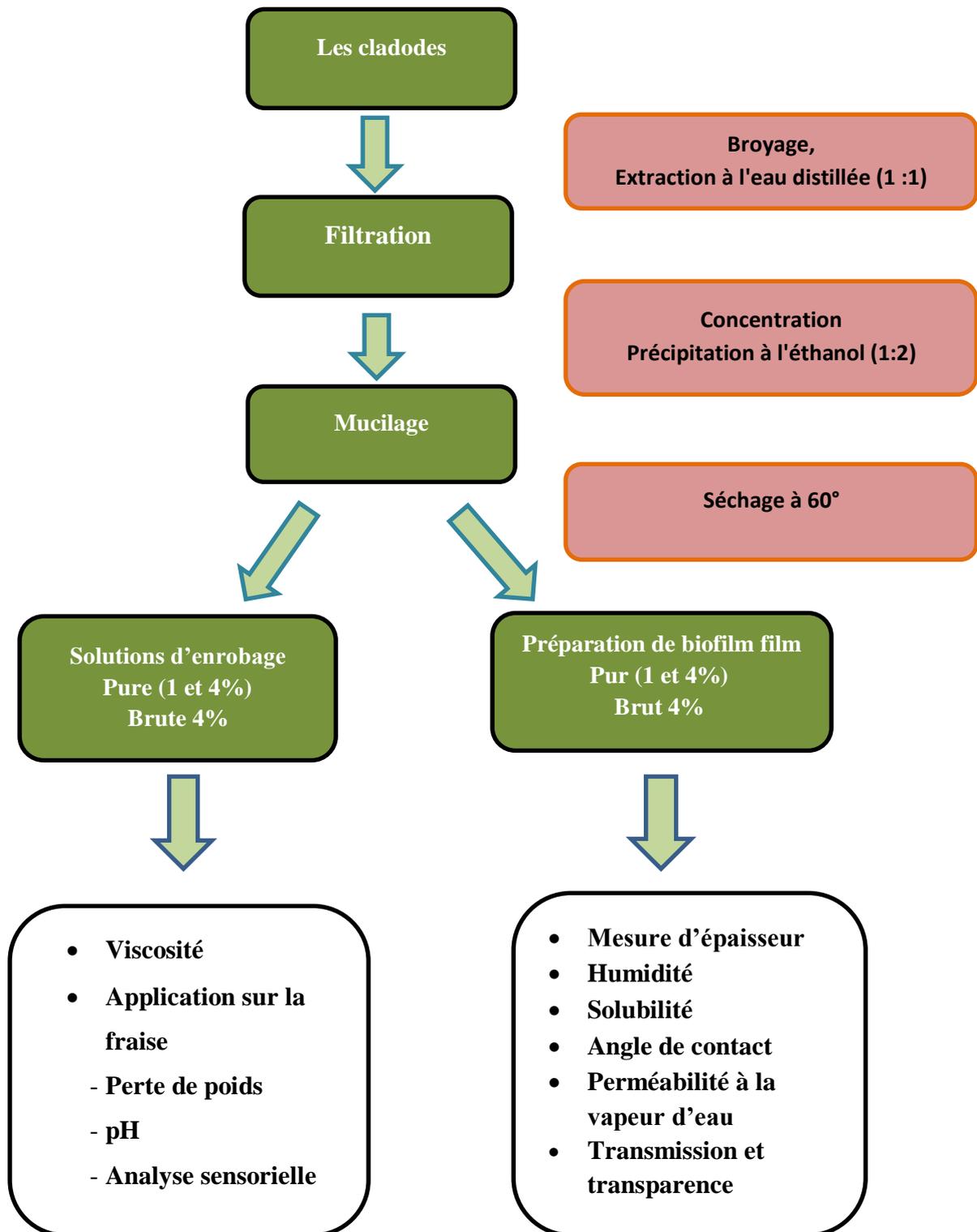


Figure 9. Diagramme du protocole expérimental de l'étude

### III.3.1. Extraction de mucilage

L'extraction a été réalisée selon la méthode d'**Espino-Diaz et al. (2010)**. Les cladodes ont été broyés après leur découpage dans un mélangeur, placés dans un récipient en verre contenant l'eau (1:1 ; p/p) puis chauffés pendant 1 h à 80 °C pour séparer le mucilage des fibres et éviter la dégradation enzymatique. Le récipient a été placé dans un bain de glace pour baisser la température à 25 °C, et le mélange obtenu a été filtré par un tissu de mousseline. Le mucilage a été précipité avec de l'éthanol absolu dans un rapport de (2:1 ; v/v) pendant 20 h à 4 °C.

Le précipité a été filtré à l'aide d'une pompe à vide pour être séché dans des boîtes de Pétri à l'étuve (60 °C/24 h). Le mucilage pur sec a été broyé en poudre fine et conservé dans un récipient hermétique à l'abri de la lumière et de l'humidité (**Gheribi et al.,2018 ; Gonzalez et al., 2019**).

Pour obtenir mucilage brut, l'étape de précipitation a été éliminée pour passer directement au séchage, filtration, séchage et broyage dans les mêmes conditions susmentionnées.

