



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 : **Biologie**

Spécialité : **Biochimie appliquée**

Présentée par : **HALIS Sarra & HASSOUNI Ilham**

*Thème*

---

***Élaboration et caractérisation d'un emballage comestible actif  
à base de mucilage d'*Opuntia ficus indica* et de la gomme de  
caroube***

---

Soutenu le, .....

**Devant le Jury :**

M.BEGHALIA Mohamed	Président	Prof	U-Tissemsilt
M.MOUSSAOUI Badreddine	Encadrant	M.C.A	U-Tissemsilt
Mme. DRIZI Nadja	Examinatrice	M.A.A	U-Tissemsilt

**Année universitaire : 2021-2022**

## **Remerciements**

Tout d'abord nous tenons, sincères louanges au tout puissant, **Allah** source de la santé, de courage et de la volonté pour mener à terme notre formation et pouvoir réaliser ce modeste travail.

Nous tenons à remercier particulièrement notre enseignant **M. MOUSSAOUI Badreddine**. Vos qualités pédagogiques et humaines, votre gentillesse et disponibilité permanente ont toujours suscité notre admiration. Veuillez bien recevoir nos remerciements pour le grand honneur que vous nous avez fait d'accepter l'encadrement de ce travail.

Nos sincères remerciements sont destinés au **Prof. BEGHALIA Mohamed**, pour nous avoir honoré en acceptant de présider le jury de notre soutenance.

Nous adressons nos remerciements les plus respectueux à **Mme. DRIZI Nadja**, de bien avoir participé à ce jury et examiner ce modeste travail.

Nos profondes gratitude sont adressées à **M. LAFER Mohamed**, nous vous remercions infiniment pour votre gentillesse, vos conseils et votre aide permanente précieuse.

Toute notre gratitude va à nos familles, et spécialement à nos parents qui nous ont soutenus tout au long de nos études.

**Dédicace**

Je dédie ce modeste travail :

A Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie ;

A Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices pour m'aider à avancer dans la vie ;

A Mon frère Khaled, qui n'a cessé d'être pour moi une source de courage. Aujourd'hui, de te présente ma grande reconnaissance ;

A Mes chères amies Wiam, Hayet ;

A tous ceux que j'aime.

*Sarra*

**Dédicace**

Je dédie ce modeste travail :

A ceux qui m'ont fait de moi une femme, ma mère et mon père, pour leur amour, leur soutien et leur sacrifice.

A mes adorables sœurs; Marwa, Rima et mon frère Hicham.

A mon amis Tasnim Aya.

A Fathellah ; la personne qui a toujours été à mes côtés.

A tous ceux que je porte dans mon cœur.

*Ilham*

## Résumé

Ce travail a pour finalité de concevoir un emballage comestible actif formé par un copolymère mucilage des cladodes d'*Opuntia* et gomme des graines de caroube de Tissemsilt. Le rendement d'extraction de mucilage et de la gomme était  $1.35 \pm 0.05\%$  et  $58.99 \pm 1.84\%$ . Le film actif additionné de 2% de polyphénols a été préféré pour sa couleur marron consensuelle à sa saveur de caramel. Ce film avait des valeurs d'épaisseur, d'humidité, d'hydrosolubilité et de perméabilité à la vapeur d'eau de l'ordre de  $0.053 \pm 0.001 \text{ mm}$ ,  $32.81 \pm 0.89\%$ ,  $70.98 \pm 1.18\%$ , et  $2.25 \cdot 10^{-8} \pm 0.33 \cdot 10^{-8} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$ , respectivement. Cependant, il était moins dense  $0.11 \pm 0.025 \text{ g/mL}$  et plus mouillable  $56.32 \pm 0.45^\circ$  tout en étant plus transparent  $28.47 \pm 0.60$ . L'incorporation de polyphénols a haussé son pouvoir antioxydant globale et même dans un simulant d'aliment aqueux à des taux respectifs de  $48.80 \pm 0.63\%$  et  $59.39 \pm 0.04\%$ . Finalement, son application comme enrobage sur les pommes réfrigérées pendant 9 jours, a confirmé sa supériorité par rapport au témoin en préservation de leurs propriétés organoleptiques, en atténuation de la perte de leur poids et de la régression de leur pH, avec un bon maintien de l'apport en solides solubles.

**Mots clés :** mucilage, gomme, film, actif, antioxydant

## Abstract

This work aimed to design an active edible packaging by copolymerization of *Opuntia* cladode mucilage and carob gum of harvested in Tissemsilt region. The yield of mucilage and gum extraction was  $1.35 \pm 0.05\%$  and  $58.99 \pm 1.84\%$ . The active film added with 2% with polyphenols was preferred for its brown color and caramel flavor. The film thickness, humidity, water solubility and water vapor permeability values were  $0.053 \pm 0.001 \text{ mm}$ ,  $32.81 \pm 0.89\%$ ,  $70.98 \pm 1.18\%$ , and  $2.25 \cdot 10^{-8} \pm 0.339 \cdot 10^{-8} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$ , respectively. However, it was less dense  $0.11 \pm 0.02 \text{ g/mL}$  and more wetttable  $56.32 \pm 0.45^\circ$  while being more transparent  $28.47 \pm 0.60$ . The incorporation of polyphenols increased its overall antioxidant power  $48.80 \pm 0.63\%$  as well as the antiradical action in aqueous food simulant  $59.39 \pm 0.04\%$ . Finally, the application of active film as coating on refrigerated apples for 9 days, confirmed its superiority compared to the control in preserving their organoleptic properties, in attenuating the loss of their weight and the regression of their pH, without losing a good soluble solids rate.

**Keywords:** mucilage, gum, film, active, antioxidant

## الملخص

الغرض من هذه الدراسة هو تصميم غلاف فعال للأكل مكونة من بوليمر مشترك من صمغي فروع التين الشوكي و بذور الخروب الموجودين بتيسمسيلت. كان مردود استخلاص الصمغين  $1.35 \pm 0.05\%$  و  $58.99 \pm 1.84\%$  تواليا. اعتبر الغلاف النشط المضاف ب 2% من مستخلص البوليفينولات الاحسن بسبب لونه البني المتوافق مع نكهة الكراميل، وتميزه بدرجات سماكة ورطوبة، قابلية للذوبان في الماء ونفاذية البخار الماء بلغت  $0.053 \pm 0.001 \text{ mm}$ ،  $32.81 \pm 0.89\%$ ،  $70.98 \pm 1.18\%$ ، و  $2.25 \cdot 10^{-8} \pm 0.33 \cdot 10^{-8} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$ ، على التوالي. بالمقابل، كان الغلاف الفعال أقل كثافة  $0.11 \pm 0.02 \text{ g/mL}$  وأكثر قابلية للبلل بنسبة  $56.32 \pm 0.45^\circ$ . أدى دمج مادة البوليفينول إلى زيادة قدرتها الإجمالية المضادة للأكسدة وحتى في محاكيات الطعام المائي بمعدلات تبلغ  $48.80 \pm 0.63\%$  و  $59.39 \pm 0.04\%$ . أخيراً، أظهر استعمال هذا الغلاف الفعال كطلاء على التفاح المحفوظ بالتبريد لمدة 9 أيام افضلية على الغلاف الشاهد في الحفاظ على خصائص الفاكهة الحسية، إضافة إلى التخفيف من فقدان الوزن وانحدار الرقم الهيدروجيني، مع المحافظة على نسبة جيدة من المواد الصلبة الذاتية.

**الكلمات الرئيسية:** صمغ التين الشوكي، صمغ الخروب، غلاف، فعال، مضاد للأكسدة

**Liste des abréviations**

<b>%</b>	Pourcentage
<b>°C</b>	Degré Celsius
<b>µl</b>	Microlitre
<b>µm</b>	Micromètre
<b>CaCl<sub>2</sub></b>	Chlorure de calcium
<b>Cm</b>	Centimètre
<b>DPPH</b>	Diphényle-picryl-hydrazyl
<b>G</b>	Gramme
<b>H</b>	Heure
<b>HR</b>	Humidité relative
<b>LBG</b>	Locust Bean Gum «gomme de caroube»
<b>M</b>	Mètre
<b>Mg</b>	Magnésium
<b>Min</b>	Minute
<b>mL</b>	Millilitre
<b>Mm</b>	Millimètre
<b>MS</b>	matière sèche
<b>Na</b>	Sodium
<b>p/p</b>	Poids/poids
<b>p/v</b>	Poids/volume
<b>Pa</b>	Pascale
<b>pH</b>	Potentiel d'hydrogène
<b>S</b>	Seconde
<b>S.D</b>	sans datte
<b>Tr</b>	Tour
<b>UV</b>	Ultraviolet
<b>V</b>	Volume
<b>WS</b>	Water solubility « Solubilité dans l'eau »
<b>WVP</b>	Water Vapor Permiability « Perméabilité à la vapeur d'eau »

**Liste des tableaux**

**Tableau 1.** Principaux composants des cladodes du figuier de Barbarie (**Stintzing & Carle, 2005**)..... 03

**Tableau 2.** Composition chimique de la pulpe et des graines de caroube (**Biner et al., 2007**) .. 07

**Tableau 3.** Les utilisations de la gomme de caroube et ses applications techniques (**Droste, 1993**)..... 08

**Tableau 4.** Matériels et réactifsutilisés ..... 17

**Tableau 5.** Rendement d'extraction de mucilage d'Opuntia, de LBG et des polyphénols des cladodes ..... 25

**Tableau 6.** Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms ..... 28

**Tableau 7.** Contenu polyphénolique total, activité antioxydante globale et activité antioxydante dans les simulants alimentaires des films avec ou sans polyphénols ..... 33

Listes des figures

<b>Figure 1.</b> <i>L'Opuntia ficus indica</i> et ses différentes parties <b>A)</b> l'arbre, <b>B)</b> les cladodes, <b>C)</b> les fleurs et <b>D)</b> le fruit ( <b>Habibi, 2004</b> ).....	02
<b>Figure 2.</b> Structure du mucilage d' <i>Opuntia ficus indica</i> ( <b>Sàenz et al., 2004</b> ) .....	04
<b>Figure 3.</b> Photo du Caroubier ( <i>Cératoniasiliqua</i> ).....	06
<b>Figure 4.</b> Les différentes parties du caroubier et <b>A)</b> feuille et foliole, <b>B)</b> coupe transversale de la gousse, <b>C)</b> les fleurset <b>D)</b> les graines( <b>Haddarah, 2013</b> ) .....	06
<b>Figure 5.</b> Structure des galactomannanes( <b>Haddarah, 2013</b> ) .....	08
<b>Figure 6.</b> Quelques fruits et légumes frais emballés avec enrobages et films comestibles (EFCs)( <b>Sabka, 2015</b> ) .....	09
<b>Figure 7.</b> Quelques exemples d'emballages alimentaires bio-sources intelligents ( <b>Nešić et al., 2019</b> ).....	11
<b>Figure 8.</b> Exemple d'un emballage bioactif à base de polypropylène ( <b>Antosik et al., 2021</b> ).....	12
<b>Figure 9.</b> Échantillons de viande d'agneau emballés à l'aide de <b>A)</b> film de chlorure de polyvinyle (PVC), <b>B)</b> film de carraghénane et <b>C)</b> film de carraghénane avec extrait de feuille d'olivier ( <b>Martiny et al., 2020</b> ) .....	13
<b>Figure 10.</b> Classification des films comestibles ( <b>Ioannis.S.Boziaris, 2014</b> ).....	14
<b>Figure11.</b> Zones d'échantillonnage des cladodes d' <i>Opuntia</i> et des gousses de caroube ( <b>Google, s.d</b> ) .....	16
<b>figure 12.</b> Diagramme du protocole expérimental de l'étude .....	18
<b>Figure13.</b> La poudre de <b>A)</b> mucilage, <b>B)</b> de LBG et <b>C)</b> l'extrait de polyphénols des cladodes..	25
<b>Figure 14.</b> Courbe d'étalonnage de l'acide gallique tracée pour doser les polyphénols totaux de l'extrait phénolique des cladodes d' <i>Opuntia</i> .....	26
<b>Figure 15.</b> Les films <b>A)</b> actifs avec polyphénols et <b>B)</b> sans polyphénols.....	28
<b>Figure 16.</b> Radar représentant l'évaluation organoleptique des films témoin et actif.....	28
<b>Figure 17.</b> Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.....	29
<b>Figure 18.</b> Aspect de la gouttelette d'eau sur le biofilm.....	31

<b>Figure 19.</b> Courbe d'étalonnage pour dosage des polyphénols du film actif avant et après élaboration .....	33
<b>Figure 20.</b> Histogramme présentant l'efficacité antioxydante dans <b>A)</b> le simulant aqueux et dans <b>B)</b> le simulant lipidique .....	35
<b>Figure 21.</b> Histogramme représentant la baisse du poids des pommes enrobées et non enrobées pendant 9 jours de stockage à 4°C.....	37
<b>Figure 22.</b> Evolution du pH des pommes avec ou sans enrobage pendant 9 jours de stockage à 4°C.....	37
<b>Figure23.</b> Evolution des solides solubles dans les pommes avec ou sans enrobage réfrigérées 4°Cpendant9jours .....	38
<b>Figure24.</b> Radar représentant l'évaluation des qualités sensorielles des pommesenrobées ou non après 9 jours de réfrigération à 4°C.....	39
<b>Figure 25.</b> Evolution des pommes enrobées en solution active, en témoin en eau distillée après 1, 5 et 9 jours de stockage à 4°C .....	40

## ***Table des matières***

**Remerciements**

**Dédicaces**

**Résumé**

**Abstract**

**المخلص**

**Liste des abréviations**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

Introduction ..... 1

### ***Partie bibliographique***

#### ***Chapitre I : Le mucilage d'Opuntia et la gomme de caroube***

I.1. Le mucilage d' <i>Opuntia ficus indica</i> .....	2
I.1.1.L' <i>Opuntia ficus indica</i> et son cladode.....	2
I.1.2.Composition chimique des cladodes .....	3
I.1.3. Mucilage des cladodes d' <i>Opuntia</i> .....	3
I.1.3.1.Propriétés physico-chimique de mucilage.....	4
I.1.3.2.Importance de mucilage.....	4
I.2. La gomme de caroube « Locust Bean Gum LBG ».....	5
I.2.1. Le caroubier et ses graines.....	5
I.2.2.Composition chimique des graines de caroube.....	7
I.2.3.La gomme des graines de caroube (les galactomannanes).....	7
I.2.3.1. Propriétés des galactomannanes.....	8
I.2.3.2. Utilisations de la gomme de caroube.....	8

#### ***Chapitre II : Les emballages comestibles***

II.1. Les emballages comestibles .....	9
II.2. Développement d'emballage comestible.....	10

II.2.1. Emballage intelligent .....	10
II.2.2. Emballages bioactifs.....	11
II.2.3. Emballages actifs.....	12
II.3. Qualités requises des films et enrobages comestibles.....	13
II.4. Fonctions des films et enrobages comestibles.....	13
II.5. les types des films comestibles .....	14
II.5.1. Les hydrocolloïdes.....	14
II.5.2. Les lipides.....	14
II.5.3. Les composites.....	15
II.6. Domaine d'application .....	15
II.7. Les avancées futures des emballages actifs.....	15

***Partie expérimentale***

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

III.1. Objectif .....	16
III.2. Matière végétale.....	16
III.2.1. Les cladodes .....	16
III.2.2. Les gousses de caroube .....	16
III.3. Matériel du laboratoire.....	17
III.4. Protocole expérimental.....	17
III.4.1. Extraction des polymères.....	19
III.4.1.1. Mucilage.....	19
III.4.1.2. Gomme de caroube .....	19
III.4.1.3. Rendement d'extraction des polymères.....	19
III.4.2. Extraction des polyphénols.....	19
III.4.2.1. Dosage des polyphénols totaux .....	20
III.4.3. Elaboration des films .....	20
III.4.3.1. Dispersion filmogènes.....	20
III.4.3.2. Préparation des films.....	20
III.4.4. Caractérisation des biofilms.....	20
III.4.4.1. Évaluation sensoriel des films .....	20
III.4.4.2. Épaisseur et densité du film.....	20
III.4.4.3. Teneur en humidité et solubilité dans l'eau.....	21

III.4.4.4. L'angle de contact avec l'eau.....	21
III.4.4.5. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP).....	21
III.4.4.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film.....	22
III.5. Activités des films.....	22
III.5.1. Solubilisation de film.....	22
III.5.2. Contenu phénolique total (TPC) du film actif.....	22
III.5.3. Activité antioxydante globale des solutions filmogènes et des films formés.....	22
III.5.4. Activité antioxydante dans les simulants alimentaire.....	23
III.6. Application des films actifs comme revêtements d'emballages.....	23
III.6.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes .....	23
III.6.2. Solides solubles totaux (°Brix).....	23
III.6.3. Évaluation sensorielle.....	24

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

IV.1. Les rendements d'extraction .....	25
IV.1.1. Le rendement d'extraction de mucilage.....	25
IV.1.2. Le rendement de la gomme de caroube .....	25
IV.1.3. Rendement d'extraction des polyphénols.....	26
IV.1.3.1. Dosage des polyphénols totaux.....	26
IV.2. Caractérisation des biofilms.....	27
IV.2.1. Propriétés organoleptiques des films.....	27
IV.2.2. Propriétés physico-chimiques des films .....	28
IV.2.3. Epaisseur et densité des films .....	28
IV.2.4. Teneur en humidité du film.....	30
IV.2.5. Solubilité dans l'eau.....	30
IV.2.6. L'angle de contact avec l'eau.....	31
IV.2.7. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du film.....	31
IV.2.8. Taux de transmission de la lumière et transparence des films.....	32
IV.3. Activités des films.....	32
IV.3.1. Contenu phénolique total (TPC) du film actif.....	33
IV.3.2. Activité antioxydant globale des films.....	34
IV.3.3. Activité antioxydante du principe actif libéré dans les simulants alimentaires.....	34

IV.4. Application des films actifs comme revêtements d'emballages.....	36
IV.4.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes.....	36
IV.4.1.1. Perte de poids.....	36
IV.4.1.2. pH.....	37
IV.4.2. Solides solubles totaux(TSS).....	38
IV.4.3. Analyse sensorielle.....	39
Conclusion.....	41
Références bibliographiques.....	42

***Introduction***

## **Introduction**

Les plantes médicinales représentent une source inépuisable de substances naturelles bioactives à propriétés curative, technologique ou pharmaceutique diversifiées. Cet éventail aussi large que spécifique s'émane du grand arsenal de molécules biochimiques complexes que le règne végétal s'est développé au cours des millénaires, et que l'homme s'en profite depuis l'antiquité (**Mouden et al., 2016**).

Le domaine alimentaire en fait un exemple utopique d'usage du capital végétal au service de ses objectifs. La recherche incessante à nourrir des populations grandissantes force l'humanité à accroître non seulement sa production en aliments, mais l'oblige aussi à développer amplement leurs modes de conservation afin d'assurer une disponibilité permanente même hors saison, et de maintenir le plus longtemps possible leurs qualités nutritionnelle, hygiénique et organoleptique (**Al mahdi, 2006**).

Sous ce prétexte, le monde a connu la naissance des « eco-friendly » bio-emballages garantissant le respect de l'environnement de l'aliment, son innocuité envers la santé humaine et un apport supplémentaire, dans le cas d'insertion d'enrichissement, de bienfaits inattendus de l'aliment natif.

Ce travail cible le développement, la caractérisation et l'application d'un film d'emballage comestible et actif, basé sur des biopolymères naturels et renouvelables ; le mucilage des cladodes *d'Opuntia* et la gomme de graines de caroube, originaires de la Wilaya de Tissemsilt. Les polyphénols des cladodes représenteront le supplément actif du film élaboré.

Ce mémoire est réparti en partie bibliographique; partagée elle-même en deux chapitres collectant l'état de connaissance actuel sur le mucilage *d'Opuntia*, la gomme de caroube et les emballages comestibles. La partie numéro deux, ou expérimentale, récapitule les expériences enchaînées pratiquement, les résultats auxquels elles aboutissent ainsi que leur discussion. Le mémoire se finira par une conclusion générale sur ce qu'il faut retenir essentiellement et les perspectives à proposés prochainement.

