

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira-Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Alimentaires

Spécialité : Conservation des Aliments et Emballage



Mémoire de fin de cycle en vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Conception d'un emballage biodégradable destiné à
l'industrie fromagère**

Présenté et soutenu le 26/06/2023 par

Mammasse Sabri

Devant le jury composé de :

Mme Oukil-Benadjaoud Dahbia	Professeur	Présidente.
M Boudjouan Fares	MCA	Encadrant.
Mme Touati Naima	MCA	Co-encadrante.
Mme Sidane Djahida	MCB	Examinatrice.

Année universitaire : 2022/2023

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Dieu qui nous a donné la santé, la volonté et le courage d'accomplir ce travail.

Ma profonde gratitude a :

Mon maitre et encadreur :

M Boudjouan Fares :

Maitres de conférences classe A de l'université de Bejaia :

Les mots me trahissent pour exprimer toute ma gratitude envers vous, vous êtes le maitre, le mentor, le pédagogue. La confiance et l'ambiance que vous faites régner durant notre travail a contribué au maintien de ma motivation en associant le sérieux et la détermination au plaisir et à la convivialité.

Merci d'avoir été le phare qui m'a guidé le long de cette période.

Co-encadrante :

Mme Touati Naima :

Maitre de conférence classe A de l'université de Bejaia :

Je suis reconnaissant pour tout le temps conséquent que vous m'avez accordé, pour vos qualités pédagogiques et scientifiques. Votre énergie et confiance ont été des éléments moteurs pour moi. Je vous adresse ma gratitude pour tout cela.

A la présidente du jury :

Mme Oukil-benadjaoud Dahbia :

Professeur

Vous nous faites un grand honneur en acceptant de présider ce jury malgré vos multiples occupations.

Veillez, professeur, acceptez ici, l'expression de nôtres gratitude et notre profond respect.

A notre maitre et juge :

Mme Sidane Djahida ;

Maitre de conférence classe B de l'université de Bejaia :

Cher maitre, vous avez su nous enseigner avec pédagogie et bienséance ; je suis très sensible à l'honneur que vous me faites en prenant part au jugement de ce travail. Veuillez trouver ici, cher maitre, le témoignage de ma grande estime et de ma sincère reconnaissance.

Enfin, un grand merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie cette thèse :

A mon cher père, tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, l'optimisme et la confiance en soi face aux difficultés de la vie, tes conseils m'ont toujours guidé vers la réussite, merci pour ta compréhension et tes encouragements.

Ma tendre mère, autant de phrases aussi expressives ne soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tes conseils avisés et ton écoute y sont prépondérants. Merci pour tout.

A mes deux sœurs Darine et Cérina, avec elles je partage les plus agréables moments, la complicité et l'entente qui nous unissent.

A mes deux oncles Mokhtar et Madani, et à tous les membres de ma famille, puisse l'amour et la fraternité nous unir à jamais.

A toute l'équipe du laboratoire microbiologie Alimentaire, Mme Merzouk, Mme Saidani, Mme Ouar, merci pour votre bonté, pour votre accueil chaleureux, votre professionnalisme.

A tous mes amis, mes camarades de spécialité CAE et à toute personne qui m'est chère et qui a fait un bout de chemin avec moi et que j'ai omis involontairement de citer.

Sabri

Liste des Tableaux

Tableau I : principales caractéristiques des protéines du lactosérum	5
Tableau II: fonctions principales des protéines du lactosérum	5
Tableau III: codages des différents variables.....	15
Tableau IV: codage des échantillons.	20
Tableau V: Résultats de l'analyse de la variance	26

Liste des Figures

Figure 1 : Devenir du lactosérum à partir de la transformation fromagère.	3
Figure 2 : Relations corrélation négative entre la biodégradabilité du bio-polymère et ses performance.	7
Figure 3 : Différentes classes de bio-polymères	8
Figure 4 : Type vibration moléculaire (Azazy 2018).....	17
Figure 5 : Dispositif interféromètre de Michelson (Banerjee 2021).	18
Figure 6 : Spectre infrarouge sur la poudre du lactosérum	23
Figure 7 : Activité antioxydant des biofilms en fonctions du % d'inhibitions.....	24
Figure 8 : Ajustement des moindres carrés réponse temps de solubilité.....	25
Figure 9 : Ajustements des moindres carrés réponse DPPH.....	26
Figure 10 : Résultats profileur de prévision.....	27
Figure 11 : Plan de surface 3d test solubilité ration en fonction temps.....	28
Figure 12 : Plan de surface 3d test solubilité ration en fonction température	28
Figure 13 : Plan de surface 3d test solubilité temps en fonction température	29
Figure 14 : Plan de surface 3d activité anti oxydant ration en fonction de la température	30
Figure 15 : Plan de surface 3d activité anti oxydant ration en fonction du temps	30
Figure 16 : Plan de surface 3d activité anti oxydant température en fonction du temps	31
Figure 17 : Spectres infrarouges film lactosérum	32
Figure 18 : Spectres infrarouges film T0	32
Figure 19 : Spectres infrarouge film T2 h40.....	33
Figure 20 : Spectres infrarouges film T2	33
Figure 21 : Spectres infrarouge film T4	34

Tables des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale	1
Chapitre I : Généralités sur le lactosérum et les bio-polymères	3
1. Généralités sur le lactosérum	3
1.1. Définition	3
1.2. Types de lactosérum	4
1.3. Caractéristiques des protéines du lactosérum	4
1.4. Propriétés des protéines du lactosérum	5
1.5. Valorisation du lactosérum	6
2. Généralités sur les Bio-polymères	6
2.1. Définitions	6
2.2. Types de Bio-polymères	7
2.3. Bio-polymères issus des ressources fossiles	7
2.4. Bio-polymères issus des ressources renouvelables	7
3. Bio-emballage à base du lactosérum	8
4. Définition d'un additif	9
4.1. Alginates	10
4.2. Glycérol	10
Chapitre II : Matériel et méthodes	12
Matériel et produits	12
1. Principes	13
1.1. Coagulation du lait et récupération du lactosérum	13
1.2. Séchage et broyage du lactosérum	13
2.3. Elaboration du biofilm	13
2.4. Test DPPH	13
1.5. Optimisation par méthode surfaces de réponses	14
1.6. Test de solubilité	16
1.7. Amélioration de la résistance à la solubilité	16
1.8. Test de rétraction	16
1.9. Activité antibactérienne	16
1.10. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	16

2. Modes opératoires	18
2.1. Coagulation du lait	18
2.2. Récupération du lactosérum	18
2.3. Séchage et broyage lactosérum	19
2.4. Caractérisation de la poudre lactosérum	19
2.4.1. Test DPPH	19
2.4.2. Spectroscopie infrarouge	20
2.5. Optimisation du biofilm	20
2.6. Caractérisation du biofilm	21
a. Test de solubilité	21
b. Test de rétraction	21
c. Test DPPH	21
d. Activité antibactérienne	21
e. Spectroscopie infrarouge	22
2.7. Etude statistique	22
Chapitre III : Résultats et discussion	23
3. Caractérisation de la poudre lactosérum	23
3.1. Spectroscopie infrarouge	23
3.2. Activité antioxydant des biofilms	24
3.3. Optimisation du biofilm	25
3.3.1. Ajustement des moindres carrés	25
3.3.2. Analyse de la variance	26
3.3.3. Profileur de prévision	27
3.4. Temps de solubilité	28
3.5. Test DPPH	30
4. Caractérisation du biofilm	31
4.1. Spectroscopie infrarouge	31
4.2. Activité antibactérienne	35
Conclusion	37
Références bibliographiques	39
Annexes	42

INTODUCTION GENERALE

Introduction générale

Au cours des dernières années, l'augmentation et l'accélération des activités mondiales agro-alimentaires conduisent à d'importantes quantités de déchets, qui constituent une menace environnementale. Ceci dit cette branche d'industrie peut être une ressource d'énergie et de matériaux renouvelables, en initiant des technologies visant à la valorisation et transformation de ces déchets en produits utiles, créant des valeurs ajoutées significatives (Philip, Keshavarz et al. 2007).

Parmi ces déchets des industries agroalimentaires, le lactosérum, dont plus de 145 millions de tonnes sont produites chaque année dans le monde, a été longtemps considéré comme insignifiant, et il est souvent éliminé comme un déchet. Ayant de très bonnes propriétés ; nutritionnelles, antioxydant et anti-microbienne, il fait l'objet de plusieurs études qui visent à trouver de nouvelles méthodes d'utilisation, vu qu'il représente une source de matières premières à faible coût (García-Garibay , Macwan, Dabhi et al. 2016).

Comment peut-on valoriser le lactosérum ?

Durant notre travail, nous avons élaboré plusieurs biofilms, à différentes concentrations d'additifs et à des températures d'homogénéisation et temps d'ajout de l'additif variables. En utilisant une optimisation par le modèle Box-Behnken associée à la méthodologie des surfaces de réponses, nous avons pu déterminer suite à des tests de caractérisations, le meilleur profil de prévision d'un biofilm en terme de résistance à la solubilité et d'activité antioxydant (Singh, Chatli et al. 2015, Bajic, Oberlintner et al. 2020) .

L'objectif principal de notre étude est d'élaborer un bio film à un coût réduit avec de bonnes propriétés ; biodégradabilité, antioxydants et une bonne résistance favorisant son emploi dans l'industrie fromagère.

Le présent mémoire est divisé en trois chapitres

- Le premier chapitre théorique, est une synthèse bibliographique, consacré au lactosérum et aux bio-polymères.
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation du protocole expérimental décrivant le mode d'élaboration du biofilm ainsi qu'une présentation des différentes méthodes de caractérisation que nous avons utilisées dans le cadre de cette étude.
- Le troisième chapitre illustre tous les résultats expérimentaux que nous avons obtenus et leurs discussions.

Chapitre I

Généralités sur le lactosérum & les bio-polymères

Chapitre I : Généralités sur le lactosérum et les bio-polymères

1. Généralités sur le lactosérum

1.1. Définition

Le lactosérum est un coproduit de l'industrie laitière, de couleur vert jaunâtre, il représente environ 85 à 95 % du volume d'origine. Il est défini comme étant la partie aqueuse ou le sérum du lait, qui résulte de la coagulation de ce dernier soit par fermentation lactique ou par coagulation enzymatique. La production mondiale de lactosérum est estimée à environ 165 millions de tonnes. le lactosérum de fromage représente environ 95 % (Macwan, Dabhi et al. 2016) (Kandasamy, Yoo et al. 2021).

Le lactosérum retient environ 45-55% des nutriments du lait comprenant, des protéines, du lactose, des minéraux et des vitamines. Les protéines de lactosérum contiennent une grande quantité de liaisons disulfures, ces dernières peuvent être facilement rompues et entraîner la perte de la structure compacte du lactosérum (Zhang, Zhou et al. 2021).

