



**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 : **ASSAL Ouahiba**

**LAACHI Zahia**

*Thème*

---

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

---

Soutenu le, .....

**Devant le Jury :**

M.BEKADA Ahmed	Président	Prof.	U-Tissemsilt
M. MOUSSAOUI Badreddine	Encadrant	M.C.A	U-Tissemsilt
M.HALLAL Nouria	Examinatrice	M.C.B	U-Tissemsilt

**Année universitaire : 2021-2022**

*Remerciement*

*Commençons par remercier et louer « Allah » de nous avoir accordé le succès et donné la force et la volonté de mener cette recherche et accomplir ce travail.*

*Nous adressons également nos sincères remerciements à M. MOUSSAOUI Badreddine, pour ses efforts, sa patience et sa motivation.*

*Nous remercions M. Bekada d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire. Que M<sup>elle</sup>. Hallel, trouve ici l'expression de nos sincères remerciements pour avoir accepté de juger ce travail.*

*Nos remerciements vont également à M. Laafer Mohamed, l'ingénieur de laboratoire pour son soutien inestimable, et à tous ceux qui ont contribué à la réussite de ce travail.*

***Dédicace***

*Je dédie ce travail*

*À Mes parents, Merci pour votre affection, Vos encouragements et vos sacrifices... Que Dieu vous garde.*

*À mes sœurs Rania et Ichrak*

*À mes frère Mohamed, Abdou et Ismail*

*À mes proches amies Hanane, Zahia, Wafaa, Hayat et Khadidja*

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

*Nesrine, Soulef, Naima, Sarra, Sarra, Ilhem*

*À mon encadreur M.MOUSSAOUI Badreddine*

*À toute personne qui m'aime, À toute personne que j'aime À tous ceux qui  
cherchent le savoir.*

***Ouahiba***

*Dédicace*

*A mes chers parents*

*Exprimer mes sentiments et décrire à quel point ils m'ont sacrifié,  
encouragé et soutenu pour réussir mon parcours académique*

*A mes chères frères et sœurs qui m'ont encouragé et soutenue mon  
grand-père, ma grand-mère et mon neveu, que Dieu ait pitié d'eux et de  
toute ma famille*

*Je n'oublie pas non plus tous mes amis qui étaient à mes côtés, Ouahiba,  
Khadija et Hanan et mes collègues Sarah, Sarah, Ilham, Nadia*

*A tous ceux que je porte dans mon cœur.*

*Zahia*

*Résumé*

Cette étude a pour objectif d'intégrer la bactérie bénéfique *Lactobacillus rhamnosus* lors de la fabrication d'un film probiotique comestible fondé sur le mucilage de figuier de barbarie et la gomme de caroube. Le rendement d'extraction respectif a touché  $1.62 \pm 0.08\%$  et  $40 \pm 1.41\%$  pour le mucilage et la gomme. Le biofilm probiotique a montré un bon aspect visuel, une épaisseur de  $0.057 \pm 0.008$  mm, une humidité de  $40.34 \pm 0.05\%$  et une hydrosolubilité allant à  $93.87 \pm 0.06\%$ . Sa perméabilité à la vapeur d'eau et sa transparence étaient de l'ordre  $1.88 \times 10^{-10} \pm 0.1 \times 10^{-11}$  ( $\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ) et  $18.28 \pm 2.12\%$ . Malgré leur manque de survie après séchage du film, la présence des probiotiques dans le film donne un pouvoir antioxydant de  $10.46 \pm 0.02\%$  et une biodégradabilité de  $56.52 \pm 0.05\%$ . Les films probiotiques maintiennent un bon niveau de qualités organoleptiques des pommes conservées et conduisent vers une perte de poids amoindrie, un pH plus bas, et un degré de solides solubles plus haut.

**Mots clés :** mucilage, gomme, biofilm, probiotique.

*Abstract*

This study aims to integrate the beneficial bacterium *Lactobacillus rhamnosus* into the formulated edible probiotic film based on prickly pear mucilage and locust bean gum. The respective extraction yield was  $1.62 \pm 0.08\%$  and  $40 \pm 1.41\%$  for mucilage and gum. The probiotic biofilm showed good visual appearance, a thickness of  $0.057 \pm 0.008\text{mm}$ , a humidity of  $40.34 \pm 0.05\%$  and a rate of water solubility of  $93.87 \pm 0.06\%$ . Its water vapor permeability and transparency were  $1.88 \times 10^{-10} \pm 0.1 \times 10^{-11} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$  and  $18.28 \pm 2.12\%$ . Despite their lack of survival after film drying, the presence of probiotics gives an antioxidant power of  $10.46 \pm 0.02\%$  and a biodegradability percentage of  $56.52 \pm 0.05\%$  for the tested film. The probiotic films maintain a good level of organoleptic qualities of the preserved apples and lead to less weight loss, a lower pH, and a higher degree of soluble solids.

**Keywords:** mucilage, gum, biofilm, probiotic.

## المخلص

ترمي هذا الدراسة الدمج البكتيريا النافعة *Lactobacillus rhamnosus* في تكوين غشاء معزز حيويًا (بروبيوتيك) صالح للأكل بالاعتماد على صمغ غيالتينا لشوكيو والخروب. بلغ مردود الاستخلاص  $0.08 \pm 1.62\%$  و  $1.41 \pm 40\%$  للصمغين المذكورين انفا على التوالي. أظهر الغشاء المعزز حيويًا مظهرًا خارجيًا جيدًا، كما سجل سمًا وطوبئة وقابلية للذوبان في الماء تقدر ب  $0.008 \pm 0.057$  مم،  $0.05 \pm 40.34\%$  و  $0.06 \pm 93.87\%$  نواليا. وصلت نفاذية الغشاء البروبيوتيكي لبخار الماء وشفافيتها إلى  $10 \times 1.88 \pm 10 \times 0.1$  (غ.م<sup>1</sup>. باسكال<sup>1</sup>. ثا<sup>1</sup>) و  $2.12 \pm 18.28\%$ . على الرغم من ضعف قومة هذه البكتيريا لحرارة تجفيف الفيلم، فإن وجودها أعطت قوة مضادة للأوكسدة مساوية ل  $0.02 \pm 10.46\%$  وقابلية للتحلل البيولوجي بدرجة  $0.05 \pm 56.52\%$ . حافظنا لأفلام المعززة حيويًا على درجة جيدة من الصفات الحسية لقطع التفاح المحفوظ، كما خفضت فقدان وزن هذه القطع، ومنحت لها حموضة أقل ودرجة أعلى للمواد الصلبة الذاتية.

**الكلمات المفتاحية:** صمغ غيالتينا لشوكيو، صمغ الخروب، غشاء، معزز حيويًا.

*Liste des abréviations*

°	Degré
°C	Degré Celsius
µl	Microlitre
µm	Micromètre
CaCl <sub>2</sub>	Chlorure de calcium
cm	Centimètre
CO <sub>2</sub>	Dioxyde de carbone
g	Gramme
h	Heure
LBG	La gomme de caroube
m	Mètre
min	Minute
ml	Millilitre
mm	Millimètre
MUC	Mucilage
OFI	<i>Opuntia ficus indica</i>
p/p	Poids/poids
p/v	Poids/volume
pH	Potentiel d'hydrogène
s	Seconde
UV	Ultraviolet
UFC	Unité Forme Colonies

*Liste des tableaux*

<b>Tableau 1.</b> Principaux composants des cladodes du figuier ce Barbarie ( <b>Stintzing&amp; Carle, 2005</b> ). .....	03
<b>Tableau 2.</b> Composition glucidique de mucilage ( <b>Saenz &amp; uevas, 2013</b> ) .....	03
<b>Tableau 3.</b> Composition chimique de la graine du caroubier ( <b>Dakia et al., 2007 ; Dakia, 2011., Lizardo et al., 2002</b> ). .....	07
<b>Tableau 4.</b> Appareillage et produits chimiques utilisés dans l'étude.....	14
<b>Tableau 5.</b> Les rendements d'extraction de mucilage et de la gomme de caroube (LBG) .....	22
<b>Tableau 6.</b> Les propriétés physicochimiques des biofilms .....	24
<b>Tableau7.</b> La viabilité bactérienne avant et après séchage et l'activité antioxydante .....	30
<b>Tableau 8.</b> Valeurs de pH des morceaux de pommes avant et après 10 jours de stockage à 5°C. .....	33

**Liste des figures**

<b>Figure 1.</b> Partie végétatives du Figuier de Barbarie avec (a) les cladodes, (b) la fleur, (c) le fruit et (d) les graines ( <b>Lagab &amp; Chami, 2021</b> ).....	02
<b>Figure 2.</b> Les sous-unités formant le mucilage ( <b>Beeper trou, 2014</b> ) .....	04
<b>Figure 3.</b> Structure de mucilage des cladodes de <i>l'Opuntia ficus indica</i> ( <b>Lefsih et al., 2016</b> )... .....	04
<b>Figure 4.</b> Caroubier ( <b>Haddarah, 2013</b> ).....	05
<b>Figure 5.</b> Graines du caroubier (a) Photographie général et (b) Caractéristiques dimensionnelles ( <b>Karababa &amp; Cokuner, 2013</b> ).....	06
<b>Figure 6.</b> (a) Coupe transversale d'une graine de caroube (b) Photographie des composants constitutifs de la graine ( <b>Dakia et al., 2008</b> ). .....	07
<b>Figure 7.</b> Photos de biofilms à base de A) Chitosan B) Caroube et C) <i>Gleditsia Triacanthos</i> ( <b>Benabbou, 2009 ; Guemmane &amp; Kerfal, 2016</b> ).....	09
<b>Figure 8.</b> Zone d'échantillonnage des cladodes <i>d'Opuntia</i> ( <b>Google, s.d</b> ).....	12
<b>Figure 9.</b> Emballages alimentaire actif absorbant (A) et intelligent L'étiquette se colore lorsqu'un produit n'est plus consommable (B) ( <b>Kuzma, 2017</b> ) .....	13
<b>Figure 10.</b> Diagramme du protocole expérimental de l'étude .....	15
<b>Figure 11.</b> La poudre de mucilage (A) et de la gomme de caroube (B).....	22
<b>Figure 12.</b> Les biofilms composites de mucilage et LBG (A) avec probiotique et (B) sans probiotique.....	24
<b>Figure 13.</b> Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.....	25
<b>Figure 14.</b> Mesure de l'angle de contact par le logiciel imagej.....	26
<b>Figure 15.</b> La viabilité des <i>L. rhamnosus</i> avant et après le séchage .....	29
<b>Figure 16.</b> La courbe de biodégradabilité .....	31
<b>Figure 17.</b> Histogramme représentant la baisse du poids des pommes enrobées par les 03 solutions après 10 jours de stockage à 5°C . .....	32
<b>Figure 18.</b> Enrobage des pommes dans les solutions filmogènes et l'eau distillé .....	32

**Figure 19.** Radar représentant l'évaluation des qualités sensorielles des pommes non enrobées, enrobées sans probiotiques et enrobées avec probiotiques après A) 05 et B) 10 jours de stockage à 5°C ..... 35

**Figure 21.** Les pommes enrobées ou non par les solutions filmogènes après A) 5 et B) 10 jours de stockage à 5°C ..... 36

## *Table des matières*

*Remerciements*

*Dédicaces*

*Résumé*

*Abstract*

*ملخص*

*Liste des abréviations*

*Liste des tableaux*

*Liste des figures*

*Introduction* ..... 01

### *Partie bibliographique*

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

I.1. Le figuier de barbarie et son mucilage .....	02
I.1.1. les cladodes.....	03
I.1.2. Le mucilage .....	03
I.1.3. Le mucilage d' <i>Opuntia ficus-indica</i> .....	04
I.1.4. Importance du mucilage .....	05
I.1.4.1. Utilisation médicale et thérapeutique .....	05
I.1.4.2. Utilisation cosmétique .....	05
I.1.4.3. Utilisation pharmacologique .....	05
I.2. Le caroubier et la gomme de sa caroube .....	05
I.2.1. Les graines de caroube .....	06
I.2.2. La gomme de caroube « Locust Bean Gum LBG » .....	06
I.2.3. Importance de la gomme de caroube .....	07

#### *Chapitre II : Les biofilms*

II. L'emballage comestible .....	08
II.1. Les types d'emballage comestibles .....	08

II.1.1. Les emballages alimentaires actifs .....	08
II.1.1.1. Les emballages comestibles probiotiques .....	08
II.1.2. Les emballages intelligents .....	09
II.2. Les propriétés del'emballage comestible .....	09
II.2.1. Comestibilité et biodégradabilité .....	09
II.2.2. Protection physique et mécanique .....	09
II.2.3. Fonctionde barrière à la migration .....	09
II.2.4. Commodité et préservation de la qualité .....	10
II.2.5. Prolongation de la durée de conservation et amélioration de la sécurité .....	10
II.2.6. Support de substances actives et contrôle de leur libération.....	10
II.3.Classification des films et enrobages comestibles .....	10
II.3.1. Films et enrobages comestibles à base de polysaccharides .....	10
II.3.2. Films et enrobages comestibles à base de protéines.....	10
II.3.3. Films et enrobages comestibles à base de lipides.....	11
II.3.4. Films et enrobages comestibles composites.....	11
II.4.Applications .....	11
II.4.1. Sur les fruits et les légumes frais et peu transformés .....	11
II.4.2. Sur les produits à base de viande, de volaille et de poisson .....	11
II.4.3. Produits frits à l'huile.....	12

## *Partie expérimentale*

### *Chapitre III : Matériels et méthodes*

III.1. Objectif .....	13
III.2. Matériel.....	13
III.2.1.Matière végétale .....	13
III.2.2. Matériel du laboratoire .....	14
III.3. Protocole expérimental.....	14
III.3.1. Extraction des polymères .....	16
III.3.1.1. Mucilage .....	16
III.3.1.2.Gomme de caroube .....	16
III.3.1.3.Rendement d'extraction.....	16
III.3.3.Elaboration des films .....	16
III.3.3.1. Solutions filmogènes.....	16

III.3.3.2. Inoculation des solutions filmogènes .....	17
III.3.3.3. Préparation des films .....	17
III.3.4. Caractérisation physicochimique des films .....	17
III.3.4.1. Epaisseur du film .....	17
III.3.4.2. Teneur en humidité .....	17
III.3.4.3. Solubilité dans l'eau (Ws).....	18
III.3.4.4. L'angle de contact avec l'eau .....	18
III.3.4.5. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) .....	18
III.3.4.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film .....	18
III.3.5. Viabilité des probiotiques lors du séchage du film .....	19
III.4. Activité antioxydante des films .....	20
III.5. Biodégradabilité .....	20
III.6. Application des solutions filmogènes comme enrobage des pommes .....	20
III.6.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes .....	21
III.6.2. Solides solubles totaux .....	21
III.6.3. Analyse sensorielle des pommes enrobées .....	21

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

IV.1. Rendement d'extraction .....	22
IV.2. Caractérisation physicochimique et fonctionnelle des biofilms .....	22
IV.2.1. Epaisseur des films .....	24
IV.2.2. Densité .....	25
IV.2.3. Teneur en humidité du film .....	25
IV.2.4. Solubilité dans l'eau .....	26
IV.2.5. L'angle de contact .....	26
IV.2.6. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du film .....	27
IV.2.7. Taux de transmission de la lumière et transparence du film .....	27
IV.2.8. Viabilité des probiotiques lors du séchage du film .....	28
IV.3. Capacité antioxydante .....	29

IV.4. La biodégradabilité des films .....	30
IV.5. Application des solutions filmogènes comme enrobage des pommes .....	31
IV.5.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes .....	31
IV.5.1.1. Perte de poids .....	31
IV.5.1.2. pH .....	32
IV.5.2. Solides solubles totaux (°Brix) .....	33
IV.5.3. Analyse sensorielle des pommes enrobés .....	34
Conclusion.....	37
Annexe .....	38
<i>Références bibliographiques</i> .....	40

# *Introduction*

## *Introduction*

À l'heure actuelle, les plastiques sont les matériaux d'emballage alimentaire les plus couramment utilisés dans le monde, alors qu'ils sont pour la plupart non réutilisables, non biodégradables et peuvent, dans des conditions spécifiques, entraîner des effets toxiques et de graves conséquences environnementales (**Luchese et al., 2018 ; Podshivalov et al., 2017**)

L'orientation récente de la communauté scientifique s'est emparée par le développement d'alternatives aux matériaux d'emballage en plastique, principalement en raison de satisfaire davantage aux exigences des consommateurs soucieux de plus en plus pour leur santé individuelle, la qualité nutritionnelle de leur assiette et le niveau de sécurité de leur alimentation, sans autant contourner la nécessité de rassurer la conscience grandissante à l'égard de la durabilité environnementale.

Ainsi, le retour vers la nature, vers les produits de terroir ou même les sous-produits d'origine animale ou végétale, sans surpasser bien évidemment le monde microbien, représente la feuille de route dans l'innovation des emballages/films bon marché, convenables à la consommation humaine, non toxiques et biodégradables. En plus, le néoconcept de dualité de fonction conditionnement/alimentation ou conditionnement/cure est très prometteur et suscite beaucoup d'intérêt dans des domaines variés ; médicale, pharmaceutique, alimentaire, cosmétique...

C'est dans cet angle que s'insère cette étude qui tente de formuler un film comestible à base de colloïdes issus des plantes locales trouvées à la Wilaya de Tissemsilt; le mucilage des cladodes d'*Opuntia* et la gomme des graines de caroubes. Ce film sera incrusté par une souche probiotique qui complète le double effet désiré de protection/thérapie.