## *Partie bibliographique*

## *Chapitre I:*

# *Le mucilage d'Opuntia et la gomme de caroube*

### I.1. Le mucilage d'*Opuntia ficus indica*

#### I.1.1. L'*Opuntia ficus indica* et son cladode

Le figuier de Barbarie « Nopal » est une plante arborescente robuste tropicale ou subtropicale originaire du Mexique. De 3 à 5 m de hauteur, ce Cactacées est cultivée dans les climats arides et semi-arides suite à son adaptation remarquable à la sécheresse. Elle possède un tronc épais et ligneux et des articles vert-mats, elliptique ou ovoïdale aplatis, longues de 30 à 50 cm, larges de 15 à 30 cm et épais de 1.5 à 3 cm, appelés cladodes ou raquettes (**Pimienta-Barrios, 1994 ; Ginestra et al., 2009 ; Aknouche, 2018**).

Les cladodes à rôle chlorophyllien sont protégés contre les prédateurs et la transpiration par un revêtement cireux (la cutine). Leur mission comprend aussi la rétention d'eau pour permettre à la plante de résister à la chaleur et à la sécheresse. Les épines(1 à 2 cm) blanches et sclérifiées sont solidement implantées, alors que les fines épines brunâtres se décrochant facilement sont appelées les glochides. Les cladodes sans épines sont nommés inerms (**Angulo-dBejarano et al., 2014 ; Msaddak, 2018**).



A



B



C



D

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

### I.1.2. Composition chimique des cladodes

Les nopals sont connus par leur richesse en composés bio-fonctionnels aux propriétés nutritionnelles et curatives souhaitables ; à savoir les fibres, le calcium et la vitamine C, les composés phénoliques, les hydrocolloïdes, la chlorophylle et les caroténoïdes. Leur valeur nutritive est similaire alors à de nombreux légumes à feuilles tels la laitue et les épinards (tableau 1) (Galati et al., 2003 ; Sáenz et al., 2006).

Cette composition chimique ne devrait pas être prise comme une valeur absolue, puisqu'elle varie en fonction des facteurs climato-édaphiques du site de culture et de la saison, en plus des différences attribuées aux espèces, aux variétés et à l'âge de la plante (Stintzing & Carle, 2005 ; El Kharrassi, 2015).

**Tableau 1.** Principaux composants des cladodes du figuier de Barbarie (Stintzing & Carle, 2005).

Composants	Matière sèche (g /100g)	Poids frais (g/100g)
Eau	-----	88-95
Glucides	64-71	3-7
Cendres	19-23	1-2
Fibres	18	1-2
Protéines	4-10	0.5-1
Lipides	1-4	0,2

### I.1.3. Mucilage des cladodes d'*Opuntia*

Le mucilage est un polysaccharide caractéristique des membres de la famille de cactaceae doté d'une grande capacité d'absorber de l'eau. Cet hydrocolloïde contient différentes proportions en L-arabinose, D-galactose, L-rhamnose, et D-xylose (Trachtenberg & Mayer, 1981; Nobel et al., 1992).

La première structure proposée pour le mucilage (Figure 2) décrit la molécule comme une chaîne centrale linéaire répétée de (1→4)  $\alpha$ -D-acide galacturonique et (1→2)  $\beta$ -L-rhamnose avec les chaînes latérales de (1→6)- $\beta$ -D-galactose attaché au O-4 des résidus de rhamnose. Les résidus de galactose présentent des substitutions en positions O-3, ou double substitution en O-3 et O-4 (Sáenz et al., 2004).

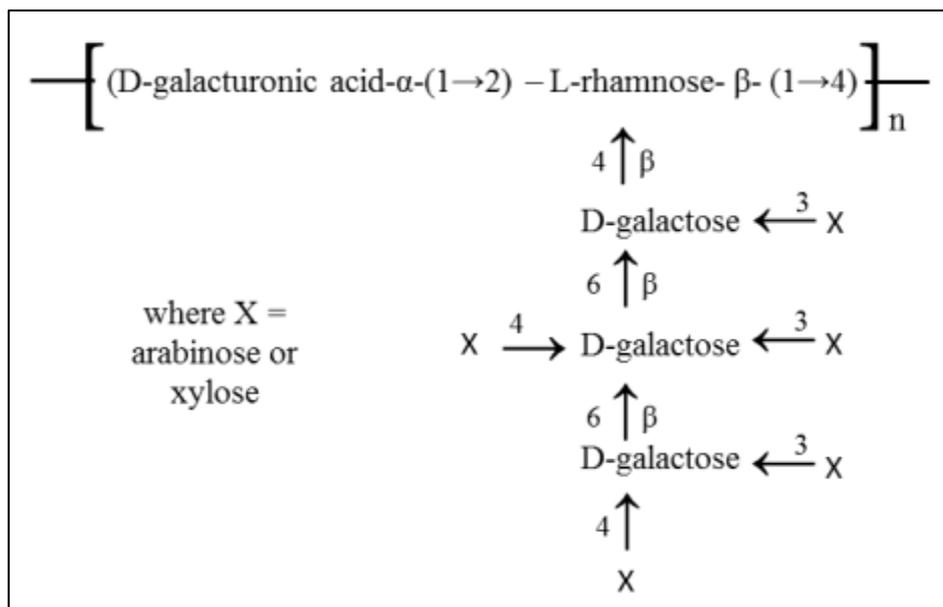


Figure 2. Structure du mucilage d'*Opuntia ficus indica* (Sàenz et al., 2004).

### I.1.3.1. Propriétés physico-chimique de mucilage

Le mucilage a des propriétés physiques qui incluent le changement de viscosité, d'élasticité, de texture et l'émulsification des solutions (Gardiner et al., 1999).

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 valeurs acides aux valeurs 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 forment un complexe avec des composés bioactifs (acides phénoliques et flavonoïdes) et apportent alors une activité antioxydante (Nharingo & Moyo, 2016).

A côté de ses bonnes propriétés émulsifiantes, il a la capacité de créer des gels, par formation d'un réseau moléculaire, qui retiennent l'eau (Medina-Torres et al., 2003 ; Sáenz et al., 2004 ; Di Lorenzo et al., 2017).

### I.1.3.2. Importance de mucilage

Le mucilage d'*Opuntia* est un ingrédient intéressant pour l'industrie alimentaire en raison de sa viscosité (Sepúlveda et al., 2007). Il a été également utilisé comme biomatériau durable pour le développement des films comestibles (Gheribiet al., 2018). D'autres applications de mucilage incluent son utilisation dans les aliments comme stabilisant, agent aromatisant et substitut de graisse (Sáenz et al., 2004).

Ce composant a de multiples utilisations comme épaississant, super plastifiant naturel et comme produit alimentaire (**Felkai-Haddache et al., 2016**). De même, il a été 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 (**Adjeroud et al., 2015**).

## **I.2. La gomme de caroube « Locust Bean Gum LBG »**

### **I.2.1. Le caroubier et ses graines**

Le caroubier (*Ceratonia siliqua*) aussi appelé, caroube, algarroba, et le pain de SaintJean, est une légumineuse à longévité considérable (jusqu'à 200 ans), qui pousse naturellement dans les régions méditerranéennes (**Dakia et al., 2006, Khlifa et al.,2013 ; Ait chitt et al., 2007**). Il tolère bien la sécheresse expliquant sa grande répartition dans les régions arides etsemi-arides du climat méditerranéen (**Gharnit & Ennabili,2009**).

C'est un arbre xérophile au feuillage abondant, persistant et très dense, capable d'atteindre 7 à 10 m de hauteur, voire 15 à 20 m dans des conditions propices,et enregistrer une circonférence au niveau de la base du tronc de 2 à 3 m (**Ait chitt et al.,2007**).

Le fruit du caroubier, est une gousse indéhiscent bords irréguliers, de forme allongée, rectiligne ou courbée, de 10 à 20 cm de longueur, 1.5 à 3 cm de largeur et de 1 à 2.5 cm d'épaisseur. La gousse est composé de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et les graines, elle est séparée à l'intérieure par des cloisons pulpeuses transversales et renferme de 4 à 16 graines (**Rejeb, 2008 ; Ait Chitt, 2007**).

Les graines brunes de caroube, contenues dans des gousses indéhiscentes appelées caroubes ou carouges, ont une forme ovoïde aplatie, biconvexe et très dure. On en compte de 15 à 20 graines par gousse, séparées les unes des autres par des cloisons pulpeuses (**Rejeb, 2008 ; Ait Chitt, 2007**).

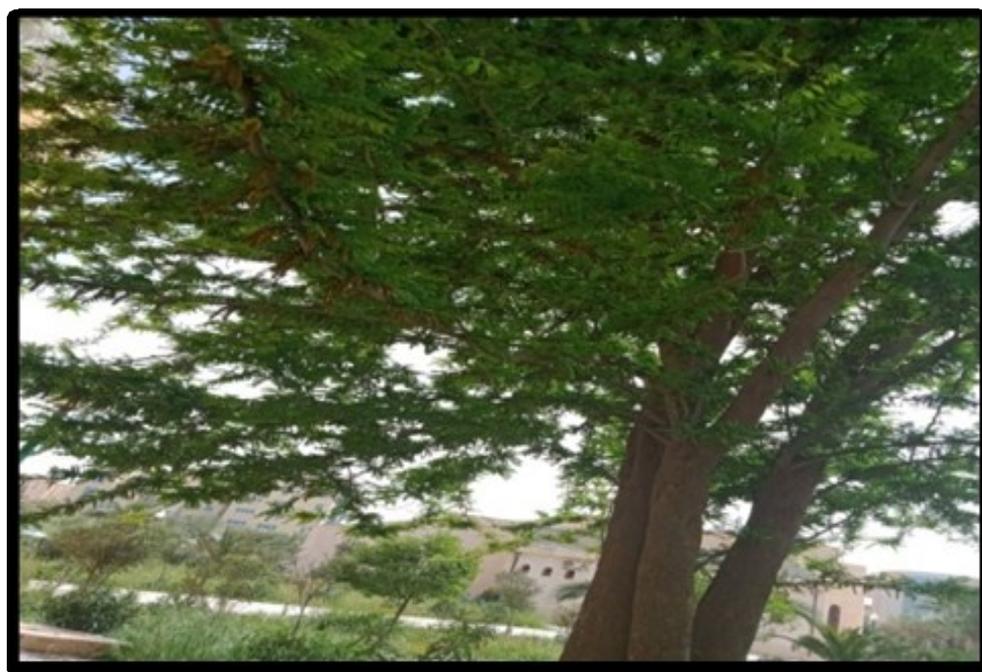
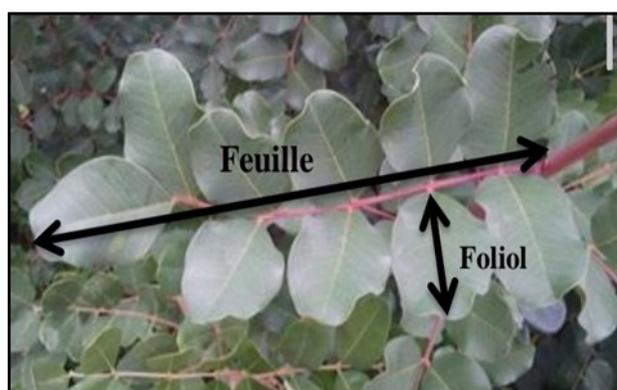
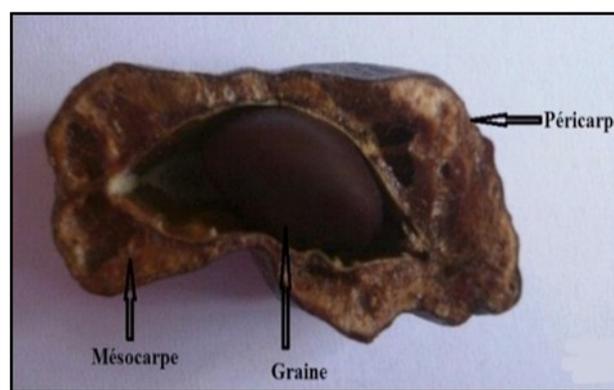


Figure 3. Photo du Caroubier (*Cératonia siliqua*)(Originale).



A



B



C



D

Figure 4. Les différentes parties du caroubier et A) feuille et foliole, B) coupe transversale de la gousse, C) les fleurs et D) les graines (Haddarah, 2013).

### I.2.2. Composition chimique des graines de caroube

La pulpe représente 90% tandis que les graines constituent environ 10% de la masse de la gousse (Youssif & Alghzawi, 2000 ; Bernardo-Gil et al., 2011). La graine était pauvre en hydrates de carbone et en fibres par rapport à la pulpe, par contre elle contient une quantité appréciable de lipides et de protéines (Tableau 2)(Bouzouita et al., 2007).

**Tableau 2.** Composition chimique de la pulpe et des graines de caroube (Biner et al., 2007).

La pulpe	Teneur (%)	La graine	Teneur (%)
Glucides	48 à 72	L'enveloppe	
Protéines	1 à 2	tégumentaire (cuticule)	33-33
Matières grasses	0.5 à 0.7		
Cellulose et hémicellulose	18	L'endosperme (albumen)	42-46
Pectines	4.2 à 9.6		
Cendres	1.5 à 2.4	L'embryon	23-25
Polyphénols	16 à 20		

### I.2.3. La gomme des graines de caroube (les galactomannanes)

Les galactomannanes sont des polysaccharides hydrosolubles neutres de masse molaire très élevée, de l'ordre de  $1 \text{ à } 2 \cdot 10^6$  g/mole, isolés de l'endosperme de graines d'environ 70 espèces de légumineuses, y compris la caroube, et de la paroi cellulaire de certaines bactéries (Carnier et al., 2004 ; Dakia et al., 2010).

Cependant, ils ont tous une structure générale semblable, constituée d'une chaîne principale de mannane sur laquelle il existe des ramifications d'une unité galactose. Ces polymères hydrophiles forment des solutions stables et très visqueuses, leurs interactions avec l'eau et d'autres polysaccharides sont la base de leur utilisation industrielle répandue, en particulier dans l'industrie alimentaire (Azero et al., 2002).

Les galactomannanes de caroube consistent en une chaîne principale d'unités de  $\beta$ -D-mannose liées en (1→4) avec des ramifications d'unités  $\alpha$ -D-galactose liées en (1→6) à la chaîne principale de mannane (Figure 5) (Dakia et al., 2010).

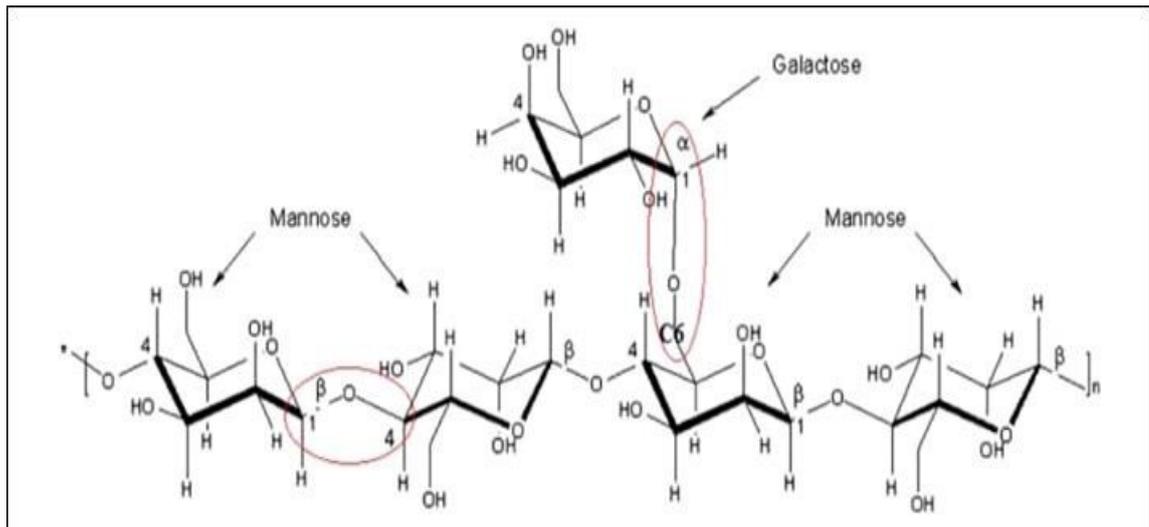


Figure 5. Structure des galactomannanes (Haddarah, 2013).

### I.2.3.1. Propriétés des galactomannanes

Les propriétés de la gomme de caroube pour une application donnée dépend essentiellement de son action sur l'eau, de ses pouvoirs épaississant, gélifiant, stabilisant, émulsifiant et texturant, de sa résistance aux traitements thermiques (congélation, chauffage..), de sa non-digestibilité, du pH et de la température (Dakia et al., 2010).

### II.2.3.2. Utilisations de la gomme de caroube

La gomme alimentaire est très utile dans la préparation de sauces, fromage, nappage, glaces, aliments pour chiens et chats, et en produits pharmaceutiques et médicaments cardiovasculaires (Ilhi & Vardar, 2006 ; Rejeb, 2008 ; Battle et al., 2008).

Tableau 3. Les utilisations de la gomme de caroube et ses applications techniques (Droste,1993).

Domaine	Application
Pharmaceutique	Produits anti-coeliaque, pommades, comprimés, dentifrice
Cosmétique	Emulsions et mousses, mousse à raser
Textile	Epaississant de coloration
Papier	Produits de flottation pour matériel de couverture, épaississant
Chimique	Colles, coloriage, polissage, teinture, pesticides
Pétrole	Adjuvant de flocation pour augmenter la stabilité
Mines	Produit de flottation
Béton	Renforcement de la solidification
Explosifs	Liant d'eau pour les explosifs

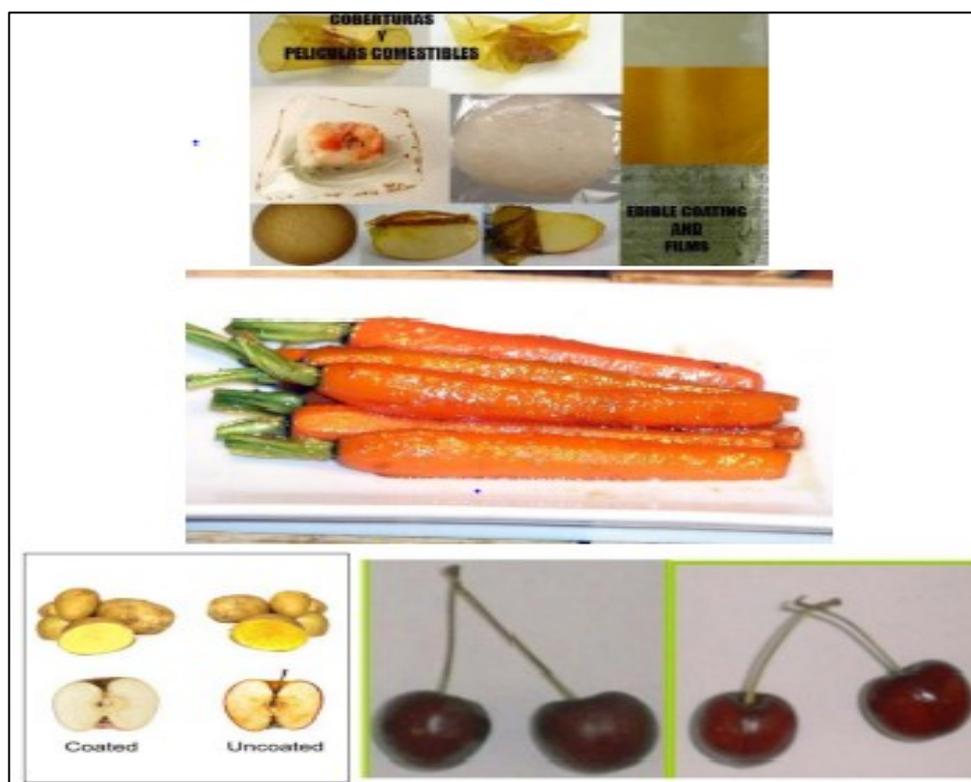
***Chapitre II :***  
***Les emballages comestibles***

### II.1. Les emballages comestibles

Un emballage comestible est défini comme une fine couche de matériau comestible déposée sur un aliment comme un enrobage ou disposée sur ou entre différents produits alimentaires (Gallo et al., 1999). Il fait partie Intégrante de l'aliment et est consommé tel quel où il possède des propriétés sélectives ou bien actives (Guilbert & Gontard, 1992).