Le type, la composition et les propriétés fonctionnelles des protéines du lactosérum sont étroitement dépendantes de leurs propriétés physico-chimiques ; poids moléculaire, nature et distribution des acides aminés. De leur environnement ; pH, température, concentration et du procédé qui leur a été appliqué ; chauffage, séchage, modifications physiques, chimiques .

L'issue du lactosérum à partir de la transformation fromagère est présentée dans la **Figure 1** (*Romain Jeantet 2017*).

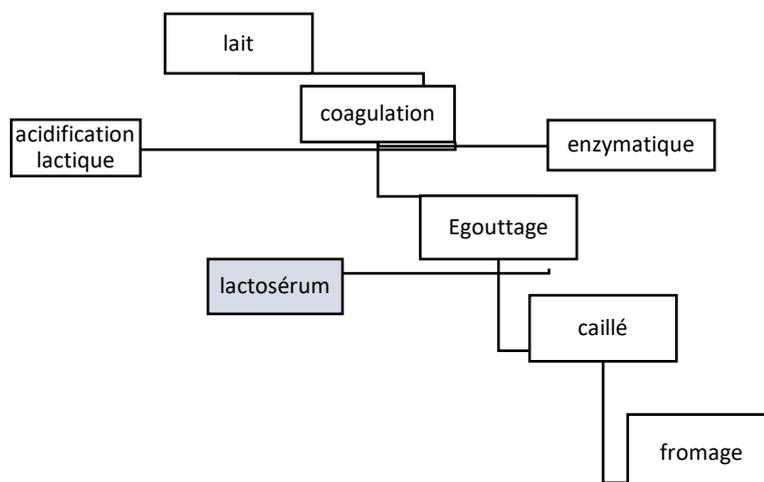


Figure 1 : Devenir du lactosérum à partir de la transformation fromagère.

1.2. Types de lactosérum

Le type de lactosérum dépend essentiellement du type de fromage et de la méthode de fabrication. Le plus souvent il existe deux types de lactosérum, le premier est basé sur la coagulation de la caséine par l'action de la présure à un pH 6,5 résultant un lactosérum doux.

Le deuxième type est le lactosérum acide ayant un pH < 5, résultant de processus utilisant la fermentation à un pH bas et par conséquent une durée de stockage plus longue que le "lactosérum doux".

	Lactosérum doux	Lactosérum acide
Coagulation	Enzymatique	Acidification
pH	6,5	<5
Acidité	15 à 22 °D	120 °D

1.3. Caractéristiques des protéines du lactosérum

Les protéines du lactosérum sont de deux types : les protéines majeures et les protéines mineures ; Les protéines majeures du lactosérum sont la Bêta-lactoglobuline-65%, la Alpha-lactalbumine-25%, la sérum-albumine-bovine-8%. Les protéines mineures sont le Glycomacropeptide, la lactoferrine, les Immunoglobuline. Ces protéines sont riches en acides aminés essentiels tels que la lysine la méthionine et la cystine. Le tableau 1 recense les caractéristiques des protéines du lactosérum .

Les principales caractéristiques physico-chimiques du lactosérum sont résumées dans le **Tableau I.**

Tableau I : principales caractéristiques des protéines du lactosérum

Protéine	Acides aminés	Masse molaire Kg/mol	Concentration dans le lait g/l	Pourcentage dans le lait %
Beta-lactoglobuline	162	18	2-4	12
Alpha-lactalbumine	123	14	1-1.5	3.5
Albumine sérum bovin	582	66	0.1-0.4	1
Proteose peptone	/	/	0.6-1.8	2
Immunoglobuline	/	1000-1430	0.6-1	2
Lactoferrine	689	80	0.1	/
Lactoperoxydase	612	78	0.01-0.03	/
glycomacropeptide	64	7	/	/

1.4. Propriétés des protéines du lactosérum

Les protéines du lactosérum ont une valeur nutritionnelle élevée, des propriétés fonctionnelles uniques et des caractéristiques bioactives qui valent la peine d'être exploitées. On peut citer à titre d'exemple ; une solubilité élevée, la capacité à mousser, les propriétés émulsifiantes, la capacité à former des gels suite à un traitement de chaleur. Les Principales fonctions des protéines constitutives du lactosérum sont résumées dans le **Tableau II**.

Tableau II: fonctions principales des protéines du lactosérum

Protéine	Fonction principale
Bêta-lactoglobuline	Antioxydant, fixation des minéraux, Lier les acides gras
Alpha-lactalbumine	Antioxydant , anti cancérigène
Immunoglobuline	Protection immunitaire
Lactoferrine	Antimicrobien, antioxydant, absorption du fer et anti cancérigène
Lactoperoxydase	Antimicrobienne
Glycomacropeptide	antiviral

1.5. Valorisation du lactosérum

Les préoccupations écologiques en matière de pollution incitent les industriels du secteur laitier à s'abstenir de déverser le lactosérum dans les cours d'eau et les égouts. Ayant une demande biologique en oxygène (**DBO**) de 30000 à 50000 mg/ litre, il représente une matière très polluante. L'élimination du lactosérum constitue également une perte importante de nutriments potentiels et d'énergie.

Néanmoins ces dernières années, le lactosérum n'est plus considéré comme un déchet, mais comme un véritable trésor riche par sa composition. C'est pour cela que de nouvelles recherches visent à trouver des méthodes de valorisation du lactosérum à des fins diverses tel que ; les engrais, dans l'alimentation animale, comme additif alimentaire, dans les industries pharmaceutiques et dernièrement comme un bio-polymère.

2. Généralités sur les Bio-polymères

2.1 Définitions

Un bio-polymère, tout comme un polymère est une macromolécule constituée d'un enchainement répété d'un ou plusieurs motifs, appelés monomères ou unités, liées entre eux par des liaisons covalentes . Les bio-polymères sont des matériaux biodégradables capables de se décompose en fonction des conditions aérobies ou anaérobies et du milieu, sous l'action de micro-organismes tels que les moisissures, les champignons et les bactéries dans un laps de temps déterminé. Ces derniers sont convertis en dioxyde de carbone, méthane, eau et en composés inorganiques ou en biomasse (Niaounakis 2015).

Les bio-polymères sont des matériaux respectueux de l'environnement et dotés d'excellentes propriétés, en particulier la solubilité, la résistance et la rigidité. D'autre part, ces bio-polymères sont fragiles et possèdent une faible déformabilité. Ce qui limite leur domaine d'applications. La **Figure 2** illustre la relation de corrélation négative entre la biodégradabilité du bio-polymère et ses performances (mathlouthi 1996).

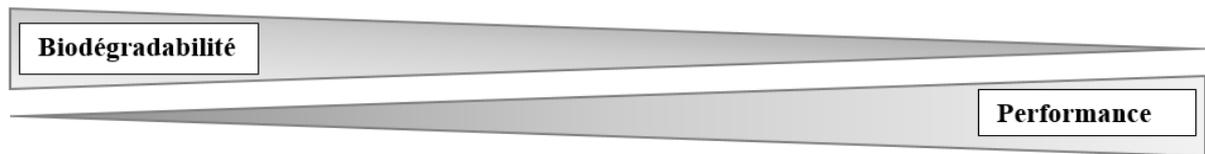


Figure 2 : relations corrélation négative entre la biodégradabilité du bio-polymère et ses performance.

2.2. Types de Bio-polymères

Il existe de nombreux types de polymères biodégradables, qui sont généralement classés en deux grandes familles selon leur origine ; les bio-polymères d'origine fossile et les bio-polymères issus de ressources renouvelables .

2.3. Bio-polymères issus des ressources fossiles

Ces polymères sont synthétisés à partir des combustibles fossiles, mais ils ont la particularité d'être biodégradables à la fin de leur fonctionnalité. On peut citer la polycaprolactone, le polyamide.

2.4. Bio-polymères issus des ressources renouvelables

Ces bioplastiques sont entièrement synthétisés à partir de ressources renouvelables, c'est à dire à partir de plantes, d'animaux ou de micro-organismes. On peut citer les protéines, le polysaccharide, le polyhydroxyalcanoate.

La **Figure 3** ci-dessous illustre les différentes classes de bio-polymères répertoriés à ce jour.