Le but de notre étude est de fabrication et caractérisation d'un biofilm comestible probiotique à base de mucilage des cladodes et gomme de caroube locale, ainsi que son application sur les pommes afin de prolonger leur durée de vie.

Ce mémoire commencera par une étude bibliographique qui contient successivement un chapitre sur le mucilage d'*Opuntia* et la gomme de caroube, et un autre qui parle sur les emballages comestibles. La partie expérimentale, représente la deuxième moitié majeure du mémoire et s'occupe à citer les techniques utilisées pour la fabrication, la caractérisation et l'exploitation du biofilm probiotique, puis à donner et interpréter les résultats trouvés dans ces expériences. Une conclusion générale exposera une synthèse globale de ce travail et sera suivie par les perspectives à prendre dans les recherches ultérieures.

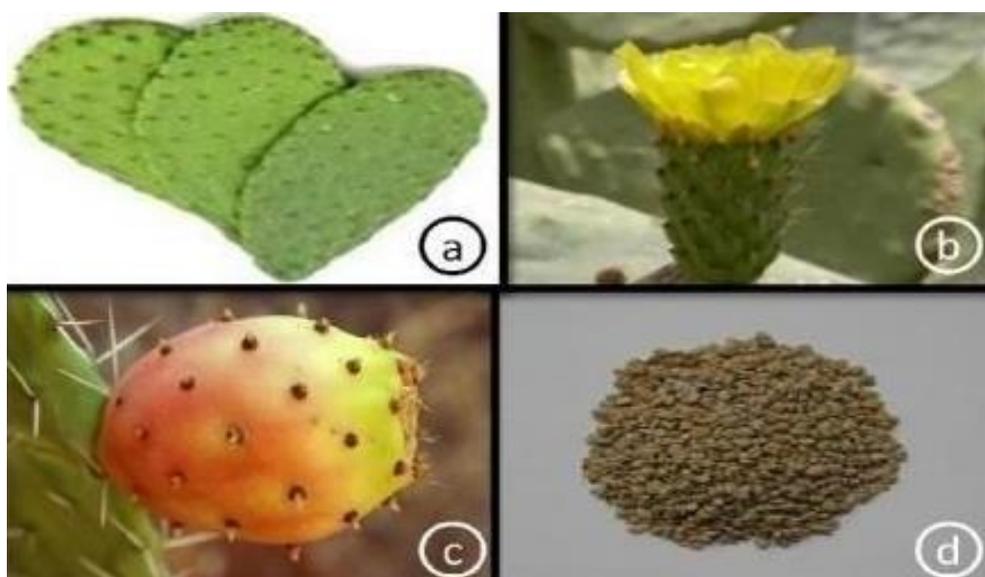
## *Partie bibliographique*

## *Chapitre I*

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

### I.1. Le figuier de barbarie et son mucilage

Le figuier de Barbarie est une plante arborescente résistante originaire du Mexique de 3 à 5 m de haut, constituée d'un tronc épais et ligneux et une organisation en articles verts aplatis, elliptiques ou ovoïdaux, ayant une longueur de 30 à 50 cm, une largeur de 15 à 30 cm et une épaisseur de 1.5 à 3 cm (Reynolds et al., 2003 ; Aknouche , 2018). C'est une plante intéressante en raison des conditions environnementales dans lesquelles elle se développe et sa résistance aux conditions climatiques extrêmes (Hernández-Urbiola et al., 2011). Il existe deux variétés de figuier barbarie, la variété inerme et la variété épineuse (Neffar, 2012).



**Figure 1.** Partie végétatives du Fiquier de Barbarie avec (a) les cladodes, (b) la fleur, (c) le fruit et (d) les graines (Lagab& Chami, 2021).

Les raquettes ou cladodes *d'Opuntia* à fonction chlorophyllienne sont recouvertes de cutine ;une cuticule cireuse qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs. Ces cladodes très fibreux, retiennent l'eau et permettent à la plante de résister à la chaleur et à la sécheresse (Massdak, 2018).

Ses fleurs hermaphrodites sont marginales sur le sommet des cladodes, avec une couleur jaune devenant rougeâtre à l'approche de la sénescence de la plante. Les fruits sont des baies charnues ovoïdes ou piriformes pourvues d'épines, généralement verdâtres ou jaunes à maturité (Espinosa et al., 1973). La pulpe de fruit est toujours juteuse, de couleur jaune-orangé, rouge ou pourpre parsemée de nombreuses petites graines (Belmiloud, 2013). Les graines sont riches en vitamines et en oligoéléments, et donne une huile très recherchée pour sa qualité dermatologique très recherchée (figure 1) (Boutakiout, 2015).

## I.1.1. les cladodes

La composition chimique des cladodes varie en fonction des facteurs édaphiques, l'endroit de la culture, la saison et l'âge de la plante. Par conséquent, les teneurs en éléments nutritifs respectifs varient à la fois entre les espèces et les variétés et ils ne devraient pas être pris comme des valeurs absolues (Stintzing and Carle, 2005).

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

Composant	Teneur	
	g/100g de matière séché	g/100g de poids frais
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.1.2.Le mucilage

La production de mucilage est un attribut de la famille des cactacées. Ce composé polysaccharidique est sécrété par les cellules mucilagineuses situées dans des cellules spécialisées du chlorenchyme et du parenchyme (Nobel et al.,1992 ; Sáenz et al., 2004).Son rôle physiologique a été associé à sa capacité de rétention d'eau dans des conditions climatiques défavorables (Goycoolea& Cárdenas, 2003).

**Tableau 2.**Composition glucidique de mucilage (Saenz & uevas, 2013)

Glucide	Valeur
Arabinose	24.6 -42%
Galactose	21- 40%
Rhamnose	7 -13.1%
Xylose	22 -22.2%
Acide glucuronique	7-13.1%

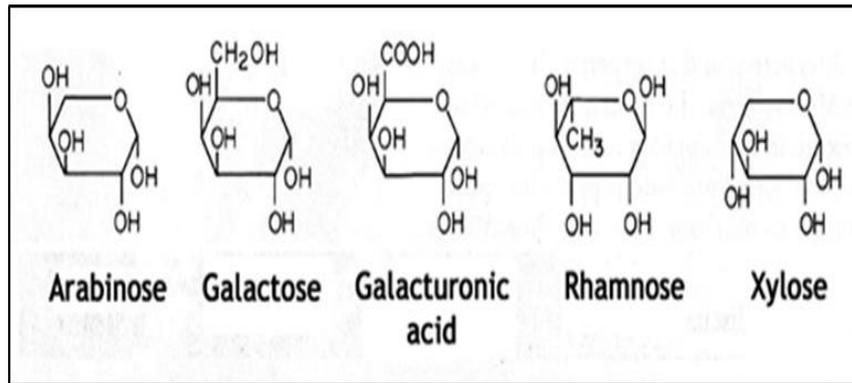


Figure 2. Les sous-unités formant le mucilage (Beeper trou, 2014)

I.1.3. Le mucilage d'Opuntia ficus-indica

Le mucilage d'Opuntia ficus-indica est une substance épaisse et gommeuse et c'est ce qui fournit la capacité naturelle du cactus à stocker de grandes quantités d'eau. Lorsqu'il gonfle avec l'eau, il se produit des propriétés tensioactives uniques donnant au mucilage une capacité présumée à précipiter des particules et des ions à partir de solutions aqueuses (Sáenz et al., 2004).

Il est composé de 55 résidus de sucresy compris l'arabinose, le rhamnose, le galactose et le xylose (figure 3) (Amin et al., 1970). Son poids moléculaire varie selon les techniques d'extraction et la possibilité de contamination (Sáenz et al., 2004). Les chercheurs ont rapporté un poids moléculaire allant de 3x10<sup>6</sup> à 4.3x10<sup>6</sup>g/mol (Trachtenberg et Mayer, 1981 ; Cárdenas et al., 1997 ; Medina-Torres et al., 2000).

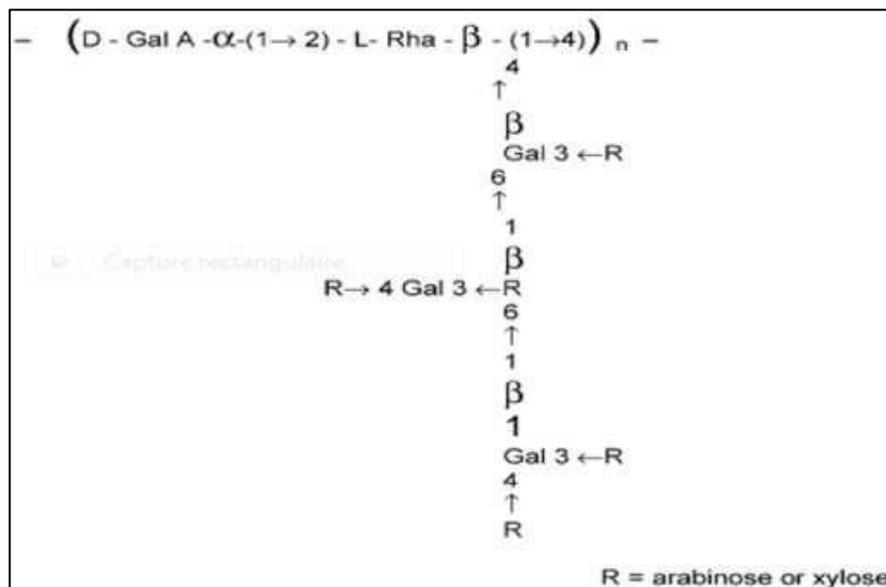


Figure 3. Structure de mucilage des cladodes de l'Opuntia ficus indica (Lefsih et al., 2016).

#### I.1.4. Importance du mucilage

##### I.1.4.1. Utilisation médicinale et thérapeutique

Le mucilage baisse le taux de cholestérol total dans le sang, comme il comporte une grande variété de composés antioxydants (polyphénols, flavonoïdes, vitamines C et E,  $\beta$ -carotène glutathion), capable de réduire le risque de cancer, des maladies cardiovasculaires et des maladies neuro-dégénératives (l'Alzheimer) (Feugang et al. 2006 ; Elkharrassi, 2015).

##### I.1.4.2. Utilisation cosmétique

Le mucilage des cladodes est utilisé dans la fabrication des shampoings, des assouplissants des cheveux, des crèmes dermiques et des laits hydratants. Il est également utilisé depuis longtemps par les femmes rurales pour assouplir leurs cheveux (Lagab & Chami, 2021).

##### I.1.4.3. Utilisation pharmacologique

Le mucilage des cladodes est reconnu comme une fibre qui influence positivement le métabolisme du glucose et des lipides, le contrôle de l'obésité et pour la fonction prébiotique du microbiote du gros intestin (Lagab & Chami, 2021).

#### 1.2. Le caroubier et la gomme de sa caroube

Le caroubier (*Ceratonia siliqua*) ; du grec « Keras » ou corne et du latin « siliqua » qui désigne une silique ou une gousse. C'est une plante vivace des Caesalpiniodeae appartenant à la famille des Légumineuse (Figure 5). Avec sa période de vie productive de plus de cent ans, le caroubier est cultivé dans les zones douces et même sèches à l'exemple des pays méditerranéens, pour offrir une production mondiale de caroube de 160000 tonnes/an (Barak & Mudgil, 2014; Goulas et al., 2016).



Figure4. Lecaroubier (Haddarah, 2013).

### I.2.1. Les graines de caroube

Le caroubier pousse naturellement dans toute la région méditerranéenne et produit des fruits sous forme de gousse qui renferme de nombreuses petites graines brunes, biconvexes et extrêmement dures, séparées les unes des autres par des cloisons pulpeuses (Dakia, 2003). Chaque gousse peut contenir environ douze graines (10% de sa masse) uniformes et semblables aux graines de pastèque (Bernardo-Gil et al., 2011 ; Dakia, 2011).

Ces graines ont une longueur comprise entre 5.5 et 6.0 mm et une largeur comprise entre 3.4 et 4 mm (figure 6) (Dakia et al., 2007). Elles sont constituées de trois parties (Daas et al., 2000 ; Ndir et al., 2000 ; Dakia et al., 2007 ; Dakia et al., 2008 ; Simoes et al., 2011):

- Une enveloppe résistante (30-33% de la graine) de couleur brune appelée les téguments ou la cuticule marron ;
- Un endosperme blanc et translucide (42-46% de la graine), constitué majoritairement de galactomannanes (80-91%), avec 6% de protéines, 3 à 4% de cellulose et 1% de cendres ;
- Un embryon ou un germe (23-25% de la graine), possédant une valeur énergétique très élevée due à sa richesse en protéines principalement solubles dans l'eau et de lipides majoritairement insaturés.

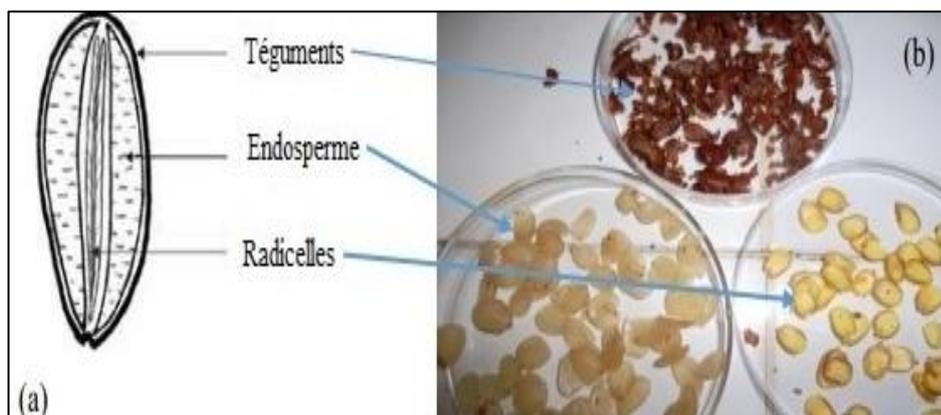


**Figure 5.** Graines du caroubier (a) photographie générale et (b) caractéristiques dimensionnelles (Karababa&Cokuner, 2013).

### 1.2.2. La gomme de caroube « LocustBean Gum LBG »

La gomme de caroube (LBG) est un mucus hydrosoluble inclus dans l'endosperme. La LBG de haute pureté est formée de 10 à 13% d'humidité, 5% de protéine, 1% de cendres, 1% des

fibres et une fraction principale de 80 à 85% de galactomannane répartie en 16 à 20 % de D-galactose et de 80 à 84 % de D-mannose(Maier et al., 1993 ;Salinas et al.,2015).



**Figure 6.** (a) Coupe transversale d'une graine de caroube (b) Photographie des composants constitutifs de la graine (Dakia et al., 2008).

**Tableau 3.** Composition chimique de la graine du caroubier (Dakia et al., 2007 ; Dakia, 2011., Lizardo et al., 2002)

Constituant	Radicelles %	Endospermes %
<b>Humidité</b>	5.6 - 8.3	5.82 - 9.3
<b>Protéines</b>	54.7 - 67.1	1.82 - 5.20
<b>Lipides</b>	7.1 - 8,2	1.3
<b>Hydrates carbone</b>	13.3 - 23.9	80 - 9.8
<b>Cendres</b>	5.6 - 6.5	0.95 - 1.0

#### 1.4.5.Importance de la gomme de caroube

La gomme de caroube connaît plusieurs applications industrielles en raison de sa capacité à former une solution très visqueuse à une faible concentration, en plus de ses propriétés épaississantes, émulsifiantes et stabilisantes (Sandolo et al.,2007).

*Chapitre II*  
*L'emballage comestible*

## **II. L'emballage comestible**

Par définition, un emballage alimentaire est une fine couche formée directement sur la surface des aliments ou formé séparément sous forme de feuille/film mince et enroulé sur leur surface plus tard (Guilbert et al., 1995 ; Shit&Shah, 2014).

Les emballages comestibles sont fabriqués à partir d'ingrédients consommables par l'homme, le problème d'élimination des déchets est presque nul. Même s'il ne se mange pas, il se dégrade plus vite par rapport au synthétique, l'exigence de décharge est grandement réduite. En outre, comme les matériaux d'emballage sont sans danger pour consommation humaine, la transmission des molécules d'emballage dans les aliments ne crée aucun problème de santé(Guilbert et al., 1995 ; Shit &Shah, 2014).

### **II.1.Les types d'emballage comestibles**

#### **II.1.1. Les emballages alimentaires actifs**

Cette technologie de pointe intègre des composants actifs (par exemple, des antioxydants) dans la matrice d'emballage polymère (Baptist et al., 2018 ; Munteanu et al., 2019). La matrice polymérique libère/absorbe alors des substances dans/depuis les aliments conservés oule milieu environnant pour maintenir et prolonger la durée de conservation (Wicochea et al.,2019).

##### **II.1.1.1. Les emballages comestibles probiotiques**

Les films et les revêtements comestibles ont été introduits en tant que supports efficaces pour la livraison de plusieurs composés bioactifs, comme les probiotiques dans les systèmes alimentaires ( Kanmani& Lim, 2013 ; López de Lacey et al., 2012 )

Les probiotiques sont définis comme des organismes vivants qui, lorsqu'ils sont administrés en quantités adéquates ( $>10^6$  à  $10^7$ UFC/g), confèrent des avantages pour la santé à l'hôte (FAO &WHO 2002). Bien que la fonctionnalité des probiotiques dépende généralement de la souche, des bienfaits pour la santé, notamment la régulation du tractus gastro-intestinal, la stimulation du système immunitaire, la réduction des taux de cholestérol sérique et de l'intolérance au lactose et la prévention du cancer et des maladies cardiovasculaires, ont été signalés (Saad et al., 2013).