#### III.3.1.1. Rendement d'extraction

Le calcul du rendement d'extraction vise à déterminer l'efficacité du procédé d'extraction. Il est identifié comme le pourcentage de poids (g) de l'extrait sec de mucilage obtenu à partir de 100g de cladodes frais selon la formule suivante (**Zhang et al., 2007**) :

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

Avec :

**R%** : rendement exprimé en pourcentage %,

**M** : masse de l'extrait sec de mucilage (g),

**M<sub>0</sub>** : masse de cladode d'OFI fraîche (g).

### III.3.2. Préparation du film

Des solutions filmogènes ont été préparées en utilisant la procédure décrite par **Espino-Diaz et al. (2010)** avec quelques modifications mineures. Le mucilage pur (1 et 4 % p/v) et brut (4 % p/v) a été dissous dans de l'eau distillée sous agitation continue pendant 10 h en utilisant un agitateur magnétique à température ambiante, puis stocké pendant une nuit à 25 °C. Cette procédure assure la désintégration des agrégats de mucilage pour former une dispersion homogène. Le plastifiant glycérol a été ensuite ajouté à 40% (p/p) sur la base du poids du

mucilage et les solutions résultantes ont été encore agitées pendant 30 min pour assurer un mélange homogène (Gheribi et al., 2018).

28 ml de chaque mélange préparé ont été coulés sur des boîtes de Pétri en plastique de 8,5cm de diamètre et séchés dans une étuve ventilée à 40 °C pendant 48 h. Les films obtenus ont été récupérés des boîtes de Pétri puis refroidis dans un dessiccateur à 25 °C et 53% HR pendant 48 h. Les films comestibles ont été conservés dans des sacs hermétiques jusqu'à leur caractérisation (Espino-Díaz et al., 2010 ; Gonzalez et al., 2019 ; Gheribi et al., 2018).

### III.3.3. Caractérisation des biofilms

#### III.3.3.1. Epaisseur du film

Des mesures ont été effectuées par un comparateur à dix positions différentes de chaque film (Gheribi et al., 2018).

#### III.3.3.2. Teneur en humidité

La teneur en humidité relative (HR) des différents films a été déterminée selon le protocole de Jouki et al. (2013). Des échantillons de 2 cm x 2 cm ont été pesés ( $m_i$ ), séchés au four pendant 24 h à 90°C puis repesés ( $m_f$ ). La teneur en humidité a été calculée selon l'équation de Gheribi et al. (2018) :

$$HR = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

#### III.3.3.3. Solubilité dans l'eau

La solubilité des films dans l'eau ( $ws$ ) a été testée selon la méthode de Jouki et al. (2013). Des échantillons de film de 2 cm x 2 cm ont été séchés au four à 90 °C pendant 24 h, refroidis à température ambiante dans un dessiccateur, pesés ( $m_i$ ) puis immergés dans 50 ml d'eau distillée à 25 °C pendant 30 min. Les morceaux non dissous ont été séchés au four à 90 °C pendant 24 h puis pesés ( $m_f$ ) après refroidissement à température ambiante. La solubilité dans l'eau des films a été calculée selon l'équation de Gheribi et al. (2018) :

$$ws = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

### III.3.3.4. L'angle de contact avec l'eau

Il reflète l'hydrophobicité de la surface des films plastifiés. Le test a été réalisé selon la technique de **Gheribi et al. (2018)**. L'angle de contact avec l'eau, exprimé en degrés, a été fourni par le logiciel du goniomètre et est défini comme l'angle entre la ligne de base et la ligne tangente au point de contact entre une goutte d'eau de 4  $\mu\text{L}$  et la surface du film. Pour chaque type de film, au moins cinq mesures à différentes positions sur la surface du film ont été prises (**Gheribi et al., 2018**).

### III.3.3.5. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP)

La WVP ( $\text{g}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$ ) a été calculée en utilisant la méthode gravimétrique selon **Zhang et al. (2016)**. Le film a été placé et scellé sur une coupelle en acrylique contenant du  $\text{CaCl}_2$ . L'ensemble a été pesé et placé dans une chambre contenant 500 ml d'eau distillée, dont l'humidité relative à l'intérieur a été maintenue à environ 99% et la température à 20 ° C pendant l'expérience. Le gain de poids des coupelles au cours du temps a été mesuré chaque heure pendant 6 h pour obtenir le taux de transmission de vapeur d'eau (WVTR) des films.

La perméabilité à la vapeur d'eau WVP a été calculé selon l'équation cité par **Gonzalez et al. (2019)** :

$$\text{WVP} = \frac{\text{WVTR}}{A} \frac{e}{\Delta P_v}$$

Où :

WVTR : le taux de transmission de la vapeur d'eau ( $\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$ ) obtenu comme la pente de la régression linéaire gain de poids = f (temps). Plus précisément, WVTR est la pente obtenue en traçant le poids final moins le poids initial de l'échantillon ( $W_f - W_0$ ) en fonction du temps (t)

e : la moyenne de l'épaisseur du film (m) ; A : l'aire de transfert ( $\text{m}^2$ ) ;  $\Delta P_v$  : la différence de pression de vapeur d'eau entre l'atmosphère de  $\text{CaCl}_2$  et celle de la chambre (2337 Pa).

### III.3.3.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film

Le taux de transmission de la lumière et la transparence du film ont été mesurés selon les méthodes de **Zhang et al. (2016)**. Les longueurs d'onde sélectionnées étaient de 600 nm. Chaque film comestible (0.5 cm x 4.0 cm) a été placé dans une cellule de quartz pour mesurer l'absorbance et la transmittance à 600 nm en utilisant un spectrophotomètre UV-visible. La transparence a été calculée en utilisant l'équation de **Han et al. (1997)** :

$$\text{Transparence} = \frac{A600}{S} = \frac{-\log T600}{S}$$

Où :

A600 et T600 sont l'absorbance et la transmittance à 600 nm, respectivement, et s est l'épaisseur du film (Gonzalez et al., 2019).