Ses principales fonctions sont de limiter les migrations de vapeur d'eau, d'O<sub>2</sub>, de CO<sub>2</sub>, d'arômes, etc... d'améliorer l'intégrité mécanique de l'aliment et d'être éventuellement le porteur des ingrédients ou des additifs alimentaires comme l'antioxydant, l'antimicrobien et les saveurs (Gallo et al., 1999). Ces emballages se présentent principalement sous deux aspects (Al mahdi, 2006) :

1. Structures indépendantes de l'aliment : films, sachets, enveloppes (peau de saucisson), barquettes (destinées à contenir des fruits ou de la viande).
2. Produits directement appliqués à l'aliment : enrobage tel que le sucre autour de l'amande dans les dragées, le chocolat autour du biscuit dans la « barre chocolatée » ou la cire de paraffine autour de certains fruits.



**Figure 6.** Quelques fruits et légumes frais emballés avec enrobages et films comestibles (EFCs) (Sabka, 2015).

**II.2. Développement d'emballage comestible**

Les nouveautés et les tendances récentes dans les techniques d'emballage alimentaire sont les résultats des préférences des consommateurs à l'égard des produits alimentaires transformés ayant une durée de conservation et une commodité accrue (**Dobrucka & Cierpiszewski, 2014**). De plus, la tendance moderne des pratiques de vente au détail et l'évolution du style de vie incitent à l'évolution des techniques d'emballage novatrices sans compromettre la sécurité et la qualité des aliments (**Dainelli et al., 2008**).

Les recherches approfondies ont donc abouti à une nomenclature diversifiée et souvent confuse désignant une certaine fonctionnalité de l'emballage au-delà de son utilisation traditionnelle, telle qu'intelligente, bioactive, active (**Majid et al., 2018**).

Cependant, ces systèmes d'emballage peuvent être classés en deux groupes généraux en fonction de leur historique, origines et propriétés fonctionnelles :

- les systèmes d'emballage (bio) actif, qui ralentissent les processus de dégradation (bio) chimiques et contrôlent le comportement des micro-organismes pour améliorer la sécurité, la qualité et la commodité des aliments.
- les systèmes d'emballage intelligents, qui informe le consommateur sur les changements cinétiques liés à la qualité de la nourriture ou à l'environnement dans lequel elle est contenue (**Yucel, 2015**).

**II.2.1. Emballage intelligent**

Un emballage intelligent est capable de suivre le produit, de détecter l'environnement interne/externe de l'emballage, et communiquer avec le consommateur, fournir des informations et avertir des problèmes éventuels. Il convient de noter que les termes emballage intelligent et emballage actif ne s'excluent pas mutuellement, car certains systèmes d'emballage peuvent être classés dans les deux catégories (**Yam et al., 2005**).

Un système d'emballage intelligent contient des dispositifs intelligents qui sont des étiquettes, capables d'acquérir, de stocker et de transférer des informations sur les fonctions et les propriétés des aliments emballés (**Fang et al., 2017**).

Il y a une dizaine d'années, l'emballage intelligent n'était pas un concept commercialement viable parce que les appareils d'emballage et les réseaux informatiques étaient coûteux et très limités. Maintenant, la technologie de l'information plus puissante et plus abordable à créer un environnement favorable pour que cette technologie prospère (**Yam et al., 2005**).



**Figure 7.** Quelques exemples d'emballages alimentaires bio-sources intelligents (Nešić et al., 2019).

### II.2.2. Emballages bioactifs

Actuellement, la majorité des aliments fonctionnels commerciaux sont présentés avec les composants bioactifs contenus dans les aliments compatibles, un aspect qui impose à l'industrie alimentaire un certain nombre de limitations et de complications pendant le traitement et la fabrication.

Actuellement, la demande industrielle de technologies assurant la stabilité des composés bioactifs dans les aliments reste forte. De cette manière, les nouvelles technologies telles que la micro et la nanoencapsulation ont été mise en évidence des perspectives prometteuses d'amélioration des performances. Cette nouvelle technologie crée ainsi une toute nouvelle discipline technologique d'emballage que l'on peut généralement qualifier d'emballage bioactif (Lopez-Rubio et al., 2006).

Les emballages fonctionnels, ou plus précisément bioactifs, seraient ainsi capables de retenir les principes bioactifs désirés dans des conditions optimales jusqu'à leur libération éventuelle dans le produit alimentaire ; soit par libération contrôlée ou rapide pendant le stockage, soit juste avant la consommation, en tenant compte du produit spécifique et des caractéristiques de la substance fonctionnelle (Lagaron, 2005 ; Madjid et al., 2018 ).



**Figure 8.** Exemple d'un emballage bioactif à base de polypropylène (Antosik et al., 2021)

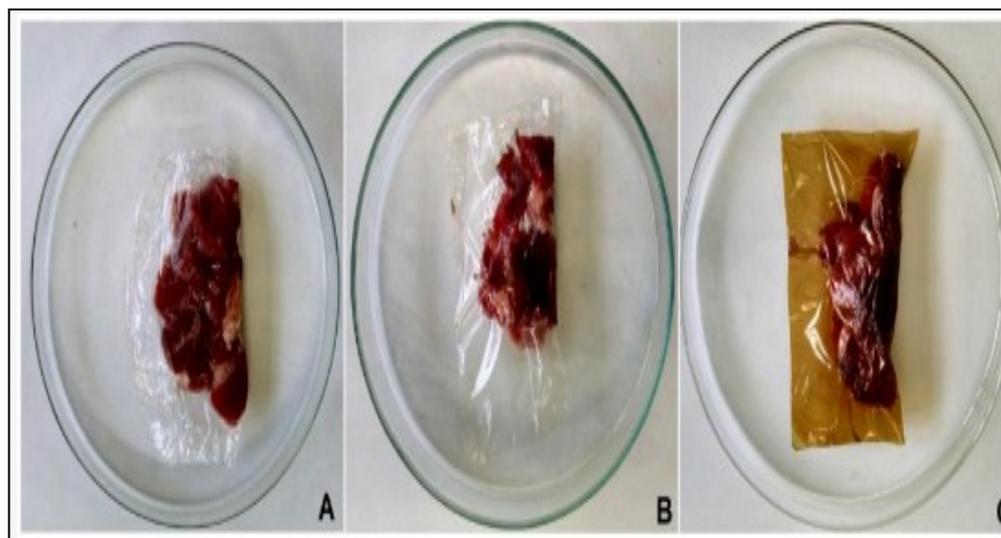
### II.2.3. Emballages actifs

L'emballage actif est l'un des concepts innovants d'emballage alimentaire qui ont été introduits en réponse aux changements continus des demandes actuelles des consommateurs et des tendances du marché (Quintavalla & Vicini, 2002).

Ils sont basés sur des matériaux dans lesquels des additifs ayant des propriétés actives (antimicrobiennes et/ou antioxydantes) sont incorporés séparément ou directement dans la matrice polymérique dans le but d'augmenter la durée de conservation des produits alimentaires et de maintenir ou d'améliorer les propriétés des aliments emballés (Vermeiren et al., 1999 ; Álvarez, 2000 ; Appendini & Hotchkiss, 2002 ; Del Nobile et al., 2009).

Ces systèmes peuvent incorporer des composants destinés à être libérés dans les aliments ou absorber des substances provenant des aliments emballés responsables de leur détérioration (Commission européenne, 2004 ; Commission européenne, 2009 ; Ribeiro-Santos et al., 2017).

Alors, les emballages alimentaires actifs peuvent offrir plusieurs fonctions qui n'existent pas dans les systèmes d'emballage conventionnels comme le piégeage de l'oxygène et l'activité antimicrobienne (Quintavalla & Vicini, 2002). De même, ils substituent les techniques conventionnelles de transformation des aliments, en l'occurrence les traitements thermiques élevés, le saumurage, l'acidification, la déshydratation et les additifs de conservation (López-de-Dicastillo et al., 2011).



**Figure 9.** Échantillons de viande d'agneau emballés à l'aide de A) film de chlorure de polyvinyle (PVC), B) film de carraghénane et C) film de carraghénane avec extrait de feuille d'olivier (Martiny et al., 2020).

### II.3. Qualités requises des films et enrobages comestibles

Plusieurs qualités sont requises pour l'utilisation des emballages comestibles. A part leurs qualifications, ces emballages comestibles et peuvent être ingérés, 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 (Debeaufort et al., 2000).

De plus, ils doivent avoir des propriétés sensorielles favorables ou neutres vis-à-vis de l'aliment concerné. Une résistance mécanique et une efficacité barrière élevée sont également recherchées (Debeaufort et al., 2000).

Enfin, étant constitué de polymères naturels, d'ingrédients et d'additifs alimentaires, ils sont donc peu ou pas polluants et sont facilement dégradés. Par ailleurs, des technologies d'application ou de fabrication simples à mettre en œuvre ainsi que des matières premières de faible coût sont souhaitables (Debeaufort et al., 2000).

### II.4. Fonctions des films et enrobages comestibles

Ces emballages peuvent également présenter un rôle actif dans le sens où ils peuvent améliorer les Qualités organoleptiques, biochimiques, hygiéniques, microbiologiques et/ou physicochimiques des aliments ainsi emballés. En plus, leur autre 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 et al., 2000).

## II.5. les types des films comestibles

Abdul Khalil et al. (2018) ont démontré que les films biodégradables peuvent être divisés en trois catégories selon leurs composants : les hydrocolloïdes, les lipides et les composites :

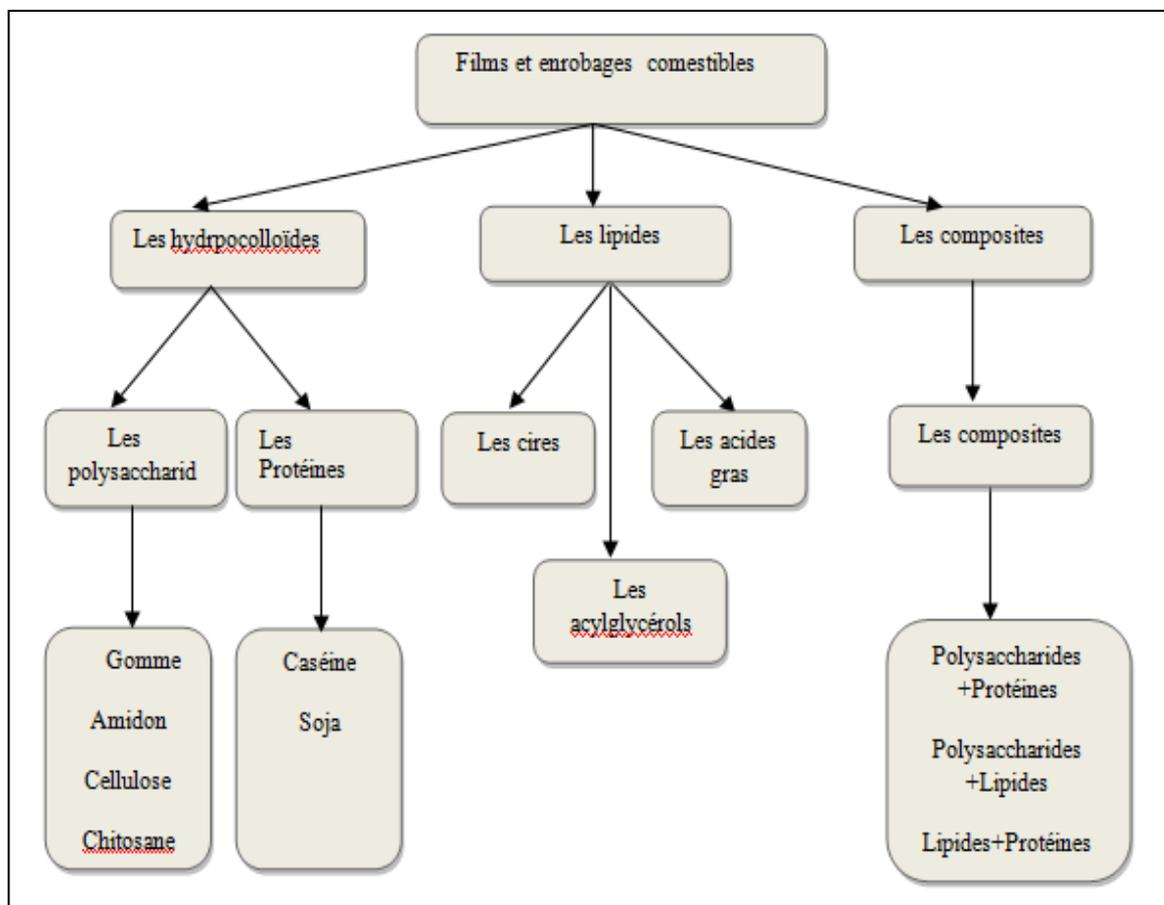


Figure 10. Classification des films comestibles (Ioannis, 2014)

### II.5.1. Les hydrocolloïdes

Ce sont des polymères hydrophiles d'origine naturelle (y compris les protéines et les polysaccharides) ou synthétiques qui forment généralement un gel dans l'eau en raison de la présence de nombreux groupes hydroxyles ; ainsi, ils ont une excellente capacité filmogène (Abdul Khalil et al., 2018).

### II.5.2. Les lipides

Ils sont définis au sens large comme des molécules hydrophobes ou amphiphiles qui comprennent des cires, des acylglycérols et des acides gras (Abdul Khalil et al., 2018).

**II.5.3. Les composites**

Ils sont constitués de deux ou plusieurs constituants (hydro-colloïdes et/ou lipides) pour produire une fusion avec des caractéristiques improuvées que celles des composants individuels (**Abdul Khalil et al., 2018**). Des recherches approfondies ont été effectuées sur les films de protéines et de polysaccharides en raison de leurs propriétés physico-mécaniques appropriées. De tels films sont capables de maintenir une condition aérobie autour des produits emballés, prolongeant ainsi leur durée de conservation (**Abdul Khalil et al., 2018**).

**II.6. Domaine d'application**

Selon **khatem (2019)**, les biopolymères ont de plus en plus d'applications industrielles dues à une tendance dans l'industrie à substituer les polymères dérivés du pétrole par des composés biodégradables. Trois grands domaines d'application des biopolymères émergent ; le domaine agricole, le domaine d'emballage et le domaine médical (**Khatem, 2019**).

Les films alimentaires peuvent offrir une haute protection pour les aliments, comme ils améliorent encore la stabilité, la qualité, et la sécurité de ces produits en portant des ingrédients fonctionnels tels que, les antimicrobiens ou les antioxydants (**Cerqueira et al., 2011**).

**II.7. Les avancées futures des emballages actifs**

Les progrès dans le domaine des emballages alimentaires actifs ont conduit au développement de matériaux polymères réactifs aux stimuli. Ces matériaux uniques offrent des caractéristiques étonnantes, innovantes et fonctionnelles qui s'adaptent parfaitement aux environnements existants et réguler la libération de molécules en réponse à des sollicitations externes (**Stuart et al., 2010**).

En conséquence, pour conserver la fonction biologique et fournir une fonction chimique particulière et sélective, des assemblages moléculaires qui permettent la libération des principes actifs seulement lorsque requis par le système ont été récemment conçus (**Stuart et al., 2010**).

Ces nanostructures macromoléculaires sensibles aux stimuli sont conçues pour apporter des changements conformationnel ou chimique, en réponse à des excitations externes tels que des changements de composition chimique, température ou pH (**Stuart et al., 2010**).

## *Partie expérimentale*

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

### III.1. Objectif

L'objectif de notre travail est de :

- Extraire les colloïdes bruts mucilage des cladodes et la gomme de caroube à partir des plantes locales de Tissemsilt ;
- Concevoir et caractériser un biofilm composite (mucilage/gomme de caroube) antioxydant par l'addition des polyphénols des cladodes d'*Opuntia* ;
- Evaluation de l'efficacité du biofilm actif élaboré comme revêtement d'emballage sur des pommes conservées au froid.

### III.2. Matière végétale

#### III.2.1. Les cladodes

Les cladodes matures du Figuier de barbarie inerme utilisés dans cette étude proviennent de la région Laayoune (41" Nord, 1° 59' 53" Est) une commune de la Wilaya de Tissemsilt. La récolte aléatoire des échantillons aux dimensions (30 à 50 cm en longueur, 15 à 30 cm en largeur), a été effectuée en février 2022 à partir de plusieurs arbres vivants. Les échantillons ont subi par la suite un débarrasement d'épines, une désinfection à l'hypochlorite de sodium 10%, un rinçage à l'eau distillée et un séchage, puis une congélation jusqu'à leur utilisation.

#### III.2.2. Les gousses de caroube

La récolte des gousses de caroube était faite aléatoirement des arbres locaux de la zone de Lardjem (35° 44' 58" nord, 1° 32' 54" est) de Tissemsilt, en juillet 2021. Les graines récupérées étaient stockées à sec dans des sacs de polyéthylène à température ambiante jusqu'à leur utilisation.



**Figure11.** Zones d'échantillonnage des cladodes d'*Opuntia* et des gousses de caroube (Google, s.d).

### III.3. Matériel du laboratoire

Le tableau 4 illustre les produits chimiques, la verrerie et les appareils utilisés dans ce travail :

**Tableau 4.** Matériels et réactifs utilisés.

Appareil	Produits chimiques	Verreries
- Agitateur magnétique	- Acide ascorbique	- Barreaux magnétiques
- Bain-marie	- Acide gallique	- Bêchers
- Balance analytique	- Carbonate de Sodium Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	- Boites de pétri
- Broyeur électrique	- Chlorure de Calcium	- Embouts jaunes et Bleus
- Centrifugeuse (Sigma 3-18ks)	- Dpph	- Entonnoirs
- Comparateur	- Eau distillée	- Eprouvettes
- Dessiccateur	- Ethanol	- Erlenmeyers
- Etuve ventilé(Memmert)	- Folin_coicalteu	- Micropipette réglable
- Four (LABOPORT)	- Glycérol	- Sacs hermétiques
- Mixeur	- Méthanol	- Spatule
- PH mètre (HANNA instruments)		- Tubes à essai
- Plaque chauffante		- Verre de montre
- Pompe sous vide (KNF)		
- Réfrigérateur		
- Rotavapeur(Bushi R_200)		
- Spectrophotomètre UV-VIS(JENWAY 7305)		

### III.4. Protocole expérimental

Le diagramme ci-dessous schématise en globalité la méthodologie expérimentale suivie dans cette étude, où chaque analyse est répétée en triplicata :

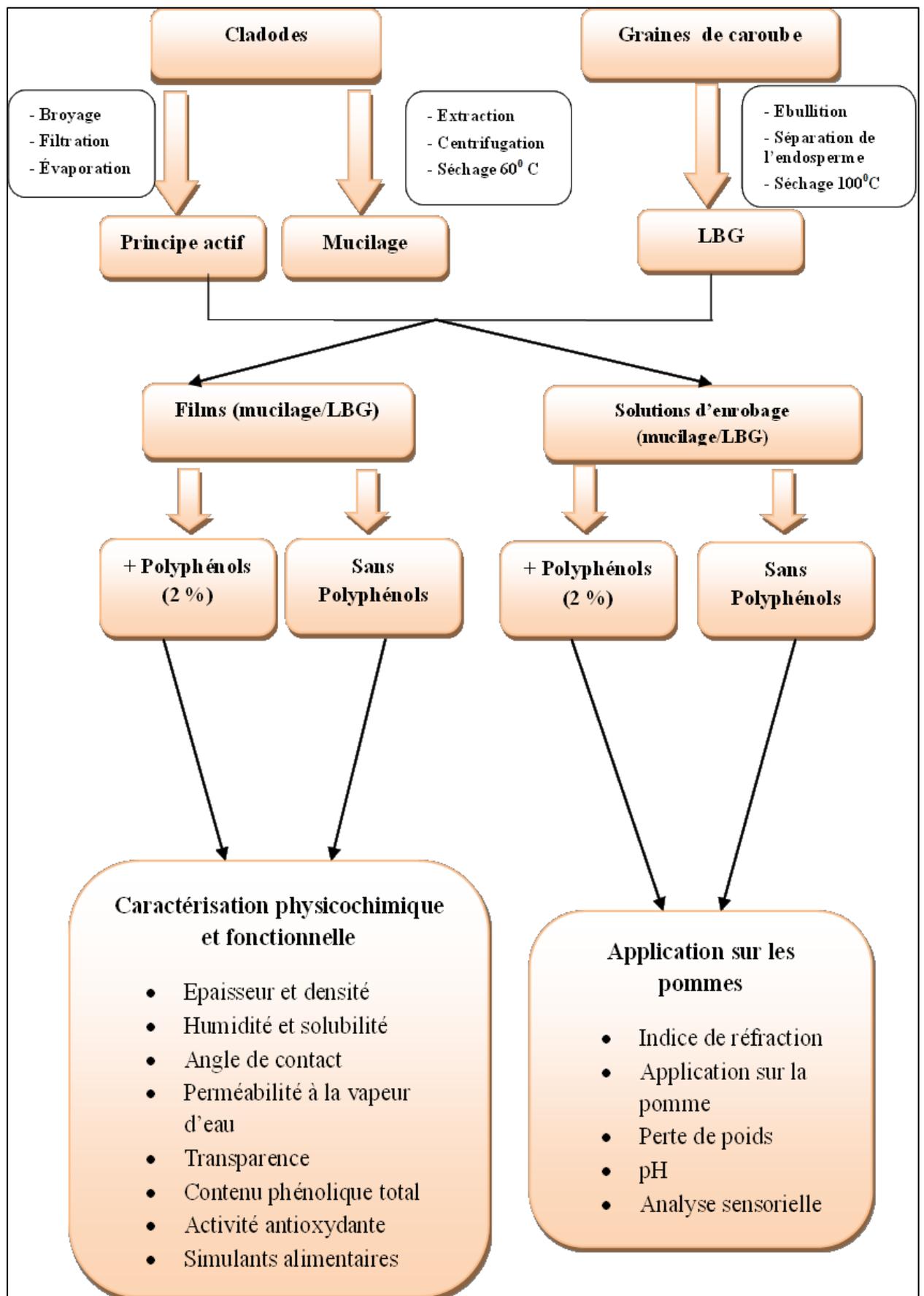


Figure 12. Diagramme du protocole expérimental de l'étude (Originale).