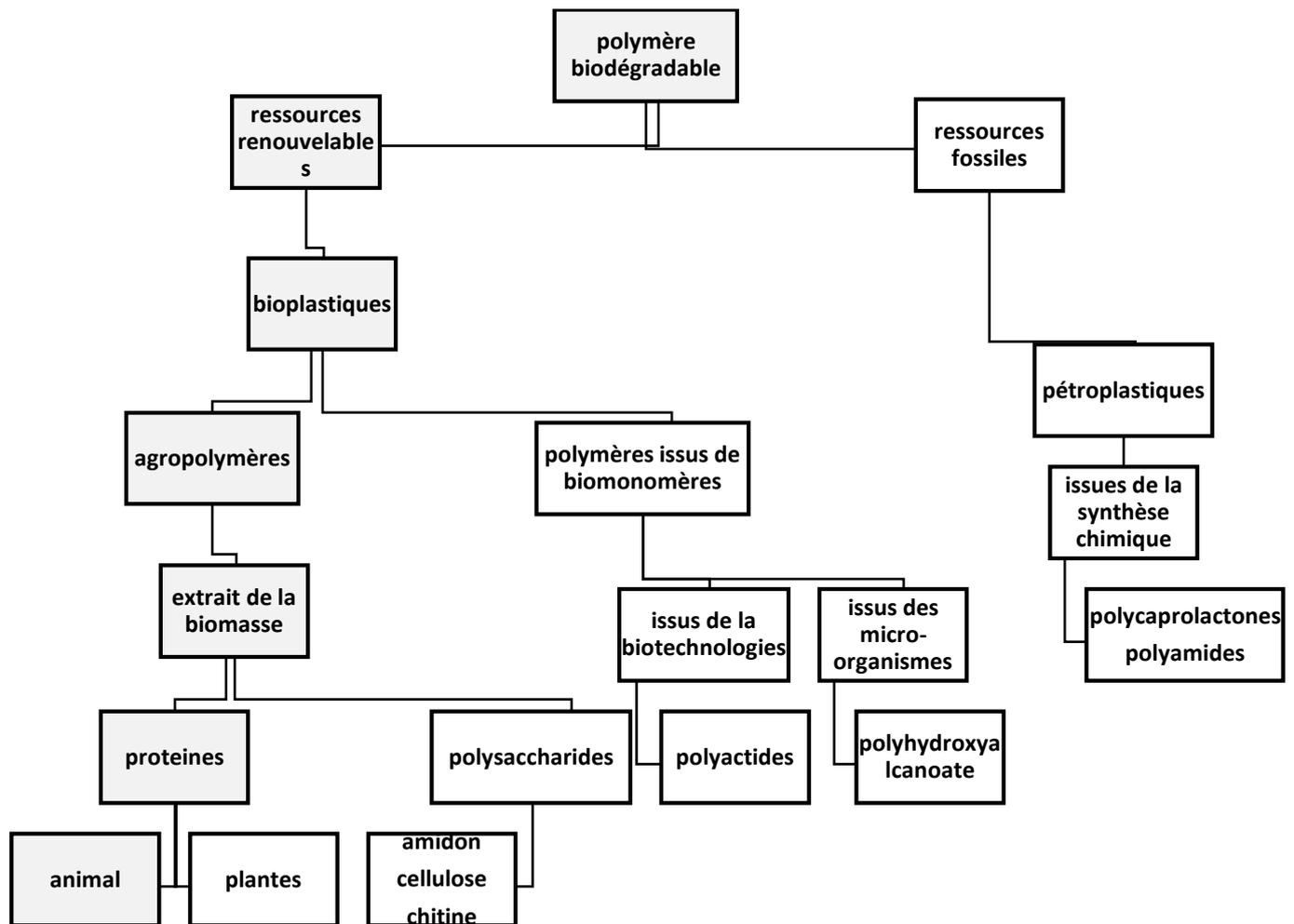


Figure 3 : Différentes classes de bio-polymères

3. Bio-emballage à base du lactosérum

L'emballage alimentaire s'est considérablement développé ces dernières années, il ne cesse d'inclure de nouvelles fonctionnalités afin de répondre aux exigences du marché qui défient constamment le développement des produits. Son objectif principal est de contenir les aliments, les protéger des facteurs externes, d'assurer le maintien de la qualité, l'acheminement en toute sécurité et de fournir aux consommateurs des informations sur le contenu. C'est pour cela que les matériaux d'emballage doivent donc présenter des propriétés fiables (Kandasamy, Yoo et al. 2021).

Parmi la variété de matériaux renouvelables et biodégradables, le lactosérum, un liquide jaune-vert considéré comme un déchet, semble très prometteur, pour l'élaboration d'un emballage bioactifs destinés produits alimentaires et aux médicaments (Pereira, Carneiro et al. 2017, Weizman, Dotan et al. 2017).

Ayant des propriétés antioxydants, antimicrobiens, anti cancérigène, et antivirales. Le lactosérum peut constituer d'excellents films barrières à l'oxygène, à l'arôme et à l'huile. Présentent en outre de bonnes propriétés optiques et mécaniques, il a la capacité d'agir comme émulsifiants, permettent la production de films transparents et flexibles. Ce qui lui permet d'être un candidat potentiel comme matériau d'emballage (Pereira, Carneiro et al. 2017) (Weizman, Dotan et al. 2017).

Les emballages à base de lactosérum produits sans l'adjonction de plastifiants sont très fragiles, alors l'ajout de plastifiants et d'épaississants tel que le glycérol apporte de la souplesse aux films, améliorant ainsi la flexibilité, l'élongation, la ténacité et la résistance à la déchirure des films. Toutes fois, cela augmente leur perméabilité à la vapeur d'eau. En outre, l'augmentation de la concentration de plastifiants diminué la résistance à la traction et le coefficient de Young (Di Pierro, Mariniello et al. 2018) (Kandasamy, Yoo et al. 2021).

4. Définition d'un additif

Selon le **JORA N° 97 du 27 décembre 2021** l'additif est défini comme étant : « une substance ajoutée volontairement à une matière plastique afin d'obtenir un effet physique ou chimique lors de la transformation de la matière plastique ou de modifier les caractéristiques physiques ou chimiques du matériau ou de l'objet final, et qui est destinée à être présente dans le matériau ou l'objet final ».

Durant notre étude nous avons utilisé deux type d'additifs ; les alginates et le glycérol.

Selon l'**arrêté interministériel du 24 Rabie El Aouel 1443 correspondant au 31 octobre 2021 du JORA N° 97 du 27 décembre 2021** fixant « les spécifications relatives aux objets et matériaux fabriqués en matière plastique destinés à être mis en contact avec les denrées alimentaires », les alginates et le glycérol peuvent être utilisés comme substance dans la fabrication de matériaux destinés à être en contact avec les denrées alimentaires.

4.1. Alginates

Les alginates sont des polysaccharides naturels obtenus à partir d'algues brunes marines, ce sont des copolymères linéaires composés de (1 → 4) liaisons α -L-guluronique (G) et β -D-mannuronique (M) dont les séquences varient en fonction de l'organisme (Hecht, 2016).

4.2. Glycérol

Le glycérol est un liquide incolore, visqueux et inodore, c'est un sous-produit du processus de production de biodiesel et peut également être également obtenu à partir des micros algues ou la cellulose. Largement utilisé comme étant un additif dans les formulations pharmaceutiques, cosmétiques, alimentaire et dans l'élaboration des matériaux en raison de son faible prix, sa faible toxicité et pour ses propriétés physicochimiques particulières, notamment sa solubilité dans l'eau et le rôle de plastifiant (Yu, 2014).

Chapitre II

Matériel et méthodes

Chapitre II : Matériel et méthodes

La partie expérimentale de cette étude a été réalisée au niveau du laboratoire pédagogique du bloc 9 de Microbiologie Alimentaire, Département des Sciences Alimentaires, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Abderrahmane Mira Bejaia.

Matériel et produits

1.1. Matériel et instruments :

- Bécher 100ml
- Eprouvette 100ml
- Tige en verre
- Tube à essai
- Cristalliseur
- Boîte de pétrie
- Micropipette
- Spatule
- Broyeur
- Barreau magnétique
- Thermomètre digital
- Embout
- Filtre événements
- Etuve ventilée (Incucell memmert)
- Etuve ventilée (pol eko aparatura)
- Pince
- Agitateur (vortex)
- Papier filtre
- Pipette pasteur
- Balance analytique (adventurer ohaus)
- Balance de précision
- Plaque d'agitation et chauffante
- Spectrophotomètre (Rayleigh)
- Centrifugeuse (Beijing era beili)
- Spectrophotomètre infrarouge (IRAffinity-1S)
- Seringue
- Cutter
- Bec bunsen
- Ecouvillon

1.2. Produits et réactifs :

- Lactosérum
- Glycérol
- Alginate
- HCL
- NaOH
- NaCl
- Eau distillée
- Ethanol
- DPPH
- Acide ascorbique
- Trolox
- Gélose mueller-hinton
- Escherichia coli
- Staphylococcus aureus

1 Principes

1.1 Coagulation du lait et récupération du lactosérum

La coagulation du lait est une déstabilisation de l'état micellaire de la caséine par le biais de deux méthodes ; coagulation acide (voie fermentaire) ou la coagulation enzymatique (présure), résultant un caillé et du lactosérum. La séparation du lactosérum se fait par filtration.

1.2 Séchage et broyage du lactosérum

2.1 Le séchage est effectué dans une étuve ventilée, il consiste en l'élimination de l'eau, par le biais d'une déshydratation lente, effectuée à une température comprise entre 45°C et 60 °C.

2.2 Le broyage : opération visant à fragmenter et à réduire la taille du produit d'un état dur à l'état de poudre afin de lui donner une forme utilisable.

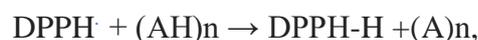
2.3 Elaboration du biofilm

Elaboration et optimisation d'un biofilm à partir d'un coproduit, mélanger au préalable avec des additifs à différentes concentrations. Chauffer pendant un certain temps puis transvaser dans des boites de Pétri afin d'être séché dans l'étuve.

2.4 Test DPPH

Le Diphényle picryl-hydrazyle (DPPH), un radical libre stable, violet en solution et présentant une absorbance caractéristique à 515 nm. Cette couleur disparaît rapidement lorsque le DPPH est réduit en diphényle picryl-hydrazine par un composé à propriété antioxydant, entraînant ainsi une décoloration (l'intensité de la coloration est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons) (Brand-Williams *et al.*, 1995).

On peut résumer la réaction sous la forme de l'équation :



(AH)_n représente un composé capable de céder un hydrogène au radical DPPH (violet) pour le transformer en Diphényle picryl hydrazine (jaune). Ceci permet de suivre la cinétique de décoloration à 515 nm (Frankel et Meyer., 2000).

1.5 Optimisation par méthode surfaces de réponses

Méthode surface de réponses, est une technique statistique effectuée à l'aide du logiciel JMP (John's Macintosh Project), qui est appliquée sur un ensemble de données dédiées à établir une relation entre les variables. En utilisant un plan expérimental à 3 facteurs et 3 niveaux, les variables doivent être codées **Tableau III**. Les données sont analysées à l'aide de la technique de régression multiple pour développer un modèle de surface de réponse illustrée dans les représentations tridimensionnelles du plan de Box-Behnken.

Une équation polynomiale de second degré doit être appliquée pour ajuster les réponses des données expérimentales aux variables codées, comme suit :

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i X_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j}^n \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon$$

Y : fonction de réponse

β_0 : constante polynomiale qui exprime l'effet moyen général

β_{ij} : coefficients des effets linéaires, quadratiques.

$X_i X_j$; représentent les variables codées indépendantes

Ce type de méthodologie permet de déterminer ; les erreurs de prévision, le coefficient de corrélation R^2 et la probabilité p , en vue de caractériser la configuration optimale du biofilm (Singh, Chatli et al. 2015, Bajic, Oberlintner et al. 2020).

Tableau III: codages des différents variables

variables	niveau	codage
ratio	0,5g/1g	-1
	1g/1g	0
	1,5g/1g	1
température	ambiante	-1
	40°C	0
	80C°	1
temps	T0	-1
	T2	0
	T4	1

1.6 Test de solubilité

Procédé qui consiste à immerger l'échantillon dans un solvant (eau) et suivre son état de dissolution en fonctions du temps.

1.7 Amélioration de la résistance à la solubilité

Méthode qui consiste à immerger le biofilm dans une solution préparée ; 1 g CaCl₂ dans 100 ml d'eau distillé durant quelque seconde, ensuite le séchage pendant 24h afin d'améliorer sa résistance à la solubilité dans l'eau (Rhim 2004).

1.8 Test de rétraction

Test effectué selon le principe de la norme **NF T54-115 avril 1954** « Détermination des variations dimensionnelles après action de la chaleur - Méthode par immersion ».

Immersion d'un échantillon sous forme d'une éprouvette dans un liquide préalablement porté à une température fixée de 120 °C pendant 2 minutes pour permettre le relâchement ou la rétraction des tensions internes, et déterminer le taux de variation des dimensions avant et après immersion.

1.9 Activité antibactérienne

La technique consiste à déposer à la surface d'un milieu gélosé (Mueller –Hinton) préalablement ensemencé par une suspension de germes cibles ; *Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus*, des extraits à tester. Après incubation, la lecture des résultats se fait par mesure des diamètres des zones d'inhibition en millimètres (Seydim and Sarikus 2006).