#### **II.1.2. Les emballages intelligents**

Ces systèmes peuvent surveiller les influences physico-chimiques telles que les conditions environnementales, et également prévenir les changements microbiologiques. Il est possible de citer par exemple un emballage qui informe le consommateur par un changement de couleur si un aliment n'a pas été conservé à la bonne température. Ils sont largement utilisés dans

les aliments et les boissons, mais aussi dans les produits de santé, les soins personnels et d'autres (Schaefer et al. 2018 ; Biji et al. 2015).



A

B

**Figure 7.** Emballages alimentaire (A) actif absorbeur et (B) intelligent à étiquette qui se colore lorsque le produit n'est plus consommable (Kuzma, 2017)

## II.2. Les propriétés de l'emballage comestible

L'emballage comestible doit couvrir plusieurs propriétés dont les principales sont (Han, 2003):

### II.2.1. Comestibilité et biodégradabilité

Pour maintenir leur comestibilité et leur biodégradabilité, tous les composants du film doivent être des ingrédients de qualité alimentaire et biodégradables sans danger pour l'environnement.

### II.2.2. Protection physique et mécanique

Les propriétés mécaniques doivent être optimisées concernant la résistance à la traction, l'allongement à la rupture, le module d'élasticité, la résistance à la compression, à la perforation, à la déchirure, à l'éclatement, à l'abrasion, en plus de la rigidité, la force d'adhérence et l'endurance au pliage, etc.

### II.2.3. Fonction de barrière à la migration

Toutes les propriétés de barrière sont affectées par la composition du film, des conditions d'humidité relative et de température. Les emballages comestibles peuvent être utilisés pour retenir l'humidité et réduire l'absorption de matières grasses dans les aliments (Dragich&Krochta, 2009).

**II.2.4. Commodité et préservation de la qualité**

Les emballages comestibles peuvent retarder la déshydratation de la surface, l'absorption d'humidité, l'oxydation des ingrédients, la perte d'arôme, l'absorption d'huile de friture, la maturation/vieillessement et la détérioration microbienne des produits alimentaires. Ils contribuent également à la qualité visuelle, à la douceur de la surface, au transport des saveurs, à l'impression de couleurs comestibles et à d'autres facteurs liés au marketing.

**II.2.5. Prolongation de la durée de conservation et amélioration de la sécurité**

La protection accrue des produits alimentaires prolonge la durée de conservation et réduit la possibilité de contamination par matières étrangères.

**II.2.6. Support de substances actives et contrôle de leur libération**

Les films et revêtements comestibles peuvent être utilisés pour les ingrédients alimentaires, les produits pharmaceutiques, les nutraceutiques et les produits agrochimiques sous forme de gélules, microcapsules, bandelettes solubles, sachets souples et enrobages sur les particules dures.

**II.3. Classification des films et enrobages comestibles**

Les films et enrobages comestibles sont classés en fonction de leurs ingrédients de constitution en quatre grandes catégories :

**II.3.1. Films et enrobages comestibles à base de polysaccharides**

Les polysaccharides comme l'amidon, la pectine, la cellulose, les gommes d'exsudat, les extraits d'algues, etc. sont sélectionnés pour fabriquer des films et revêtements comestibles après vérification de leur adéquation physique, mécanique et fonctionnelle (Saber *et al.*, 2016).

Ces films se caractérisent par une mauvaise action de barrière contre l'humidité et une perméabilité modérée à l'O<sub>2</sub> mais ils sont sélectivement perméables au CO<sub>2</sub>. Cela les rend adapté à la conservation des fruits et légumes par réduction du rythme respiratoire en modifiant l'environnement à l'intérieur du produit (Saber *et al.*, 2016).

**II.3.2. Films et enrobages comestibles à base de protéines**

Ces films et revêtements ont des propriétés fonctionnelles et technologiques améliorées et reçoivent de ce fait de plus en plus d'intérêt de la part des scientifiques et des industriels. Les protéines animales comme la gélatine et les protéines végétales comme la protéine de soja ou le gluten ont été utilisés avec succès pour le développement de ces films (Sharma & Singh, 2016)

### **II.3.3. Films et enrobages comestibles à base de lipides**

Les lipides sont utilisés depuis longtemps comme enrobage comestible pour la conservation d'articles alimentaires, à l'exemple du revêtement des agrumes par la cire en Chine ancienne, ou des produits carnés lardés de saindoux ou de graisses en Angleterre. Certains lipides, cires et résines utilisées pour le développement de films et d'enrobages comestibles sont mentionné ci-dessous(Dhaka &Upadhyay, 2018).

1. Lipides : Huile de tournesol, huile de palme, huile de coco, beurre de cacao etc.
2. Cires : cire d'abeille, cire de carnauba, huile de jojoba, cire de candelilla etc...
3. Résines : gomme arabique, gomme mesquite, gomme adragante, etc.

### **II.3.4. Films et enrobages comestibles composites**

Cette catégorie est développée par l'utilisation de plus d'un des ingrédients mentionnés ci-dessus. La logique derrière cette mixture est de profiter des réactions synergiques entre les ingrédients. Les films composites ont été signalés comme ayant de meilleurs résultats physiques et propriétés de barrière que leurs homologues individuels(Dhaka &Upadhyay, 2018).

## **II.4.Applications**

### **II.4.1. Sur les fruits et les légumes frais et peu transformés**

Dans le cas des fruits et légumes, les revêtements sont utilisés pour prévenir la perte de poids par rétention d'humidité, inhiber les micro-organismes, ralentir la respiration aérobie et améliorer l'apparence en apportant de la brillance. Les enrobages comestibles contrôlent la maturité des fruits frais en réduisant la pénétration d'oxygène dans le fruit, ralentissant ainsi l'activité métabolique et les changements qui l'accompagnent (Conforti&Zinck, 2002). De nombreuses recherches ont rassemblé les effet des nouveaux revêtements d'émulsion comestibles sur la capacité de stockage et la qualité post-récolte des fruits et légumes frais (Lin &Zhao, 2007 ; Valence-Chamorro et al., 2011).

De la même manière, ces enrobages ont le même intérêt pour les fruits et légumes frais coupés, puisqu'ils peuvent agir comme porteurs d'antioxydants et d'antimicrobiens de qualité alimentaire qui aident à réduire le brunissement enzymatique et la croissance microbienne (Rojas-Grau et al., 2009).

### **II.4.2. Sur les produits à base de viande, de volaille et de poisson**

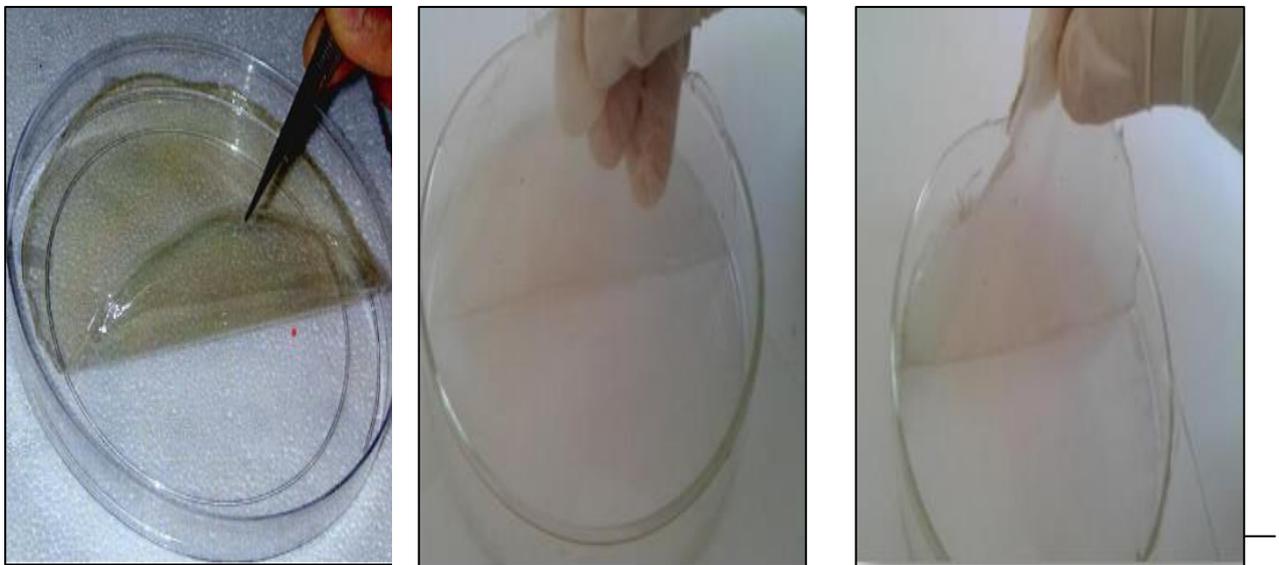
Des études sur les films comestibles au collagène ont montré leur potentiel à réduire la perte d'humidité, à minimiser l'oxydation des lipides, à prévenir la décoloration et à réduire l'égouttement des muscles (Gennadios et al., 1997). En outre, l'incorporation d'antimicrobiens

dans les revêtements, les gels ou les films peuvent également aider à contrôler la sécurité des produits carnés (Cutter, 2006).

Cependant, les enrobages comestibles peuvent être appliqués sur les produits à base de viande et de poisson par trempage, pulvérisation, moulage, roulage, brossage et moussage. Les grasses lors de la friture de viande (Dragich et Krochta, 2010 ; Rodriguez-Turienzo et al., 2011).

#### II.4.3. Produits frits à l'huile

Les produits frits sont très attrayants aux consommateurs grâce à un cœur doux et humide recouvert d'une croûte croustillante, mais peut contenir jusqu'à 50% de matières grasses. Certains enrobages comestibles, notamment ceux à base de polymères hydrophiles, constituent une bonne barrière aux graisses et huiles. Cette application est devenue de plus en plus importante ces dernières années, car l'absorption des graisses des produits frits est devenu un problème de santé lié à l'obésité et aux maladies coronariennes (García et al., 2008). Dans ce contexte, les revêtements à base de gomme gellane et de gomme de guar ont montré des résultats prometteurs (Kim et al., 2011).



A

B

C

**Figure 8.** Photos de biofilms à base de A) Chitosan, B) Caroubeet C) *Gleditsia Triacanthos* (Benabbou, 2009; Guemmane & Kerfal, 2016).

## *Partie expérimentale*

*Chapitre III*  
*Matériels et méthodes*

### III.1. Objectif

Ce travail cherche à :

- Extraire le mucilage du figuier de Barbarie et la gomme de caroube du caroubier de la région de Tissemsilt ;
- Fabriquer et caractériser des films comestibles probiotiques à base de ces deux colloïdes ;
- Evaluer l'efficacité de conservation des films élaborés comme enrobage sur des pommes.

### III.2. Matériel

#### III.2.1. Matière végétale

Les cladodes matures de 30 à 50 cm de longueur et de 15 à 30 cm de largeur, ont été récoltés aléatoirement le mois de février 2022 à partir de plusieurs Figuiers de barbarie vivants et spontanés de la région de Lardjem ( $35^{\circ} 44' 58''$  nord,  $1^{\circ} 32' 54''$  est), située à 30 km de son chef-lieu (Tissemsilt) (Figure 9).

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

Les gousses de caroube en pleine maturité ont été achetées du marché local de la Wilaya de Tissemsilt au même mois (février 2022). Les graines récupérées par concassage des gousses, ont été conservées dans des sacs de polyéthylène sombres à température ambiante dans un milieu sec jusqu'à leur utilisation.



Figure 9. Zone d'échantillonnage des cladodes *d'Opuntia* (Google, s.d)

### III.2.2. Les probiotiques

La souche bénéfique *Lactobacillus rhamnosus* provient de la collection de laboratoire LMBAFS (Laboratoire de Microorganismes Bénéfiques, Aliments Fonctionnels et Santé, Université de Mostaganem-Algérie).

### III.2.3. Matériel du laboratoire

Le tableau 04 montre les produits chimiques et l'appareillage utilisés durant la réalisation de cette étude.

**Tableau 4.** Appareillage et produits chimiques utilisés.

Appareil	Consommables	Produit chimique
- Agitateur magnétique	- Boîtes de pétri	- Chlorure de calcium (CaCl <sub>2</sub> )
- Balance analytique	- Cuves de spectrophotomètre	- DPPH
- Bec Bunsen	- Embouts jaunes et bleus	- Ethanol
- Broyeur électrique	- Pipettes pasteur	- Glycérol
- Centrifugeuse (Sigma 318ks)	- Tissu de mousseline	- PBS
- Comparateur		- MRS
- Dessiccateur		- Mcfarland
- Etuve		- Eau Distillée
- Four		
- Lampe UV		
- Micropipette réglable		
- Mixeur		
- pH mètre (HANNA)		
- Plaque chauffante		
- Réfractomètre		
- Spectrophotomètre UV-VIS (JENWAY 7305)		
- Thermomètre		

### III.3. Protocole expérimental

Le diagramme de la figure 10 rassemble la totalité des étapes réalisées en triplicata chacune, durant la partie pratique de cette étude :

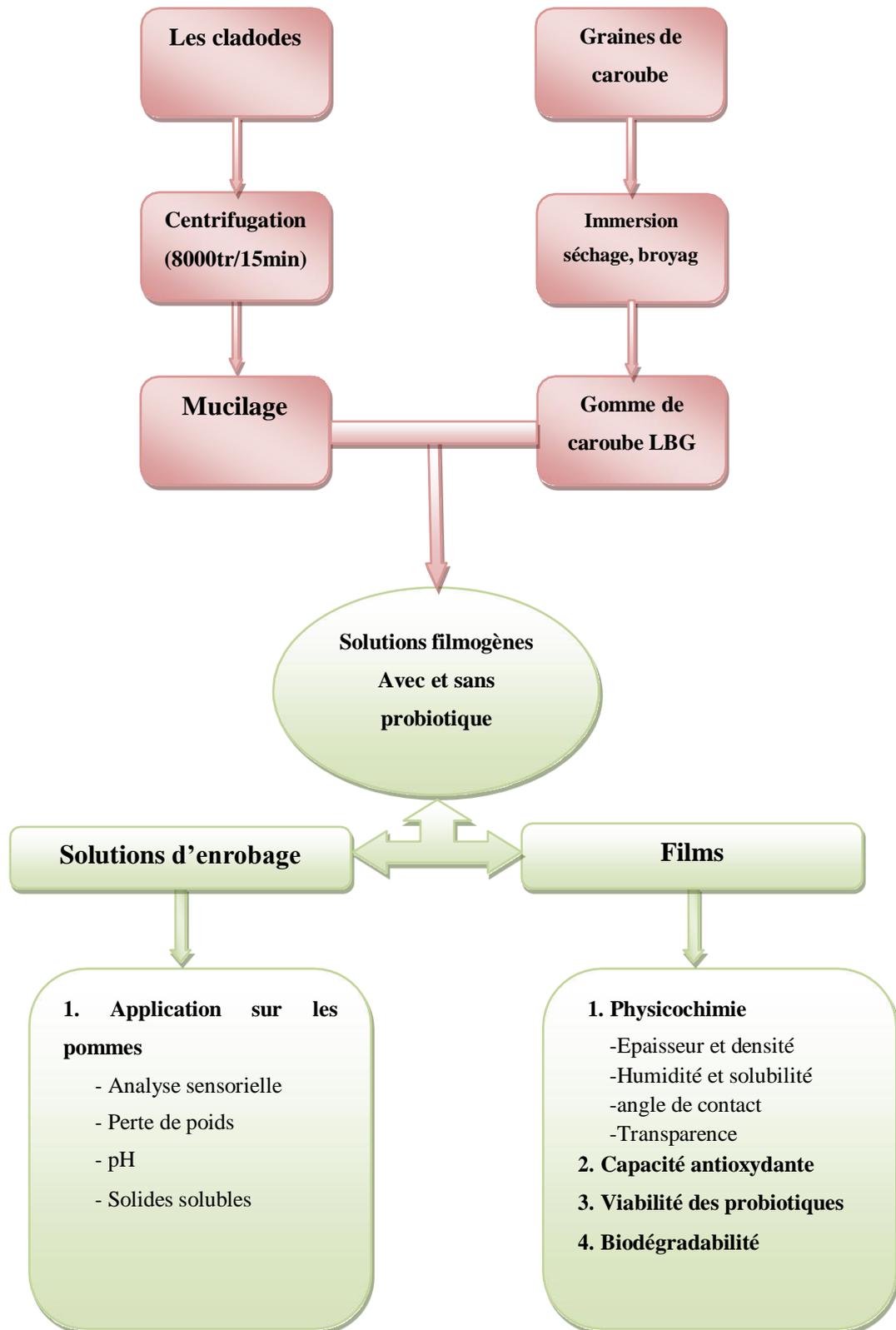


Figure 10. Diagramme du protocole expérimental de l'étude

### III.3.1. Extraction des polymères

#### III.3.1.1. Mucilage

Les cladodes débarrassés de couche externe (chlorenchyme) et coupés en morceaux cubiques ont été cuits pendant 3 à 5 min au four à micro-ondes (900 W) jusqu'à ramollissement. Les morceaux cuits et tendres ont ensuite été malaxés par un Mixer afin d'extraire le mucilage, puis centrifugés à 4 °C à une vitesse de 8000 tr/min pendant 15 min, pour éliminer les impuretés solides. Le mucilage obtenu a été séché à 60°C pendant 72 h en utilisant des moules de silicone, rendu en poudre et conservés dans des boîtes hermétiques à l'abri de l'humidité et de la lumière (Du Toit & De Wit, 2011).