### III.4.1. Extraction des polymères

#### III.4.1.1. Mucilage

Le pelage cladodes intacts débarrassés de leur peau et coupés en carrés ont subi une cuisson de 3 à 5 min au four micro-ondes (900 W) jusqu'à tendresse. Les cubes ont par la suite été mixés pour extraire le mucilage qui, après 15 min de centrifugation à 4°C (8000 tr/min) a été séché à 60°C pendant 72 h dans des moules de silicone (Du Toit & De Wit, 2011).

#### III.4.1.2. Gomme de caroube

Le protocole de Dakia et al. (2008) a été adopté pour extraire la gomme de caroube, où on a commencé par l'immersion de 100 g des graines dans 800 ml d'eau distillée à 100°C/1 h. Après gonflement des graines, l'endosperme débarrassé de germe a été récupéré pour être séché à l'étuve (100°C/1 à 2 h) jusqu'à poids constant. L'endosperme sec a été broyé et tamisé pour la gomme de caroube. La conservation a été faite dans des boîtes hermétiques à température ambiante (Farahnaky et al., 2014).

#### III.4.1.3. Rendement d'extraction des polymères

Le rendement d'extraction des deux colloïdes s'identifie comme le rapport (%) entre le poids de l'extrait final et le poids de la matière première initiale (Zhang et al., 2007) :

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

Avec :

**R%** : rendement d'extraction (%), **M** : masse de l'extrait sec (g), **M<sub>0</sub>**: masse de matière première fraîche (g).

### III.4.2. Extraction des polyphénols tautaux

L'extraction des polyphénols a été conduite selon le protocole décrit par Merghem et al. (1995). 10 g de poudre de jeunes cladodes ont été macérés dans le mélange méthanol-eau (1.3/8.7: V/V), à un rapport de 1/10 (P/V) pendant 72 heures avec renouvellement de solvant chaque 24 heures et agitation de temps en temps.

Les macérats sont réunis puis filtrés sur un papier filtre et le filtrat est débarrassé du solvant par évaporation à 40°C sous pression réduite par rotavap. L'extrait sec obtenu a été finalement pesé et repris dans de l'eau distillée, puis conservé à l'abri de l'air, de la lumière et de la chaleur. Le rendement d'extraction est calculé comme suit (Bruneton, 1999):

$$R\% = \frac{P_2 - P_1}{M}$$

Avec : **P<sub>1</sub>**: Poids du ballon vide, **P<sub>2</sub>**: Poids du ballon et de l'échantillon après évaporation, **M**: Masse initiale d'échantillon

**III.4.2.1. Dosage des polyphénols totaux**

Il a été effectué selon la méthode décrite par **Singleton et al. (1999)**. 1mL d'extrait des polyphénols (20, 30, 40 et 50 mg/L) a été ajouté à 1 mL de Folin-Ciocalteu dilué 10 fois et le mélange a été laissé 4min au repos avant l'addition de 8mL de carbonate de sodium  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à 7.5% (P/V), suivi d'une douce agitation. L'incubation subséquente du mélange pendant 2h dans l'obscurité à température ambiante, a été suivie immédiatement par la mesure de l'absorbance à 765 nm par un spectrophotomètre UV-VIS (Jenway™ 7315, United Kingdom).

La concentration des polyphénols totaux est calculée à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage, établie avec l'acide gallique et exprimée en microgrammes d'équivalents acide gallique par gramme de matière sèche de cladode (mg EAG/g MS).

**III.4.3. Elaboration des films****III.4.3.1. Dispersions filmogènes**

Des solutions filmogènes ont été préparées en dissolvant 2 g de mucilage dans 200 ml d'eau distillée sous agitation continue pendant 3 h à température ambiante. La solution de mucilage a été ajoutée de 2 g de LBG, puis agitée pendant 1 h à 25 °C. Le glycérol a ensuite été ajouté comme plastifiant à 40 % (p/p) en se rapportant au poids total des extraits de mucilage et de caroube (**Espino Diaz et al., 2010 ; Gheribi et al., 2018 ; Kanatt, 2020**).

Les polyphénols ont été ajoutés à raison de 2 % (m/v) de la solution filmogène. La solution résultante a parcourue une dernière agitation d'homogénéisation à 70°C/30 min. La solution sans polyphénols représentait le témoin de l'étude.

**III.4.3.2. Préparation des films**

Les solutions filmogènes ont été versées selon la proportion (180 mL/178 cm<sup>2</sup>) dans des moules en silicone et séchées dans une étuve à 40°C pendant 48 h. Les films récupérés et refroidis dans un dessiccateur à température ambiante pendant 48 h, ont été conservés dans des sacs hermétiques jusqu'à leur caractérisation (**Espino-Díaz et al., 2010 ; Gheribi et al., 2018 ; Gonzalez et al., 2019**).

**III.4.4. Caractérisation des biofilms****III.4.4.1. Évaluation sensorielle des films**

Elle a été effectuée selon le protocole de **Rodriguez et al. (2020)**. Les caractéristiques : aspect physique, couleur, odeur, gout et acceptabilité globale des films ont été évaluées sur une échelle hédonique de 5 points : (5) j'aime extrêmement, (4) j'aime modérément, (3) j'aime légèrement, (2) je déteste légèrement, (1) je déteste beaucoup.

#### III.4.4.2. Epaisseur et densité du film

La mesure d'épaisseur a été faite à l'aide d'un comparateur à dix points différents de chaque film (Gheribi et al., 2018).

La densité a été mesurée par la technique de Ramos et al. (2012). Un morceau de film de  $2\text{cm}^2$  dont l'épaisseur ( $e$ ) a été déterminée préalablement, et pesé ( $m$ ) et la densité se calcule comme suit (Li et al., 2020) :

$$d = \frac{m}{s.e}$$

#### III.4.4.3. Teneur en humidité et solubilité dans l'eau

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

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

L'hydrosolubilité des films ( $ws$ ) a été testée en pesant ( $m_i$ ) des échantillons de film de  $2\text{ cm}^2$  séchés au four ( $90^\circ\text{C}/24\text{ h}$ ) et refroidis dans un dessiccateur à température ambiante. Les échantillons étaient immergés dans 50 ml d'eau distillée à  $25^\circ\text{C}$  pendant 30 min, et les fragments non dissous ont été séchés une autre fois ( $90^\circ\text{C}/24\text{ h}$ ) puis repesés ( $m_f$ ) après refroidissement à température ambiante (Jouki et al., 2013). La solubilité dans l'eau des films a été calculée selon la formule de Gheribi et al. (2018) :

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

#### III.4.4.4. L'angle de contact avec l'eau

Ce test reflète l'hydrophobicité de la surface des films plastifiés. L'angle de contact avec l'eau ( $^\circ$ ) a été fourni par le logiciel image j (Joonas, 2021) par définition de l'angle entre la ligne de base d'une goutte d'eau ( $4\ \mu\text{L}$ ) déposée sur la surface du film et la ligne tangente au point de contact entre des deux derniers. Cinq mesures à différentes positions sur la surface du film ont été prises Pour chaque type de film (Gheribi et al., 2018).

#### III.4.4.5. 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 déterminée par scellement d'une coupelle en acrylique contenant du  $\text{CaCl}_2$  par les films. L'ensemble ayant un poids déjà noté, a été placé dans une chambre à  $20^\circ\text{C}$ , contenant 500 ml d'eau distillée pour maintenir l'humidité relative à l'intérieur à environ 99% pendant l'expérience. Le gain de poids des coupelles au cours du temps a été

mesuré pendant 6 h à un intervalle de 1h, pour obtenir le taux de transmission de vapeur d'eau (WVTR) des films (**Zhang et al., 2016**).

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

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

Où :

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

**e** : l'épaisseur moyenne du film (m) ;

**A** : l'aire de transfert ( $m^2$ ) ;

**$\Delta P_v$**  : la différence de pression de vapeur d'eau entre l'atmosphère de  $CaCl_2$  et celle de la chambre (2337 Pa).

#### III.4.4.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film

Ces paramètres ont été testés selon les méthodes de **Zhang et al. (2016)**. Les longueurs d'onde sélectionnées étaient de 600 nm. L'absorbance et la transmittance des rubans de films comestibles (0.5 cm x 4.0 cm) placés dans une cellule de quartz a été faite à 600 nm au moyen d'un spectrophotomètre UV-visible. La transparence se calcule par le rapport de **Han et al. (1997)**:

$$\text{Transparence} = \frac{A_{600}}{s} = \frac{-\log T_{600}}{s}$$

Où :

**A<sub>600</sub>** et **T<sub>600</sub>** : l'absorbance et la transmittance à 600 nm, respectivement ; **s** : l'épaisseur du film (**Gonzalez et al., 2019**).

### III.5. Activités des films

#### III.5.1. Solubilisation de film

Des coupes de 2  $cm^2$  ont été immergées dans 10 mL d'eau distillée sous 100tr/min à 25 °C à l'abri de lumière jusqu'à dissolution totale (**Kanatt, 2020 ; Valdés et al., 2021**).

#### III.5.2. Contenu phénolique total (TPC) du film actif

Le dosage des polyphénols totaux des films avec polyphénols a suivi le même protocole détaillé précédemment (**Singleton et al., 1999**).

#### III.5.3. Activité antioxydante globale des solutions filmogènes et des films formés

La capacité antioxydante des films avec ou sans polyphénols, ainsi que celle des solutions filmogènes a été évaluée en mesurant l'activité de piégeage des radicaux DPPH selon la méthode

de **Kanatt (2020)**. Brièvement, 100 µL de chaque solution ont été mélangées avec 3.9 ml d'une solution méthanolique de 0.06 mM de DPPH dans une cuvette bouchée. Après agitation vigoureuse, le mélange a été maintenu dans l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes. L'absorbance a été mesurée à 517 nm contre un témoin négatif préparé en substituant les métabolites par de l'eau distillée. L'activité anti-radicalaire a été définie comme la diminution de l'absorbance du DPPH, et les valeurs de pourcentage d'inhibition ont été calculées selon l'équation suivante (**Aragón-Gutiérrez et al., 2021**) :

$$I(\%) = \left( \frac{A_c - A_s}{A_c} \right) * 100$$

Où :

**I** : Taux d'inhibition d'activité antioxydante (%), **A<sub>c</sub>** : absorbance du témoin, **A<sub>s</sub>** : absorbance des échantillons.

#### III.5.4. Activité antioxydante dans les simulants alimentaires

L'activité antioxydante des films actifs a été évaluée en utilisant la méthode DPPH dans l'éthanol 10 % (v/v) en tant que simulant alimentaire aqueux, et l'éthanol 95% (v/v) comme simulant d'aliment gras (**Peyrat-Maillard et al., 2003**). Brièvement, 3 cm<sup>2</sup> de chaque film ont été immergés dans 5mL du simulant (rapport surface/volume d'environ 6 dm<sup>2</sup>/L). Après 1, 3, 18 et 24 h, des aliquotes de 100 µL de chaque extrait ont été mélangées avec 3.9 mL d'une solution méthanolique de 0.06 mM de DPPH dans une cuvette bouchée. Le mélange a été secoué vigoureusement et maintenu dans l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes.

L'absorbance a été mesurée à 517 nm contre un témoin négatif préparé en substituant les films dissous par de l'éthanol pur, alors que l'acide ascorbique est utilisé comme contrôle positif dans la même plage de concentration que les films (**Aragón-Gutiérrez et al., 2021 ; Cejudo-Bastante et al., 2020 ; DeSouza et al., 2020**). L'efficacité anti-oxydante est exprimée selon la relation suivante:

$$IE\% = 100 \cdot \frac{A(\text{Témoin}) - A(\text{échantillon})}{A(\text{Témoin})}$$

Où:

**IE%**: pourcentage d'inhibition du DPPH, **A<sub>(témoin)</sub>** : absorbance du témoin, **A<sub>(échantillon)</sub>** : absorbance de l'extrait de film.

#### III.6. Application des films actifs comme revêtements d'emballages

Les mêmes solutions filmogènes préparées comme précédemment, mais sans ajout de plastifiant, ont été employées comme solutions d'enrobage. Les pommes fraîches sans détérioration ou blessure, apportées du marché local, ont été découpées en morceaux identiques

de poids approximativement égal. Trois groupes de 6 tranches ont été trempés pendant 30 s dans l'eau distillée, la solution d'enrobage sans polyphénols (Témoin) et avec polyphénols.

L'excès d'enrobage a été égoutté et les pommes enrobées ont été séchées à température ambiante pendant 30 min. Les fruits ont été conservés séparément dans un réfrigérateur à 4°C pendant 9 jours.

### **III.6.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes**

Le poids et le pH initiaux et après conservation, ont été mesurés pour chaque groupe. Le pH a été mesuré en plongeant l'électrode du pH-mètre dans une solution de 10% (P/V) de pomme fraîches, préparée en trempant des morceaux dans l'eau distillée pendant 5 min (AOAC, 2000).

### **III.6.2. Solides solubles totaux (°Brix)**

La teneur des solides solubles a été évaluée par réfractomètre (°Brix), en déposant une goutte de jus obtenu par broyage des tranches enrobées ou non enrobées sur son prisme (AOAC,2002).

### **III.6.3. Évaluation sensorielle**

Les attributs sensoriels comprenant le goût, l'odeur, la couleur, la texture et l'acceptabilité globale des pommes revêtues ou non, présentés monadiquement (un à la fois) aux panélistes volontaires consentants non formés, ont été déterminés conformément à l'échelle hédonique en 9 points (Rodríguez et al., 2020) : (9) J'aime Extrêmement, (8) J'aime beaucoup, (7) J'aime modérément, (6) J'aime légèrement, (5) Ni aimé ni détesté, (4) Je déteste légèrement, (3) Je déteste modérément, (2) Je déteste beaucoup, (1) Je n'aime pas du tout.

**Chapitre VI :**  
**Résultats et discussion**

#### IV.1. Les rendements d'extraction

Le tableau rassemble les rendements d'extraction des deux colloïdes ; mucilage et LBG, et des polyphénols par rapport à la matière sèche:

**Tableau 5.** Rendement d'extraction de mucilage d'*Opuntia*, de LBG et des polyphénols des cladodes.

	Rendement (%)	Taux mg EAG/g MS
<b>Mucilage</b>	1.35±0.05	/
<b>Extrait Gomme de caroube</b>	58.99±1.84	/
<b>Polyphénols</b>	5.41±0.24	/
<b>Polyphénols totaux</b>	/	62.33

##### IV.1.1. Le rendement d'extraction de mucilage

Le rendement d'extraction de mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus indica* de Tissemsilt a été égale à 1.35% (tableau 5). Une teneur supérieure à celle reportée par **Saenz et Sepulveda (1993)** de 1,2 %, mais excède de le taux de 0.07 % rapporté par **Cardenas et al. (1997)**.

La teneur en mucilage dépend fortement des espèces de cactus, de l'organe concerné, de son âge ou de sa maturité, des conditions climatiques et la période de récolte (**Gheribi et al., 2019**). La hausse du pourcentage en mucilage des cladodes est une réaction vis-à-vis la sécheresse dans un but de préserver la plante (**Sáenz et al., 2004**).

En effet, le rendement d'extraction est tributaire de plusieurs facteurs qui peuvent influencer les performances de l'extraction, tels que la taille des particules, la nature du solvant et la température (**Golstein, 1991 ; Petera et al., 2009**).



A

B

C

**Figure13.** La poudre de A) mucilage, B) LBG et C) l'extrait de polyphénols des cladodes .

##### IV.1.2. Le rendement de la gomme de caroube

Le rendement d'extraction de LBG brute a atteint 58.99% (tableau 5), un chiffre inclus dans la marge (51-61%) rapportée par **Dakia et al. (2008)**. En fait, le rendement en LBG dépend

de la méthode, de l'origine et des conditions de culture du caroubier (Bargallo et al., 1997; Lazaridou et al., 2000). Le rendement dépend aussi des conditions du milieu, des cultivars, de l'année et des soins culturaux, de la récolte et la région (Battle et al., 1997).

#### IV.1.3. Rendement d'extraction des polyphénols

Comme montré au tableau 5, le rendement d'extraction des polyphénols des cladodes d'*Opuntia* a touché  $5.41 \pm 0.24\%$  MS, ce qui supérieur au  $4.6 \pm 0.23\%$  MS enregistré par Bari et al. (2012). Selon d'autres études, cette valeur était de 180 mg EAG/g MS (Gallegos-Infante et al., 2009; De Santiago et al., 2018).

La finesse de poudrage des cladodes et le séchage à une température  $\leq 40^\circ\text{C}$  évitent la dégradation des polyphénols et offre une surface de contact plus importante facilitant la pénétration du solvant à la matrice végétale et la dissolution des molécules visées (Chaalal et al., 2012; Koné et al., 2017).

En plus, plusieurs recherches ont montré que la macération est le meilleur moyen pour extraire les polyphénols, où le rapport échantillon/solvant, le temps et la température d'extraction agissent directement sur le rendement d'extraction (Chaalal et al., 2012; Kechebar et al., 2017; Koné et al., 2017).

##### IV.1.3.1. Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux dans l'extrait phénolique des cladodes a mené vers une concentration de 62.33 mg EAG/g MS, supérieure à la concentration de 39.5 mg EAG/g MS donnée par Nouar et Youmbai (2019).

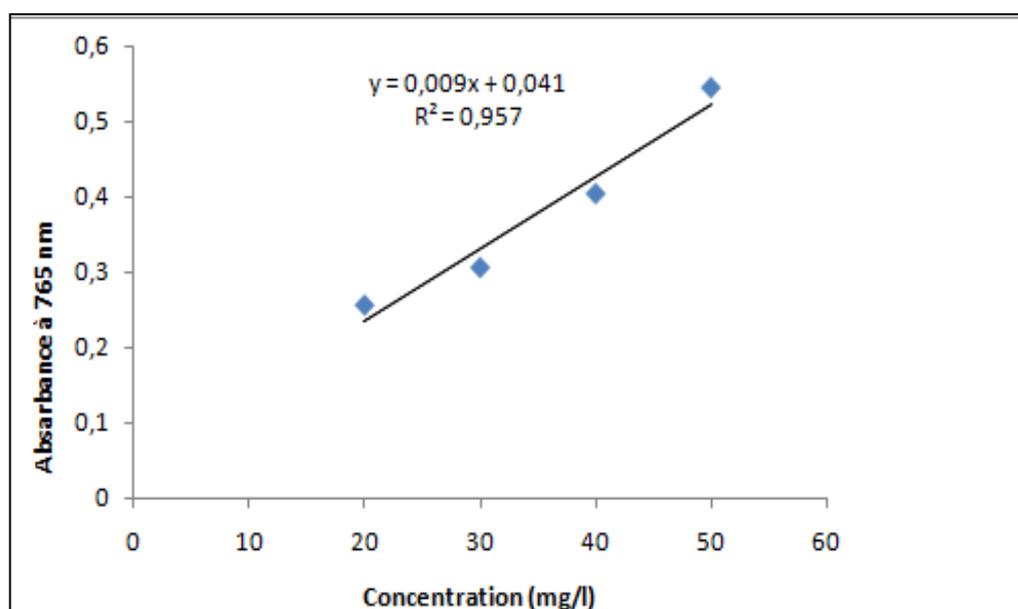


Figure 14. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique tracée pour doser les polyphénols totaux de l'extrait phénolique des cladodes d'*Opuntia*.