1.10 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une classe de la spectroscopie qui étudie l'interaction de la matière avec le rayonnement électromagnétique. C'est une analyse expérimentale qualitative et quantitative, non destructive utilisée pour caractériser la structure des molécules organiques complexes en se basant sur les spectres produits, dans une zone allant de 400 cm⁻¹ à 4000 cm⁻¹.

L'absorption de l'énergie des rayonnements IR par la matière déclenche une vibration moléculaire récurrentes des atomes autour de leurs liaisons à savoir ; des étirements, des oscillations, les torsions... (**Figure 4**).

Chaque molécule possède ces propres types de vibrations qui sont différentes des autres. C'est ainsi que l'on peut identifier la matière (Azazy 2018, Banerjee 2021).

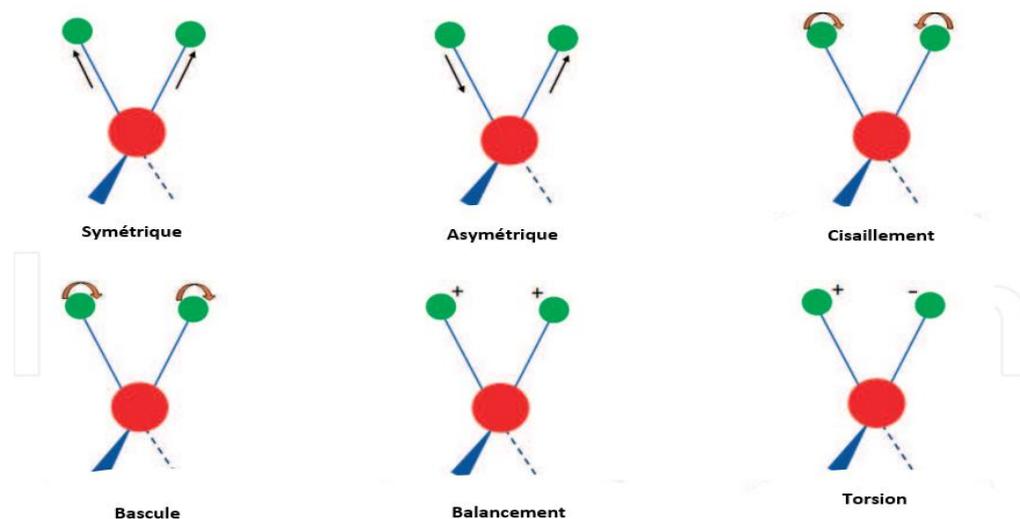


Figure 4 type vibration moléculaire (Azazy 2018).

La spectroscopie à transformée de Fourier repose sur le principe du dispositif « interféromètre de Michelson » (**Figure 5**). Il Consiste en une source lumineuse IR qui envoie un rayonnement sur un séparateur qui réfléchit et sépare le faisceau en deux longueurs d'ondes de même intensité sur le miroir fixe et le miroir mobile, qui sont ensuite réfléchis par les deux miroirs parcourant le sens inverse vers le séparateur qui émet le faisceau traversant l'échantillon qui est capté par le détecteur (Banerjee 2021).

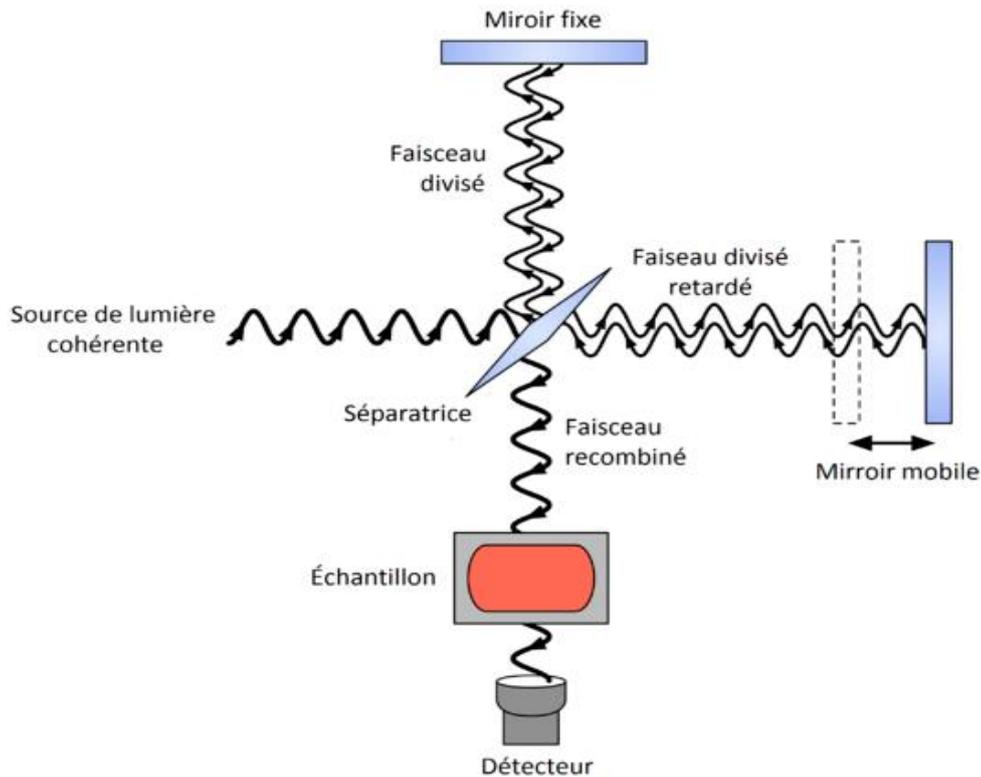


Figure 5 : dispositif interféromètre de Michelson (Banerjee 2021).

2. Modes opératoires

2.1. Coagulation du lait

On chauffe le lait à une température de 80°C , ensuite on ensemence par des ferments lactiques ou de la présure ne dépassant pas respectivement 3 à 4 gouttes par 1 litres de lait. On laisse reposer 15 minutes ; le temps du caillage.

2.2. Récupération du lactosérum

Après coagulation du lait, on procède à la filtration et séparation du caillé et de lactosérum en versant le mélange à travers une passoire afin de récupérer le lactosérum.

2.3. Séchage et broyage lactosérum

On transvase le lactosérum dans des cristallisoirs, à des quantités équivalentes ensuite on les met dans une étuve ventilée à 40 C° pendant minimum 48 H le temps du séchage.

Après séchage on récupère le lactosérum solide et sec, on le met dans un broyeur pour le réduire en poudre.

2.4. Caractérisation de la poudre lactosérum

2.4.1. Test DPPH

On dissout 4g de poudre de lactosérum dans 25 ml d'éthanol, ensuite on agite et on centrifuge. Après on fait une dilution respectivement ;

- 1ml extrait + 4ml éthanol
- 2ml extrait + 3 ml éthanol
- 3ml extrait + 2 ml éthanol
- 4ml extrait + 1 ml éthanol
- 5ml extrait

On prépare le DPPH à une absorbance 0.9, ensuite on extrait de chaque échantillons 2.5 ml que l'on complète par le même volume du DPPH ;

- 2,5 ml extrait+2,5ml DPPH
- 2,5ml extrait +2,5ml DPPH
- 2,5ml extrait+2,5ml DPPH
- 2,5ml extrait+2,5ml DPPH
- 2,5ml extrait +2,5ml DPPH

Incubations des échantillons pendant 30 min à température ambiante et à l'obscurité.

On mesure l'absorbance à 517 nm au spectrophotomètre.

2.4.2 Spectroscopie infrarouge

On prépare au préalable une pastille contenant de la poudre lactosérum et du bromure de potassium que l'on comprime sous pression pour avoir une pastille très fine, ensuite on l'introduit dans le spectrophotomètre et on mesure son absorption.

2.5 Optimisation du biofilm

On a élaboré plusieurs biofilms (27) afin d'optimiser les paramètres et ratio idéals, ces derniers ont été codés selon le **Tableau IV**

Tableau IV: codage des échantillons.

		0,5g/1g	1g/1g	1.5g/1g
20 degré	T0	ech0,520	ech120	ech1,520
	2H	ech0,5202	ech1202	ech1,5202
	4H	ech0,5204	ech1204	ech1,5204
40 degré	T0	ech0,540	ech140	ech1,540
	2H	ech0,5402	ech1402	ech1,5402
	4H	ech0,5404	ech1404	ech1,5404
80 degré	T0	ech0,580	ech180	ech1,580
	2H	ech0,5802	ech1802	ech1,5802
	4H	ech0,5804	ech1804	ech1,5804

On a pris différentes concentrations du lactosérum et alginate avec des rapports alginate/lactosérum suivants (0,5g/1g, 1g/1g et 1,5g/1g) puis on a ajouté 20 ml d'eau distillée et 1ml HCl 0.1M. Pour chaque concentration trois essais à différentes températures, à savoir ; température ambiante, température 40C° et température 80C°, que l'on mélange sur une plaque agitatrice et chauffante.

Pour chaque température, on initie le temps de préparations des alginates, soit on l'ajoute directement, on le prépare et homogénéise pendant 2h ou on le prépare et

homogénéise pendant 4h. après 30 min d'agitation on rajoute 4ml de glycérol 70 % et 1ml NaOH, et on continue l'agitation pendant 20 min.

On verse le mélange dans des boites de Petri, et on les met dans une étuve ventilée à 65 °C.

Le temps de séchage dépend du ratio de chaque biofilm.

2.6 Caractérisation du biofilm

a. Test de solubilité

On découpe un échantillon du biofilm (respectivement de chaque biofilm) ensuite on l'immerge dans un bécher rempli d'eau et on observe l'état de dissolution du biofilm en fonctions du temps.

b. Test de rétraction

Dans un cristallisateur, on prépare un bain de solution (glycérol) à une température stable de 120 °C. On découpe une éprouvette de chaque échantillon à des dimensions bien précises (5 cm de longueur, 1 cm de largeur), ensuite on l'immerge dans le bain de solution pendant 2 min, puis on le retire à l'aide d'une pince, on le dépose et on mesure ces dimensions.

c. Test DPPH

On dissout 0.2 g du biofilm dans 2 ml d'eau, après centrifugation et filtration on extrait 0.5 ml que l'on complète par 0.5 d'eau distillée et 1ml DPPH.

Incubations des échantillons pendant 30 min à température ambiante et l'obscurité. On mesure l'absorbance à 517 nm au spectrophotomètre

Trois répétitions sont effectuées pour chaque échantillon.

d. Activité antibactérienne

On coule de la gélose (Mueller Hinton) dans des boites de Petri, après séchage on ensemence par écouvillonnage à partir d'une suspension de germe ; *Escherichia coli* et *staphylococcus aureus*. Ensuite, on dépose nos échantillons du biofilm, à

savoir qu'on a utilisé 3 techniques : méthodes des disques, des puits et extraits dissouts.