### III.3.4. Application des solutions filmogènes comme bioemballages

#### III.3.4.1. Préparation des solutions d'enrobage

Les solutions de mucilage brute et pure ont été préparées en mélangeant les deux poudres dans de l'eau distillée à des concentrations respectives de (4% p/p) et (4% et 1% p/p), sous agitation continue pendant 10 h en utilisant un agitateur magnétique à température ambiante, puis stocké pendant une nuit à 25 °C.

#### III.3.4.2. La viscosité des solutions d'enrobage

La viscosité est mesurée en utilisant le viscosimètre à chute de bille. Il s'agit d'un long tube transparent de diamètre  $D$  qui sera rempli par le fluide à étudier, dans lequel chute une bille sphérique de masse  $m$  et diamètre  $d$  suffisamment petit par rapport au diamètre du tube  $D$  (Mograne, 2018). La viscosité est calculée par l'équation suivante :

$$\mu = \frac{(\rho_{\text{bille}} - \rho_{\text{fluide}}) \times V_{\text{bille}} \times g}{6\pi \times r \times v}$$

$\rho_{\text{bille}}$ : la masse volumique de la bille

$\rho_{\text{fluide}}$ : la masse volumique du fluide

$V_{\text{bille}}$ : le volume de la bille

$g$ : l'accélération de la pesanteur

$r$  : le rayon de la bille

$v$  : la vitesse limite de chute de la bille dans le fluide

### III.3.4.3. Enrobage des fraises

Les fraises fraîches ayant le même calibre sans détérioration ou blessure, ont été apportées du marché local. Les fruits ont été trempés dans les solutions filmogènes d'enrobage à raison de 3 fruits/solution pendant 30 s, l'excès d'enrobage a été égoutté et les fraises enrobées ont été séchées à 20 °C pendant 30 min. le témoin est composé de 3 fraises enrobées dans de l'eau distillée. Les fruits ont été par la suite conservés dans un réfrigérateur à  $5 \pm 0.5$  °C et 75% HR pendant 14 jours (Del-Valle et al., 2015).

### III.3.4.4. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des fraises

Les poids et les pH initiaux et finaux ; après la période de conservation, ont été mesurés pour chaque groupe représentant les solutions filmogènes ou le témoin. La mesure du pH a été réalisée en plongeant l'électrode du pH-mètre dans une solution de fraises fraîches à 10% (P/V) préparée en laissant tremper des morceaux frais dans de l'eau distillée pendant 5 min (AOAC, 2000).

### III.3.4.5. Analyse sensorielle des fraises enrobées

Les fruits ont été analysées 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).

***Chapitre IV :***  
***Résultats et discussion***

#### IV.1. Rendement d'extraction de mucilage

Les rendements d'extraction du mucilage pur (Figure 10) et brut des cladodes *d'Opuntia ficus indica* de Tissemsilt sont exprimés dans le Tableau 3. Le rendement d'extraction de mucilage pur des cladodes du figuier de barbarie de Tissemsilt a été inférieur à celui de 0,68 % noté par **Espino-Diaz et al. (2010)**, mais dépasse le pourcentage 0.07% enregistré par **Càrdenas et al. (1997)**. En outre, c'est très logique de trouver un rendement plus haut pour le mucilage brut que le mucilage pur, vu la présence d'une fraction supplémentaire éliminée comme impureté lors de l'étape de précipitation et de filtration conduisant au mucilage pur.

**Tableau 3.** Les rendements d'extraction du mucilage pur et brut des cladodes *d'Opuntia ficus indica* de Tissemsilt

Mucilage	Pur	Brut
Rendement d'extraction (%)	0.32	2.18

Les rendements d'extraction du mucilage dépendent de plusieurs paramètres dont le facteur génétique, l'origine géographique, les conditions de stockage, le temps de récolte et la méthode d'extraction (**Golstein, 1991 ; Petera et al.,2009**).

En effet, la teneur en mucilage des cladodes augmente en réponse à la sécheresse afin de préserver la plante. La teneur en mucilage est également plus élevée dans les cladodes plus anciens que dans les plus jeunes (**Sáenz et al.,2004**).



**Figure 10.** Le mucilage en poudre.

Le rendement d'extraction du mucilage remarquablement faible est une condition impassable à prendre en considération, spécialement si on cherche à populariser son emploi à un niveau industriel comme une source de biofilm à action de substitution des plastiques. En plus, le protocole d'extraction fondé sur les solvants organique rend ce polymère encore onéreux, en plus

d'être non complètement écologique à cause de la persistance de résidus chimiques dans la poudre finale.

Ces causes entre autres, argumentent notre retour vers l'évaluation du mucilage sous sa forme brute non purifiée dans une tentative de surmonter ces obstacles techniques. Cependant, l'optimisation d'extraction et de purification du mucilage est une autre solution à mener en urgence pour pallier les dits inconvénients.