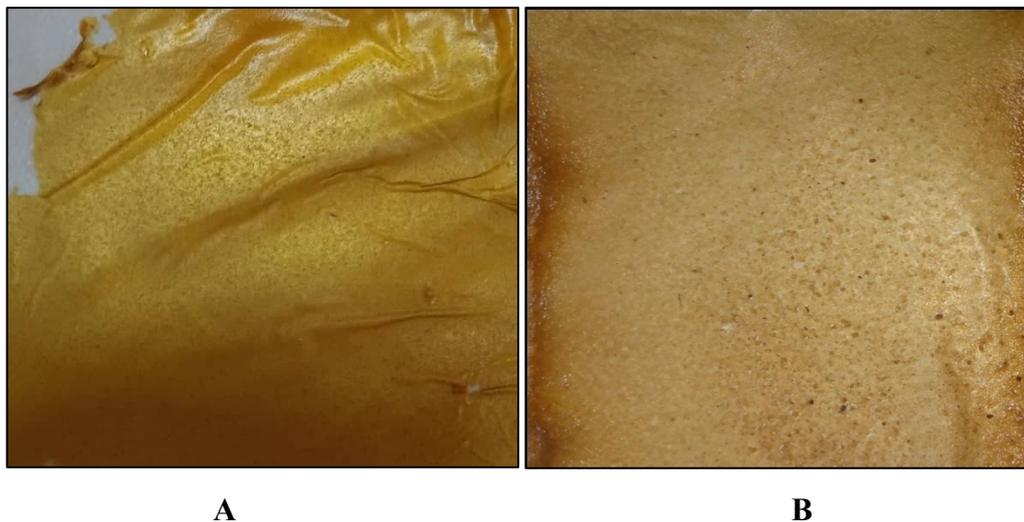
La teneur phénolique d'une plante dépend d'un certain nombre de facteurs intrinsèques (génétiques) et extrinsèques (conditions climatiques, les pratiques culturales, la maturité et la récolte) (Podsdek, 2007).

La synthèse des polyphénols par les cladodes *d'Opuntia* est contrôlée par l'espèce végétale en question, son origine et son stade de croissance, outre les conditions environnantes qui l'entourent et les procédures expérimentales adoptées (Moussaoui, 2021).

## IV.2. Caractérisation des biofilms

### IV.2.1. Propriétés organoleptiques des films

Les propriétés organoleptiques d'un produit jouent un rôle primordial dans sa perception avant usage ou consommation et dans son appréciation lorsqu'il est consommé ou utilisé (Jacquemain, 1961). L'avis prédominant des jurys (Figure 16) sur les deux films était très positif. L'odeur de caramel a discriminé les deux films. Le témoin avait un goût agréable contre un goût de caramel plus plaisant pour le film actif.



**Figure 15.** Les films **A**) actifs avec polyphénols et **B**) sans polyphénols (**Originale**).

Le film témoin sans polyphénols était marron, homogène et lisse, à surface continue et uniforme. Le film actif avec polyphénols avait une couleur marron-verdatre, une apparence homogène, lisse et cohérente (Figure 15). 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 une structure à caractère discontinu.

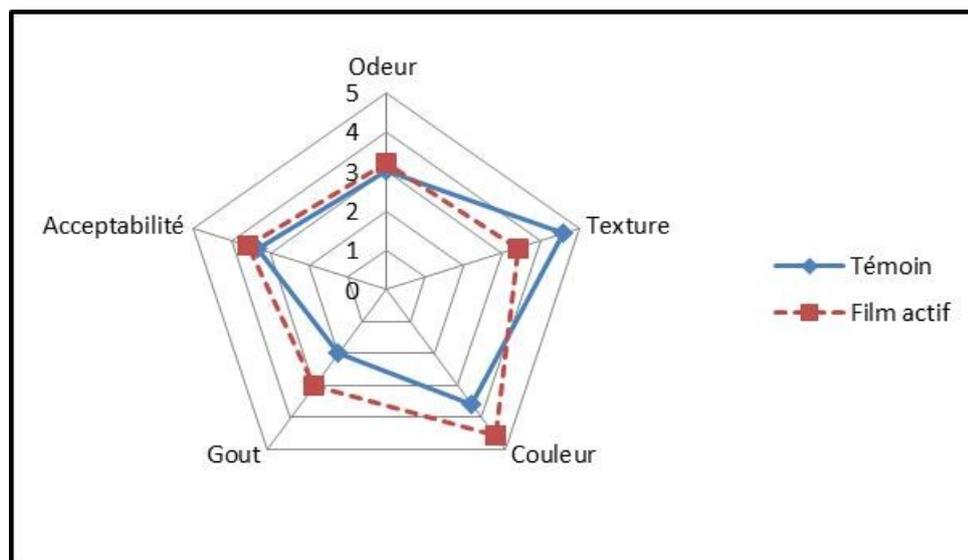


Figure 16. Radar représentant l'évaluation organoleptique des films témoin et actif.

#### IV.2.2. Propriétés physico-chimiques des films

Le Tableau 6 illustre les résultats enregistrés pour la caractérisation des propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms actifs ou non actifs à base de mucilage d'*Opuntia* et de la gomme de caroube :

Tableau 6. Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms.

Propriété	Biofilms	
	Avec polyphénols	Sans polyphénols
Epaisseur (mm)	0.053±0.001	0.031±0.0012
Densité (g/mL)	0.11±0.02	0.50±0.008
Humidité(%)	32.81±0.89	28.6±0.63
Solubilité (%)	70.98±1.18	96.07±1.11
Angle de contact (°)	56.32±0.45	21.33±0.46
Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) (g·m <sup>-1</sup> ·s <sup>-1</sup> ·Pa <sup>-1</sup> )	2.72x10 <sup>-6</sup> ±0.31x10 <sup>-6</sup>	2.25x10 <sup>-8</sup> ± 0.33x10 <sup>-8</sup>
Transmission de la lumière et transparence (%)	28.47 ±0.60	19.58 ±0.59

### IV.2.3. Epaisseur et densité des films

L'épaisseur est un paramètre important à prendre en compte, car des changements dans les propriétés structurales, mécaniques, thermiques ou de barrière, doivent être attendus dans les films présentant des valeurs d'épaisseur non homogènes (García et al., 2020). La densité de la membrane a aussi un impact direct sur la résistance à la traction, l'allongement et la WVP (Li et al., 2020).

Les résultats mentionnés au tableau 6 montrent que les films avec principe actif ( $0.053 \pm 0.001$  mm) étaient plus épais que les films témoins ( $0.0316 \pm 0.0012$  mm). L'épaisseur augmente alors avec l'addition des polyphénols. Nos films sont plus épais que les films préparées par Alma et al. (2014) avec 0.03 à 0.04 mm, mais plus minces que ceux de Gheribi et al. (2018) et Espino-Diaz et al. (2010) ( $0.180 \pm 0.006$  mm et  $0.184 \pm 0.005$  mm).

D'après l'interprétation d'Espino-Diaz et al. (2010) et Gheribiet al. (2018), l'épaisseur du biofilm varie selon le type d'ingrédients utilisé, le type du mucilage/gomme et leur composition, la quantité de plastifiant et la méthode de fabrication.

Selon Lin et al. (2022), une concentration accrue de polyphénols peut provoquer une plus grande réticulation covalente entre les polymères, réduisant ainsi la tendance à rétrécir pendant le séchage et donnant une épaisseur plus importante.

La densité des films polyphénoliques a été moindre que les films témoins ( $0.11 \pm 0.02$  g/mL contre  $0.50 \pm 0.008$  g/mL). Ces résultats opposent l'augmentation significative ( $p < 0,05$ ) de densité avec l'augmentation de la concentration de polyphénols de thé notée dans l'étude de Sun et al. (2017).

On propose une action d'intercalation des polyphénols sur le copolymère mucilage/LBG. Avec l'augmentation de la concentration de polyphénols, les interactions entre les polyphénols et les polymères augmente parallèlement (Sun et al., 2017).

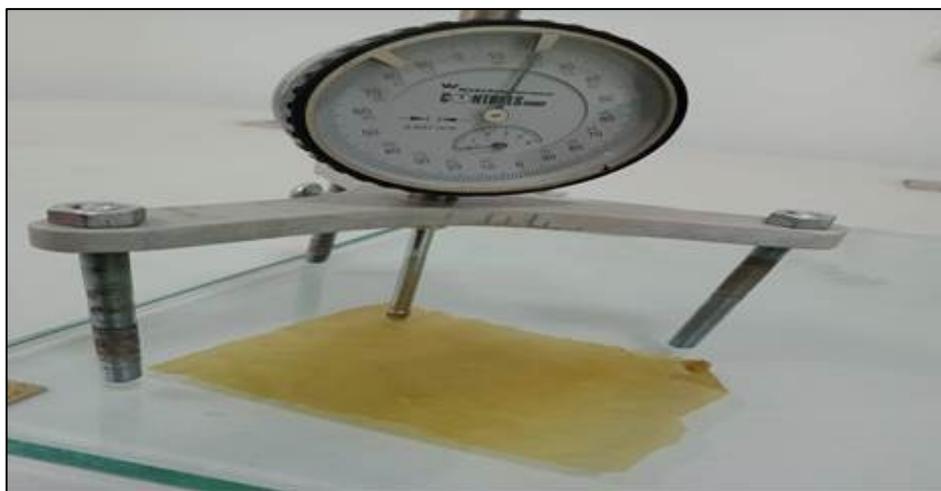


Figure 17. Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.

#### IV.2.4. Teneur en humidité du film

Il est à mentionner que la teneur en eau des films est un facteur important pour l'évaluation des propriétés mécaniques car l'eau joue aussi le rôle de plastifiant. D'autre part, les valeurs élevées de la perméabilité à la vapeur d'eau sont dues à la teneur en eau plus importante dans les films (**Chiou et al., 2009**).

Selon nos résultats, la teneur en humidité des films varie de  $32.81 \pm 0.89\%$  pour le film actif à  $28.6 \pm 0.63\%$  pour le film témoin. Ces résultats sont en opposition aux résultats trouvés par **Lin et al. (2022)**.

Ces auteurs montrent que l'ajout des polyphénols de pommes diminue la teneur en eau des films de  $17.14 \pm 2.15$  à  $12.47 \pm 0.84\%$ , et explique cela par l'action réticulante des polyphénols sur les matériaux secs formant le film. On peut proposer la différence existante entre les types d'extraits phénoliques et leurs doses ajoutés comme arguments de la contradiction des résultats.

Nos films sont plus humides du fait de leur composition particulière en ingrédients hygroscopiques. **Arda et al. (2009)** confirment que l'ajout de galactomannanes augmente la capacité de liaison à l'eau, mais la diminue ensuite en cas de nouvelle addition de ces polysaccharides. Selon **Sadok et al. (2014)**, le mucilage a la capacité de retenir de grandes quantités d'eau et ce quelle que soit la nature du site de culture.

En plus, la présence du glycérol comme plastifiant des films à base d'hydrocolloïdes augmente leur humidité. C'est un plastifiant hautement hygroscopique avec plus de OH 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.2.5. Solubilité dans l'eau

L'hydrosolubilité des films comestibles est un paramètre important affectant leur application finale. Pratiquement, la solubilité élevée est demandée pour les produits nécessitant une dissolution facile avant consommation, tandis que la faible solubilité s'adapte aux produits exigeant une résistance à l'eau pendant le traitement et le stockage (**Ghasemlou et al., 2011**). La résistance augmente alors avec la diminution de l'indice de solubilité dans l'eau (**Lin et al., 2022**).

Selon nos résultats, on remarque que le film témoin est plus soluble par rapport au film actif ( $95.28 \pm 1.11\%$  contre  $70.14 \pm 1.18\%$ ). Dès lors, le film actif est plus résistant à l'eau que le film témoin. La diminution de la solubilité dans l'eau peut être attribuée à la force d'interaction entre les polyphénols et les autres composés du film, qui inhibe le contact entre les molécules d'eau et les molécules d'hydroxyle (**Lin et al., 2022**).

#### IV.2.6. L'angle de contact avec l'eau

L'angle de contact avec l'eau est l'une des propriétés de base du mouillage des films d'emballage (Ma et al., 2013). L'hydrophobie de surface des biofilms peut être évaluée en mesurant l'angle de contact entre l'eau et la face supérieure de film (Figure 18). L'hydrophobie superficielle augmente avec l'augmentation de l'angle de contact (Jouki et al., 2013).

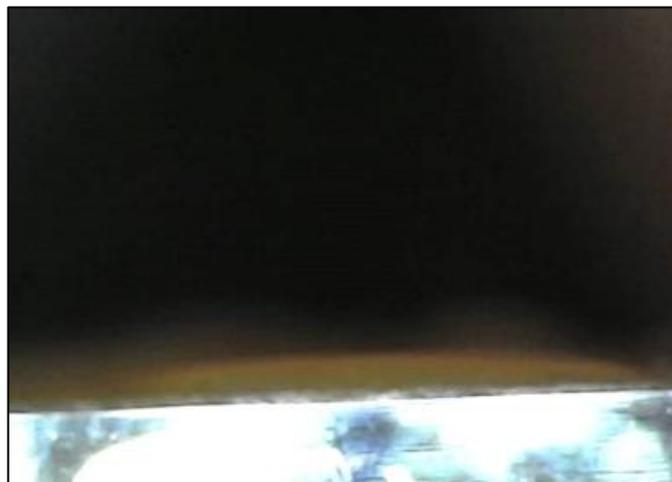


Figure 18. Aspect de la gouttelette d'eau sur le biofilm.

L'angle de contact du biofilm témoin était moins important que le film actif ( $21.33 \pm 0.46^\circ$  et  $56.32 \pm 0.45^\circ$ ). Ce dernier est alors plus hydrophobe. Par comparaison aux valeurs de Gheribi et al., (2018), allant de  $84 \pm 3.25$  à  $86 \pm 3.28^\circ$ , nos films sont plus hydrophiles. La copolymérisation mucilage/LBG augmente l'hydrophilie des films. Sahli et Marif (2021) et Bared et Belhaouas (2021) ont trouvés des angles respectifs de  $61.35 \pm 3.54^\circ$  et  $78.82 \pm 3.80^\circ$  pour des films à base de gomme de caroube seule ou à base de mucilage seul.

En comparant ces résultats, il est possible de dire que la copolymérisation entre LBG et le mucilage a affecté la structure du film pour le rendre plus hydrophile. En contrepartie, l'ajout de polyphénols augmente l'hydrophobie des films. Jakobek (2015) explique que les polyphénols 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. Les valeurs élevées de l'angle de contact sont la conséquence de la présence de produits phénoliques dans le film.

#### IV.2.7. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du film

La WVP est un indice important pour déterminer la capacité de l'eau à se déplacer entre les aliments et l'environnement, ainsi qu'une métrique critique pour déterminer l'effet barrière du film comestible (Wang et al., 2021). WVP est contrôlé par l'épaisseur du film et sa composition de matière sèche. Il peut être utilisé pour prédire les changements dans la teneur en eau de l'alimentation (Vickers et al., 2015).

La WVP du témoin  $2.25 \times 10^{-8} \pm 0.33 \times 10^{-8} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$  était plus faible que le film actif  $2.72 \times 10^{-6} \pm 0.31 \times 10^{-6} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$ . La présence des polyphénols a augmenté la WVP et a abaissé par ailleurs, l'effet de barrière du film envers la vapeur l'eau. Cette hausse est aussi signalée par **Lin et al. (2022)**.

Nos résultats de WVP étaient supérieurs à ceux de **Bared et Belhaouas (2021)** et **Sahli et Marif (2021)**, allant de  $6.38 \times 10^{-8} \pm 0.4 \times 10^{-8} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$  pour le film concentré à 1% de mucilage seul à  $5.3 \times 10^{-7} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$  pour les films de 1% de LBG seule.

La structure riche en groupes hydroxyle des polyphénols, et lorsque la concentration de ceux-ci dépasse une certaine valeur, l'excès de -OH interagit avec les molécules d'eau pour rendre la membrane plus hydrophile. Un excès de polyphénols peut entraîner une réduction de la densité entre les réseaux de polymères, ce qui accroît la WVP dans une certaine mesure (**Wu et al., 2019**) En plus, l'augmentation de l'épaisseur du film rend plus difficile la sortie de l'eau vers l'extérieur et augmente sa pression dans le film ; une autre raison de WVP élevée (**Vickers et al., 2015**).

#### IV.2.8. Taux de transmission de la lumière et transparence des films

L'opacité, l'opposé de la transparence, est une qualité déterminante dans le choix des films d'emballage adaptés aux aliments. Certains aliments photosensibles nécessitent des films opaques pour mieux résister à la lumière, et prolonger ainsi leur durée de conservation (**Stecher et al., 2020**).

Les films actifs étaient plus transparents que les témoins avec  $28.47 \pm 0.60\%$  et  $19.58 \pm 0.59\%$ , successivement. Les deux films composites ont été plus transparents que les films de mucilage pur ( $14.88 \pm 1.71\%$ ) ou LBG ( $12.93 \pm 0.27\%$ ) pur enregistrés par **Bared et Belhaoues (2021)** ou **Sahli et Marif (2021)**. Les polyphénols rendent les films, déjà plus transparents par copolymérisation, encore plus transparents.

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**). La transparence élevée des films s'explique par la structure lacunaire du réseau copolymère, suggérant alors une faible tortuosité à la transmission de la lumière (**Lira-Vargas et al., 2014**).

#### IV.3. Activités des films

Le tableau ci-dessous donne le taux des polyphénols de la solution filmogène et du film actif, l'activité antioxydante globale des films, et après solubilisation dans les simulants alimentaires :

**Tableau 7.** Contenu polyphénolique total, activité antioxydante globale et activité antioxydante dans les simulants alimentaires des films avec ou sans polyphénols.

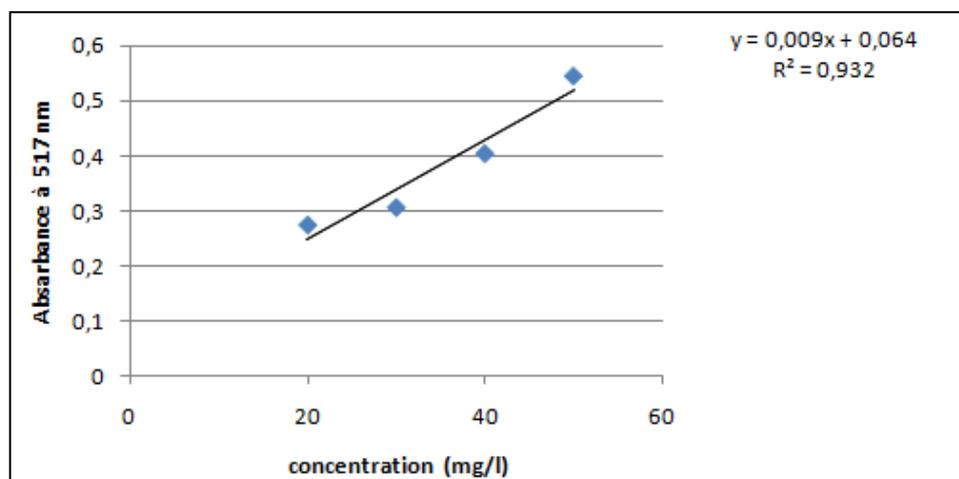
Film/solution		TPC (mg EAG/mL)	Activité antioxydante (%)		
			Globale	Simulant aqueux*	Simulant lipidique*
Film actif	Solution filmogène	27.87±0.31	/	/	/
	Film	27.22±0.31	48.80±0.63	59.37±0.04	67.47±0.03
Film témoin		20.98±1.64	42.38±0.16	/	/
Acide ascorbique		/	/	95.31±0.03	89.57±0.04

\* Le pourcentage maximum d'activité antioxydante est donné pour les deux simulants

#### IV.3.1. Contenu phénolique total (TPC) du film actif

La supplémentation du film actif en polyphénols a augmenté son contenu par rapport au film témoin  $20.98 \pm 1.64$  mg EAG/mL. Le taux des polyphénols totaux noté dans la solution filmogène  $27.87 \pm 0.31$  mgEAG/mL a connu une diminution vers  $27.22 \pm 0.31$  mg EAG/mL dans le film (tableau 7). Ceci indique que le processus de fabrication du film, spécialement la température de séchage, influence négativement mais très légèrement la teneur ultime des polyphénols dans le film.