#### III.3.1.2. Gomme de caroube

Les graines de caroubes (100 g) ont été bouillées dans 800ml d'eau distillée à 100°C/1 h. Ensuite, les téguments des graines gonflées ont été séparés manuellement et leur endosperme débarrassé de germe a été séché dans une étuve à 100 °C/1 à 2 h jusqu'à poids constant, puis broyés et tamisés pour obtenir la poudre LBG (Dakia et al., 2008). La poudre qui représente la gomme de caroube brute a été stockée dans un tube à essai hermétique à température ambiante (Farahnaky et al, 2014).

#### III.3.1.3. Rendement d'extraction

C'est le rapport du poids (g) de l'extrait sec de mucilage ou de gomme obtenu sur la masse initiale de cladodes frais ou graines de caroube, exprimé en pourcentage (Zhang et al., 2007) :

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

Avec :

**R%** : Rendement d'extraction (%) ;

**M** : masse de l'extrait sec obtenu « mucilage ou LBG » (g),

**M<sub>0</sub>**: masse de matière première utilisée « cladode ou graines de caroube » (g).

### III.3.3. Elaboration des films

#### III.3.3.1. Solutions filmogènes

Les solutions filmogènes ont été préparées selon la méthode décrite par Espino Diaz et al. (2010), Gheribi et al. (2018) et Kanatt, (2020) avec quelques modifications mineures. Un mélange de 2 g de mucilage dans 100 ml d'eau distillée a été agité continuellement pendant 3 h à température ambiante, avant d'être additionné de 2 g de gomme de caroube. L'agitation a été

reprise pendant 1 h à 25 °C et le glycérol a ensuite été ajouté comme plastifiant à raison de 40 % (p/p) sur la base du poids total des extraits de mucilage et de caroube. Les solutions résultantes ont encore été agitées à 70°C/30 min pour assurer l'homogénéité de la mixture.

### **III.3.3.2. Inoculation des solutions filmogènes**

La suspension bactérienne de *Lactobacillus rhamnosus* revivifiée dans un bouillon MRS à 37°C pendant 48 h, a été centrifugée à 4000g/10min dans des conditions aseptiques afin d'éliminer le surnageant et récupérer le culot cellulaire. Ce dernier a subi deux lavages/centrifugations par le tampon phosphate (PBS à pH=7.0) à la même vitesse de rotation précédente. La concentration d'inoculum a été ajustée pour atteindre la concentration requise lors d'ensemencement des solutions filmogènes en utilisant les standards Mc Farland (**De Lacey et al., 2012**)

Juste avant inoculation, la solution filmogène a été stérilisée à 80°C/10min pour tuer les agents pathogènes potentiels, puis refroidie à 37°C, les bactéries ont été ajoutées aux solutions filmogènes pour atteindre une concentration finale de 10<sup>9</sup> UFC/ml (**Li et al., 2020**).

La solution filmogène sans bactérie bénéfique a représenté le témoin de cette étude.

### **III.3.3.3. Préparation des films**

La solution filmogène, avec ou sans probiotique, a été versée sur des moules de silicone selon un rapport de 0.49mL/cm<sup>2</sup> et séchés dans une étuve à 40°C/48 h. Les films récupérés ont été refroidis dans un dessiccateur à 25°C pendant 48h, avant d'être stockés dans des sacs en plastique refermables au congélateur à (-20°C) pour empêcher la croissance des bactéries (**Espino-Díaz et al., 2010 ; Gheribi et al., 2018 ; Davachi et al., 2021**).

Avant utilisation, les sacs contenant les films ont été laissés à température ambiante jusqu'à ce qu'ils atteignent la température de 25°C (**Davachi et al., 2021**).

## **III.3.4. Caractérisation physicochimique des films**

### **III.3.4.1. Epaisseur du film**

La moyenne d'épaisseur de mesures effectuées par un comparateur à dix positions différentes de chaque film a été calculée (**Gheribi et al., 2018**).

### **III.3.4.2. Teneur en humidité**

La teneur en humidité relative (HR) des différents films a été déterminée selon le protocole de. Des échantillons de 2 cm<sup>2</sup> pesés préalablement (mi) ont été séchés au four à 90°C/24 h puis repesés (mf), et la teneur en humidité a été calculée (**Jouki et al., 2013 ; Gheribi et al., 2018**) :

$$HR = \frac{mi - mf}{mi} \times 100$$

#### III.3.4.3. Solubilité dans l'eau (Ws)

La solubilité des films dans l'eau a été testée selon la méthode de **Jouki et al. (2013)**. 2 cm<sup>2</sup> de chaque film refroidis à température ambiante dans un dessiccateur après séchage à 90°C/24 h, dont le poids était noté (mi), ont été immergés dans 50 ml d'eau distillée à 25°C pendant 30 min. Le (mf) représente le poids des morceaux non dissous séchés 24 h au four à 90°C puis refroidies à température ambiante. La solubilité dans l'eau des films a été calculée comme suit (**Gheribi et al., 2018**) :

$$ws = \frac{mi - mf}{mi} \times 100$$

#### III.3.4.4. L'angle de contact avec l'eau

Ce test réalisé selon la technique de **Gheribi et al. (2018)** reflète l'hydrophobicité de la surface des films préparés. L'angle de contact (degré °) avec l'eau défini comme l'angle entre la ligne de base et la tangente au point de contact entre une goutte d'eau de 5 µL et la surface du film, a été fourni par le logiciel imagej (**ImageJ, 64-bit Java 1.8.0\_172**). Pour chaque type de film, au moins cinq mesures à différentes positions sur la surface du film ont été prises.

#### III.3.4.5. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP)

La méthode gravimétrique de **Zhang et al. (2016)**, nous a permis de calculer la WVP (g·m<sup>-1</sup>·s<sup>-1</sup>·Pa<sup>-1</sup>). Le poids d'une coupelle en acrylique contenant du CaCl<sub>2</sub> et scellé par le film a été enregistré. La coupelle a été placée dans une étuve réglée à 20°C et contenant 500 ml d'eau distillée. Le gain de poids des coupelles a été mesuré pendant 6 h à un intervalle d'une heure pour obtenir le taux de transmission de vapeur d'eau (WVTR) des films.

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

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

Où :

WVTR : le taux de transmission de la vapeur d'eau (g·s<sup>-1</sup>) obtenu comme la pente de la régression linéaire gain de poids = f (temps), c'est le poids final moins le poids initial de l'échantillon (W<sub>f</sub> - W<sub>0</sub>) en fonction du temps (t)

e : l'épaisseur moyenne du film (m) ; A : l'aire de transfert (m<sup>2</sup>) ; ΔP<sub>v</sub> : la différence de pression de vapeur d'eau entre l'atmosphère de CaCl<sub>2</sub> et celle de la chambre (2337 Pa).

### III.3.4.6. Taux de transmission de la lumière et transparence du film

Chaque film comestible (0.5 cm x 4.0 cm) a été placé dans une cellule de quartz pour mesurer l'absorbance et la transmittance à 600 nm en utilisant un spectrophotomètre UV-visible (Zhang et al., 2016). La transparence a été calculée en utilisant l'équation de Han et al. (1997):

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

Où :

A<sub>600</sub> : l'absorbance à 600 nm, T<sub>600</sub> : la transmittance à 600 nm, s : l'épaisseur du film

### III.3.4.7. Mesure de densité

La densité a été mesurée selon la méthode citée par Ramos et al. (2012). Le poids (m) d'un échantillon de film de 3 cm<sup>2</sup> a été mesuré, la densité se calcule selon l'équation de Li et al. (2020) :

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

Où :

d : densité du film, m : masse de l'échantillon, s : surface de l'échantillon, e : épaisseur du film

### III.3.5. Viabilité des probiotiques lors du séchage du film

Le taux réel des probiotiques dans la solution filmogène a été évalué en mettant 1 ml dans 9 ml de PBS stérile avant de vortexer la suspension pendant 30 s pour assurer un mélange adéquat (Soukoulis et al., 2016). La détermination du taux des probiotiques dans les films formés consiste à dissoudre complètement 1g dans 9 ml de PBS stérile (Li et al, 2020).

L'ensemencement a été fait par la technique d'étalement sur gélose MRS à partir d'une série de dilution adéquate. L'incubation des boîtes pétri a été faite à 37°C pendant 48 h en anaérobiose (Li et al, 2020). Après dénombrement, le nombre total des bactéries a été exprimé en unités logarithmiques formant des colonies par gramme (log UFC/mL). Le taux de survie des probiotiques tout au long du processus de séchage du film a été calculé par l'équation suivante (Li et al, 2020).

$$\text{Viability}(\%) = \frac{N}{N_0} \times 100$$

Où :

N<sub>0</sub> et N représentent le nombre respectif de bactéries viables avant et après le processus de séchage du film.

### III.4. Activité antioxydante des films

La capacité antioxydante du film a été déterminée sur la base de la capacité de piégeage des radicaux DPPH par la méthode de **Qin et al. (2019)**. Dans l'obscurité, un échantillon de film de 20 mg a été mis à réagir avec 4 ml d'une solution de méthanol DPPH 100  $\mu\text{M}$  à 25°C pendant 1 h. La même solution de DPPH sans film a été utilisée comme témoin. L'absorbance de la solution réactionnelle a été mesurée à 517 nm. L'activité de piégeage des radicaux DPPH du film a été calculée en utilisant l'équation suivante (**Li et al, 2020**) :

$$\text{Acitivité antioxydante (\%)} = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100$$

Où :

$A_0$  et  $A_1$  sont respectivement l'absorbance du blanc et de la solution réactionnelle.

### III.5. Biodégradabilité

La biodégradabilité des films a été réalisée à travers l'expérience de dégradation au sol à l'échelle du laboratoire décrite par **Sanhawong et al (2017)**. Quinze échantillons de film de 3  $\text{cm}^2$  ont été enfouis dans une coupelle en plastique contenant de la terre horticole à environ 10 cm de la surface du sol. Tout au long de l'expérience, la température de l'environnement du sol était de 20°C.

Avant le test, les échantillons ont été séchés à 105°C pendant 24 h et pesés pour obtenir le poids initial ( $M_0$ ). Ensuite, la masse du film a été mesurée tous les 3 jours ( $M_1$ ). La perte de poids de l'échantillon a été déterminée comme suit (**Li et al, 2020**):

$$\text{Perte de poids (\%)} = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100$$

### III.5. Application des solutions filmogènes comme enrobage des pommes

Les pommes fraîches apportées du marché local ayant le même calibre et sans détérioration ou blessure, ont été épluchées et découpées en morceaux similaires. Ces derniers partagés en groupes de trois morceaux, ont été trempés dans les solutions filmogènes d'enrobage, avec ou sans probiotiques, pendant 60 s, avant d'être subséquentement égouttés de l'excès d'enrobage puis séchés à 20°C/30min. Le groupe témoin est composé de 3 morceaux de pommes enrobées dans de l'eau distillée. Par la suite, groupes de morceaux de pommes placés dans des sacs de polyéthylène ont été conservés séparément dans un réfrigérateur à 5°C pendant 10 jours.

**III.5.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes**

Le poids et le pH de chaque groupe de fruit ont été mesurés avant et après la période de conservation. La mesure du pH a été réalisée en plongeant l'électrode du pH-mètre dans une solution de pommes fraîches à 10% (P/V) préparée en laissant tremper des morceaux frais dans de l'eau distillée pendant 5 min (AOAC, 2000).

**III.5.2. Solides solubles totaux**

Les solides solubles totaux (TSS) ont été mesurés par la technique de **Dong et al. (2001)**. Les fruits de chaque traitement ont été broyés et une goutte de jus fraîchement extrait a été déposée sur le réfractomètre. La teneur en solides solubles a été mesurée en °Brix.

**III.5.3. Analyse sensorielle des pommes enrobées**

Les propriétés organoleptiques des fruits enrobés ont été analysées avant et après la période de stockage en termes d'aspect visuel, de texture (intégrité structurelle visible), de couleur et d'odeur. Cette évaluation s'était basée sur une échelle de notation à 5 points ; 5 = très bon, 4 = bon, 3 = passable (limite de commercialisation), 2 = médiocre (limite d'utilisation) et 1 = très faible (non comestible)(**Colelli et al., 1991**).

*Chapitre IV*  
*Résultats et discussion*

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

Les rendements d'extraction de mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus indica* et de la gomme de caroube de Tissemsilt sont exprimés dans le tableau 5. Le calcul du rendement d'extraction vise à déterminer l'efficacité du procédé d'extraction (Zhang et al., 2007).

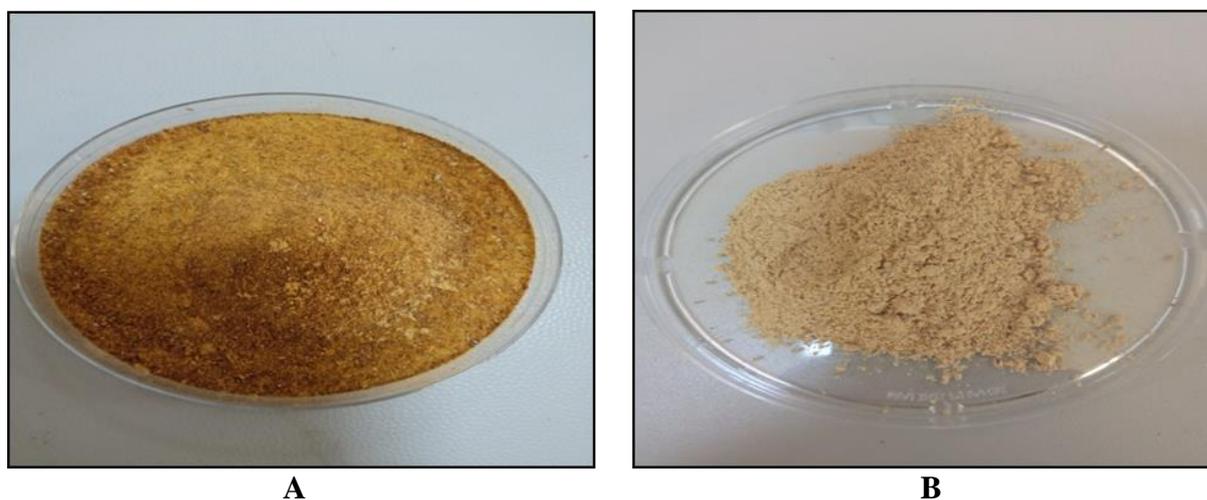
Le rendement d'extraction de mucilage des cladodes de Tissemsilt a dépassé celui des cladodes de Mexique (0.68%) noté par Espino-Diaz et al. (2010). De même, le rendement d'extraction de LBG des graines de caroube de Tissemsilt est supérieur au taux de 13.36%, rapporté par Guemmane et Kerfal (2016).

**Tableau 5.** Les rendements d'extraction de mucilage et de la gomme de caroube (LBG)

	Mucilage	LBG
Rendement d'extraction (%)	1.62	40

Le taux de mucilage dépend de l'espèce de cactus et son origine géographique, ses conditions de récolte et de stockage, de l'âge des cladodes, mais aussi de la méthode d'extraction (Golstein, 1991 ; Sáenz et al., 2004 ; Petera et al., 2009).

L'extraction de la gomme de caroube peut être affectée par les conditions opératoires à l'image du temps et température d'extraction et du rapport eau/endosperme des graines (El Batal & Hasib, 2013).



**Figure 11.** La poudre de mucilage (A) et de la gomme de caroube (B)

#### IV.2. Caractérisation physicochimique et fonctionnelle des biofilms

Le tableau 6 résume les résultats de la caractérisation physicochimiques des biofilms :

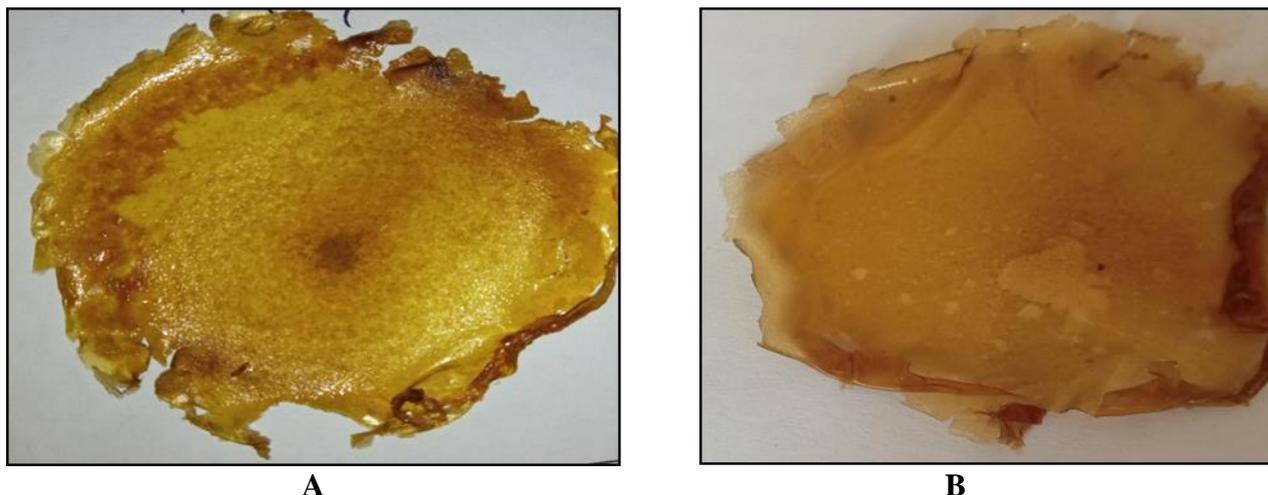
Tableau 6. Les propriétés physicochimiques des biofilms

Propriété	Biofilm	
	Sans probiotique	Avec probiotique
Épaisseur Biofilm (mm)	0.037± 0.0047	0.057± 0.008
Densité(g/mL)	0.73±0.02	0.27±0.04
Humidité(%)	32.93±0.08	40.34±0.05
Solubilité (%)	90.82±0.05	93.87±0.06
Angle de contact (°)	20.27°±0.14	42.91°±0.45
Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) (g·m <sup>-1</sup> ·s <sup>-1</sup> ·Pa <sup>-1</sup> )	3.55×10 <sup>-10</sup> ±0.7×10 <sup>-11</sup>	1.88×10 <sup>-10</sup> ±0.1×10 <sup>-11</sup>
Transparence (%)	21.48±0.2	18.28±0.02

Le film témoin avait une couleur jaune marron, son aspect était hétérogène et sa surface était lisse et uniforme, en plus d'être facilement détachable du moule de silicone (figure 12). Ces résultats sont similaires aux résultats de **Ghribiet al. (2018)** où le film était marron clair homogène et lisse.