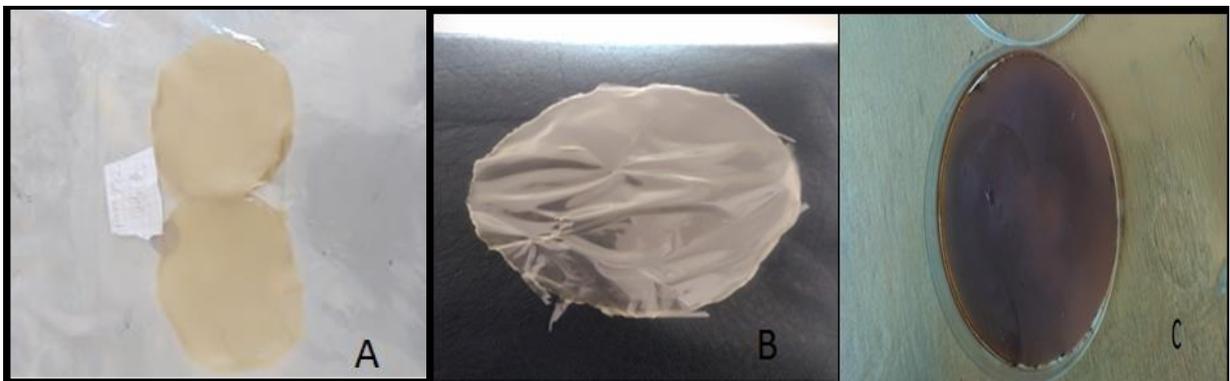
#### IV.2. Caractérisation des biofilms

Les films purs (4 et 1%) de couleur jaune-verte étaient homogènes et lisses, à structure uniforme, en plus d'être facilement détachable des boîtes de pétri (Figure 11). 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.

Par contre, les biofilms bruts 4% et malgré leur aspect lisse et uniforme ont été très collants et adhésifs aux boîtes de pétri ; la chose qui empêche leur récupération et caractérisation.

Il nous convient de dire que le mucilage brut des cladodes d'*Opuntia* de Tissemsilt concentré à 4% en présence de 30% de glycérol comme plastifiant est inapte à la formation de biofilm d'emballage.

Toutefois, la vérification de la malléabilité des films formés à d'autres concentration en mucilage brut et à différentes doses de glycérol ou en changeant de plastifiant, demeure une perspective notable.



**Figure 11.** Les biofilms de mucilage d'*Opuntia* de Tissemsilt A) pur 4% ; B) pur 1% ; C) brut 4%.

Le Tableau 4 illustre les résultats enregistrés pour la caractérisation des propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms de mucilage d'*Opuntia* de Tissemsilt.

**Tableau 4.** Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms de mucilage

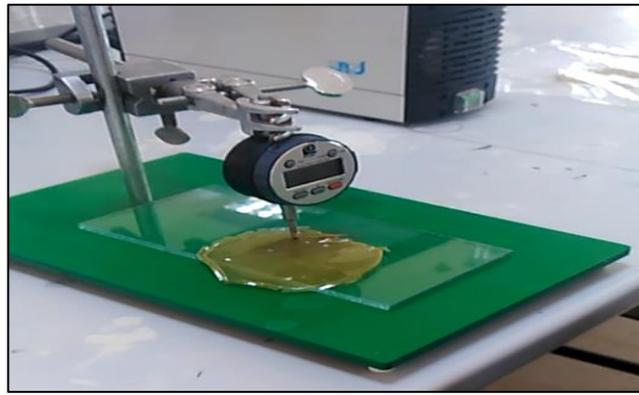
Propriété	Biofilm	
	Pur 1%	Pur 4%
<b>Epaisseur Biofilm (mm)</b>	0.0308± 0.003	0.0772± 0.005
<b>Humidité (%)</b>	26.59±1.26	15.15±0.73
<b>Solubilité (%)</b>	81.88±1.28	51.47±1.05
<b>Angle de contact (°)</b>	61.35°±3.54	78.82°±3.80
<b>Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) (g·m<sup>-1</sup>·s<sup>-1</sup>·Pa<sup>-1</sup>)</b>	6.38×10 <sup>-8</sup> ±0.4×10 <sup>-8</sup>	1.46×10 <sup>-7</sup> ± 0.33×10 <sup>-7</sup>
<b>Transmission de la lumière et transparence (%)</b>	12.88±1.44	14.88±1.71

#### IV.2.1. Epaisseur des films

Le Tableau 4 démontre que les films de mucilage développés dans cette étude avaient des épaisseurs de 0.0308± 0.003 mm et 0.0772 ± 0.005 mm pour des taux de mucilage de 1 % et 4%, respectivement (Figure 10). Ces épaisseurs sont élevées que celles préparées par **Alma et al. (2014)** avec 0.03 à 0.04 mm, et inférieure 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 mucilage 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 concentration en mucilage est un autre facteur d'influence sur l'épaisseur avec une relation de proportionnalité entre les deux.



**Figure 12.** Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.

#### IV.2.2. Teneur en humidité du film

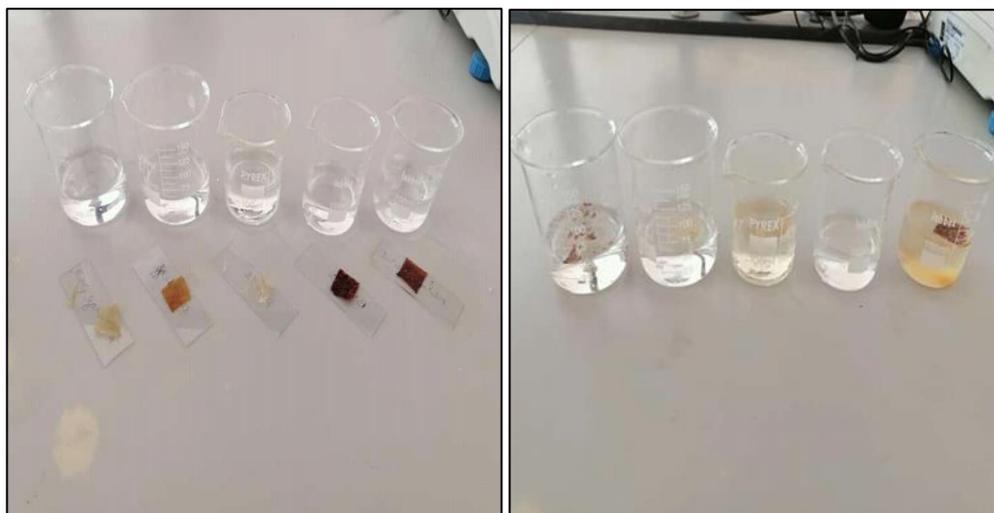
Les valeurs de la teneur en humidité des biofilms de mucilage varient de  $15.15 \pm 0.73\%$  pour la concentration 4% à  $26.59 \pm 1.26\%$  pour la concentration 1% (Tableau 4). Ces résultats sont à l'intervalle trouvé par **Gheribi et al. (2018)**, qui a été entre  $14.54 \pm 1.15\%$  et  $35.80 \pm 0.45\%$ .