La température de séchage utilisée ne dépassant pas les  $40^\circ\text{C}$  a préservé les polyphénols additionnés au film actif. Il convient de noter que l'augmentation de la température au-delà d'une certaine valeur peut entraîner la décomposition de certains composés phénoliques (Hismath, Wan Aïda et al., 2011). Les cladodes du figuier de Barbarie sont très riches en divers polyphénols ; principalement les flavonoïdes et les acides phénoliques (AstelloGarcia et al., 2015 ; Augulo-Bejarano et al., 2014).



**Figure 19.** Courbe d'étalonnage pour dosage des polyphénols du film actif avant et après élaboration.

### IV.3.2. Activité antioxydant globale des films

La résistance à l'oxydation des matériaux d'emballage alimentaire a un impact significatif sur l'augmentation de la durée de conservation des aliments et la réduction du rythme d'oxydation (**Lin et al., 2022**).

La capacité antioxydante globale des films avec ou sans polyphénols, exprimée en pourcentage de piégeage de DPPH, a montré une supériorité des films actifs de 6.42%. On peut proposer une relation dose-dépendante entre les polyphénols et l'action antioxydante des films conformément aux résultats de **Lin et al. (2022)**.

**Gómez-Estaca et al. (2009)** ont signalé que le potentiel antioxydant de films biodégradables est proportionnel à la quantité d'antioxydants additifs. De nombreuses études réalisées sur les produits naturels ont prouvé que ce sont particulièrement les composés phénoliques qui sont responsables de leurs activités antioxydantes (**Gómez-Guillén et al., 2009**). Les polyphénols sont connus pour posséder des capacités antioxydantes et sont fréquemment explorés en tant qu'antioxydants en raison de leur structure unique et de leurs caractéristiques chimiques (**Namal Senanayake, 2013**).

L'activité antioxydante de caroube des différentes régions d'Algarve (Portugal) est attribuée à leur contenance en polyphénols et flavonoïdes (**Makris &Kefalas, 2004 ; Custodio et al., 2011**).

Plusieurs facteurs influent sur le potentiel antioxydant et la cinétique de réduction, notamment les conditions de la réaction (temps, rapport Antioxydant/DPPH, type de solvants, pH) et le profil phénolique en particulier (**Popovici et al., 2010**). L'activité antioxydante observée pour les polyphénols des cladodes d'Algérie est non seulement liée à leur concentration, mais aussi à leur structure moléculaire riche en groupes OH (**Leopoldini et al., 2011**).

### IV.3.3. Activité antioxydante du principe actif libéré dans les simulants alimentaires

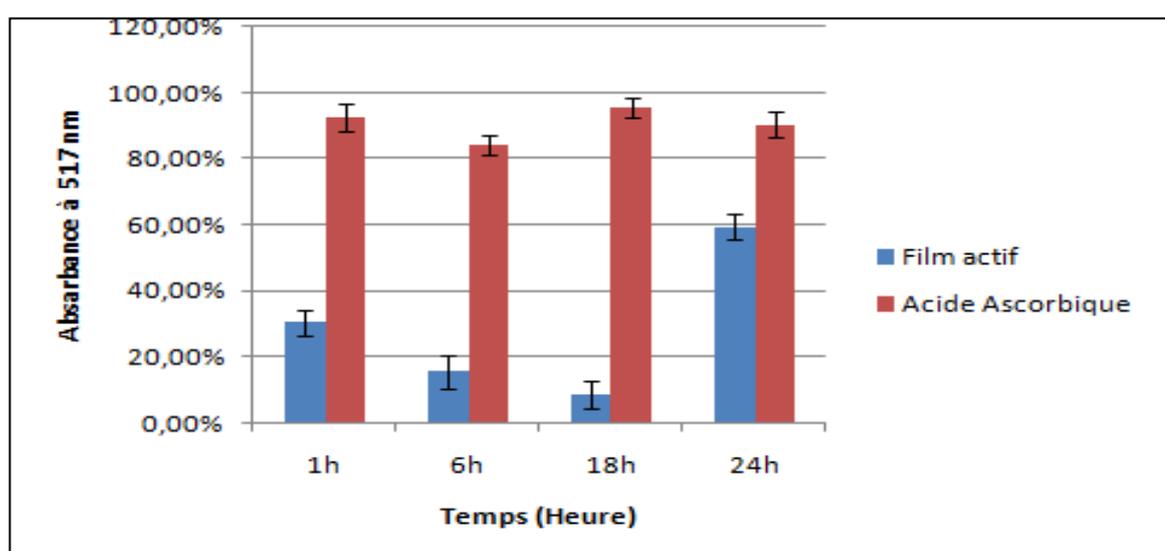
Les propriétés antioxydantes du film actif libéré dans deux simulants alimentaires, l'éthanol 10% (v/v) homologue de l'aliment aqueux et l'éthanol 95% (v/v) remplaçant l'aliment lipidique, ont également été évaluées par l'activité anti-radicalaire durant 24h.

Dans un simulant aqueux, l'activité antioxydante passe de (30.37±0.049%) à 1h, pour atteindre son minimum après 18h (8.48±0.045%) avant d'aller à un maximum de (59.39±0.043%) à 24h. L'acide ascorbique a suivi la même allure mais avec des taux plus importants donnant un pic de (90.30±0.047%) à 24h. Pour le simulant lipidique, l'activité antioxydante commence à(67.47±0.03%) à 1h, pour toucher un bas de(5.21±0.02%) après 18h

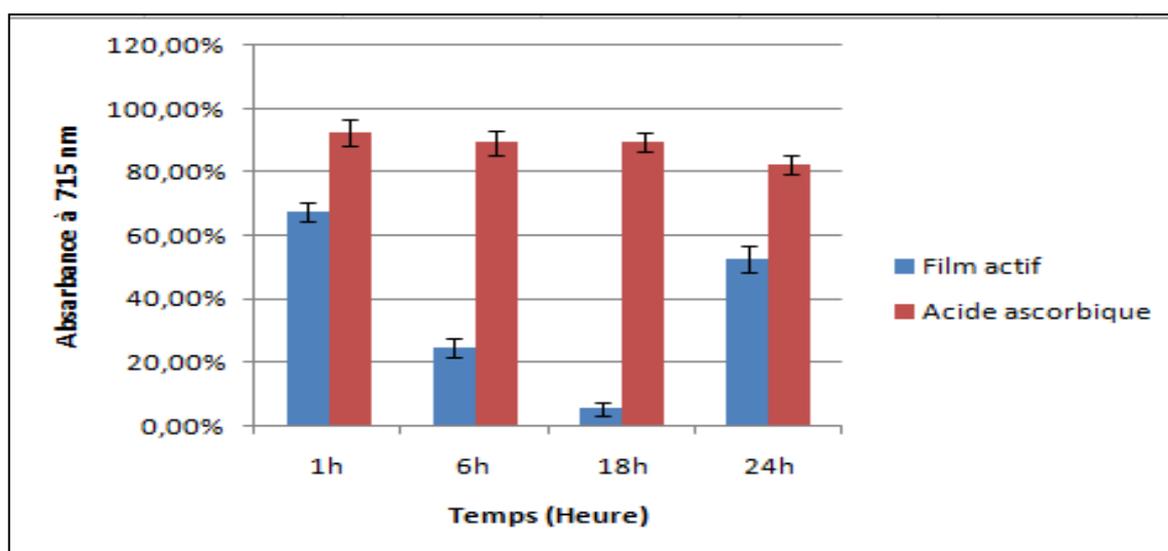
avant d'aller à son sommet ( $52.55 \pm 0.04$  %) après 24h. L'acide ascorbique encore plus efficace a donné une valeur ( $82.48 \pm 0.03$ %) à 24h.

On observe que l'activité antioxydante des films actifs est supérieure dans un simulant lipidique que dans le simulant aqueux. Or, on propose que l'activité antioxydante est étroitement relative aux taux de polyphénols libérés dans chaque simulant. Les polyphénols se dissolvent généralement mieux dans les solvants organique que dans l'eau, et leur teneur ainsi que l'effet antioxydant proportionnel, est de ce fait plus élevée dans le simulant lipidique.

La solubilité des composés phénoliques est affectée par la polarité du solvant utilisé (Nacz & Shahidi, 2004). Selon Abaza et al. (2011), les solvants de solubilisation ont un effet significatif sur les propriétés antioxydantes des extraits.



A



B

**Figure 20.** Histogramme représentant l'efficacité antioxydante dans **A)** le simulant aqueux et dans **B)** le simulant lipidique.

**IV.4. Application des films actifs comme revêtements d'emballages**

En termes simples, la durée de conservation est le temps pendant lequel toutes les caractéristiques primaires de l'aliment restent acceptables pour la consommation. Ainsi, la durée de conservation se réfère au temps pendant lequel un aliment peut rester sur le rayon du commerçant puis sur celui du consommateur avant qu'il ne devienne inacceptable (**Anonymous, 1993**).

**IV.4.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH pommes des****IV.4.1.1. Perte de poids**

Les différences de pression de vapeur entre les produits et l'atmosphère de stockage environnante est le mécanisme fondamental de la perte de poids des fruits et légumes après récolte, même si la perte de poids peut également augmenter en raison de la chaleur respiratoire (**Pan & Bhowmilk, 1992 ; Yaman & Bayoindirli, 2002**).

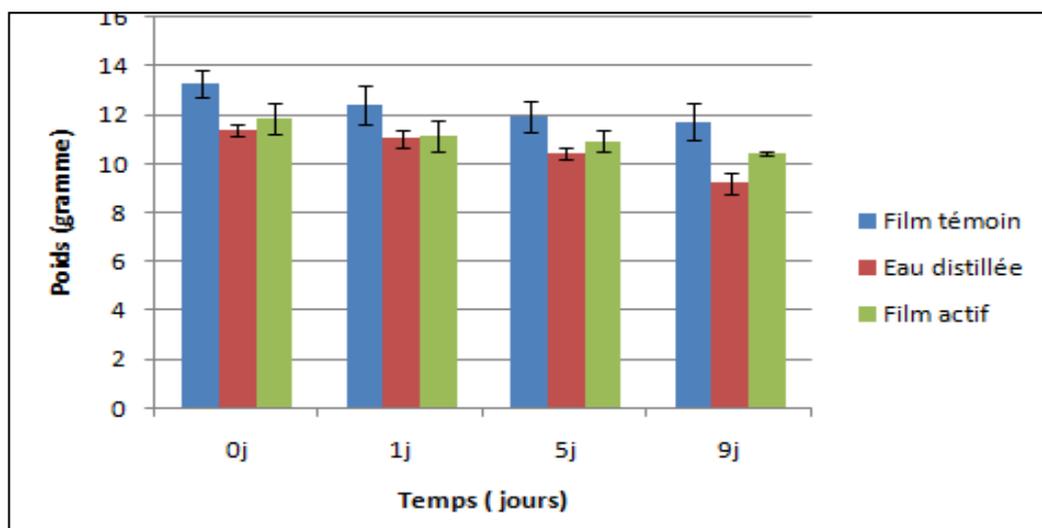
La Figure 21 montre l'influence de l'enrobage actif ou témoin sur la perte de poids des pommes durant la période de conservation de 9 jours à 4°C. La perte de poids des fruits augmente avec le temps de conservation quel que soit le traitement.

Au cours du premier jour de conservation, il n'y avait pas de différence entre les pommes non enrobées et enrobées dans différentes solutions d'enrobage. Toutefois, à partir du 5<sup>ème</sup> jour, le film actif garde le mieux le poids initial des tranches de pommes en donnant la perte de poids la plus basse, suivi par le film témoin. Les pommes non enrobées avaient perdu le plus de leur poids. La perte globale respective de poids a été de l'ordre de 1.41 g pour le film actif, 1.55 g pour le témoin et de 2.17 pour eau distillée. La perte de poids est très déterminante dans la durée de conservation et la qualité des pommes comme pour les autres fruits (**Vasconez et al., 2009 ; Ali et al., 2011**).

Les films apportent un effet protecteur à l'encontre de perte de poids ; un effet qui est intensifié en présence de polyphénols. Ces résultats mettent en évidence une action protectrice du système d'enrobage contre la perte d'eau des fruits. Cette action protectrice a été indiquée par plusieurs auteurs (**Vasconez et al. 2009 ; Ali et al. 2011**).

La cueillette provoque la suppression de l'apport d'eau par la transpiration qui ne s'arrête pas. Ce phénomène conduit d'une part à une diminution du poids, et d'autre part, à une modification du métabolisme cellulaire à cause du stress hydrique (**Ben-Y ehoshua, 1987**).

Le ralentissement de la perte en eau des fruits enrobés peut être attribué à la barrière supplémentaire contre la diffusion à travers les stomates (**Paull et al., 1989**). Dans les fruits, la principale voie de la perte d'eau se fait à travers la peau. L'enrobage des pommes en couvrant la cuticule peut obstruer les stomates réduisant ainsi la perte d'eau.

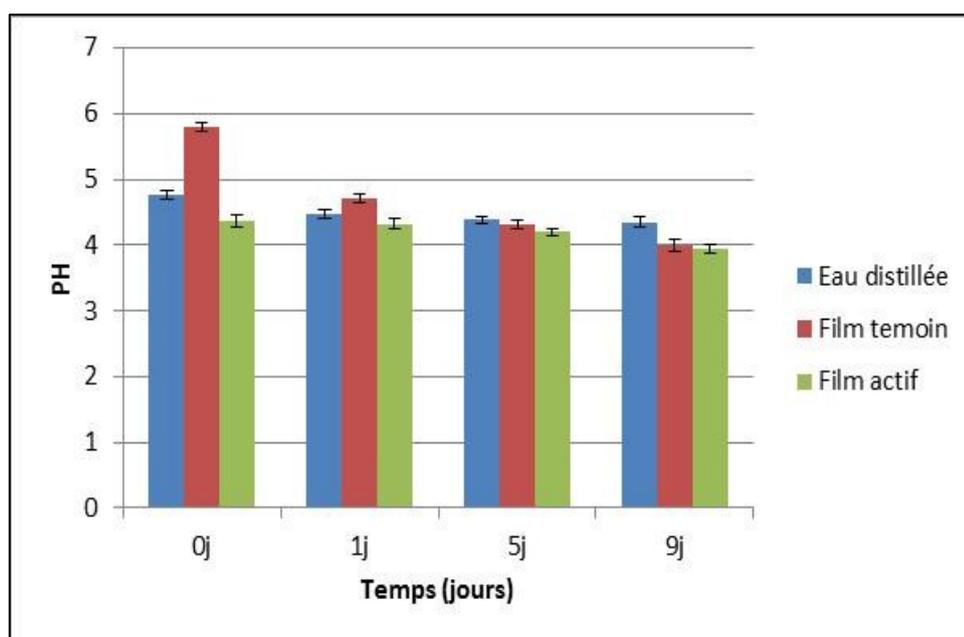


**Figure 21.** Histogramme représentant la baisse du poids des pommes enrobées et non enrobées pendant 9 jours de stockage à 4°C.

#### IV.4.1.2. PH

L'augmentation ou la diminution du pH est une fonction du type de légumes (**Adetunji et al., 2013**). D'après la figure 22, les pommes fraîchement revêtues par les enrobages actifs étaient plus acides que les pommes d'enrobages témoin et celles d'eau distillée ( $4.37 \pm 0.09$ ,  $5.8 \pm 0.07$  et  $4.76 \pm 0.07$ ). Cette constatation indique que les solutions d'enrobage avaient un pH acide.

Le pH des pommes des trois groupes a connu une diminution après 09 jours de stockage vers les valeurs ( $3.94 \pm 0.06$ ,  $3.99 \pm 0.08$  et  $4.35 \pm 0.07$ ) avec l'enrobage actif, l'enrobage témoin et l'eau distillée. Cette remarque est en accord avec l'étude de **Stecher et al. (2020)**.



**Figure 22.** Evolution du pH des pommes avec ou sans enrobage pendant 9 jours de stockage à 4°C.

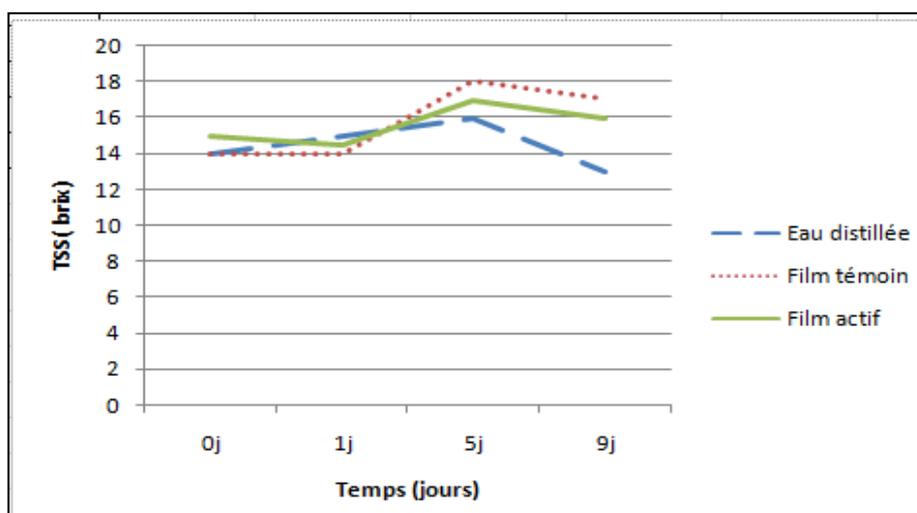
On peut voir que les solutions d'enrobage actif amortissent la chute de pH plus efficacement que le témoin sachant que la différence des valeurs a été 0.38 et 1.81 pour l'enrobage avec polyphénols et sans polyphénols. Le pH des pommes enrobées dans l'eau distillée étaient les moins affectées avec une régression de 0.13.

#### IV.4.2. Solides solubles totaux(TSS)

Le contenu en solides solubles représente le total de tous les solides dissous dans l'eau, incluant les sucres, alcools, les sels, protéines, acides, etc. Le °Brix (%) exprime le pourcentage de solides solubles contenus dans un échantillon (A.O.A.C, 1970). Il est important de déterminer cette variable qui est affectée par les ingrédients, ce qui pourrait à son tour constituer un milieu optimal pour la croissance microbienne potentielle. À cet égard, la teneur en éléments nutritifs est l'un des paramètres intrinsèques susceptibles d'affecter la croissance microbienne dans les aliments, puisque les sucres, les alcools et les acides aminés sont utilisés comme source d'énergie par les micro-organismes d'origine alimentaire pour leur croissance (Jay, 1995).

On note que la valeur initiale de TSS est croissante en allant des pommes d'eau distillée  $14 \pm 0.35^\circ\text{Brix}$ , suivies de pommes de témoin  $14 \pm 0.35^\circ\text{Brix}$  et finalement de pommes aux polyphénols  $15 \pm 0.84^\circ\text{Brix}$ . La richesse de la solution d'enrobage s'ajoute à la composition native des pommes. Avec le temps, le TSS augmente vers un maximum respectif de  $16 \pm 0.42$ ,  $17 \pm 0.56$  et  $18 \pm 0.49^\circ\text{Brix}$  au 5<sup>ème</sup> jour avant de régresser au 9<sup>ème</sup> jour.

L'augmentation signifie probablement la poursuite du métabolisme et de la respiration convertissant les réserves amylacées en sucres, alors que la régression exprime leur utilisation. Les solides solubles totaux représentent un indice associé à la teneur en sucres facilement hydrolysables présents dans un produit alimentaire. Utilisé comme indice de maturité du fruit, le TSS reflète la conversion de l'amidon en sucres solubles.