Incubations à 37C° pendant 24H, on fait la lecture par mesure des diamètres des zones d'inhibitions.

e. Spectroscopie infrarouge

On découpe un échantillon du biofilm et on le pose sur la plaque porte échantillon, ensuite on l'introduit dans le spectrophotomètre et on mesure son absorption sous forme d'un spectre.

2.7 Etude statistique

Une analyse statistique des moyennes et écarts types des résultats de trois essais sur le test DPPH et le test de solubilité a été réalisée à l'aide du logiciel STATISTICA en comparant la moyennes des résultats par une analyse de la variance ANOVA.

Chapitre III : Résultats et discussion

3. Caractérisation de la poudre lactosérum Spectroscopie infrarouge

Les résultats de la spectroscopie infrarouge FTIR exprimés en transmittance, sur la poudre de lactosérum sont illustrés sur la **Figure 6** ci-dessous.

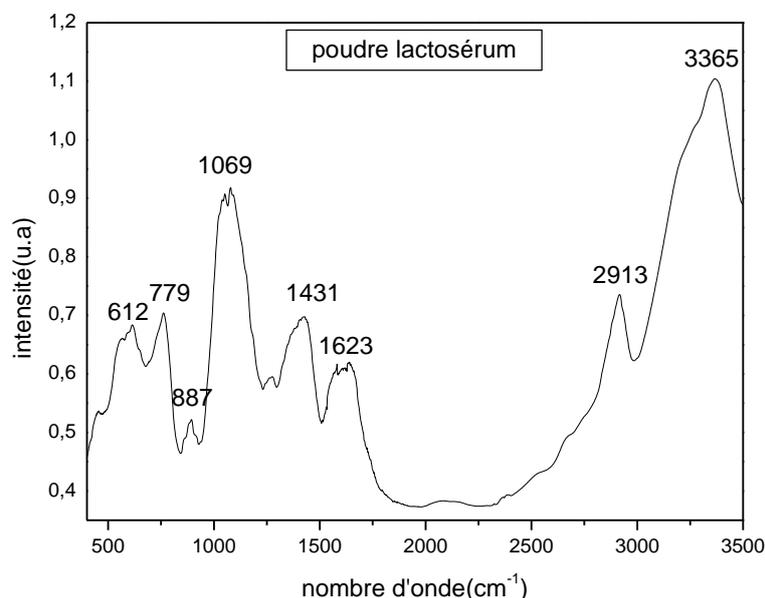


Figure 6 spectre infrarouge sur la poudre du lactosérum

Identification des spectres :

- Bande moyenne à 2913 cm^{-1} , correspondant aux vibrations d'étirement -CH des groupes carbonyles des triglycérides, identifiées comme des acides gras présents dans les produits laitiers (Eid, El-Shamy et al. 2022).
- Bande moyenne à 1623 cm^{-1} , correspondant à la courbure N-H aux l'amide qui sont liés aux liaisons peptidiques (CO-NH) associés protéines du lactosérum (Odila Pereira, Soares et al. 2019).
- Bande moyenne à 1431 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'étirement asymétriques et symétriques des groupes COO^- et COO^- identifiées aux saccharides (Chakravartula, Soccio et al. 2019).
- Bande intense à 1069 cm^{-1} , correspondant à l'étirement OH des hydrates de carbone identifier aux polysaccharides.

- Région dominé par des Bandes fines à 612 cm^{-1} , 779 cm^{-1} et 887 cm^{-1} , associé à l'étirement OH des hydrates de carbone comme que le lactose (Andrade, 2019).

3.2 Activité antioxydant des biofilms

Les résultats de l'analyse statistique représentés dans la **Figure 7** montrent des différences significatives concernant l'activité anti-radicalaire des échantillons.

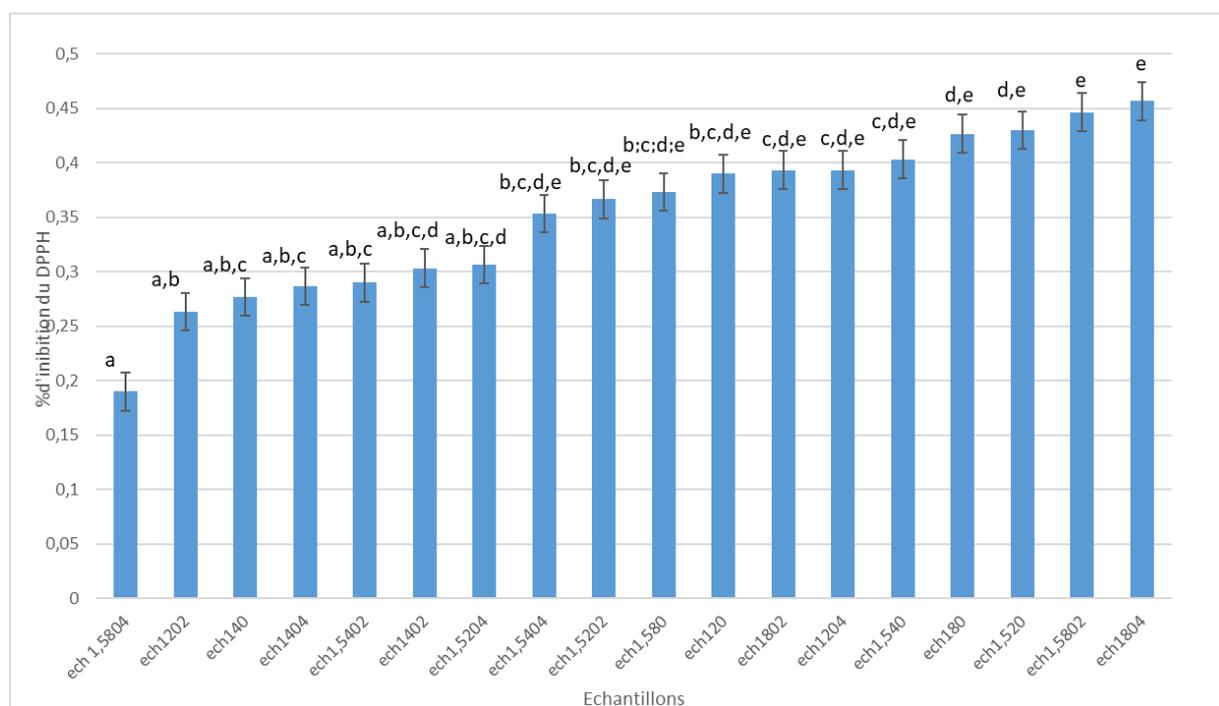


Figure 7 : activité antioxydant des biofilms en fonctions du % d'inhibitions

On remarque les valeurs des écart type sont assez petites donc la variance de dispersion des moyennes de pourcentage d'inhibitions pour les trois essais des échantillons sont proches.

Il existe une différence significative entre les différents échantillons, en particulier l'échantillon avec un ratio 1,5g/1g température 80°C temps 4h et l'échantillon avec un ration 1g/1g température 80°C temps 4h, plus les échantillons avec un ratio de 1g/1g présente en moyenne un meilleur pourcentage d'inhibition que ceux avec un ratio de 1,5g/1g.

L'activité antioxydant de nos échantillons est dûe en particulier au protéines du lactosérum, en particulier la Bêta-lactoglobuline, Alpha-lactalbimine et Lactoferrine, qui se caractérisés

par le potentiel antioxydant élevé. Ces propriétés sont principalement associées à leur composition en acides aminés, ces derniers peuvent agir en tant qu'antioxydants, principalement en limitant l'activité de leurs groupements sulfhydriles (cystéine et méthionine) ou par le don de résidus aromatiques (tryptophane, tyrosine et phénylalanine) (Lawrence M. Tong, 2000) (Stobiecka, 2022).

3.3 Optimisation du biofilm

Durant notre travail nous avons élaboré 27 biofilms afin de mettre en place une étude d'optimisation qui consiste à analyser et à traiter des données expérimentales, en vue d'estimer la désirabilité des erreurs, prédire le coefficient de corrélation et enfin prévoir un modèle type, ayant les meilleurs rendements vis-à-vis du temps de solubilité et du pourcentage d'inhibition du DPPH.

3.3.1 Ajustement des moindres carrés

La distribution des nuages de points des réponses de temps de solubilité illustrée sur la **Figure 8** ci-dessous ainsi que les nuages de points des réponses du DPPH illustré sur **Figure 9** ci-dessous, sont assez proches de la droite. De plus ayant un coefficient d'ajustement $R^2 = 0,99$ proche de 1 et un $P < 0,05$ (**Tableau IV**), donc il s'avère qu'il y a une bonne corrélation significative entre les résultats des échantillons et l'estimation des erreurs est minime.

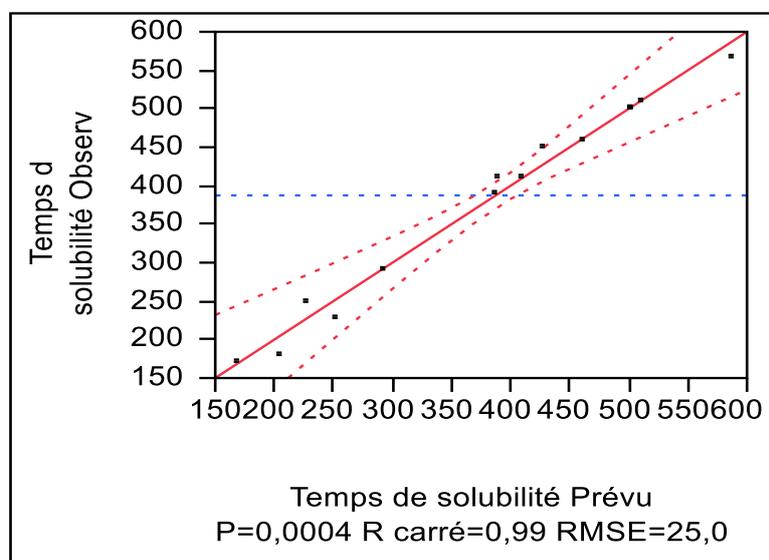


Figure 8 ajustement des moindres carrés réponse temps de solubilité

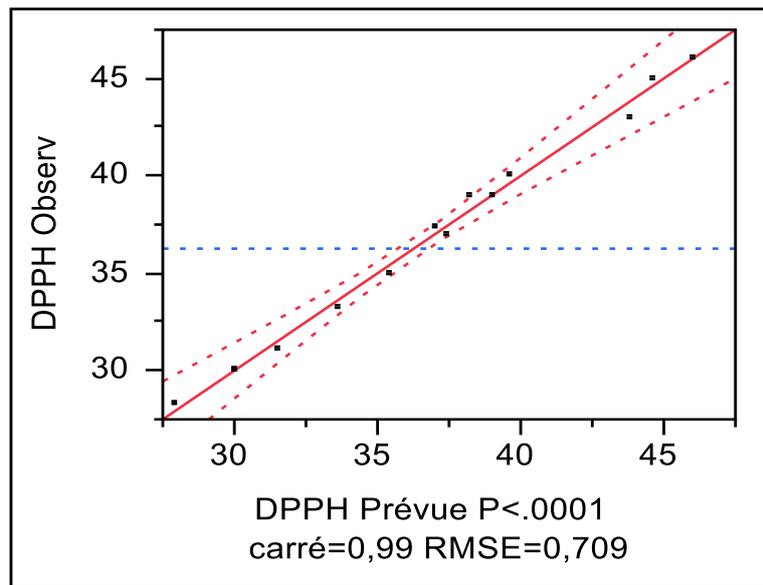


Figure 9 ajustements des moindres carrés réponse DPPH

3.3.2 Analyse de la variance

Tableau V: Résultats de l'analyse de la variance

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F
Modèle	9	236445,39	26271,7	41,8007
Résidus	5	3142,49	628,5	Prob. > F
Total	14	239587,88		0,0004*