En revanche, le biofilm probiotique avait développé une couleur marron foncée, un aspect plus homogène et cohérent, mais leur surface était peu rugueuse et collante (figure12). Cette adhésivité gêne la récupération des films à partir des moules.

Les films et enrobages comestibles doivent avoir des propriétés organoleptiques les plus neutres possibles (clairs, transparents, inodores, insipides...) pour ne pas être détectés à la consommation. Une amélioration de l'aspect de la surface (par exemple, la brillance) et des caractéristiques tactiles (par exemple, une adhérence réduite) pourrait être nécessaire. Les films à base d'hydrocolloïdes sont généralement plus neutres que ceux formés à partir de lipides ou de dérivés et de cires, qui sont souvent opaques, glissants et au goût de cire (**Kester&Fennema, 1986**).



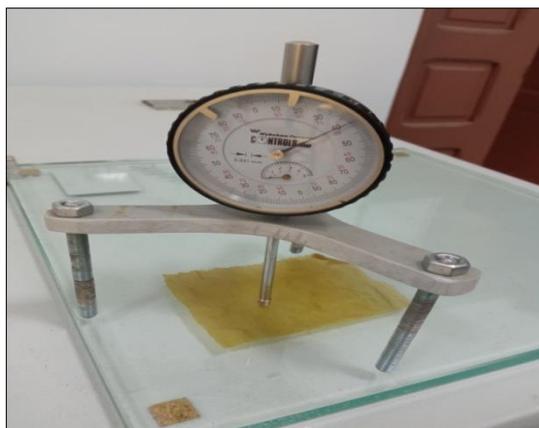
**Figure 12.** Les biofilms composites de mucilage et LBG (A)avec probiotique et (B)sans probiotique

#### IV.2.1. Epaisseur des films

L'épaisseur des films est un facteur crucial qui affecte la transparence, la perméabilité à la vapeur d'eau et les propriétés mécaniques des films (Davachi et al., 2021). Les résultats trouvés (tableau 6) affirment que le film probiotique ( $0.057 \pm 0.008$  mm) était plus épais que le film témoin ( $0.037 \pm 0.004$  mm). Les films de mucilage des graines de coing, de lin et de basilic avaient des épaisseurs supérieures à nos films allant de 0.115 à 0.125 mm sans *Lactobacillus rhamnosus*, et de 0.116 à 0.126 mm. Les films de basilic ont montré les plus faibles épaisseurs alors que les films de lin ont montré les épaisseurs les plus élevées (Davachi et al., 2021). On peut dire alors que le type de mucilage et sa concentration dans la solution filmogène affectent grandement l'épaisseur du film.

Similairement à nos résultats où le film probiotique a presque une double épaisseur que le témoin, une différence significative a été observée entre l'épaisseur des films à base de carboxyméthyl cellulose témoins (40  $\mu$ m) et avec *Lactobacillus rhamnosus* (50  $\mu$ m) (Ebrahimi et al. (2018).

Contrairement à ce constat, les résultats trouvés par Davachi et al. (2021) ont montré qu'il n'y avait pas de différence significative entre l'épaisseur des films de mucilages des graines de coing, de lin et de basilic avant et après l'ajout de *Lactobacillus rhamnosus*. Ces chercheurs expliquent que la même quantité de solution utilisée pour la préparation de tous les films a conduit vers ce résultat.



**Figure 13.** Mesure de l'épaisseur des biofilms par le comparateur.

#### IV.2.2. Densité

Fondamentalement, la densité est une mesure de la quantité de matière pouvant se tenir dans un espace. La densité de la membrane a un impact direct sur la résistance à la traction, l'allongement et la WVP (Li et al., 2020).

L'ajout de *L. rhamnosus* au film de mucilage/LBG a réduit sa densité de  $0.73 \pm 0.02$  g/mL à  $0.27 \pm 0.04$  g/mL. Ce résultat est contradictoire au résultat de Li et al. (2020), qui trouve que l'addition des probiotiques augmente mais non significativement la densité de  $1.40 \pm 0.04$  et  $1.55 \pm 0.07$  g/mL. Cette augmentation a été différente selon le type de probiotique ajouté. Ces chercheurs expliquent que la densité du film est relative à la densité des chaînes formées entre le probiotique et les polymères de constitution.

#### IV.2.3. Teneur en humidité du film

La teneur en humidité est un facteur important dans les films comestibles car elle affecte la cinétique de viabilité bactérienne lors de longues périodes de stockage et facilitent la fonte de ces films à l'intérieur de la cavité buccale (Davachi et al., 2021).

Pour le film témoin, l'humidité notée ( $32.93 \pm 0.7\%$ ) est comprise dans l'intervalle ( $14.54 \pm 1.15$  à  $35.80 \pm 0.45\%$ ) trouvé par Gheribi et al. (2018). Après l'ajout de probiotique, la teneur en eau augmente à  $40.34 \pm 0.05\%$ , un résultat élevé par rapport à celui ( $11.2 \pm 0.34\%$ ) trouvé par Soukoulis et al. (2014), mais inférieur à ( $94.08 \pm 2.53\%$ ) de Davachi et al. (2021).

En contradiction à notre étude, l'ajout de probiotique sa baisse mais non significativement la teneur en eau du film dans l'étude de Li et al. (2020).

L'humidité est principalement déterminée par la matrice filmogène et le plastifiant glycérine. De plus, les interactions entre les chaînes polymères peuvent entraîner une disponibilité réduite des groupes hydroxyle, et les interactions des liaisons hydrogène réduisent les interactions polymère-eau (Kanmani & Lim, 2013 ; Oluwasina et al., 2019).

La présence de glycérol aide à maintenir la teneur en eau et inhibe l'évaporation d'eau pendant le stockage, il agit comme un humectant fournissant un environnement propice à la survie des probiotiques (Zhang et al.,2016 ; Gheribi et al., 2018).

#### IV.2.4.Solubilité dans l'eau

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

D'après Davachi et al.(2021), la forte teneur en humidité des films peut représenter une forte solubilité dans l'eau des films, ce qui est le cas dans cette étude où on a observé que le film probiotique contient plus d'eau et est plus hydrosoluble ( $93.87\pm 0.06\%$ ) par rapport au témoin ( $90.82\pm 0.05\%$ ). La solubilité dans l'eau des films témoins passe d'un maximum de 75.01% à 83.18% en présence de *Lactobacillus rhamnosus*.

La solubilité des films dans l'eau est aussi liée à l'utilisation du glycérol comme plastifiant. Ce plastifiant augmente la solubilité du film et l'affinité à l'eau en diminuant les interactions entre les chaînes des biopolymères en faveur des interactions polymère-plastifiant (Dick et al., 2015; Turhan et al., 2004; Yang et Paulson, 2000).

#### IV.2.5.L'angle de contact

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

Selon les résultats du Tableau 06, l'angle de contact des biofilm s'accroît en présence de probiotique qu'en son absence ( $42.91^\circ\pm 0.45$  par rapport à  $20.27^\circ\pm 0.14$ ).

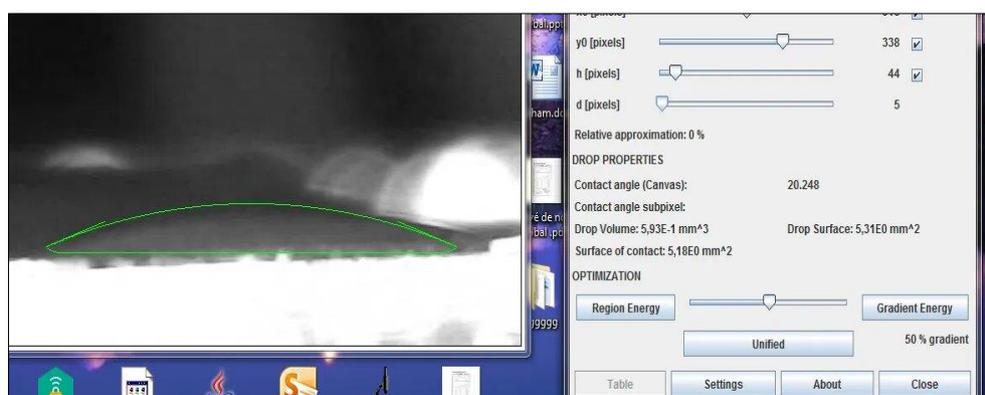


Figure14 : Mesure de l'angle de contact par le logiciel imagej.

Le type de mucilage influence l'angle de contact avec l'eau, et dès lors, l'hydrophobicité de la surface des films formés (Davachi et al., 2021). Or, les changements d'angle de contact sont fonction de l'hétérogénéité de surface, de la cristallinité du polymère, de l'énergie de surface et de la nature chimique et de la rugosité des surfaces du polymère (Balali et al., 2018 ; Aval et al., 2020).

L'ajout de *Lactobacillus rhamnosus* augmente l'angle de contact, ce qui pourrait être dû à l'augmentation de la rugosité de la surface causée par la présence de ce probiotique (Davachi et al., 2021).

#### IV.2.6. Perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du film

L'une des propriétés les plus cruciales des films comestibles est la perméabilité à la vapeur d'eau (WVP). Cette qualité est affectée par l'intégrité et l'épaisseur des films, à côté du comportement de surface tel que l'hydrophobicité, ainsi que le degré de cristallinité (Kanmani et al., 2013). Pour maintenir la qualité des aliments, la réduction du transfert d'humidité entre le milieu environnant et la nourriture est essentielle. WVP doit être maintenu aussi bas que possible (Davoodi et al. 2020).

Nos résultats de WVP étaient  $3.55 \times 10^{-10} \pm 0.7 \times 10^{-11} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$  pour le film témoin et  $1.88 \times 10^{-10} \pm 0.1 \times 10^{-11} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$  pour le film probiotique. La perméabilité de nos biofilms est supérieure à celle des biofilms élaborés par González et al. (2019), pour lesquels ces chercheurs ont affiché une marge de  $1.63 \times 10^{-11}$  à  $8.40 \times 10^{-11} (\text{g} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1})$ .

L'addition de *Lactobacillus rhamnosus* a diminué légèrement la WVP, ce qui améliore forcément l'effet de barrière du film. En plus, les films les plus minces ont la WVP la plus haute, ce qui est le cas pour nos films probiotiques (Davachi et al., 2021).

La réduction de la WVP des films incluant les bactéries probiotiques est attribuée possiblement aux petits groupes de bactéries qui perturbent la matrice constitutive du film, créant ainsi un chemin compliqué à la molécule d'eau pour traverser la barrière polymérique (Orozco-Parra et al., 2020).

#### IV.2.7. Taux de transmission de la lumière et transparence du film.

Les films à transmittance réduite peuvent protéger efficacement les produits alimentaires contre les réactions chimiques indésirables, en particulier la dégradation oxydative induite par les UV qui entraîne une décoloration, une perte de nutriments et des saveurs désagréables (Davoodi et al., 2020 ; Soukoulis et al., 2014). Par conséquent, les propriétés optiques appropriées n'affectent non seulement les préférences des consommateurs, mais elles maintiennent également la qualité des produits (Davoodi et al., 2020 ; Soukoulis et al., 2014).

D'après nos résultats (Tableau 4), la transparence des films qui est l'inverse de l'opacité, était supérieure pour le biofilm témoin ( $21.48 \pm 0.2\%$ ) que le biofilm probiotique ( $18.28 \pm 0.02\%$ ). Ceci est aussi remarqué par **Davachi et al. (2021)**, avec le décroissement de la transmittance maximale de  $14.44 \pm 0.56\%$  pour le témoin à  $9.08 \pm 0.27\%$  pour le film ajouté de *Lactobacillus rhamnosus*. La taille micrométrique des bactéries probiotiques peut facilement disperser la lumière traversant le film, augmentant ainsi son opacité (**Orozco-Parra et al., 2020**).

L'opacité des films comestibles est dépendante de l'épaisseur, la cristallinité et la taille moyenne des cristaux, la conformation structurelle, la compatibilité des ingrédients et du type et de la concentration du plastifiant (**Soukoulis et al., 2014 ; Fakhouri et al., 2013**).

#### IV.2.8. Viabilité des probiotiques lors du séchage du film

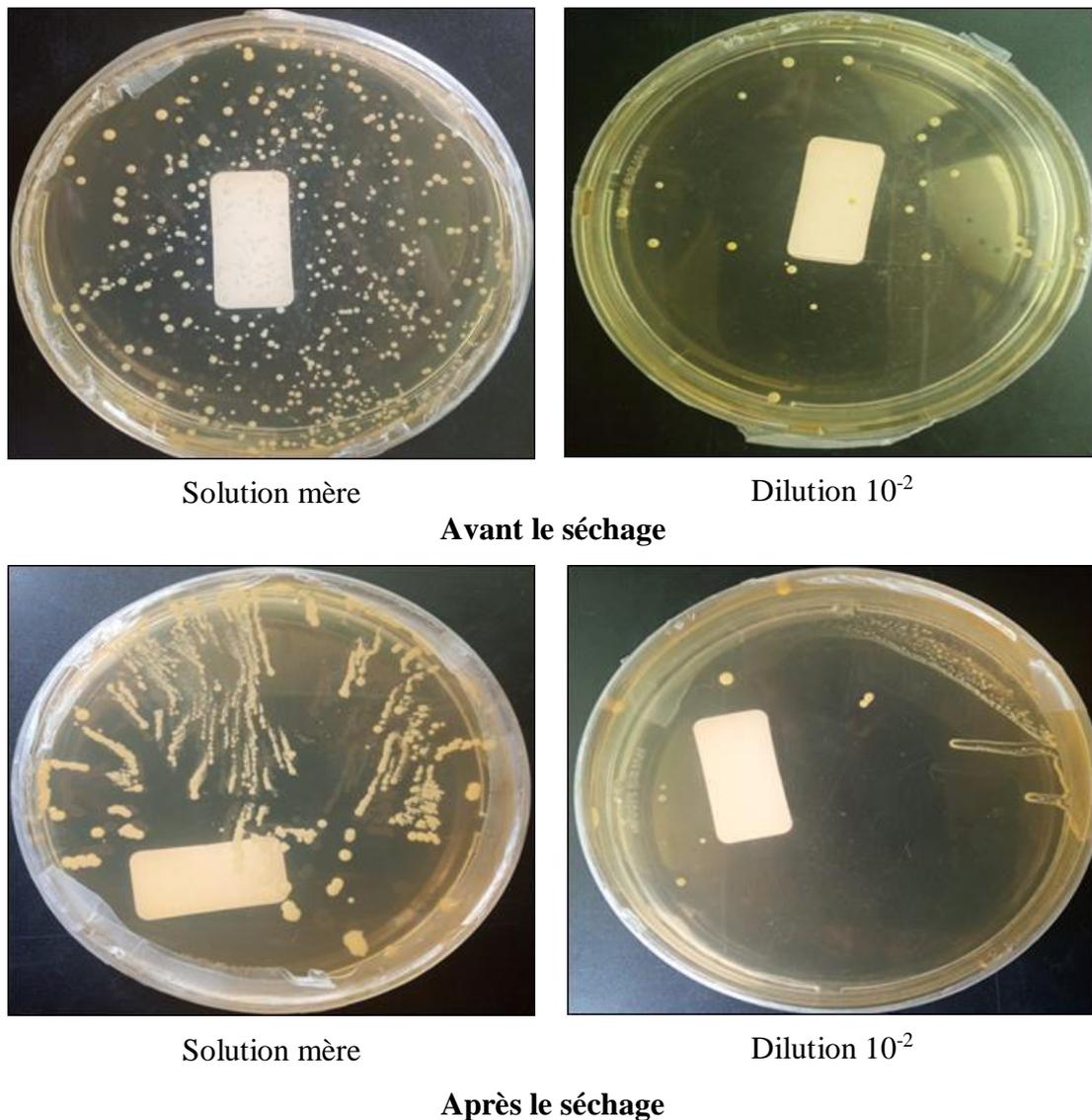
Les films et revêtements comestibles ont été introduits récemment en tant que supports efficaces pour la délivrance de plusieurs composés bioactifs, par ex. vitamines, antioxydants et probiotiques dans les systèmes alimentaires (**Kanmani et Lim, 2013, López de Lacey et al., 2012**).

Selon **Rodrigues (2011)** et **Kanmani et Lim (2013)**, la viabilité des probiotiques dans les films comestibles peut être affectée par la durée, la température et l'humidité du stockage. La matrice membranaire et le processus de séchage adopté lors de la formation du film sont essentiels à la survie des probiotiques (**Li et al., 2020**).

Le nombre des bactéries avant le séchage a été aux alentours de  $2 \times 10^4$  UFC/ml, pour passer à  $7 \times 10^2$  UFC/ml après séchage ; une diminution correspondante à 96.5%. **Li et al. (2020)** ont aussi noté une diminution dans les charges probiotiques de leurs films après séchage.