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**).

#### IV.2.3. 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 13). 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 4, la solubilité respective de nos films était inversement proportionnelle à la dose du mucilage, puisque on a noté des solubilités dans l'eau de  $51.47 \pm 1.05\%$  et  $81.88 \pm 1.28\%$  pour des concentrations de mucilage de 4 et 1 %. Les films de mucilage préparés **Gharibi et al. (2018)** à différents plastifiants avaient une solubilité qui oscille de  $35.70 \pm 0.96\%$  à  $58.00 \pm 1.08\%$ , avec une supériorité des films au glycérol.



**Figure 13.** Le test de la solubilité des biofilms dans l'eau.

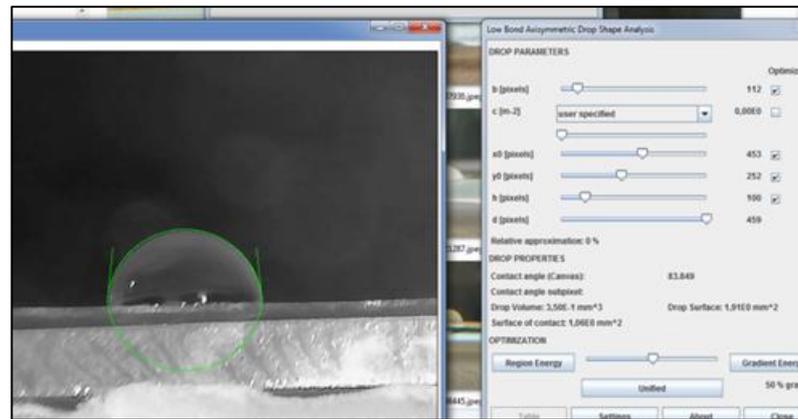
La solubilité des films dans l'eau est directement liée à l'utilisation du glycérol comme plastifiant. Le plastifiant peut augmenter la solubilité du film et l'affinité à l'eau en diminuant les interactions entre les chaînes des biopolymères en faveur des interactions polymère-plastifiant. Puisque le 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**).

#### IV.2.4. L'angle de contact avec l'eau

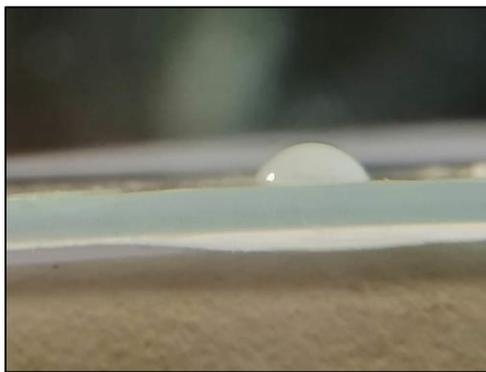
L'hydrophobie de surface des biofilms peut être évaluée en mesurant l'angle de contact entre l'eau et la face supérieure des films plastifiés (Figure 14). L'hydrophobie superficielle augmente avec l'augmentation de l'angle de contact (**Jouki et al., 2013**).

Selon les résultats du Tableau 4, l'angle de contact des biofilms de mucilage pur 1 et 4% était  $61.35^{\circ} \pm 3.54$  et  $78.82^{\circ} \pm 3.80$ , successivement. Ces remarques mènent à dire que l'hydrophobie superficielle, et par la suite la mouillabilité des biofilms, augmente avec la présence du mucilage. Par comparaison aux valeurs de **Gheribi et al. (2018)** allant de  $84 \pm 3.25$  à  $86 \pm 3.28^{\circ}$ , nos films sont moins hydrophobes.

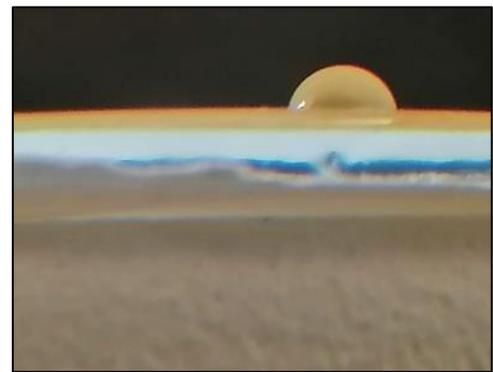
**Jakobek. (2015)** explique que les valeurs élevées de l'angle de contact sont la conséquence de la présence habituelle de produits phénoliques résiduels dans le mucilage des cactus. Ces composés phénoliques peuvent interagir avec les groupes réactifs de polysaccharide pour diminuer le volume libre du film et conduire à des propriétés de barrière à l'eau plus élevées.