3.3.3 Profileur de prévision

L'optimisation nous a permis d'étudier l'influence de différents facteurs à savoir ; le ratio, la température et le temps sur les critères de solubilité et l'activité antioxydant ; afin de tirer profit de la meilleure prévision d'échantillon. Ainsi pour un ratio de 1g/1g, une température ambiante et un temps d'environ 3,44 heures, nous avons un temps de solubilité de 597 secondes et un pourcentage d'inhibition de 47,7% (**Figure 10**).

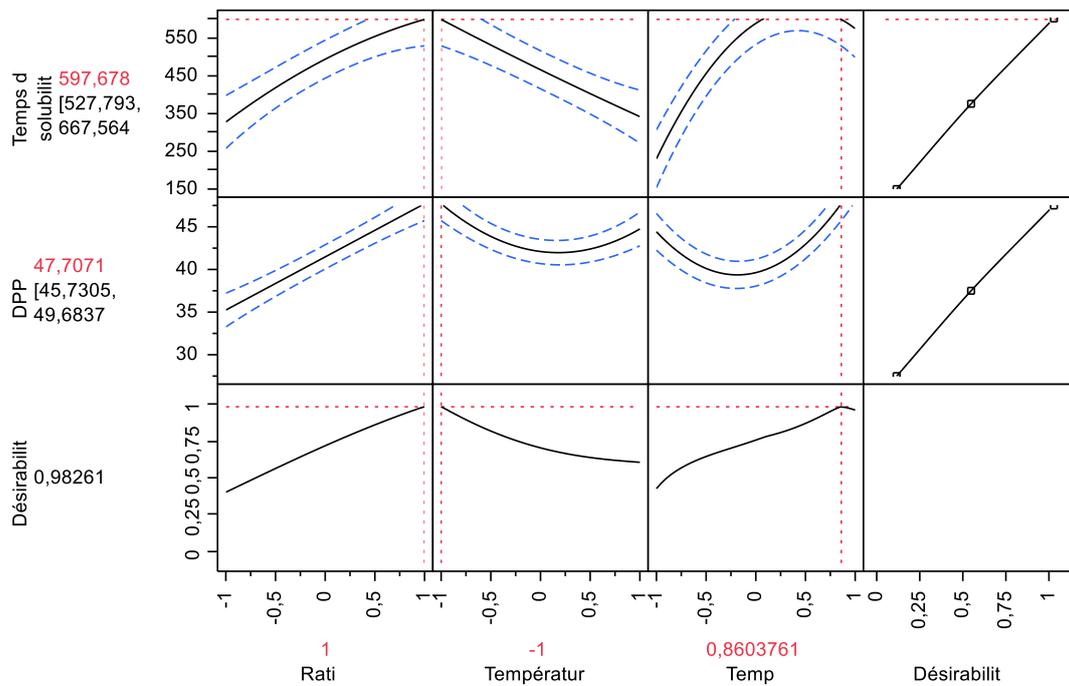


Figure 10 : résultats profileur de prévision

3.4 Temps de solubilité

Les résultats de la méthode surfaces de réponses Box-Behnken sur le test de solubilité démontre que :

- L'interaction ratio*temps affecte considérablement le temps de solubilité des biofilms, vu le plan quadratique qui augmente, donc il y a une différence significative entre les échantillons. **(Figure 11).**

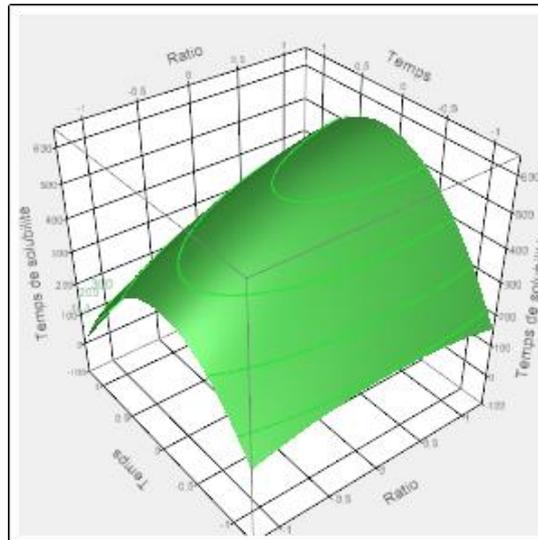


Figure 11 : plan de surface 3d test solubilité ration en fonction temps

- L'interaction ratio*température affecte légèrement sur le temps de solubilité des biofilms, vu le plan linéaire qui augmente faiblement, donc il y a une différence significative entre les échantillons. **(Figure 12)**

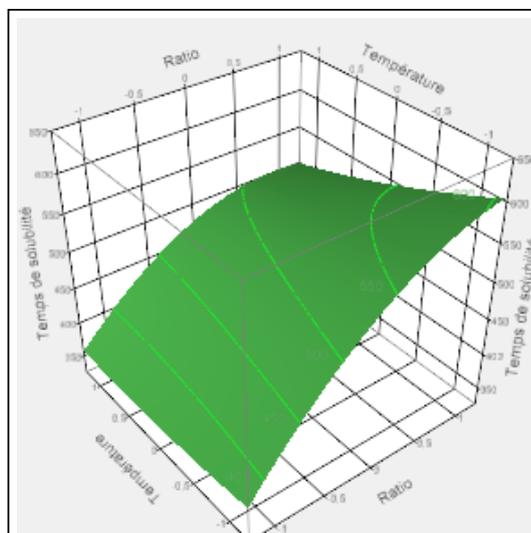


Figure 12 plan de surface 3d test solubilité ration en fonction température

- L'interaction temps*température affecte considérablement sur le temps de solubilité des biofilms, vu le plan quadratique qui augmente donc il y a une différence significative entre les échantillons. **(Figure 13)**

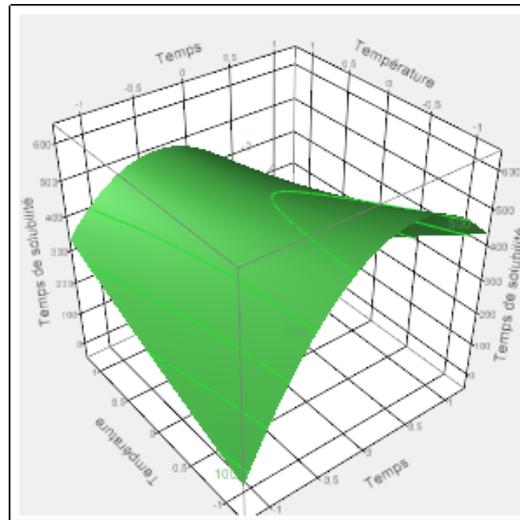


Figure 13 plan de surface 3d test solubilité temps en fonction température

Selon l'étude profileur de prévision, les biofilms à température ambiante et à 40 °C présentent de meilleures résistances à la solubilité, dû à leurs points isoélectriques. Par contre à des températures plus élevées la résistance diminue, elle est due à la dénaturation de la protéine sous l'effet de la température, les liaisons non covalentes impliquées dans la stabilisation de la structure secondaire et tertiaire de la protéine sont dépliées, les groupes hydrophobes ; c'est-à-dire les groupes sulfhydriques SH, initialement à l'intérieur des molécules de la protéine interagissent et réduisent la liaison avec l'eau (Pelegri, 2005).

3.5 Test DPPH

Les résultats de la méthode surfaces de réponses Box-behnken sur le test activité antioxydant démontre que :

- L'interaction ratio*temps affecte considérablement sur l'activité antioxydant des biofilms, vu le plan quadratique qui augmente, donc il y a une différence significative entre les échantillons. **(Figure 14).**

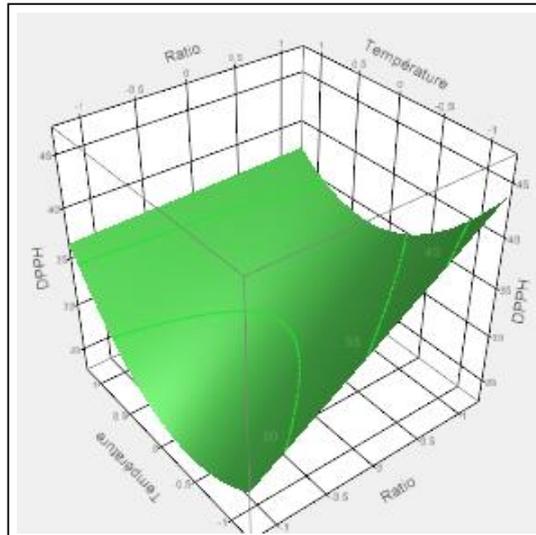


Figure 14 plan de surface 3d activité anti oxydant ration en fonction de la température

- L'interaction ratio*température affecte légèrement sur l'activité antioxydant des biofilms, vu le plan linéaire qui augmente, donc il y a une différence significative entre les échantillons. **(Figure 15).**

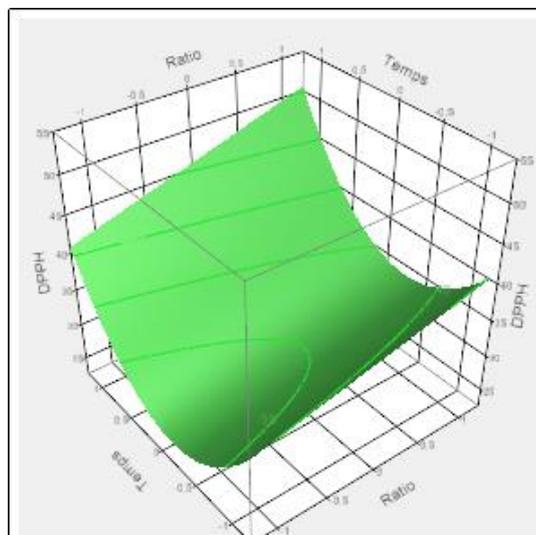


Figure 15 plan de surface 3d activité anti oxydant ration en fonction du temps

- L'interaction temps*température affecte considérablement sur l'activité antioxydant des biofilms, vu le plan quadratique qui augmente, donc il y a une différence significative entre les échantillons. **(Figure 16).**