On peut proposer un effet destructif du séchage sur *L. rhamnosus*. En plus, la concentration bactérienne initiale prévu à  $10^9$  UFC/mL s'était passée à  $10^4$  UFC/mL dans la solution filmogène, suggérant probablement le survenant d'un problème lors de la réactivation ou l'inoculation.

Or, les films glucidiques sont des mauvais protecteurs des probiotiques selon **Soukoulis et al. (2016)**, qui ont constaté que *L. rhamnosus* est mieux protégée par les films à base de protéines que par ceux à base de polysaccharides. Ces auteurs ont proposé ainsi que la capacité des probiotiques à s'adhérer aux biomatériaux et à s'adapter aux milieux secs peut influencer leur stabilité dans la structure du film et leur survie lors d'un stress physico-chimique.



**Figure 15.** Dénombrement de *L. rhamnosus* avant et après le séchage du film

### IV.3. Capacité antioxydante

Les radicaux hydroxyles réagissent avec les cellules ou les biomolécules, provoquant de graves dommages oxydatifs et réduisant la qualité des aliments (Min et al., 2019). Par conséquent, la fonction antioxydante du film d'emballage alimentaire est très importante (Li et al., 2020).

L'activité antioxydante du film probiotique a été égale à  $10.46 \pm 0.02\%$ , comparativement à  $9.15 \pm 0.03\%$  du film témoin. Pour les films de Li et al. (2020), l'activité antioxydante du film composite a été significativement améliorée ( $p < 0,05$ ) après l'ajout de probiotiques ; elle passe de  $3.65 \pm 1.03\%$  à  $48.12 \pm 1.11\%$ .

La capacité antioxydante accrue des films probiotique a été principalement attribuée à la production bactérienne des exopolysaccharides « EPS » à forte capacité de piégeage des radicaux hydroxyles par les bactéries lactiques (Min et al., 2019). De plus, l'EPS peut améliorer l'activité

du système enzymatique antioxydant intracellulaire, inhiber la peroxydation lipidique, maintenir l'intégrité cellulaire et faciliter l'élimination des radicaux libres (Li et al.,2020).

L'activité antioxydante peut être la résultante d'une variété de mécanismes, y compris la réaction directe avec les radicaux libres en agissant comme donneur d'électrons, la chélation des catalyseurs d'ions ferreux de transition et l'absorption directe des radicaux libres d'oxygène(Li et al., 2020).

**Tableau7.**La viabilité bactérienne avant et après séchage et l'activité antioxydante des films avec ou sans *L. rhamnosus*

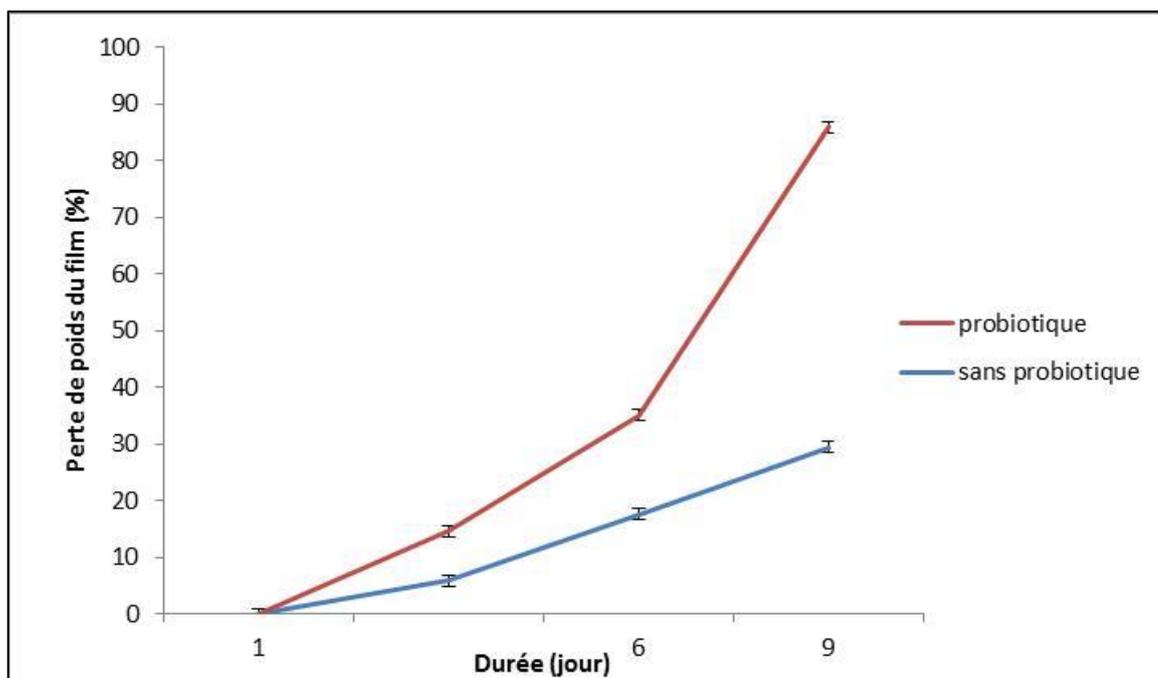
Paramètre	Film		
	Témoin	Probiotique	
		Avant séchage	Après séchage
Charge bactérienne (UFC/mL)	/	$2 \times 10^4$	$7 \times 10^2$
Viabilité (%)	/	3.5	
Activité antioxydante(%)	$9.15 \pm 0.03$	$10.46 \pm 0.02$	

#### IV.4.La biodégradabilité des films

La biodégradabilité des biomatériaux peut être affectée par les conditions météorologiques, la teneur en humidité, le type de micro-organismes dans le sol et les caractéristiques du biofilm (telles que l'humidité, la densité et la présence de substances bioactives végétales)(Nguyen et al., 2016).

Selon la figure 16, la perte de poids du film probiotique atteignait  $72.72 \pm 0.05\%$  au 9<sup>ème</sup> jour, ce qui représente un taux plus élevé que le témoin ( $29.41 \pm 0.06 \%$ ) ou les films notés par Li et al. (2020) ( $41.14 \pm 4.01 \%$ ). Cette perte de poids du film composite mucilage/LBG contenant *L. rhamnosus* augmente parallèlement au temps de dégradation, et se termine par une chute massive dès le 6<sup>ème</sup> jour. Le film probiotique formulé dans cette étude est écologiquement inoffensif et se biodégrade d'une manière très facile et assez rapide.

Selon Ferreira et al. (2020), la dégradation de certains polysaccharides dans le sol se divise en deux étapes. La première étape est une simple hydrolyse et une dégradation partielle. Dans la deuxième étape, les enzymes microbiennes dégradent les composés et produisent des fragments de mélanges de polymères au niveau de la surface, permettant aux micro-organismes du sol d'absorber ces fragments. La simultanéité des deux étapes est proposée pour expliquer la diminution brusque du poids des films à partir du 6<sup>ème</sup> jour.



**Figure 16.** La courbe de biodégradabilité du film avec et sans probiotique

#### IV.5. Application des solutions filmogènes comme enrobage des pommes

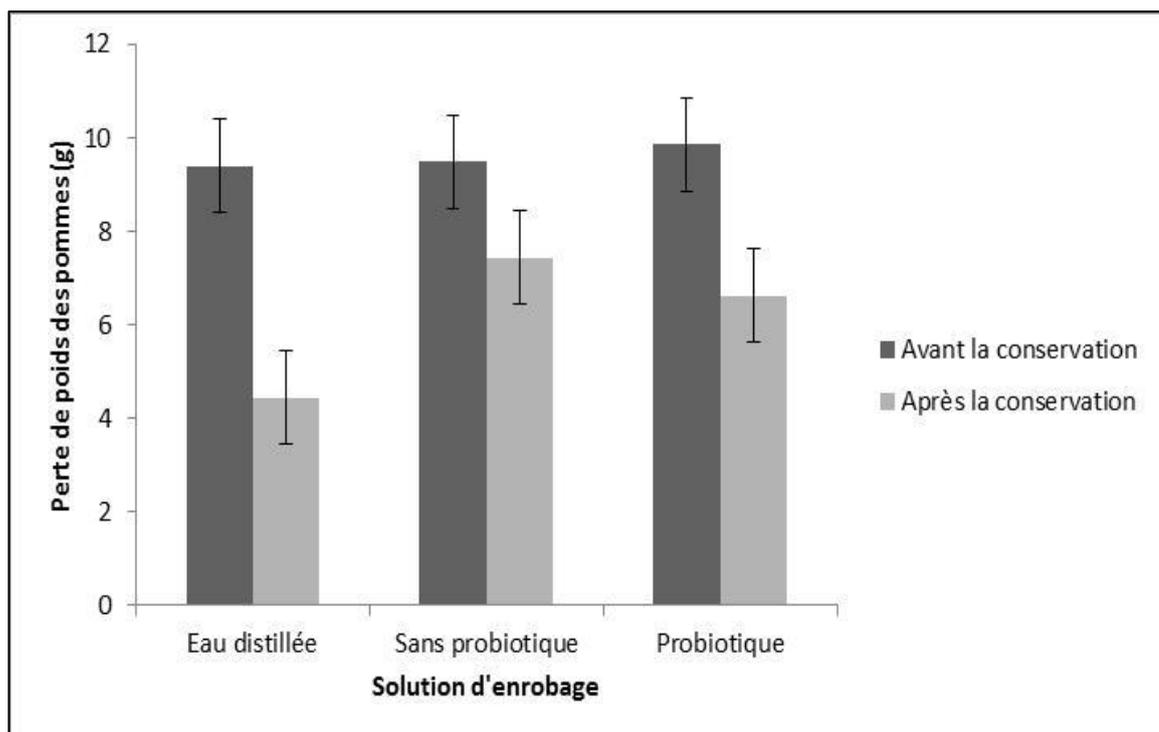
##### IV.5.1. Effet de l'enrobage sur le poids et le pH des pommes

###### IV.5.1.1. Perte de poids

Les résultats de la figure 17 confirment que les pommes trempées par les solutions filmogènes, témoin et avec probiotique, ont perdu moins de poids que les pommes trempées dans l'eau distillée ( $7.44 \pm 0.04$  et  $6.63 \pm 0.04$  g contre  $4.45 \pm 0.03$  g). La solution témoin était la plus efficace, suivie de solution probiotique. **Rodrigues et al. (2018)** ont aussi remarqué que les fruits et légumes revêtus perdent moins de poids que les non revêtus (4.09%), mais pour ces auteurs, les films probiotiques protègent les produits végétaux davantage (2.71% contre 2.77%).

Chez les légumes et fruits, la perte de poids lors du stockage se produit par la perte de matière sèche résultant de la respiration et par la perte d'eau due à la transpiration (**Rodrigues et al., 2018**).

La solution de revêtement forme une couche semi-perméable qui a permis le passage des gaz spécifiques et créé une condition atmosphérique modifiée, d'où une perte d'humidité allégée au cours du stockage (**Stecher et al., 2020**). Le biopolymère peut créer une barrière semi-perméable contre l'humidité, l' $O_2$  et le  $CO_2$ , limitant ainsi la perte de poids, l'oxydation et le taux de respiration des aliments emballés (**Ali et al., 2014**).



**Figure 17.** Histogramme représentant la baisse du poids des pommes enrobées par les 03 solutions après 10 jours de stockage à 5°C.



**Figure 18.** Enrobage des pommes dans les solutions filmogènes et l'eau distillé

#### IV.5.1.2. pH

L'évolution du pH des pommes avec et sans enrobage probiotique durant les 10 jours de conservation à 5°C est donnée dans le tableau 8 :

**Tableau 8** .Valeurs de pH des morceaux de pommes avant et après 10 jours de stockage à 5°C.

	Témoin		Revêtement sans probiotique		Revêtement avec probiotique	
	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
<b>PH</b>	5.59±0.13	4.4±0.07	5.74±0.09	3.08±0.01	6.62±0.05	2.9±0.07
<b>Différence</b>	1.19		2.66		3.72	
<b>TSS (°Brix)</b>	10±0.21	9±0.14	11±0.21	10±0.21	9±0.15	10±0.23

Nos résultats révèlent que le pH initial des pommes a connu une baisse substantielle après 10 jours de stockage à 5°C. De même, le pH initial des pommes enrobées par la solution probiotique (pH=6.62) était plus haut que les pommes trempées dans le témoin sans probiotiques ou l'eau distillée qui étaient presque identiques (pH=5.74 et pH= 5.59).

Le pH final le plus bas a été donné par la solution probiotique pH=2.9 vis-à-vis les solutions témoin pH= 3.08 ou l'eau distillée pH= 4.4. Selon **Kakiomenou et al. (1996)**, ce comportement est expliqué par la présence de micro-organismes qui peuvent contribuer à la diminution des valeurs de pH. Les bactéries lactiques sont reconnues par leur faculté de production d'acide lactique et acétique qui réduisent le pH environnemental (**Campos et al., 2010**).

D'après les résultats de **Cortez-Vega et al. (2014)**, on peut observer qu'il y a eu une diminution du pH des fruits pendant le stockage. Cette diminution peut être associée à la production d'acides organiques tels que les acides malique et citrique pendant le stockage en raison de réactions biochimiques (**Cortez-Vega et al., 2014**).

En contre partie, **Rodrigues et al. (2018)** n'ont observé aucune variation significative entre les enrobages de mucilage avec ou sans *Lacotabiilluscasei*, en ce qui concerne le pH des morceaux de fruit de yacon entreposés à 5°C/15 jours. Nous expliquons cette contradiction avec nos résultats par le fait que l'augmentation ou la diminution du pH est une fonction du type de légumes (**Adetunji et al., 2013**).

#### IV.5.2. Solides solubles totaux (°Brix)

En observant le tableau 8, le TSS augmente exceptionnellement dans les pommes enrobées de solution probiotique de  $9 \pm 0.14$  à 10 °Brix. L'augmentation des solides solubles dans les fruits enrobés de probiotiques est aussi signalée par **Rodrigues et al. (2018)** avec un passage de 6.33 °Brix à 6.60 °Brix à la fin du stockage. Le TSS des fruits revêtus par le témoin et l'eau distillée diminue successivement de 11 et 10 à 10 et 9 °Brix.

L'augmentation du TSS a été attribuée à la poursuite du métabolisme pendant le stockage en convertissant l'amidon et l'acide en sucre, tandis que la diminution du TSS après le stockage

est le résultat de l'utilisation des sucres dans les processus métaboliques et de dégradation (Pleșoiianu et al.,2022).

Dans ce contexte, on propose que les films probiotiques ralentissent l'activité physiologique des tranches de pommes et préservent les métabolites synthétisés. **Olivas et Barbosa-Cánovas (2005)** ont souligné que, par rapport à leur forme naturelle, les tranches fraîches des fruits ont un besoin physiologique accru pour satisfaire l'intensification des processus respiratoires et de transpiration.

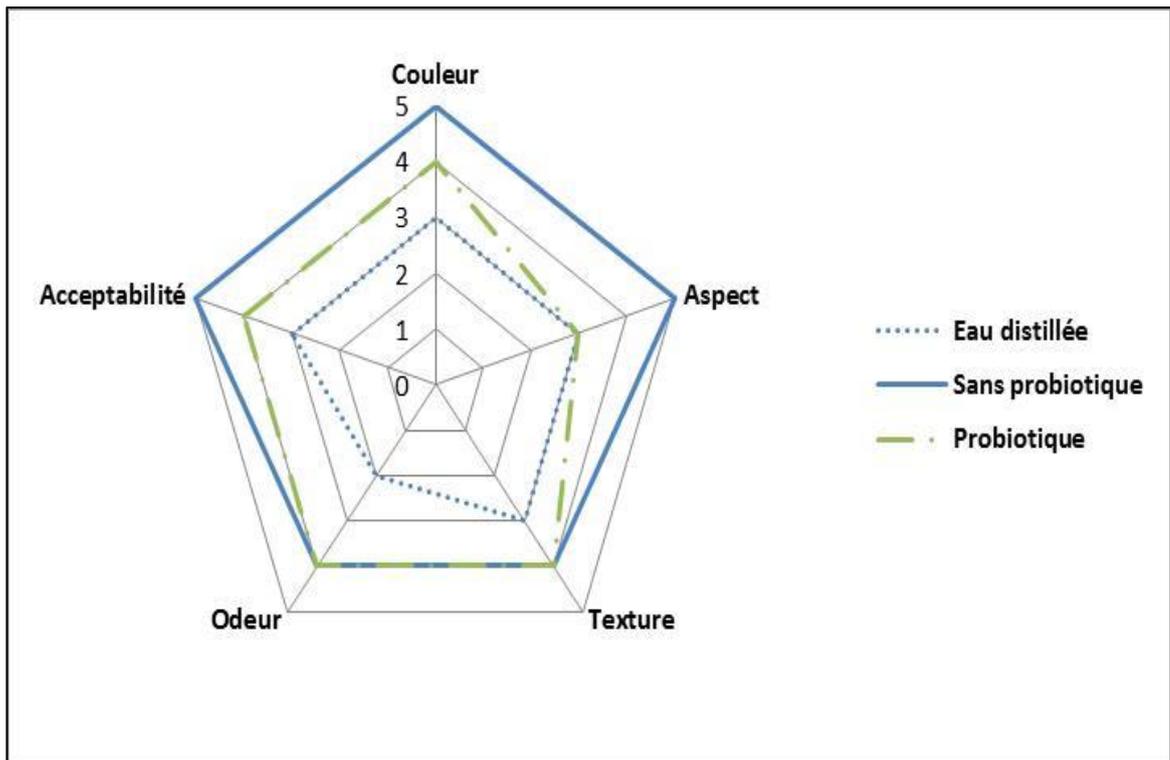
#### IV.5.3. Analyse sensorielle des pommes enrobés

Le non arrêt de l'activité physiologique pendant le stockage favorise la dégradation des composés, le détriment de l'apparence et la perte de la qualité du produit, provoquant alors son rejet par les consommateurs (**Rodrigues et al., 2018**).