A



B



C

**Figure 14.** A) Mesure de l'angle de contact par le logiciel d'image j et aspect de la gouttelette d'eau sur les biofilms de mucilage pur B) biofilm pur 1%, C) biofilm pur 4%.

#### IV.2.5. 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 le film 1% et  $1.46 \times 10^{-7} \pm 0.33 \times 10^{-7}$  ( $\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ) pour celui de 4%. Les doses les plus faibles en mucilage 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 présence de pectine dans le mucilage, la quantité du plastifiant ajouté et le temps de séchage (**Galindez et al., 2019**).

#### IV.2.6. 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 4), la transparence des films qui est l'inverse de l'opacité, était supérieure pour la dose 4% ( $14.88 \pm 1.71\%$ ) que la dose 1% ( $12.88 \pm 1.44\%$ ), 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 mucilage 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**).

### IV.3. Application des solutions filmogènes comme bio-emballages

#### IV.3.1. La viscosité des solutions filmogènes

Le Tableau 5 donne les résultats de la viscosité des trois solutions d'enrobage à base de mucilage de *l'Opuntia* de Tissemsilt.

**Tableau 5.** La viscosité des solutions d'enrobage

Solution d'enrobage	Pure 1%	Pure 4%	Brute 4%
Viscosité (pa/s)	$1.8 \times 10^{-3} \pm 0.3 \times 10^{-3}$	$65.53 \cdot 10^{-3} \pm 1.6 \times 10^{-3}$	$1.31 \times 10^{-3} \pm 0.7 \times 10^{-3}$

Par classement décroissant, la solution pure 4% était la plus visqueuse, suivi de la solution pure 1% puis brute 4%. Ces résultats sont inférieurs à la plage de  $26.67 \cdot 10^{-3} \pm 0.23$  à

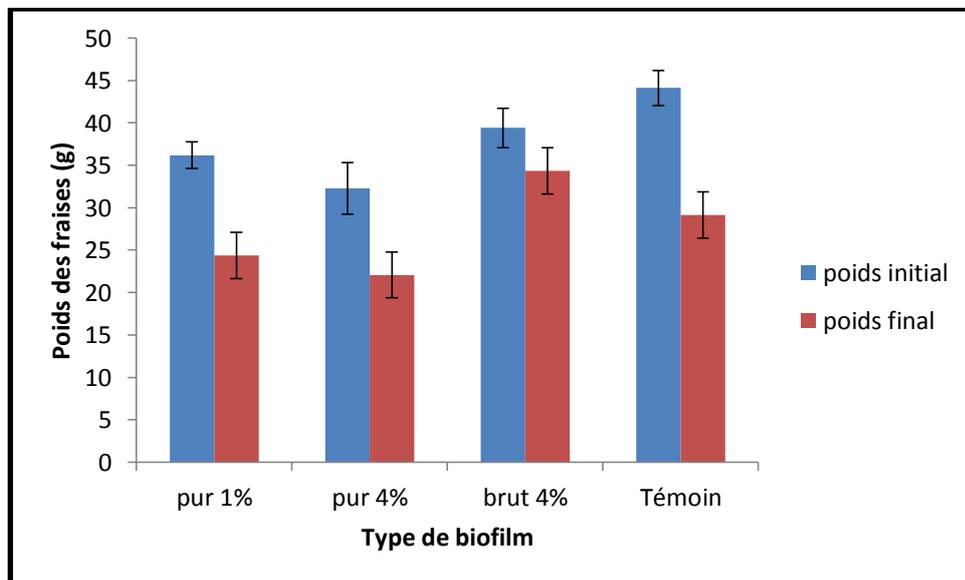
$306.33.10^{-3} \pm 12.5$  (pa/s) trouvée par **González et al. (2019)** pour trois cultivars d'*Opuntia ficus-indica* avec une concentration de 1% en mucilage, mais avec l'ajout du glycérol.

Les valeurs élevées de la viscosité peuvent être dues au contenu de monosaccharides dans le mucilage (**Saenz et berger, 2006**). De plus, les mucilages sont des polysaccharides hydrosolubles à longue chaîne qui se dissolvent ou se dispersent dans l'eau, conférant à la solution un aspect visqueux ; une propriété très recherchée justifiant leur utilisation courante dans les aliments comme épaississants (**Bosquez et al., 2000**).

### IV.3.2. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des fraises

#### IV.3.2.1. Perte de poids

La réduction de la fermeté est liée à la perte d'humidité des cellules végétales vers l'environnement pendant la période de stockage, considérée comme le facteur principal de changements de texture. La formulation de revêtement qui minimise la perméabilité à l'humidité augmente alors la durée de conservation des produits (**Stecher et al., 2020**).



**Figure 15.** Histogramme représentant la baisse du poids des fraises enrobées par des solutions de mucilage après 15 jours de stockage à 5°C .

Les résultats de la Figure 15 confirment que les fraises trempées par les solutions ont perdu moins de poids que les fraises témoins. La solution brute était la plus efficace, suivie de solution pure 4% et de solution pure 1%, avec des chutes correspondantes de l'ordre de  $5.06 \pm 2.09$ g,  $10.21 \pm 2.33$ g et  $11.8 \pm 3.04$  g, par rapport à la perte de  $14.97 \pm 1.55$ g du témoin.

La solution de revêtement (filmogène) forme une couche semi-perméable qui a permis le passage des gaz spécifiques et créé une condition atmosphérique modifiée, d'où une perte d'humidité allégée au cours du stockage (Stecher *et al.*, 2020).