**Figure 23.** Evolution des solides solubles dans les pommes avec ou sans enrobage réfrigérées 4°C pendant 9 jours

## IV.4.3. Analyse sensorielle

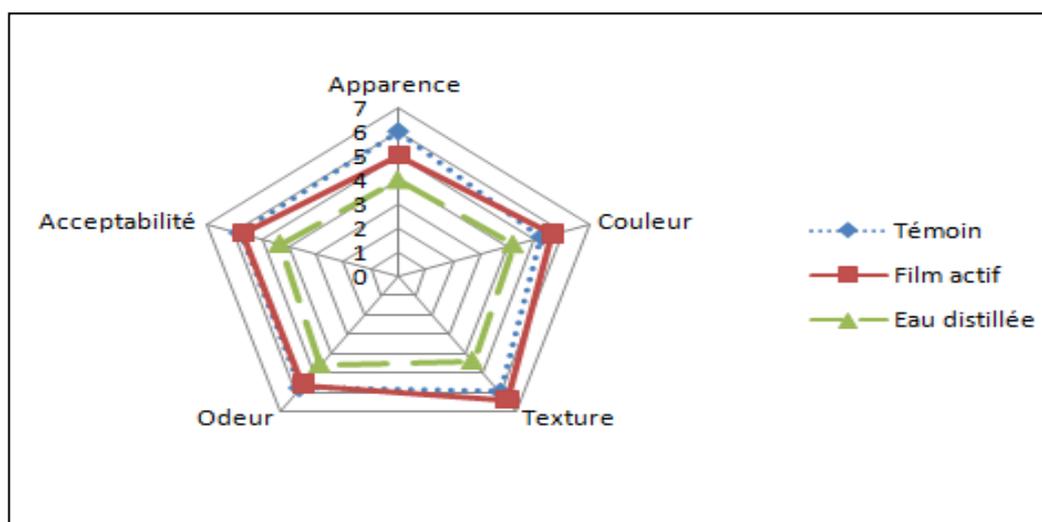
L'échelle hédonique est utilisée dans la méthode sensorielle alimentaire affective afin de quantifier le degré d'appréciation ou de dégoût d'un produit alimentaire. À cet égard, l'échelle hédonique est une échelle équilibrée à 9 catégories, dont une au centre neutre, représentant les changements dans le ton hédonique perçu par les panélistes sensoriels (Lawless & Heymann, 2010 ; Rodríguez et al., 2020)

La figure 24 donne le radar d'analyse sensorielle des pommes enrobés et non enrobées. Après 9 jours de stockage à 4°C. Des différences claires ont été enregistrées dans l'odeur, la texture, l'apparence, la couleur et l'acceptabilité globale des trois groupes de pommes (figure 26). Les panélistes préféraient les pommes de l'enrobage actif, suivies par les fruits de la solution témoin, ensuite les fruits plongés dans l'eau distillée.

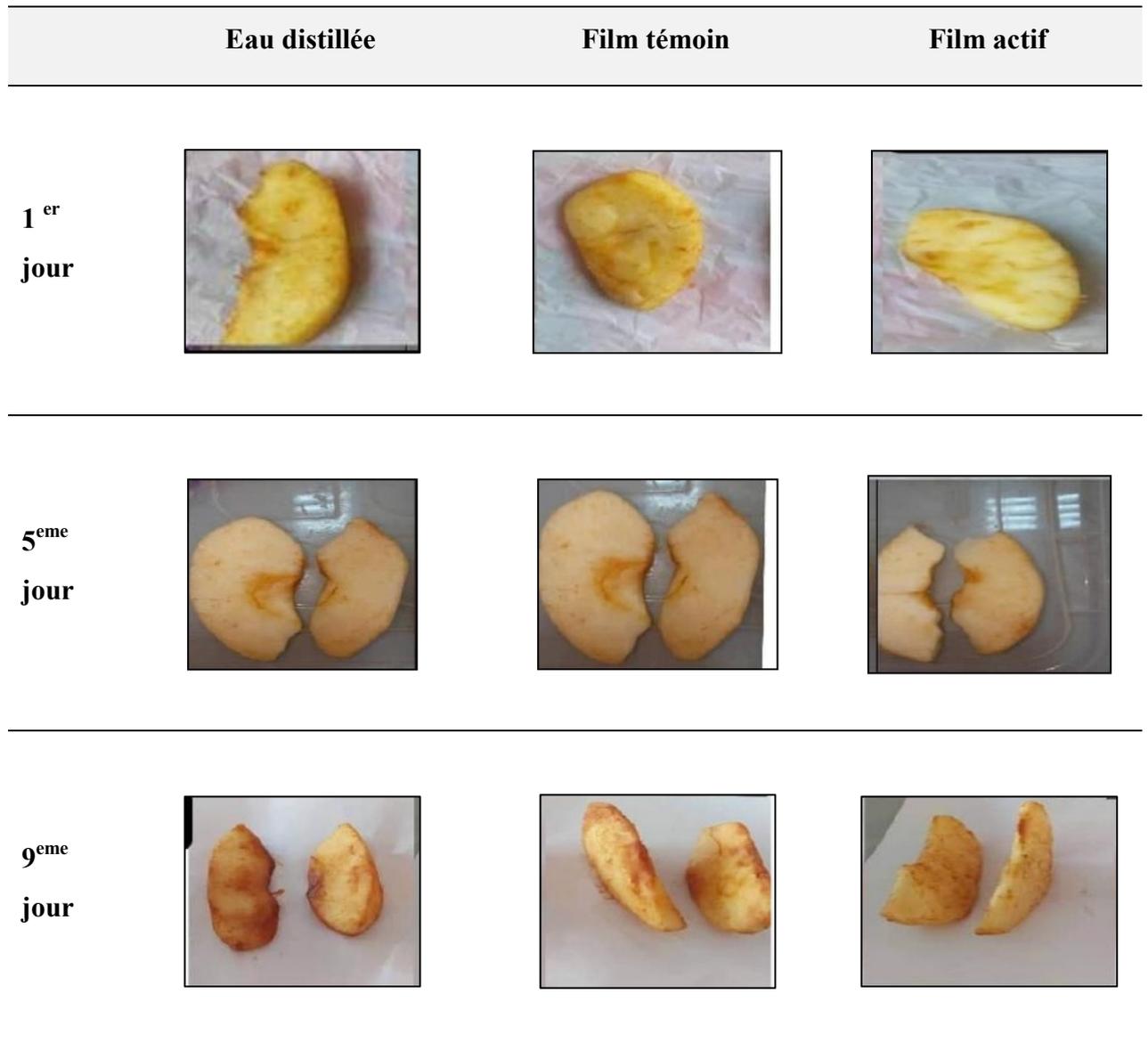
La solution active offre une meilleure préservation de la texture (6.4), dans un temps où l'odeur et la couleur étaient intermédiaires (5.8 et 5.6). L'enrobage témoin avait plus d'efficacité en protection d'apparence (6). Les pommes d'eau distillée étaient médiocres sur tous les plans avec des notes ne dépassant pas (4) pour l'apparence qui est la moins affectée.

L'appréciation sensorielle est parallèle aux résultats de l'évolution de TSS, de pH et de la perte du poids, pour lesquels les tranches de pomme d'enrobage actif ont été choisies comme le meilleur produit.

Les effets du revêtement en tant que barrière semi-perméable contre l'O<sub>2</sub>, le CO<sub>2</sub>, l'humidité et la mobilisation des solutés ont peut-être contribué à la diminution de la réduction de la fermeté, de la respiration et des taux d'oxydation (Ali al., 2014). Ces interventions maintiennent une bonne qualité organoleptique et allonge désormais la durée de vie des aliments enrobés que ceux sans enrobage.



**Figure 24.** Radar représentant l'évaluation des qualités sensorielles des pommes enrobées ou non après 9 jours de réfrigération à 4°C.



**Figure 25.** Evolution des pommes enrobées en solution active, en témoin en eau distillée après 1, 5 et 9 jours de stockage à 4°C.

## ***Conclusion***

## **Conclusion**

Les fonctionnalités particulières et hautement recherchés des biofilms d'emballage comestibles, ont suscité ces dernières décennies beaucoup d'attention de la part des chercheurs et industrielles. Ces biofilms poussent à l'abandon les emballages classiques en plastique dotés de nuisibilité éco-toxicologique et probablement sanitaire (Al mahdi, 2006).

Les emballages des produits alimentaires ont des fonctions essentielles en stockant, en protégeant et en préservant les aliments qu'ils renferment de la fabrication jusqu'à leur utilisation finale par les consommateurs. Dans un contexte où la gestion des matières résiduelles est un enjeu majeur, les consommateurs ont par contre des préoccupations environnementales grandissantes envers certaines pratiques actuelles (Khatem, 2019).

Cette étude a été menée sur le mucilage d'Opuntia ficus indica de figuier de barbarie et la gomme de caroube de Tissemsilt, en essayant de l'élaborer et de caractériser en biofilm comestible actif, avant de l'appliquer en solution d'enrobage à effet de conservation sur des pommes 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 et le rendement d'extraction de la gomme de caroube a été remarquablement important et offre donc une belle opportunité d'investissement dans le volet d'obtention et de transformation industrielles de cette gomme végétale.

Les biofilms préformés à base de mucilage des cladodes et de la gomme de caroube ont démontré des structures, des superficies et des couleurs variables. Les propriétés physicochimiques et mécaniques des biofilms à l'exemple de solubilité, transparence ou étanchéité à la vapeur d'eau, s'avèrent ajustable au choix de l'utilisation finale et du produit à conserver. En guise de solution d'enrobage de fruits garder des qualités sensorielles acceptables des pommes durant une période de stockage de 09 jours.

En perspective, la conception des biofilms de mucilage et de la gomme 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. Abaza, L., Youssef, N.-B., Manai, H., Haddada, FM, Methenni, K. et Zarrouk, M. (2011). Extraits de feuilles d'olivier de Chétoui : influence du type de solvant sur les activités phénoliques et antioxydantes. *grasas y aceites* , 62 (1), 96-104.
2. Abdul Khalil, H. P. S., Banerjee, A., Saurabh, C. K., Tye, Y. Y., Suriani, A. B., Mohamed, A., ... & Paridah, M. T. (2018). Biodegradable films for fruits and vegetables packaging application: preparation and properties. *Food Engineering Reviews*, 10(3), 139-153
3. 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.
4. Adjeroud, N., Dahmoune, F., Merzouk, B., Leclerc, JP, & Madani, K. (2015). Amélioration du traitement d'électrocoagulation-électroflottation des effluents par ajout de jus de tampon d'*Opuntia ficus indica*. *Technologie de séparation et de purification* , 144 , 168-176.
5. Ait Chitt, M., & Belmir, M. et Lazrak A., 2007. Production des plantes sélectionnées et greffées du caroubier.
6. Aknouche, S., & Ariche, A. (2018). Bioactivités de biomolécules extraites à partir de biomasse de coproduits agricoles: propolis, cladodes du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*) et grignons d'olives (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
7. 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).
8. Ali, A., Chow, WL, Zahid, N. & Ong, MK (2014). Efficacité de l'enrobage d'huile de propolis et de cannelle dans le contrôle de l'antracnose post-récolte et la qualité du piment (*Capsicum annum L.*) pendant l'entreposage frigorifique. *Technologie alimentaire et bioprocédés* , 7 (9), 2742-2748.
9. Álvarez, M. F. (2000). Revisión: Envasado activo de los alimentos/Review: Active food packaging. *Food Science and Technology International*, 6(2), 97-108.
10. Angulo-Bejarano, PI, Martínez-Cruz, O., & Paredes-López, O. (2014). Contenu phytochimique, potentiel nutraceutique et applications biotechnologiques d'une ancienne plante

11. Antosik, A. K., Kowalska, U., Stobińska, M., Dziecioł, P., Pieczykolan, M., Kozłowska, K., & Bartkowiak, A. (2021). Development and characterization of bioactive polypropylene films for food packaging applications. *Polymers*, 13(20), 3478.
12. Appendini, P., & Hotchkiss, J. H. (2002). Review of antimicrobial food packaging. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 3(2), 113-126
13. Aragón-Gutiérrez, A., Rosa, E., Gallur, M., López, D., Hernández-Muñoz, P., & Gavara, R. (2021). Melt-processed bioactive EVOH films incorporated with ferulic acid. *Polymers*, 13(1), 68
14. Azero, EG, & Andrade, CT (2002). Procédures de test pour la purification du galactomannane. *Essais de polymères*, 21 (5), 551-556. -Rejeb, H. B. (2008). Phases amont de l'innovation: proposition d'une démarche d'analyse de besoin et d'évaluation de l'acceptabilité d'un produit (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine).
15. Bari, MF, Boutaba, R., Esteves, R., Granville, LZ, Podlesny, M., Rabbani, MG, ...& Zhani, MF (2012). Virtualisation des réseaux de centres de données : une enquête. *Enquêtes et didacticiels sur les communications IEEE*, 15 (2), 909-928.
16. Base d'amidon de maïs pour les applications d'emballage alimentaire. *Aliments*, 9 (9), 1339.
17. Battle, PD, Green, MA, Laskey, NS, Millburn, JE, Murphy, L., Rosseinsky, MJ, ...& Vente, JF (1997). Oxydes de manganèse stratifiés de Ruddlesden – Popper: synthèse et ordres de cations. *Chimie des matériaux*, 9 (2), 552-559.
18. Battle, R., & Benson, E. (2008). Relier le Web sémantique et le Web 2.0 avec le transfert d'état représentatif (REST). *Journal of Web Semantics*, 6 (1), 61-69.
19. Ben-Yehoshua, S., Shapiro, B., Chen, ZE & Lurie, S. (1983). Mode d'action du film plastique dans la prolongation de la vie des fruits de citron et de poivron par atténuation du stress hydrique. *Physiologie végétale*, 73 (1), 87-93.
20. Bernardo-Gil, MG, Roque, R., Roseiro, LB, Duarte, LC, Gírio, F., & Esteves, P. (2011). Extraction supercritique de croquettes de caroube (*Ceratonia siliqua* L.). *Le Journal des fluides supercritiques*, 59, 36-42.
21. Bhowmik, SR & Pan, JC (1992). Durée de conservation des tomates vertes mûres stockées dans une atmosphère contrôlée et une humidité élevée. *Journal of Food Science*, 57 (4), 948-953.

22. Biner, B., Gubbuk, HAM ©. DE, Karhan, MUSTAFA, Aksu, M., & Pekmezci, M. (2007). Profils de sucre des gousses de types cultivés et sauvages de caroube (*Ceratonia siliqua* L.) en Turquie. *Chimie alimentaire*, 100 (4), 1453-1455.
23. Bouaouine, O., Bourven, I., Khalil, F., & Baudu, M. (2018). Identification des groupes fonctionnels d'*Opuntia ficus-indica* impliqués dans le processus de coagulation après l'extraction de sa partie active. *Sciences environnementales et recherche sur la pollution*, 25 (11), 11111-11119.
24. Bouzouita, N., Khaldi, A., Zgoulli, S., Chebil, L., Chekki, R., Chaabouni, MM & Thonart, P. (2007). L'analyse de la gomme de caroube brute et purifiée : une comparaison d'échantillons provenant de différentes populations de caroubiers en Tunisie. *Chimie alimentaire*, 101 (4), 1508-1515.
25. Butchart, S. H., Walpole, M., Collen, B., Van Strien, A., Scharlemann, J. P., Almond, R. E., ... & Watson, R. (2010). Global biodiversity: indicators of recent declines. *Science*, 328(5982), 1164-1168.
26. Canhoto, JM, Rama, SC & Cruz, GS (2006). Embryogenèse somatique et régénération végétale chez le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.). *In Vitro Cellular & Developmental Biology-Plant*, 42 (6), 514-519.
27. Cardenas, A., Higuera-Ciapara, I., & Goycoolea, FM (1997). Rhéologie et agrégation du mucilage de cactus (*Opuntia ficus-indica*) en solution. *Journal de l'Association professionnelle pour le développement des cactus*, 2, 152-159.
28. Carnier C., Bourriot S. & Doublier J.L. (2004). Rôles des hydrocolloïdes en milieu laitier- influence de l'environnement ionique, in : minéraux et produits laitiers, Ed. : Tec et Doc., lavoisier, pp :391-408.
29. Cejudo-Bastante, M.J.; Cejudo-Bastante, C.; Cran, M.J.; Heredia, F.J.; Bigger, S.W. Optical, structural, mechanical and thermal characterization of antioxidantethylenevinylalcoholcopolymer films containingbetalain-richbeetroot. *Food Packag.Shelf Life* 2020, 24, 100502.
30. Cerqueira, M. A., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Martins, J. T., Souza, B. W. S., Teixeira, J. A., & Vicente, A. A. (2011). Galactomannans use in the development of edible films/coatings for food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 22(12), 662-671.
31. Custódio, L., Escapa, AL, Fernandes, E., Fajardo, A., Aligué, R., Alberício, F., ... & Romano, A. (2011). Profil phytochimique, activités antioxydantes et cytotoxiques des

- extraits de farine de germe de caroubier (*Ceratonia siliqua* L.). *Aliments végétaux pour l'alimentation humaine*, 66 (1), 78-84.
32. Custódio, AL, Madère, JA, Vaz, AIF & Vicente, LN (2011). Multiobjective direct search for an optimization multiobjective. *SIAM Journal on Optimization*, 21(3), 1109-1140
  33. Dainelli, D., Gontard, N., Spyropoulos, D., Zondervan-van den Beuken, E., & Tobback, P. (2008). Active and intelligent food packaging: legal aspects and safety concerns. *Trends in Food Science & Technology*, 19, S103-S112.
  34. Dakia, PA, Wathelet, B., & Paquot, M. (2006). Isolement et évaluation chimique du germe de graine de caroube (*Ceratonia siliqua* L.). *Chimie alimentaire*, 102 (4), 1368-1374.
  35. Dakia, PA, Blecker, C., Robert, C., Wathelet, B., & Paquot, M. (2008). Composition et propriétés physicochimiques de la gomme de caroube extraite de graines entières par prétraitement de décorticage à l'acide ou à l'eau. *Hydrocolloïdes alimentaires*, 22 (5), 807-818.
  36. Dakia, PA, Wathelet, B., & Paquot, M. (2010). Influence de la teneur en galactose sur les phénomènes d'interactions et sur les propriétés physico-chimiques des galactomannanes en solution. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 14 (1), 213-223.
  37. De Souza, K. C., Correa, L. G., da Silva, T. B. V., Moreira, T. F. M., de Oliveira, A., Sakanaka, L. S., ... & Shirai, M. A. (2020). Soyprotein isolate films incorporated with Pinhão (*Araucaria angustifolia* (Bertol.) Kuntze) extract for potential use as edible oil active packaging. *Food and Bioprocess Technology*, 13(6), 998-1008.
  38. Debeaufort, F., Quezada-Gallo, J. A., Delporte, B., & Voilley, A. (2002). Lipid hydrophobicity and physical state effects on the properties of bilayer edible films. *Journal of Membrane Science*, 180(1), 47-55
  39. Del Nobile, M. A., Conte, A., Buonocore, G. G., Incoronato, A. L., Massaro, A., & Panza, O. (2009). Active packaging by extrusion processing of recyclable and biodegradable polymers. *Journal of Food Engineering*, 93(1), 1-6.
  40. Di Lorenzo, F., Silipo, A., Molinaro, A., Parrilli, M., Schiraldi, C., D'Agostino, A., ... & Lanzetta, R. (2017). The polysaccharide and low molecular weight components of *Opuntia ficus indica* cladodes: Structure and skin repairing properties. *Carbohydrate Polymers*, 157, 128-136.
  41. Dobrucka, R., & Cierpiszewski, R. (2014). Active and intelligent packaging food-Research and development-A Review. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 64(1).