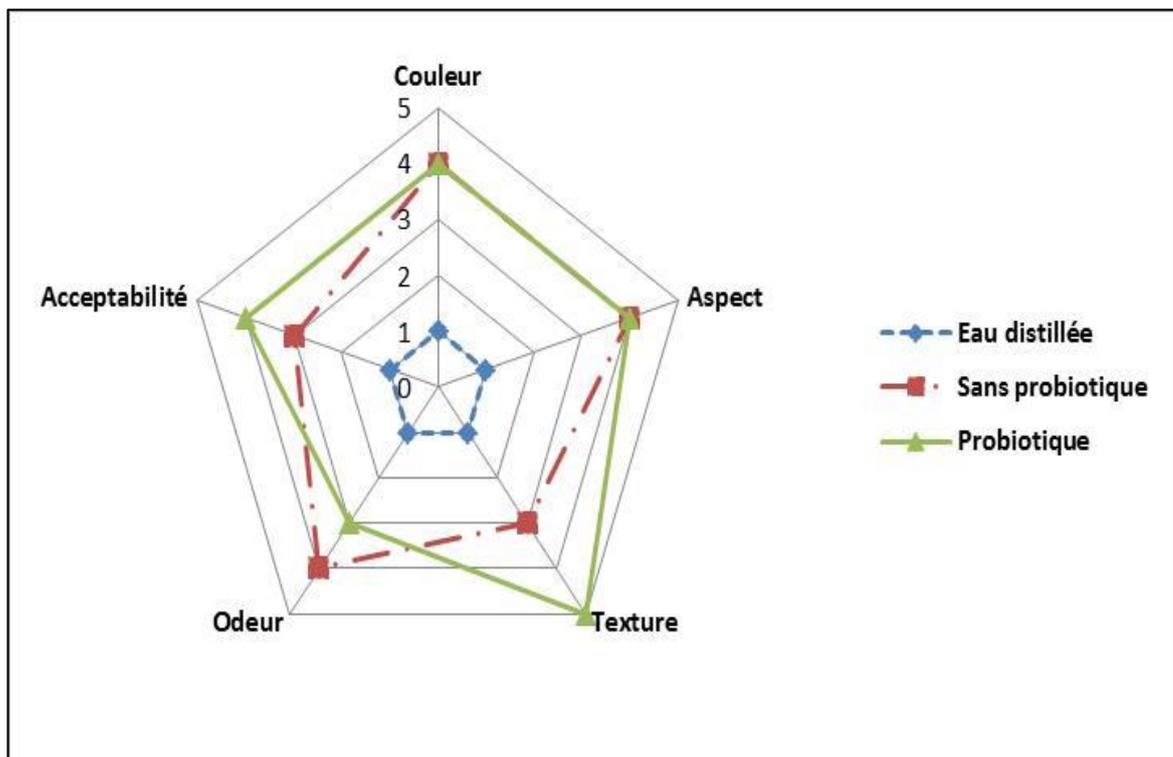
La figure 20 montre le radar d'analyse sensorielle des tranches de pommes enrobés ou non enrobés après 5 et 10 jours de stockage à 5°C. Il est facile de constater des différences dans les caractéristiques organoleptiques des tranches enrobées et non enrobées.

Les jurys préfèrent globalement les pommes enrobés par la solution témoin suivie par les fruits de la solution probiotique. Les résultats des pommes enrobées étaient contrastés ; les deux solutions filmogènes ont donné des résultats presque similaires après 5 jours de stockage dans la protection de l'odeur et de la texture (4=bonne), dans un temps où le témoin maintenait la couleur et l'aspect au top de l'échelle d'évaluation (5=excellent). Les fruits revêtus par l'eau distillée ont connu une chute vers la note de (3=limite de commercialisation) pour la plus part des caractères après cette même période.

Quoi que, après 10 jours de stockage, les enrobages ; témoin et probiotique, préservent moyennement la couleur et aspect des pommes (3= à la limite de commercialisation), bien que la texture des pommes est plus protégée par le probiotique (4=bonne) contrairement au témoin (2=limite d'utilisation). Quant à l'odeur, l'enrobage probiotique l'a mieux réservé (3) comparé au témoin (2). Les fruits non revêtus prenaient la dernière position au classement, avec une très mauvaise appréciation (1=non comestibles) (voir la figure 21).

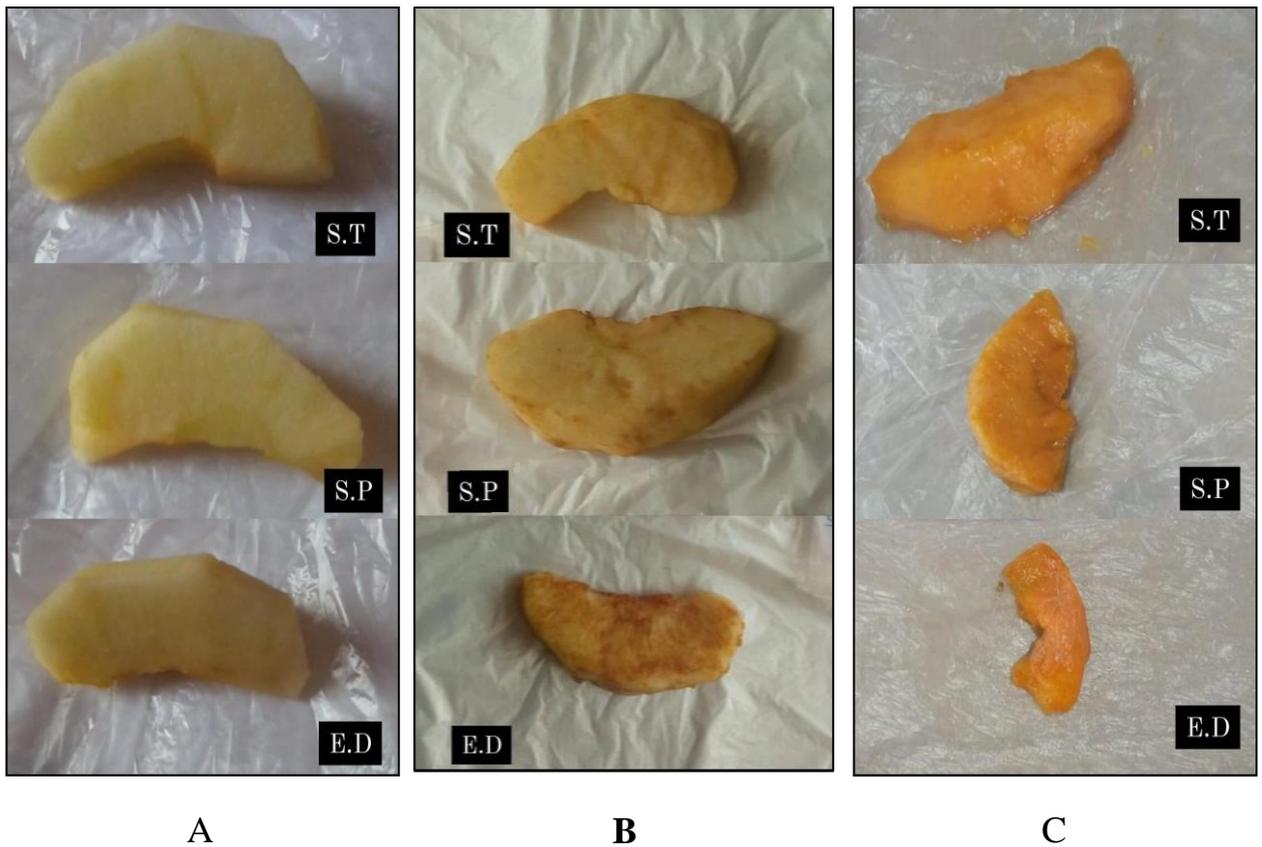


A



B

**Figure 20.** Radar représentant l'évaluation des qualités sensorielles des pommes non enrobées, enrobées sans probiotiques et enrobées avec probiotiques après A) 5 jours et B) 10 jours de stockage à 5°C.



**Figure 21.** Les pommes enrobées en eau distillée (E.D), en témoin sans probiotique (S.T) et en enrobage probiotique (S.P) après a) 0 jour, b) 5 jours et c) 10 jours de stockage à 5°C.

## *Conclusion*

## *Conclusion*

La demande accentuée des consommateurs pour des produits alimentaires respectueux de l'environnement, durables et exempts d'additifs chimiques a conduit à la création et le développement d'emballages comestibles. La quête perpétuelle des films et revêtements à qualité de plus en plus améliorée en termes d'effet de barrière, de préservation des attributs organoleptiques naturels, ainsi que la tendance moderne d'intégration de l'action nutraceutique aux aliments, mais toujours à bas prix, suscite d'élargir l'étendue des ingrédients testés à cette finalité vers des molécules biologiques largement disponibles mais toujours non valorisées.

Ce travail a été effectué pour répondre à cette exigence contemporaine par le biais de conception, de caractérisation et d'application d'un film biologique probiotique à base de mucilage des cladodes *d'Opuntia* et de la gomme des graines de caroube, issus tous les deux de plantes autochtones.

Les rendements d'extraction des deux polymères dépendaient fortement de leur nature et de la spécification de chaque plante. Les films probiotique étaient plus épais, contenant plus d'eau et alors plus hydrosolubles, mais paradoxalement avec une surface plus hydrophobe. En plus, ces films probiotiques avaient plus d'opacité et moins de perméabilité à la vapeur d'eau, et sont alors plus aptes à emballer les aliments.

D'un autre côté, et malgré le manque de viabilité du probiotique utilisé ; *L. rhamnosus*, après le processus de séchage, ces microorganismes améliorent l'activité antioxydante et la biodégradabilité des films dans le sol.

A propos de leur application comme solutions d'enrobage sur des tranches de pommes conservées à 5°C/10 jours, les films probiotiques étaient moins efficaces que le film témoin pour éviter la perte de poids et conduisent vers un pH final plus acide, mais augmente exclusivement le taux des solides solubles. Ces films devancent les films témoins dans la protection des caractères sensoriels des pommes, en particulier, la texture, la couleur et l'aspect.

L'innovation des biofilms synbiotique; pro/prébiotique à plusieurs bactéries bénéfiques, et qui gardent toujours les propriétés fonctionnelles et mécaniques trouvées obligatoirement dans les emballages est la perspective majeure à suivre prochainement.

## Annexe

## Composition des milieux de cultures :

Milieu	Les réactifs	Quantité
<b>MRS</b> <b>(Man, Rogosa et Shape)</b>	Peptone	10 g
	Extrait de viande	8 g
	Extrait de levure	4 g
	Glucose	20 g
	Acétate de sodium trihydraté	5 g
	Citrate d'ammonium	2 g
	Tween	800 ml
	Hydrogénophosphate de potassium	2 g
	Sulfate de magnésium heptahydraté	0.2 g
<b>PBS « phosphate buffered saline »</b>	Sulfate de manganèse tétrahydraté	0.05 g
	Agar	10 g
	NaCl	8.0 g/L
<b>Mcfarland (1%)</b>	KCl	0.2 g/L
	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	1.42 g/L
<b>Mcfarland (1%)</b>	Chlorure de baryum	0.05 ml
	Acide sulfurique	9.95 ml

## *Références bibliographiques*

*Références bibliographiques*

1. Adetunji CO, Arowora KA, Bolajoko FO, Bunmi AJ, Olagbaju AR (2013) Effect of edible coatings from carboxymethylcellulose and corn starch on cucumber stored at ambient temperature. *Asian J Agri Biol* 1(3):133–140.
2. 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).
3. Ali, A., Chen, Y., Liu, H., Yu, L., Baloch, Z., Khalid, S., ...& Chen, L. (2019). Starch-based antimicrobial films functionalized by pomegranate peel. *International journal of biological macromolecules*, 129, 1120-1126.
4. Ali, A., Cheong, C. K., & Zahid, N. (2014). Composite effect of propolis and gum arabic to control postharvest anthracnose and maintain quality of papaya during storage. *International Journal of Agriculture and Biology*, 16, 1117–1122.
5. Amin, E. S., Awad, O. M., & El-Sayed, M. M. (1970). The mucilage of *Opuntia ficus-indica* mill. *Carbohydrate Research*, 15(1), 159-161.
6. Arba, M. (2009, May). Le cactus *Opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. In *Actes du Symposium International AGDUMED-durabilité des systèmes de culture en zone méditerranéenne et gestion des ressources en eau et en sol* (pp. 14-16). Rabat: Cana Print.
7. Aval, S. T., Davachi, S. M., Sahraeian, R., Dadmohammadi, Y., Heidari, B. S., Seyfi, J., ...& Abbaspourrad, A. (2020). Nanoperlite effect on thermal, rheological, surface and cellular properties of poly lactic acid/nanoperlitenanocomposites for multipurpose applications. *Polymer Testing*, 91, 106779

8. Balali, S., Davachi, S. M., Sahraeian, R., ShiroudHeidari, B., Seyfi, J., &Hejazi, I. (2018). Preparation and characterization of composite blends based on polylactic acid/polycaprolactone and silk. *Biomacromolecules*, 19(11), 4358-4369
9. Barbera, G. B., Inglese, P., &Pimienta Barrios, E. (1995). History, economic and agro-ecological importance. Agro-ecology cultivation and uses of cactus pear. FAO, Roma (Italia)..
10. BENABDALLAH, H., & DAOUD, N. (2017). Effet du stress salin sur le comportement de quelques écotypes du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica* Mill.) dans la région de Hodna (Doctoral dissertation, Université Mohamed BOUDIAF de M'Sila).
11. Bengoechea, C., Romero, A., Villanueva, A., Moreno, G., Alaiz, M., Millán, F., ...&Puppo, M. C. (2008). Composition and structure of carob (*Ceratonia siliqua* L.) germ proteins. *Food chemistry*, 107(2), 675-683.
12. Bernardo-Gil, M. G., Roque, R., Roseiro, L. B., Duarte, L. C., Gírio, F., &Esteves, P. (2011). Supercritical extraction of carob kibbles (*Ceratonia siliqua* L.). *The Journal of Supercritical Fluids*, 59, 36-42
13. Berrougui, H. (2007). Le caroubier (*Ceratonia siliqua* L.), une richesse nationale aux vertus médicinales. *Maghreb Canada Express*, 5(9)
14. Biner, B., Gubbuk, H. A. M. İ. D. E., Karhan, M. U. S. T. A. F. A., Aksu, M., &Pekmezci, M. (2007). Sugar profiles of the pods of cultivated and wild types of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.) in Turkey. *Food chemistry*, 100(4), 1453-1455
15. Campos, C. A., Gerschenson, L. N., & Flores, S. K. (2010). Development of edible films and coatings with antimicrobial activity. *Food and Bioprocess Technology*, 4, 849–875.
16. Cerqueira, M. A., Lima, A. M., Souza, B. W., Teixeira, J. A., Moreira, R. A., & Vicente, A. A. (2009). Functional polysaccharides as edible coatings for cheese. *Journal of Agricultural and food chemistry*, 57(4), 1456-1462.

17. Cha, D. S., & Chinnan, M. S. (2004). Biopolymer-based antimicrobial packaging: a review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 44(4), 223-237.
18. Chaouki, A. C. H. A. C. H. A., & Messaouda, A. L. B. A. R. (2021). Utilisation de la poudre des noyaux du caroube (*Ceratonia siliqua*) comme bio-coagulant pour le traitement des eaux potables (Doctoral dissertation).
19. Colelli, G., Mitchell, F. G., & Kader, A. A. (1991). Extension of Postharvest Life of Mission Figs by CO<sub>2</sub>-enriched Atmospheres. *HortScience*, 26(9), 1193-1195.
20. Cortez-Vega, W. R., Pizato, S., de Souza, J. T. A., & Prentice, C. (2014). Using edible coatings from Whitemouth croaker (*Micropogonias furnieri*) protein isolate and organo-clay nanocomposite for improve the conservation properties of fresh-cut 'Formosa' papaya. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 22, 197-202.
21. Daas, P. J., Schols, H. A., & de Jongh, H. H. (2000). On the galactosyl distribution of commercial galactomannans. *Carbohydrate Research*, 329(3), 609-619.
22. Dakia, P. (2003). Extraction et caractérisation de la gomme de caroube (*Ceratonia siliqua* L.). Mémoire: Faculté universitaire des Sciences agronomiques de Gembloux (Belgique).
23. Dakia, P. A. (2011). Carob (*Ceratonia siliqua* L.) Seeds, Endosperm and Germ Composition, and Application to Health. (Eds. VR Preedy, RR Watson, VB Patel), *Nuts and Seed in Health and Disease Prevention*.
24. Dakia, P. A., Blecker, C., Robert, C., Wathelet, B., & Paquot, M. (2008). Composition and physicochemical properties of locust bean gum extracted from whole seeds by acid or water dehulling pre-treatment. *Food hydrocolloids*, 22(5), 807-818.
25. Dakia, P. A., Wathelet, B., & Paquot, M. (2007). Isolation and chemical evaluation of carob (*Ceratonia siliqua* L.) seed germ. *Food Chemistry*, 102(4), 1368-1374.
26. Das, D. K., Dutta, H., & Mahanta, C. L. (2013). Development of a rice starch-based coating with antioxidant and microbe-barrier properties and study of its effect on

- tomatoes stored at room temperature. *LWT-Food Science and Technology*, 50(1), 272-278.
27. Davachi, S. M., Pottackal, N., Torabi, H., & Abbaspourrad, A. (2021). Development and characterization of probiotic mucilage based edible films for the preservation of fruits and vegetables. *Scientific reports*, 11(1), 1-15.
28. Davoodi, S., Davachi, S. M., GhorbaniGolkhajeh, A., Shekarabi, A. S., & Abbaspourrad, A. (2020). Development and characterization of *Salvia macrosiphon*/Chitosan edible films. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 8(3), 1487-1496.
29. De Lacey, A. L., López-Caballero, M. E., Gómez-Estaca, J., Gómez-Guillén, M. C., & Montero, P. (2012). Functionality of *Lactobacillus acidophilus* and *Bifidobacterium bifidum* incorporated to edible coatings and films. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 16, 277-282.
30. Dhaka, R., & Upadhyay, A. (2018). Edible films and coatings: a brief overview. *The Pharma Innovation Journal*, 7(7), 331-333.
31. Dragich, A. M., & Krochta, J. M. (2010). Whey protein solution coating for fat-uptake reduction in deep-fried chicken breast strips. *Journal of Food Science*, 75(1), S43-S47.
32. Edible film production from chia seed mucilage: Effect of glycerol concentration on its physicochemical and mechanical properties. *Carbohydrate Polymers*, 130, 198–205.
33. Espiard, E. (2002). Introduction à la transformation industrielle des fruits (Ed) TEC & DOC. France, 259-265
34. 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.