**Figure 16.** Enrobage des fraises dans les solutions filmogènes à base de mucilage.

#### IV.3.2.2. pH

L'évolution du pH des fraises avec et sans enrobage durant la période de conservation à 5°C est donnée dans le Tableau 6.

**Tableau 6.** Valeurs de pH des fraises avant et après 14 jours de stockage

Avant stockage	Après 15 jours de stockage				
	Témoin	Pure 1%	Pure 4%	Brute 4%	Témoin
<b>PH</b>	4.25±0.7	3.09±0.33	3.00±0.67	3.25±0.23	3.12±0.12
<b>Différence</b>	/	1.16±0.37	1.25±0.03	1.00±0.47	1.03±0.58

Nos résultats révèlent que le pH des fraises diminue après 15 jours de stockage par rapport au pH du départ, ce qui se traduit par une hausse d'acidité des fruits. Aussi, la solution brute a été la plus efficace mais à une valeur très proche du témoin. Les solutions pures ont été moins actives avec un avantage pour celle concentrée à 1%.

En accord avec la constatation de Stecher *et al.* (2020), on peut proposer que les solutions de mucilage 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).

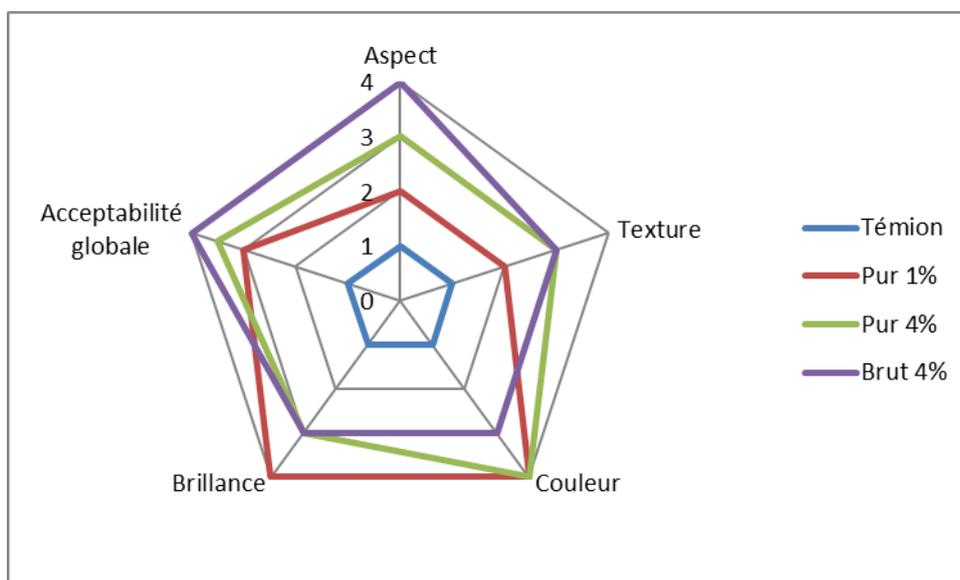
### IV.3.3. Analyse sensorielle

La Figure 17 montre le radar d'analyse sensorielle des fraises enrobés ou non enrobés par le mucilage brut ou purifié après 15 jours de stockage à 5°C. De même, il est facile de constater des différences dans l'apparence, la texture, la brillance, la couleur et l'acceptabilité globale des fraises dans les images de la Figure 18.

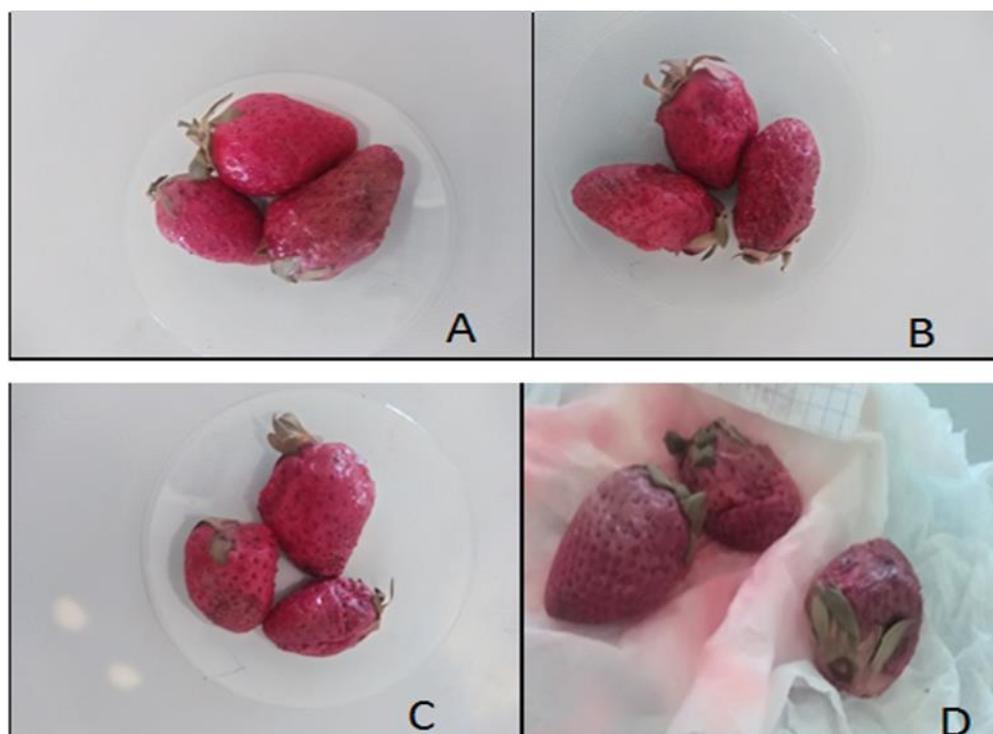
L'avis des panélistes classe les fraises non enrobées par mucilage en dernière position suite à la perte de toutes les qualités organoleptiques. Les résultats des fraises enrobées étaient contrastés ; la solution pure 1% offre une meilleure préservation de la brillance et de la couleur, mais a échoué dans la préservation de la texture et la fermeté. La couleur est la qualité la mieux protégée en présence de solution pure 4%, tout en gardant une texture, aspect et brillance acceptables. La solution brute 4% est l'image en miroir de la solution pure 4%, où elle privilégie l'aspect visuel, et maintien quand même une couleur, une texture et une brillance dans la limite d'acceptabilité.