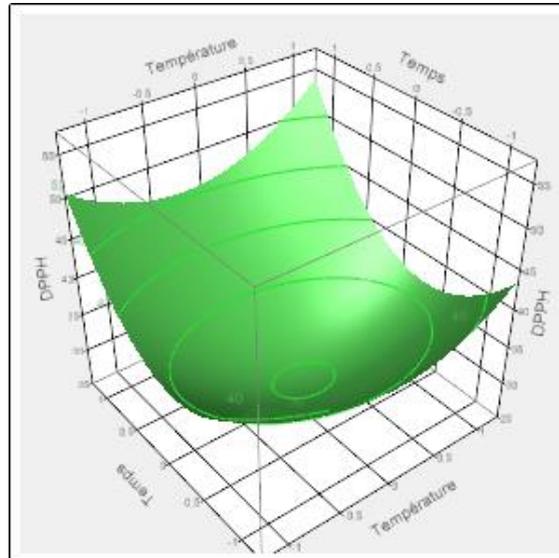


Figure 16 plan de surface 3d activité anti oxydant température en fonction du temps

4. Caractérisation du biofilm

4.1. Spectroscopie infrarouge

Les résultats de la spectroscopie infrarouge FTIR exprimés en transmittance, sur les différents biofilms sont illustrés sur les **Figures 17,21** ci-dessous.

On peut voir que les résultats des spectres sont caractérisés par des bandes situées dans les zones de 600cm^{-1} _ 1500cm^{-1} , 2100 cm^{-1} et 2700 cm^{-1} _ 3600cm^{-1} .

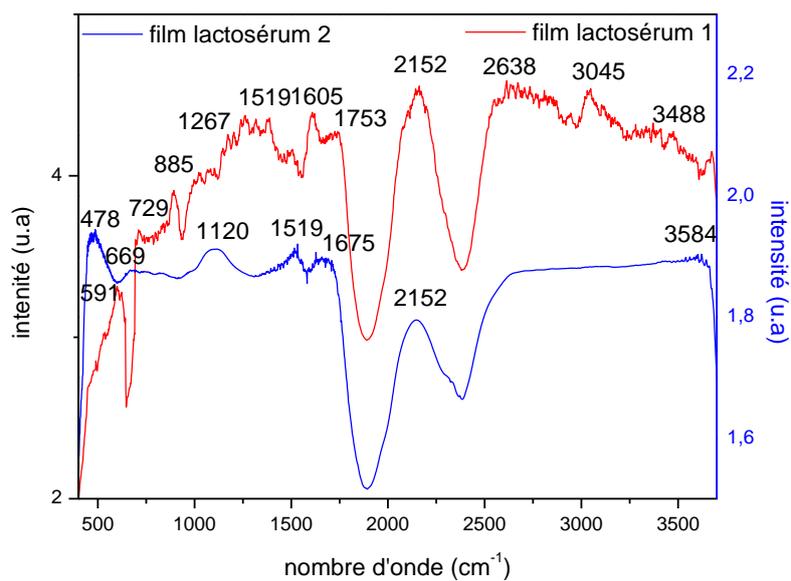


Figure 17 spectres infrarouges film lactosérum

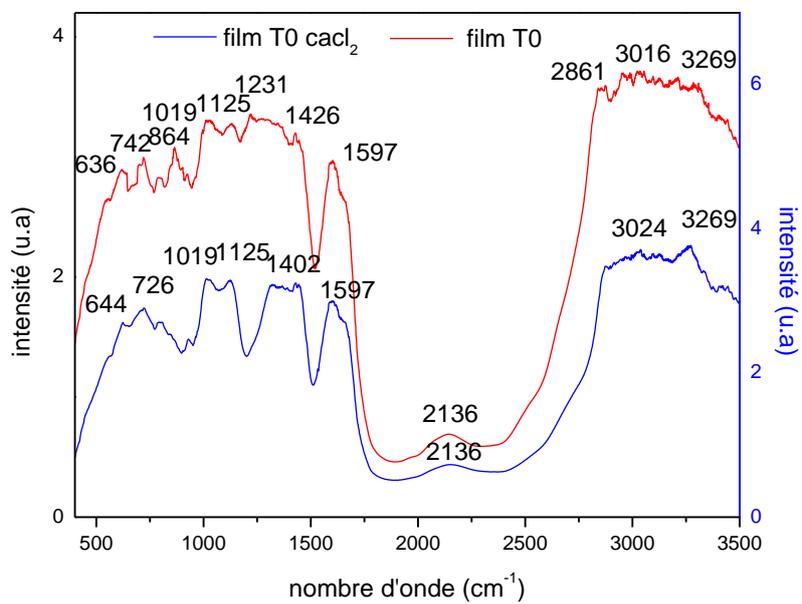


Figure 18 spectres infrarouges film T0

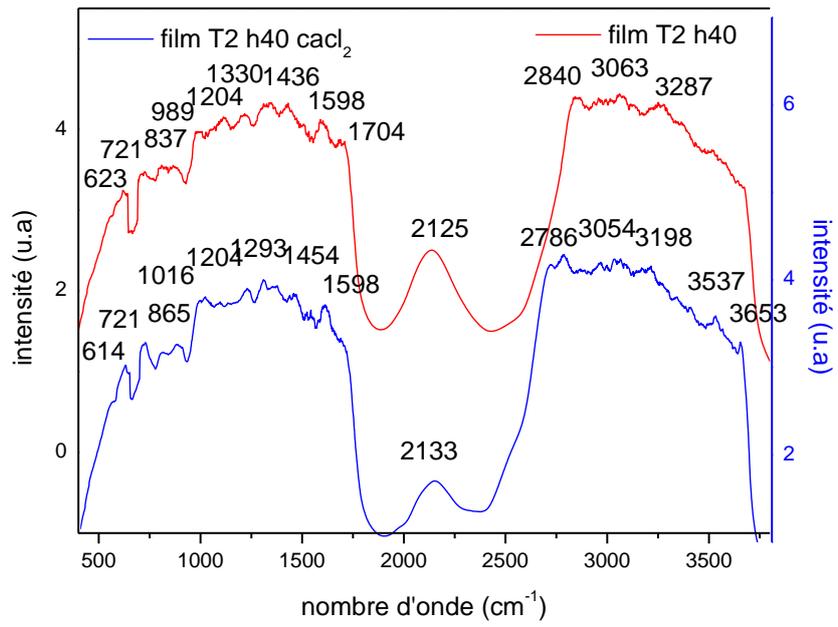


Figure 19 spectres infrarouge film T2 h40

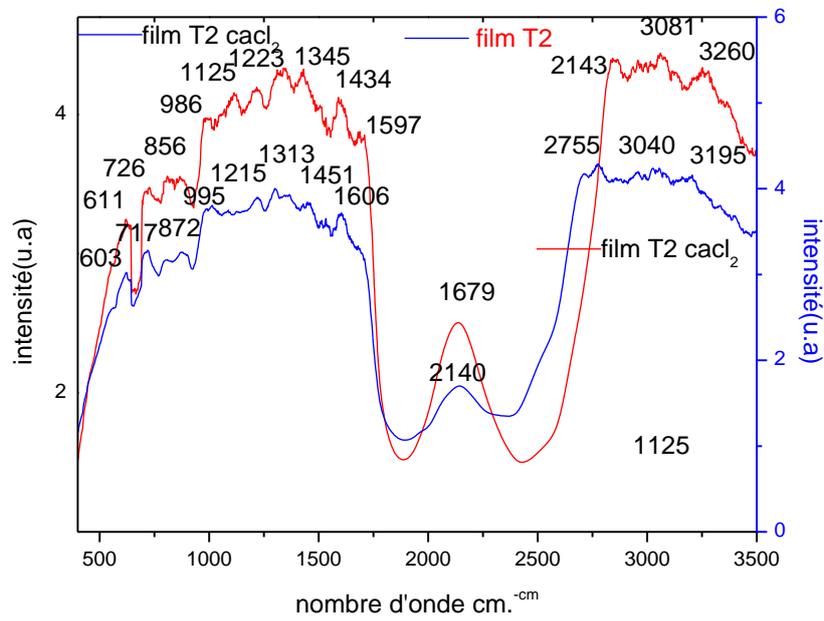


Figure 20 spectres infrarouges film T2

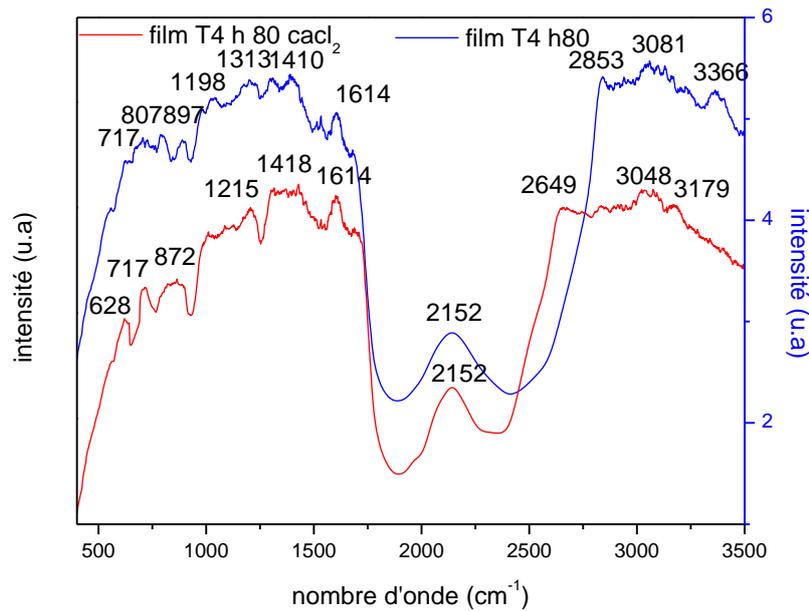


Figure 21 spectres infrarouge film T4

Les spectres présentes :

- Des bandes moyennes entre 3000 cm^{-1} et 3500 cm^{-1} correspondant à la vibration d'étirement du groupe OH et aux bandes de vibration -CH, identifiées aux alginates (C.R. BADITA 2019).
- Des bandes moyennes entre 2840 cm^{-1} et 2853 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'étirement -CH, identifiées comme des acides gras présents dans les produits laitiers (Eid, El-Shamy et al. 2022).
- Des bandes fines entre 1426 cm^{-1} et 1597 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'étirement asymétriques et symétriques des groupes COO- et COO- identifiées aux saccharides (Chakravartula, Soccio et al. 2019).
- Des bandes fines entre 1519 cm^{-1} et 1614 cm^{-1} , correspondant à la courbure N-H de l'amide II, identifiées aux protéines du lactosérum (Odila Pereira, Soares et al. 2019).
- Des bandes fines entre 1215 cm^{-1} et 1231 cm^{-1} , correspondant aux vibrations d'étirement C-N de l'amide et aux vibrations d'étirement C-H, identifiées aux polysaccharides (Chakravartula, Soccio et al. 2019).
- Une bande fine à 1016 cm^{-1} , correspondant à une vibration de liaison O-H, identifiée au Ca^{2+} (C.R. BADITA 2019).