35. Etxabide, A., Coma, V., Guerrero, P., Gardrat, C., & de la Caba, K. (2017). Effect of cross-linking in surface properties and antioxidant activity of gelatin films incorporated with a curcumin derivative. *Food Hydrocolloids*, 66, 168-175.
36. Fakhouri, F. M., Costa, D., Yamashita, F., Martelli, S. M., Jesus, R. C., Alganer, K., ...&Innocentini-Mei, L. H. (2013). Comparative study of processing methods for starch/gelatin films. *Carbohydrate polymers*, 95(2), 681-689.
37. Ferreira, D. C. M., Molina, G., &Pelissari, F. M. (2020). Biodegradable trays based on cassava starch blended with agroindustrial residues. *Composites Part B Engineering*, 183, Article 107682.
38. Feugang, J. M., Konarski, P., Zou, D., Stintzing, F. C., &Zou, C. (2006).Nutritional and medicinal use of Cactus pear (*Opuntia* spp.) cladodes and fruits. *Frontiers in Bioscience*, 11(1), 2574-2589
39. Functionality of *Lactobacillus acidophilus* and *Bifidobacterium bifidum* incorporated to edible coatings and films. *Innovative Food Science &Emerging Technologies*, 16, 277-282.
40. Galindez, A., Daza, L. D., Homez-Jara, A., Eim, V. S., &Váquiro, H. A. (2019). Characterization of ulluco starch and its potential for use in edible films prepared at low drying temperature. *Carbohydrate polymers*, 215, 143-150.
41. Ghasemlou, M., Khodaiyan, F., &Oromiehie, A. (2011). Physical, mechanical, barrier, and thermal properties of polyol-plasticized biodegradable edible film made from kefiran. *Carbohydrate Polymers*, 84(1), 477–483.
42. Goldstein, G., Andrade, J. L., & Nobel, P. S. (1991).Differences in water relations parameters for the chlorenchyma and the parenchyma of *Opuntia ficus-indica* under wet versus dry conditions. *Functional Plant Biology*, 18(2), 95-107.
43. González Sandoval, D. C., Luna Sosa, B., Martínez-Ávila, G. C. G., Rodríguez Fuentes, H., AvendañoAbarca, V. H., & Rojas, R. (2019). Formulation and characterization of

- edible films based on organic mucilage from Mexican *Opuntia ficus-indica*. *Coatings*, 9(8), 506.
44. Gorgieva, S., & Kokol, V. (2011). Collagen-vs.gelatine-based biomaterials and their biocompatibility: review and perspectives. *Biomaterials applications for nanomedicine*, 2, 17-52.
45. 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).
46. Han, G. R., Dohi, D. F., Lee, H. Y., Rajah, R., Walsh, G. L., Hong, W. K., ...& Kurie, J. M. (1997). All-trans- retinoic acid increases transforming growth factor- $\beta$ 2 and insulin-like growth factor binding protein-3 expression through a retinoic acid receptor- $\alpha$ -dependent signaling pathway. *Journal of Biological Chemistry*, 272(21), 13711-13716.
47. Hernández-Urbiola, M. I., Pérez-Torrero, E., & Rodríguez-García, M. E. (2011). Chemical analysis of nutritional content of prickly pads (*Opuntia ficus-indica*) at varied ages in an organic harvest. *International journal of environmental research and public health*, 8(5), 1287-1295.
48. Inglese, P., Barbera, G., & La Mantia, T. (1995). Research strategies for the improvement of cactuspear (*Opuntia ficus-indica*) fruit quality and production. *Journal of Arid Environments*, 29(4), 455-468.
49. Inssaf, B., & Aicha, M. (2018). Etude du potentiel antioxydant d'Aloe Vera et de la figue de Barbarie (Doctoral dissertation).
50. Into an alginate-base edible coating containing probiotic bacteria on shelf-life of fresh-cut yacon (*Smallanthus sonchifolius*). *Food and Bioprocess Technology*, 11(8), 1605-1614.
51. Jakobek, L. (2015). Interactions of polyphenols with carbohydrates lipids and proteins. *Food Chemistry*, 175, 556–567.

52. Jeevahan, J., & Chandrasekaran, M. (2019). Influence of nanocellulose additive on the film properties of native rice starch-based edible films for food packaging. *Recent patents on nanotechnology*, 13(3), 222-233.
53. 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.
54. Kakiomenou, K., Tassou, C., & Nychas, G. J. (1996). Microbiological, physicochemical and organoleptic changes of shredded carrots stored under modified storage. *International Journal of Food Science & Technology*, 31(4), 359–366.
55. Kanmani, P., & Lim, S. T. (2013). Development and characterization of novel probiotic-residing pullulan/starch edible films. *Food chemistry*, 141(2), 1041-1049.
56. Karababa, E., & Coşkun, Y. (2013). Physical properties of carob bean (*Ceratonia siliqua* L.): An industrial gum yielding crop. *Industrial crops and Products*, 42, 440-446.
57. Kester, J. J., & Fennema, O. R. (1986). Edible films and coatings: a review. *Food technology (USA)*.
58. KPLE, M., KOULIDIATI, J., VAN DE STEENE, L., ROGAUME, Y., GIRODS, P., ANJORIN, M., ...& FURDIN, G. (2015). *Etude des voies de valorisation des déchets Ménagers au Bénin* (Doctoral dissertation, EPAC/UAC).
59. Lagab, L., & Chami, L. (2021). Etude des propriétés biochimiques, biologiques et pharmacologiques du gel des cladodes d'*Opuntia ficus indica* et d'*Opuntia stricta*. var. *dillenii* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
60. Lefsih, K., Delattre, C., Pierre, G., Michaud, P., Aminabhavi, T. M., Dahmoune, F., & Madani, K. (2016). Extraction, characterization and gelling behavior enhancement of pectins from the cladodes of *Opuntia ficus indica*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 82, 645-652

61. Li, S., Ma, Y., Ji, T., Sameen, D. E., Ahmed, S., Qin, W., ...& Liu, Y. (2020). Cassava starch/carboxymethylcellulose edible films embedded with lactic acid bacteria to extend the shelf life of banana. *Carbohydrate Polymers*, 248, 116805.
62. Lira-Vargas, A. A., Corrales-Garcia, J. J. E., Valle-Guadarrama, S., Peña-Valdivia, C. B., & Trejo-Marquez, M. A. (2014). Biopolymeric films based on cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage incorporated with gelatin and beeswax. *Journal of the professional Association for Cactus Development*, 16, 51-70.
63. Lizardo, R., Canellas, J., Mas, F., Torrallardona, D., & Brufau, J. (2002). L'utilisation de la farine de caroube dans les aliments de sevrage et son influence sur les performances et la santé des porcelets. *Journées de la recherche porcine*, 34, 97-101.
64. López-Caballero, M. E., Gómez-Estaca, J., Gómez-Guillén, M. C., & Montero, P. (2012).
65. Luchese, C. L., Garrido, T., Spada, J. C., Tessaro, I. C., & de la Caba, K. (2018). Development and characterization of cassava starch films incorporated with blueberry pomace. *International journal of biological macromolecules*, 106, 834-839.
66. MAIER, H., ANDERSON, M., KARL, C., MAGNUSON, K., & WHISTLER, R. L. (1993). Guar, locust bean, tara, and fenugreek gums. In *Industrial gums* (pp. 181-226). Academic Press.
67. Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sanchez, B., & Katthain, R. (2000). Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus-indica*). *Food hydrocolloids*, 14(5), 417-424.
68. Min, W. H., Fang, X. B., Wu, T., Fang, L., Liu, C. L., & Wang, J. (2019). Characterization and antioxidant activity of an acidic exopolysaccharide from *Lactobacillus plantarum* JLAU103. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 127(6), 758-766

69. Msaddak, L. (2018) Propriétés techno-fonctionnelles et substances bioactives de deux ingrédients alimentaires : cladodes du figuier de barbarie et feuilles de vigne. Thèse de Doctorat, Université de Gabès Tunis.p56.
70. Mudgil, D., Barak, S., &Khatkar, B. S. (2014). Guar gum: processing, properties and food applications—a review. *Journal of food science and technology*, 51(3), 409-418.
71. Multon, J. L. (1984). Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires.
72. Nawab, A., Alam, F., Haq, M. A., Lutfi, Z., &Hasnain, A. (2017). Mango kernel starch-gum composite films: Physical, mechanical and barrier properties. *International journal of biologicalmacromolecules*, 98, 869-876.
73. Ndir, B., Lognay, G., Wathelet, B., Cornelius, C., Marlier, M., &Thonart, P. (2000). Composition chimique du nétéu, condiment alimentaire produit par fermentation des graines du caroubier africain *Parkia biglobosa* (Jacq.) Benth. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 4(2), 101-105.
74. Neffar, S. (2012). Etude de l'effet de l'âge des plantations de figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica* L. Miller) sur la variation des ressources naturelles (sol et végétation) des steppes algériennes de l'Est. Cas de Souk-ahras et Tébessa (Doctoral dissertation, Annaba).
75. Nguyen, D. M., Do, T. V. V., Grillet, A.-C., Ha Thuc, H., & Ha Thuc, C. N. (2016). Biodegradability of polymer film based on low density polyethylene and cassava starch. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 115, 257–265.
76. Nobel, P. S., Cavelier, J., & Andrade, J. L. (1992). Mucilage in cacti: its apoplastic capacitance, associated solutes, and influence on tissue 5. *Journal of Experimental Botany*, 43(5), 641-648

77. Nogueira, G. F., Fakhouri, F. M., & de Oliveira, R. A. (2018). Extraction and characterization of arrowroot (*Maranta arundinacea* L.) starch and its application in edible films. *Carbohydrate Polymers*, 186, 64-72.
78. Oluwasina, O. O., Olaleye, F. K., Olusegun, S. J., Oluwasina, O. O., & Mohallem, N. D. S. (2019). Influence of oxidized starch on physicochemical, thermal properties, and atomic force micrographs of cassava starch bioplastic film. *International Journal of Biological Macromolecules*, 135, 282–293.
79. Orozco-Parra, J., Mejía, C. M., & Villa, C. C. (2020). Development of a bioactive synbiotic edible film based on cassava starch, inulin, and *Lactobacillus casei*. *Food Hydrocolloids*, 104, 105754.
80. Phan, T. D., Debeaufort, F., Luu, D., & Voilley, A. (2005). Functional properties of edible agar-based and starch-based films for food quality preservation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(4), 973-981.
81. Podshivalov, A., Zakharova, M., Glazacheva, E., & Uspenskaya, M. (2017). Gelatin/potato starch edible biocomposite films: Correlation between morphology and physical properties. *Carbohydrate Polymers*, 157, 1162-1172.
82. Putod, R. (1982). Les arbres fourragers. Le févier. *Forêt méditerranéenne*, 4(1), 33-42.
83. Reynolds, S. G., & Arias, R. E. (2003). El nopal (*Opuntia* spp.) como forraje. Rome: FAO. Rejeb, M. N. (1995). Le caroubier en Tunisie: Situations et perspectives d'amélioration. *Quel avenir pour l'amélioration des plantes*, 79-85.
84. Rivera-Corona, J. L., Rodríguez-González, F., Rendón-Villalobos, R., García-Hernández, E., & Solorza-Feria, J. (2014). Thermal, structural and rheological properties of sorghum starch with cactus mucilage addition. *LWT-Food Science and Technology*, 59(2), 806-812.
85. Rodrigues, F. J., Cedran, M. F., & Garcia, S. (2018). Influence of linseed mucilage incorporated

86. Roukas, T. (1993). Ethanol production from carob pods by *Saccharomyces cerevisiae*. *Food biotechnology*, 7(2), 159-176.
87. Roukas, T. (1996). Continuous ethanol production from nonsterilized carob pod extract by immobilized *Saccharomyces cerevisiae* on mineral kissiris using a two-reactor system. *Applied biochemistry and biotechnology*, 59(3), 299-307.
88. Roukas, T. (1998). Citric acid production from carob pod extract by cell recycle of *Aspergillus niger* ATCC 9142. *Food Biotechnology*, 12(1-2), 91-104.
89. Roukas, T. (1999). Citric acid production from carob pod by solid-state fermentation. *Enzyme and Microbial Technology*, 24(1-2), 54-59.
90. Saberi, B., Thakur, R., Vuong, Q. V., Chockchaisawasdee, S., Golding, J. B., Scarlett, C. J., & Stathopoulos, C. E. (2016). Optimization of physical and optical properties of biodegradable edible films based on pea starch and guar gum. *Industrial Crops and Products*, 86, 342-352.
91. Sadok, H. T., Aid, F., Doumandji, A., & Bellal, M. (2014). Effet du jus de cladodes d'*Opuntia ficus indica* sur la fermentation du lait et la croissance des bactéries lactiques et probiotiques. *Nature & Technology*, (11), 17.
92. SADOK, T. H., Chaouch, F., & Boutekrabet, A. (2009). Composition and effects of *Opuntia ficus indica* cladodes juice on lactic bacteria growth and yoghurt acidification.
93. Saenz, C. (2000). Processing technologies: an alternative for cactus pear (*Opuntia* spp.) fruits and cladodes. *Journal of Arid Environments*, 46(3), 209-225.
94. Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhiro, B. (2004). *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of arid environments*, 57(3), 275-290.
95. Saenz C., (2006). Utilisation on agroindustrielle du cactus in Carmen Saenz, *Bulletin des Services Agricoles de la FAO N°162*. (p 107-111)

96. Saenz-Hernandez, C. (1995). Food manufacture and by-products. FAO Plant Production and Protection Paper (FAO).
97. Salinas, M. V., Carbas, B., Brites, C., & Puppo, M. C. (2015). Influence of different carob fruit flours (*Ceratonia siliqua* L.) on wheat dough performance and bread quality. *Food and Bioprocess Technology*, 8(7), 1561-1570.
98. Sendra, E., Fayos, P., Lario, Y., Fernández-López, J., Sayas-Barberá, E., & Pérez-Alvarez, J. A. (2008). Incorporation of citrus fibers in fermented milk containing probiotic bacteria. *Food microbiology*, 25(1), 13-21.
99. Sharma, L., & Singh, C. (2016). Sesame protein based edible films: Development and characterization. *Food Hydrocolloids*, 61, 139-147.
100. Shit, S. C., & Shah, P. M. (2014). Edible polymers: challenges and opportunities. *Journal of Polymers*, 2014.
101. Soukoulis, C., Behboudi-Jobbehdar, S., Yonekura, L., Parmenter, C., & Fisk, I. D. (2014).
102. Stability of *Lactobacillus rhamnosus* GG in prebiotic edible films. *Food Chemistry*, 159, 302-308.
103. Stecher, G., Tamura, K., & Kumar, S. (2020). Molecular evolutionary genetics analysis (MEGA) for macOS. *Molecular biology and evolution*, 37(4), 1237-1239.
104. Stintzing, F. C., & Carle, R. (2005). Cactus stems (*Opuntia* spp.): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular nutrition & food research*, 49(2), 175-194.
105. Šuput, D. Z., Lazić, V. L., Popović, S. Z., & Hromiš, N. M. (2015). Edible films and coatings: Sources, properties and application. *Food and Feed Research*, 42(1), 11-22.
106. Trachtenberg, S., & Mayer, A. M. (1981). Composition and properties of *Opuntia ficus-indica* mucilage. *Phytochemistry*, 20(12), 2665-2668.

107. Turhan, K. N., Sahbaz, F., & Güner, A. (2001). A spectrophotometric study of hydrogen bonding in methylcellulose-based edible films plasticized by polyethylene glycol. *Journal of Food Science*, 66(1), 59-62.
108. Yang, L., & Paulson, A. T. (2000). Mechanical and water vapour barrier properties of edible gellan films. *Food Research International*, 33(7), 563-570.
109. Zhang, P., Zhao, Y., & Shi, Q. (2016). Characterization of a novel edible film based on gum ghatti: Effect of plasticizer type and concentration. *Carbohydrate polymers*, 153, 345-355.
110. Zhang, S. Q., Bi, H. M., & Liu, C. J. (2007). Extraction of bio-active components from *Rhodiasachalinensis* under ultrahigh hydrostatic pressure. *Separation and Purification Technology*, 57(2), 277-282.