Globalement, les fruits enrobés par la solution brute 4 % avaient le plus d'acceptabilité, suivie par les fruits de la solution pur 4% et les fruits de la solution pure 1%. Les fruits non revêtus par mucilage restaient en dernière position.

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.



**Figure 17.** Radar représentant l'évaluation des qualités sensorielles des fraises enrobées ou non par les solutions de mucilage



**Figure 18.** Les fraises enrobées ou non par les solutions de mucilage après 15 jours de stockage à 5°C A) Brut ; B) pure 1% ; C) pure 4% ; D) témoin

## *Conclusion*

## *Conclusion*

Le mucilage de cactus est un biopolymère fonctionnel intéressant largement appliqué dans les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques. Récemment, grâce à sa caractéristique d'écoulement élastique et sa capacité à former un réseau ; il pourrait trouver une application dans les emballages alimentaires en tant que film comestible ou revêtement (**Rodriguez-Gonzalez et al., 2014 ; Gheribi et al., 2018**).

Sur cette optique, cette étude a été menée sur le mucilage extrait à partir des cladodes du figuier de barbarie de Tissemsilt, en essayant de l'élaborer et de le caractériser en biofilm comestible, avant de l'appliquer en solution d'enrobage à effet de conservation sur des fraises fraîches.

Le rendement d'extraction infime du mucilage de l'*Opuntia* local, laisse à penser qu'il est inévitablement primordial de revoir la procédure de son extraction et purification dans la mesure de maximiser la rentabilité des techniques ancestrales, ou de développer une de plus sophistiquée.

Le mucilage pur d'*Opuntia* de Tissemsilt est un précurseur de films comestibles homogènes, lisses et uniforme avec une grande légèreté. A son état brut, ce mucilage n'est pas approprié pour être filmogène à une concentration de 4%, mais en solution d'enrobage, il peut être plus efficaces que la forme purifiée. En plus, les résultats des différentes analyses permettent de remarquer qu'il est possible de moduler les performances fonctionnelles (solubilité, transparence, hydrophobicité...) des biofilms de mucilage selon la fonctionnalité voulue et en fonction de l'aliment à conserver.

En perspective, la conception des biofilms de mucilage en formes plus usuelles à l'image d'un sac en plastique, et l'incorporation d'additif biologiques à effet nutritif, décoratif ou même thérapeutique, restent des choix très attirants pour assurer la continuité de cette voie de recherche très prometteuse.

## *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 R and 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 physicochemical 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., Gómaa, 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 and formamide-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 transition of 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, Chávez-Moreno CK, Macías-Rodríguez LI, Zavala-Mendoza E, Garnica-Romo MG, Chacón-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 mungbean starch based edible film with oxygen barrier and heat sealability. *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). Utilización agroindustrial del 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 films and coatings containing bioactives. *Curr. Opin. Food Sci.*, 5, 86–92.
73. Sanchez E, Da'vila-Avin'ã J, Castillo SL, Heredia N, Va'zquez-Alvarado R, Garc'ia S (2014) Antibacterial and antioxidant activities in extracts of fully grown cladodes of 8 cultivars of cactus pear. *J Food Sci* 79:M659–M664
74. Schweizer, M. (1997) Docteur Nopal, Le médecin du bon dieu. *Edition APB (Aloe Plantes et Beauté)*. 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). Academic Press.
77. Stecher, G., Tamura, K., & Kumar, S. (2020). Molecular evolutionary genetics analysis (MEGA) for macOS. *Molecular Biology 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 & food research* 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 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

81. Waldron, K. W., Parr, A. J., Ng, A., & Ralph, J. (1996). Cell wall esterified phenolic dimers: identification and quantification by reverse phase high performance liquid chromatography and diode array detection. *Phytochemical analysis*, 7(6), 305-312.
82. Yahia, E.M.( 2012). Prickly pear fruit and cladodes. In: Rees, D., Farrel, G. and Orchard, J. (eds) *Crop Post-Harvest: Science and Technology*. Oxford, UK: Wiley-Blackwell, pp.264-285.
83. Yang, L., & Paulson, A. T. (2000). Mechanical and water vapor barrier properties of edible gellan films. *Food Research International*, 33(7), 563–570.
84. Zhang, P., Zhao, Y., & Shi, Q. (2016). Characterization of a novel edible film based on gum ghatti: Effect of plasticizer type and concentration. *Carbohydrate Polymers*, 153, 345–355.
85. Zhang, S. Q., Bi, H. M., & Liu, C. J. (2007). Extraction of bio-active components from *Rhodiola sachalinensis* under ultrahigh hydrostatic pressure. *Separation and Purification Technology*, 57(2), 277-282.