42. Droste, DW (1993). Enregistrement simultané de la pression du liquide céphalo-rachidien et de la vitesse du flux sanguin de l'artère cérébrale moyenne chez les patients suspectés d'hydrocéphalie à pression normale symptomatique. *Journal de neurologie, neurochirurgie et psychiatrie* , 56 (1), 75-79.
43. Du Toit, A., & De Wit, M. (2011). A process for extracting mucilage from *Opuntia ficus-indica* and *Aloe barbadensis*. *South Africa Patent No. PA153178/P*, 12
44. El Kharrassi, Y. (2015). Mise en évidence de la diversité des populations de cactus (*Opuntia* spp.) au Maroc et de la modulation du métabolisme lipidique par des extraits naturels et de phytostérols issues de cactus ou d'huile d'Argan dans les cellules microgliales BV2 (Doctoral dissertation, Université de Bourgogne).
45. El-Mostafa, K., El Kharrassi, Y., Badreddine, A., Andreoletti, P., Vamecq, J., El Kebbij, MHS, ...& Cherkaoui-Malki, M. (2014). Cactus nopal (*Opuntia ficus-indica*) comme source de composés bioactifs pour la nutrition, la santé et les maladies. *Molécules* , 19 (9), 14879-14901.
46. En ligne Pimienta-Barrios, E. (1994). Figuier de Barbarie (*Opuntia* spp.) : une culture fruitière précieuse pour les terres semi-arides du Mexique. *Journal des environnements arides* , 28 (1), 1-11
47. En ligne Sbay, H. (2008). Le Caroubier au Maroc : un arbre d'avenir . Centre de recherche forestière.
48. Espino-Díaz, M., De Jesús Ornelas-Paz, J., Martínez-Téllez, M. A., Santillán, C., Barbosa-Cánovas, G. V., Zamudio-Flores, P. B., & Olivas, G. I. (2010). Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-Indica* (l.). *Journal of food science*, 75(6), E347-E352.
49. Espino-Díaz, M., De Jesús Ornelas-Paz, J., Martínez-Téllez, MA, Santillán, C., Barbosa-Cánovas, GV, Zamudio-Flores, PB, & Olivas, GI (2010). Développement et caractérisation de films comestibles à base de mucilage d'*Opuntia ficus-Indica* (l.). *Journal des sciences alimentaires* , 75 (6), E347-E352.
50. Exicaine : le nopal (*Opuntia ficus-indica*). *Nutrition actuelle et science alimentaire* , 10 (3), 196-217.
51. Fang, Z., Zhao, Y., Warner, R. D., & Johnson, S. K. (2017). Active and intelligent packaging in meat industry. *Trends in Food Science & Technology*, 61, 60-71
52. Farahnaky, A., Dadfar, SMM & Shahbazi, M. (2014). Propriétés physiques et mécaniques du nanocomposite gélatine-argile. *Journal of Food Engineering* , 122 , 78-83.

53. Felkai-Haddache, L., Remini, H., Dulong, V., Mamou-Belhabib, K., Picton, L., Madani, K., & Rihouey, C. (2016). Extraction conventionnelle et assistée par micro-ondes des mucilages des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* : propriétés physico-chimiques et rhéologiques. *Technologie alimentaire et bioprocédés*, 9 (3), 481-492.
54. Feugang, JM, Konarski, P., Zou, D., Stintzing, FC & Zou, C. (2006). Utilisation nutritionnelle et médicinale des cladodes et des fruits du figuier de Barbarie (*Opuntia* spp.). *Frontières en biosciences*, 11 (1), 2574-2589
55. Galati, EM, Tripodo, MM, Trovato, A., d'Aquino, A., & Monforte, MT (2003). Activité biologique d'*Opuntia ficus indica* cladodes II : effet sur l'hypercholestérolémie expérimentale chez le rat. *Biologie pharmaceutique*, 41 (3), 175-179.
56. Gallegos-Infante, J. A., Rocha-Guzman, N. E., González-Laredo, R. F., 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*). *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 60(sup2), 80-87.
57. García, AV, Álvarez-Pérez, OB, Rojas, R., Aguilar, CN & Garrigós, MC (2020). Impact de l'ajout d'extrait d'olive sur les propriétés des films comestibles actifs à base d'amidon de maïs pour les applications d'emballage alimentaire. *Aliments*, 9 (9), 1339.
58. Gardiner, D., Felker, P. & Carr, T. (1999). L'extrait de cactus augmente les taux d'infiltration d'eau dans deux sols. *Communications en science du sol et analyse des plantes*, 30 (11-12), 1707-1712.
59. Gharnit, N., & Ennabili, A. (2009). Essais préliminaires de culture in vitro du caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) originaire du Nord ouest du Maroc. *Biomatec Echo*, 3(6), 18-25.
60. Ghasemlou, M., Khodaiyan, F., & Oromiehie, A. (2011). Propriétés physiques, mécaniques, barrières et thermiques d'un film comestible biodégradable plastifié à base de polyol à base de kéfiran. *Polymères glucidiques*, 84 (1), 477-483.
61. Gheribi, R., & Khwaldia, K. (2019). Mucilage de cactus pour des applications d'emballage alimentaire. *Revêtements*, 9 (10), 655.
62. 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. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.085>

63. Ginestra, G., Parker, ML, Bennett, RN, Robertson, J., Mandalari, G., Narbad, A., ... & Waldron, KW (2009). Caractérisation anatomique, chimique et biochimique des cladodes du figuier de barbarie [*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.]. *Journal de chimie agricole et alimentaire* , 57 (21), 10323-10330.
64. Gómez-Estaca, J., Giménez, B., Montero, P., & Gómez-Guillén, MC (2009). Incorporation d'extrait de bourrache antioxydant dans des films alimentaires à base de gélatine de peau de sole ou d'une gélatine de poisson commerciale. *Journal of Food Engineering* , 92 (1), 78-85.
65. Gómez-Guillén, MC, Pérez-Mateos, M., Gómez-Estaca, J., López-Caballero, E., Giménez, B., & Montero, P. (2009). La gélatine de poisson : un matériau renouvelable pour l'élaboration de films actifs biodégradables. *Tendances en science et technologie alimentaires* , 20 (1), 3-16.
66. Gorgieva, S., & Kokol, V. (2011). Collagène-vs.biomatériaux à base de gélatine et leur biocompatibilité : bilan et perspectives. *Applications des biomatériaux pour la nanomédecine* , 2 , 17-52.
67. Goyon, J., Colin, A., Ovarlez, G., Ajdari, A., & Bocquet, L. (2008). Coopérativité spatiale dans les écoulements vitreux mous. *Nature* , 454 (7200), 84-87.
68. Guilbert, S., & Gontard, N. (1992). Le concept de l'emballage comestible. AGORAL, Pont à Mousson, France.
69. 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).
70. Haddarah, A. (2013). L'influence des cultivars sur les propriétés fonctionnelles de la caroube Libanaise (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).
71. Heiba, ZK, & Arda, L. (2009). Propriétés structurales des nanomatériaux  $Zn_{1-x}Mg_xO$  préparés par méthode sol-gel. *Crystal Research and Technology: Journal of Experimental and Industrial Crystallography* , 44 (8), 845-850.
72. Hismath, I., Wan Aida, WM, & Ho, CW (2011). Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques des feuilles de neem (*Azadirachta indica*). *Journal international de recherche sur l'alimentation* , 18 (3).
73. Hsouna, AB, Trigui, M., Culioli, G., Blache, Y., & Jaoua, S. (2011). Constituants antioxydants des feuilles de *Lawsonia inermis* : isolement, élucidation de la structure et capacité antioxydante. *Chimie alimentaire* , 125 (1), 193-200.

74. Hussein, SZ, Yusoff, KM, Makpol, S. & Yusof, YAM (2011). Les capacités antioxydantes et les contenus phénoliques totaux augmentent avec l'irradiation gamma dans deux types de miel malais. *Molécules* , 16 (8), 6378-6395.
75. Jacquemain, D., Leveiller, F., Weinbach, S. P., Lahav, M., Leiserowitz, L., Kjaer, K., & Als-Nielsen, J. (1991). Crystal structure of self-aggregates of insoluble aliphatic amphiphilic molecules at the air-water interface. An x-ray synchrotron study. *Journal of the American Chemical Society*, 113(20), 7684-7691.
76. Jakobek, L. (2015). Interactions of polyphenols with carbohydrates lipids and proteins. *Food Chemistry*, 175, 556–567.
77. Joonas, K., Janne, L. & Markku, J. (2021). Un modèle de canal en visibilité directe pour la bande de fréquences 100–450 gigahertz. *Journal EURASIP sur les communications et les réseaux sans fil* , 2021 (1).
78. 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 Biological Macromolecules*, 62, 500–507
79. Jouki, M., Yazdi, FT, Mortazavi, SA & Koocheki, A. (2013). Propriétés physiques, barrières et antioxydantes d'un nouveau film alimentaire plastifié à partir de mucilage de graines de coing. *Journal international des macromolécules biologiques* , 62 , 500-507.
80. Kanatt, S. R. (2020). Development of active/intelligent food packaging film containing Amaranthus leaf extract for shelf life extension of chicken/fish during chilled storage. *Food Packaging and Shelf Life*, 24, 100506.
81. Kechebar, MSA, Karoune, S., Falleh, H., Belhamra, M., Rahmoune, C., & Ksouri, R. (2017). Modifications de la composition phénolique LC-MS et des capacités antioxydantes des feuilles de l'arbre saharien *Argania spinosa* sous salinité. *Courr.Savoir* ,
82. Khatem, R., Celis, R., & Hermosín, M. C. (2019). Cationic and anionic clay nanoformulations of imazamox for minimizing environmental risk. *Applied Clay Science*, 168, 106-115.
83. Khelifa, M., Bahloul, A., & Kitane, S. (2013). Détermination de la composition chimique de la gousse de caroube (*Ceratonia siliqua* L) et son étude morphologique. *J. Mater. Environ. Sei* , 4 (3), 348-353.

84. Lagaron, J. M. (2005, July). Biodegradable and sustainable plastics as essential elements in novel bioactive packaging technologies. In First conference on biodegradable polymers for packaging applications. PIRA International, Leatherhead (UK) (pp. 5-6)
85. Lárraga-Gutiérrez, JM, Ballesteros-Zebadúa, P., Rodríguez-Ponce, M., García-Garduño, OA & De la Cruz, OOG (2015). Propriétés d'un détecteur commercial à diamant synthétique PTW-60019 pour la dosimétrie de petits faisceaux de radiothérapie. *Physique en médecine et biologie* , 60 (2), 905.
86. Lawless, HT, & Heymann, H. (2010). *Évaluation sensorielle des aliments : principes et pratiques (Vol. 2)*. New York : Springer.
87. Leopoldini, M., Russo, N. et Toscano, M. (2011). La base moléculaire du mécanisme de travail des antioxydants polyphénoliques naturels. *Chimie alimentaire* , 125 (2), 288-306.
88. Li, S., Ma, Y., Ji, T., Sameen, DE, Ahmed, S., Qin, W., ... & Liu, Y. (2020). Films comestibles d'amidon de manioc/carboxyméthylcellulose incrustés de bactéries lactiques pour prolonger la durée de conservation de la banane. *Polymères glucidiques* , 248 , 116805
89. Lin, L., Peng, S., Shi, C., Li, C., Hua, Z., & Cui, H. (2022). Preparation and characterization of cassava starch/sodium carboxymethyl cellulose edible film incorporating apple polyphenols. *International Journal of Biological Macromolecules*
90. Lira-Vargas, AA, Corrales-Garcia, JJE, Valle-Guadarrama, S., Peña-Valdivia, CB et Trejo-Marquez, MA (2014). Films biopolymères à base de mucilage de cactus (*Opuntia ficus-indica*) incorporés à de la gélatine et de la cire d'abeille. *Journal de l'Association professionnelle pour le développement des cactus* , 16 , 51-70.
91. López-de-Dicastillo, C., Catalá, R., Gavara, R., & Hernández-Muñoz, P. (2011). Food applications of active packaging EVOH films containing cyclodextrins for the preferential scavenging of undesirable compounds. *Journal of Food Engineering*, 104(3), 380-386.
92. Lopez-Rubio, A., Gavara, R., & Lagaron, J. M. (2006). Bioactive packaging: turning foods into healthier foods through biomaterials. *Trends in Food Science & Technology*, 17(10), 567-575.
93. Ma, Z., & Vosseller, K. (2013). O-GlcNAc dans la biologie du cancer. *Acides aminés* , 45 (4), 719-733.
94. Majid, I., Nayik, G. A., Dar, S. M., & Nanda, V. (2018). Novel food packaging technologies: Innovations and future prospective. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(4), 454-462.

95. Makris, DP & Kefalas, P. (2004). Les gousses de caroube (*Ceratonia siliqua* L.) comme source d'antioxydants polyphénoliques. *Technologie alimentaire et biotechnologie* , 42 (2), 105-108.
96. Martiny, T. R., Raghavan, V., Moraes, C. C. D., Rosa, G. S. D., & Dotto, G. L. (2020). Bio-based active packaging: Carrageenan film with olive leaf extract for lamb meat preservation. *Foods*, 9(12), 1759.
97. Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sanchez, B., & Katthain, R. (2000). Propriétés rhéologiques de la gomme de mucilage (*Opuntia ficus indica*). *Hydrocolloïdes alimentaires* , 14 (5), 417-424.
98. Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sanchez, B., & Alonso, S. (2003). Propriétés mécaniques des gels formés par des mélanges de gomme de mucilage (*Opuntia ficus indica*) et de carraghénanes. *Polymères glucidiques* , 52 (2), 143-150.
99. Mouden, M., Boujnah, M., Salmaoui, S., Zantar, S., & Douira, A. (2016). Effet de deux méthodes d'extraction et période de récolte et rendement il relevé des huiles grasses de pépins de figues poire. *Int J Pure App Biosci* , 4 (1), 1-8.
100. Moussaoui.B(2021). Les Propriétés Biologiques d'Extraits des Cladodes d'Opuntia ficus indica (L.).Thèse de Doctorat Univ.Mosta.
101. Msaddak, L. (2018) Propriétés techno-fonctionnelles et substances bioactives de deux ingréd- ients alimentaires : cladodes du figuier de barbarie et feuilles de vigne. Thèse de Doctorat, Université de Gabès Tunis.p56.
102. Naczk, M., & Shahidi, F. (2004). Extraction et analyse des composés phénoliques dans les aliments. *Journal of chromatography A* , 1054 (1-2), 95-111.
103. Nešić, A., Cabrera-Barjas, G., Dimitrijević-Branković, S., Davidović, S., Radovanović, N., & Delattre, C. (2019). Prospect of polysaccharide-based materials as advanced food packaging. *Molecules*, 25(1), 135.
104. Nharingo, T., & Moyo, M. (2016). Application d'Opuntia ficus-indica dans la bioremédiation des eaux usées. Une revue critique. *Journal de gestion de l'environnement* , 166 , 55-72.
105. Nobel, PS, Cavelier, J., & Andrade, JL (1992). Mucilage dans les cactus : sa capacité apoplastique, ses solutés associés et son influence sur les tissus 5. *Journal of Experimental Botany* , 43 (5), 641-648.
106. Nouar, & Youmbai (2019). Effet de l'activité antioxydante de plante médicinale cactus les deux espèces: *Opuntia ficus-indica* L et *Aloe vera*.

107. Paull, R. E., Nishijima, W., Reyes, M., & Cavaletto, C. (1997). Postharvest handling and losses during marketing of papaya (*Carica papaya* L.). *Postharvest biology and technology*, 11(3), 165-179.
108. Peter, AT, Vos, PLAM & Ambrose, DJ (2009). Anestrus post-partum chez les vaches laitières. *Thériogénologie* , 71 (9), 1333-1342.
109. Peyrat-Maillard, M. N., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (2003). Antioxidant activity of phenolic compounds in 2, 2'-azobis (2-amidinopropane) dihydrochloride (AAPH)-induced oxidation: Synergistic and antagonistic effects. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 80(10), 1007.
110. Podsędek, A. (2007). Antioxydants naturels et capacité antioxydante des légumes Brassica : une revue. *LWT-Food Science and Technology* , 40 (1), 1-11.
111. Quezada Gallo, J. A., 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
112. Quintavalla, S., & Vicini, L. (2002). Antimicrobial food packaging in meat industry. *Meat science*, 62(3), 373-380.
113. Radev, R., & Pashova, S. (2020). Application of edible films and coatings for fresh fruit and vegetables. *Qual. Access Success*, 21, 108-112.
114. Ramos, M.; Beltran, A.; Fortunati, E.; Peltzer, M.A.; Cristofaro, F.; Visai, L.; Valente, A.J.M.; Jiménez, A.; Kenny, J.M.; Garrigós, M.C. Controlled release of
115. 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.
116. Rejeb, H. B. (2008). Phases amont de l'innovation: proposition d'une démarche d'analyse de besoin et d'évaluation de l'acceptabilité d'un produit (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine).
117. Ribeiro-Santos, R., Andrade, M., de Melo, N. R., & Sanches-Silva, A. (2017). Use of essential oils in active food packaging: Recent advances and future trends. *Trends in food science & technology*, 61, 132-140.
118. Sadok, A., & Marshall, CJ (2014). Rho GTPases : maîtres de la migration cellulaire. *Petites GTPases* , 5 (4), e983878.
119. Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhira, B. (2004). Les mucilages d'*Opuntia* spp : une composante fonctionnelle aux perspectives industrielles. *Journal des milieux arides* , 57

- (3), 275-290. -Saénz, C., Berger, H., Corrales García, J., Galletti, L., Garcia del Cortazar, V., Higuera, I., Mondragón, C., Rodríguez Feliz, A., Sepúlveda, E. & Varnero M.T. (2006).
120. Sáenz, C., Sepúlveda, E., Araya, E., & Calvo, C. (1993). Changements de couleur dans les jus concentrés de figue de barbarie (*Opuntia ficus indica*) lors du stockage à différentes températures. *LWT-Food Science and Technology* , 26 (5), 417-421.
121. Senanayake, SN (2013). Extraits de romarin et de thé vert comme antioxydants naturels : chimie, technologie et applications. Dans *Lipid Oxidation* (pp. 417-438). Presse AOCS.
122. Singleton, VL, Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, RM (1999). [14] Analyse des phénols totaux et autres substrats d'oxydation et antioxydants au moyen du réactif folin-ciocalteu. Dans *Methods in enzymology* (Vol. 299, pp. 152-178). Presse académique.
123. Stecher, G., Tamura, K. & Kumar, S. (2020). Analyse génétique évolutive moléculaire (MEGA) pour macOS. *Biologie moléculaire et évolution* , 37 (4), 1237-1239.
124. Stintzing, FC, & Carle, R. (2005). Tiges de cactus (*Opuntia* spp.): Un examen de leur chimie, de leur technologie et de leurs utilisations. *Nutrition moléculaire et recherche alimentaire* , 49 (2), 175-194.
125. Stintzing, FC, & Carle, R. (2005). Tiges de cactus (*Opuntia* spp.): Un examen de leur chimie, de leur technologie et de leurs utilisations. *Nutrition moléculaire et recherche alimentaire* , 49 (2), 175-194.
126. Sun,L.,Sun,J.,Chen,L.,Niu,P.,Yang,X.,&Guo,Y.(2017).Preparationandcharacterizationofchitosanfilm incorporatedwiththinnedyoungapplepolyphenolsasanactivepackagingmaterial. *CarbohydratePolymers*, 163,81-91.
127. Tironi, VA, & Añon, MC (2010). Protéines d'amarante comme source de peptides antioxydants : effet de la protéolyse. *Food Research International* , 43 (1), 315-322.
128. Trachtenberg, S., & Mayer, AM (1981). Composition et propriétés du mucilage *Opuntia ficus-indica*. *Phytochimie* , 20 (12), 2665-2668.
129. Valdés, A., Martínez, C., Garrigos, M. C., &Jimenez, A. (2021). Multilayer Films Based on Poly (lacticacid)/GelatinSupplementedwith Cellulose Nanocrystals and AntioxidantExtractfromAlmond Shell By-Product and Its Application on HassAvocadoPreservation. *Polymers*, 13(21), 3615.
130. Vásquez, MB, Flores, SK, Campos, CA, Alvarado, J., & Gerschenson, LN (2009). Activité antimicrobienne et propriétés physiques des films et revêtements comestibles à

base d'amidon de chitosan et de tapioca. *Food Research International* , 42 (7), 762-769.

131. Vermeiren, L., Devlieghere, F., van Beest, M., de Kruijf, N., & Debevere, J. (1999). Developments in the active packaging of foods. *Trends in food science & technology*, 10(3), 77-86.
132. Vickers, N. J. (2017). Animal communication: when i'm calling you, will you answer too?. *Current biology*, 27(14), R713-R715.
133. Wang, H., Ding, F., Ma, L., & Zhang, Y. (2021). Edible films from chitosan-gelatin: Physical properties and food packaging application. *Food Bioscience*, 40, 100871.
134. Wu, K., Su, D., Liu, J., Saha, R. & Wang, JP (2019). Nanoparticules magnétiques en nanomédecine : un examen des progrès récents. *Nanotechnologie* , 30 (50), 502003.
135. Yam, K. L., Takhistov, P. T., & Miltz, J. (2005). Intelligent packaging: concepts and applications. *Journal of food science*, 70(1), R1-R10
136. Yousif, AK, & Alghzawi, HM (2000). Traitement et caractérisation de la poudre de caroube. *Chimie alimentaire* , 69 (3), 283-287.
137. Yucel, U. (2015). Intelligent Packaging
138. Zhang, S. Q., Bi, H. M., & Liu, C. J. (2007). Extraction of bio-active components from *Rhodiola sachalinensis* under ultrahydrostatic pressure. *Separation and Purification Technology*, 57(2), 277-282