- Une bande fine à 1125 cm^{-1} correspondant à l'élongation O =P-O, identifiées à la caséine contenue dans le lait (Eid, El-Shamy et al. 2022).
- Des bandes fines entre 603 cm^{-1} et 885 cm^{-1} correspondant à la flexion -CH, l'étirement -CO et la flexion -COH, dus à d'autres composants du lait tels que les hydrates de carbone, les lipides, les acides aminés et les acides organiques (Eid, El-Shamy et al. 2022).

4.2. Activité antibactérienne

Tous les résultats obtenus sur les trois méthodes sont négatifs, aucune zone d'inhibition n'a apparu sur les boîtes de Pétri.

Conclusion

Conclusion

Au cours de ce travail, nous avons pu élaborer un biofilm à partir des sous-produits de l'industrie fromagère. L'étude est basée sur la conception et l'optimisation du biofilm selon la méthode surfaces des réponses qui étudie l'influence des différents facteurs ; à savoir le ratio, le temps et la température sur les propriétés du biofilm durant les tests de caractérisations.

Pour définir les propriétés du biofilm nous avons effectué des tests de caractérisations ; test de solubilité, activité antioxydant, test de rétraction, et une analyse spectroscopie FTIR pour détecter les groupements fonctionnels des biofilms.

En effet, les résultats expérimentaux de notre étude démontrent que le biofilm ayant le ration 1g/1g à température ambiante et à temps d'environ 3h, présenté de très bonnes propriétés vis-à-vis de la solubilité et l'activité antioxydant. Ainsi un biofilm à partir du lactosérum serait prometteur dans un avenir proche.

En guise de perspectives, il serait intéressant :

- D'effectuer l'analyse thermogravimétrie afin de déterminer à quelle température le biofilm se dégrade.
- D'effectuer le test de traction afin de déterminer le module de Young.
- D'effectuer un enrichissement par des nanoparticules afin d'améliorer l'activité antibactérienne.
- D'effectuer un test de conditionnement d'un fromage afin d'étudier l'interaction contenu contenant et la durée de conservation.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

C.R. BADITA, D. A., C. BURDUCEA , P. MEREUTA (2019). "CHARACTERIZATION OF SODIUM ALGINATE BASED FILMS."

Chakravartula, S. S. N., et al. (2019). "Characterization of Composite Edible Films Based on Pectin/Alginate/Whey Protein Concentrate." Materials (Basel) **12**(15).

Eid, S. M., et al. (2022). "Identification of milk quality and adulteration by surface-enhanced infrared absorption spectroscopy coupled to artificial neural networks using citrate-capped silver nanoislands." Mikrochim Acta **189**(8): 301.

Odila Pereira, J., et al. (2019). "Characterization of Edible Films Based on Alginate or Whey Protein Incorporated with Bifidobacterium animalis subsp. lactis BB-12 and Prebiotics." Coatings **9**(8).

"<Estimation du pouvoir antioxydant des différents extraits organiques d'Ecballium elaterium (L.).pdf>."

Azazy, M. E. (2018). Introductory Chapter: Infrared Spectroscopy - A Synopsis of the Fundamentals and Applications.

Bajic, M., et al. (2020). "Formulation of active food packaging by design: Linking composition of the film-forming solution to properties of the chitosan-based film by response surface methodology (RSM) modelling." Int J Biol Macromol **160**: 971-978.

Banerjee, A. (2021). "Fourier Transform Infrared Spectroscopy."

Dieng, S. I. M., et al. (2017). "Evaluation de l'activité antioxydante des extraits hydro-ethanoliques des feuilles et écorces de *Piliostigma thonningii* Schumach." International Journal of Biological and Chemical Sciences **11**(2).

Mishra, K., et al. (2012). "Estimation of antiradical properties of antioxidants using DPPH assay: A critical review and results." Food Chemistry **130**(4): 1036-1043.

Ravnik, J., et al. (2021). "Experimental and stochastic analysis of lyophilisation." Eur J Pharm Biopharm **159**: 108-122.

Références bibliographiques

Rhim, J.-W. (2004). "Physical and mechanical properties of water resistant sodium alginate films." LWT - Food Science and Technology **37**(3): 323-330.

Seydim, A. C. and G. Sarikus (2006). "Antimicrobial activity of whey protein based edible films incorporated with oregano, rosemary and garlic essential oils." Food Research International **39**(5): 639-644.

Singh, T. P., et al. (2015). "Development of chitosan based edible films: process optimization using response surface methodology." J Food Sci Technol **52**(5): 2530-2543.

Wesołowska-Trojanowska, M., et al. (2017). "Effect of gluten on the properties of ternary biopolymers based on gluten, whey protein concentrate, and kaolinite." European Food Research and Technology **244**(4): 623-633.

Roohi, M. K. (2020). Bioplastics for Sustainable Development. Uttar Pradesh, India

Hannu Korhonen, A. P.-L., Pirjo Rantamäki and Tuomo Tupasela (1998). The functional and biological properties of whey proteins prospects for the development of functional foods. A. R. C. o. Finland. Finland. **7**.

Michel Fontanille , Y. G. (2013). Chimie et physico-chimie des polymères.

J.C. Vuilleumard, S. G. e. P. P. (1989). "Les ingrédients à base de protéines lactières: obtention, propriétés et utilisations."

Di Pierro, P., et al. (2018). Dairy Whey Protein-Based Edible Films and Coatings for Food Preservation. Food Packaging and Preservation: 439-456.

Kandasamy, S., et al. (2021). "Application of Whey Protein-Based Edible Films and Coatings in Food Industries: An Updated Overview." Coatings **11**(9).

Macwan, S. R., et al. (2016). "Whey and its Utilization." International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences **5**(8): 134-155.

mathlouthi, M. (1996). emballage et conservation des produits alimentaires. 15 rue lacépède, F-75005 paris, polytechnica

Références bibliographiques

Niaounakis, M. (2015). Definitions of Terms and Types of Biopolymers. Biopolymers: Applications and Trends: 1-90.

Pereira, R. C., et al. (2017). "Mechanical and structural characterization of whey protein concentrate/montmorillonite/lycopene films." J Sci Food Agric **97**(14): 4978-4986.

Romain Jeantet , T. C., Gilles Garric , Gérard Brulé (2017). initiation a la technologie fromagère paris, lavoisier.

Weizman, O., et al. (2017). "Modified whey protein coatings for improved gas barrier properties of biodegradable films." Polymers for Advanced Technologies **28**(2): 261-270.

Zhang, L., et al. (2021). "Heat-induced denaturation and bioactivity changes of whey proteins." International Dairy Journal **123**.

Frankel, E. N., & Meyer, A. S. (2000). The problems of using one-dimensional methods to evaluate multifunctional food and biological antioxidants. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *80*(13), 1925-1941.

Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. L. W. T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology*, *28*(1), 25-30.

Annexes

Annexes

Estimations des coefficients

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	30	0,409381	73,28	<,0001*
Ratio	3,375	0,250693	13,46	<,0001*
Température	0,375	0,250693	1,50	0,1949
Temps	3,1666667	0,250693	12,63	<,0001*
Ratio*Température	-2,5	0,354534	-7,05	0,0009*
Ratio*Temps	0,4166667	0,354534	1,18	0,2928
Température*Temps	0,75	0,354534	2,12	0,0880
Ratio*Ratio	-7,77e-16	0,369011	-0,00	1,0000
Température*Température	4,125	0,369011	11,18	<,0001*
Temps*Temps	7,625	0,369011	20,66	<,0001*

Estimations des coefficients

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	500	14,4741	34,54	<,0001*
Ratio	74,725352	8,86354	8,43	0,0004*
Température	-24,125	8,86354	-2,72	0,0417*
Temps	12,746479	8,86354	1,44	0,2099
Ratio*Température	-14	12,53494	-1,12	0,3148
Ratio*Temps	54,257042	12,53494	4,33	0,0075*
Température*Temps	-104,75	12,53494	-8,36	0,0004*
Ratio*Ratio	-30,35035	13,04678	-2,33	0,0675
Température*Température	4,6426056	13,04678	0,36	0,7365
Temps*Temps	-185,3926	13,04678	-14,21	<,0001*

Résumé de l'ajustement

R carré	0,986884
R carré ajusté	0,963275
Racine de l'erreur quadratique moyenne	25,06988
Moyenne de la réponse	387,4131
Observations (ou sommes pondérées)	15

Tableau pourcentage d'inhibition du biofilm sur le DPPH

		1g/1g			1,5g/1g			max 1g	max 1,5g	moyenne 1g	moyenne 1,5g
		Ab1	Ab2	Ab3	Ab1	Ab2	Ab3				
ambiante	T0	41%	40%	36%	45%	45%	39%	41%	45%	39%	43%
	2H	24%	44%	15%	37%	37%	47%	44%	47%	28%	40%
	4H	32%	46%	50%	46%	45%	21%	50%	46%	43%	37%
40 degré	T0	25%	35%	19%	27%	40%	43%	35%	43%	26%	37%
	2H	36%	26%	29%	26%	33%	28%	36%	33%	30%	29%
	4H	49%	35%	34%	44%	43%	47%	49%	47%	39%	45%
80 degré	T0	41%	41%	36%	31%	28%	33%	41%	33%	39%	31%
	2H	28%	27%	31%	34%	24%	48%	31%	48%	29%	35%
	4H	43%	47%	47%	28%	7%	22%	47%	28%	46%	19%

Image Biofilm du biofilm



Résumé

Résumé

Le travail est porté sur la valorisation et l'optimisation d'un sous-produit « le lactosérum » qui durant des années considéré comme un déchet et insignifiant. bien qu'il offre de tres bonnes propriétés nutritionnelle, antioxydant et microbienne.

Nous avons pu élaborer plusieurs biofilms à partir du sous-produit lactosérum. Et en se basant sur la méthode surfaces des réponses qui étudie l'influence des différents facteurs ; à savoir le ratio, le temps et la température sur les propriétés du biofilm durant les tests de caractérisations nous avons pu définir le biofilm idéal ayant les meilleur proprités solubilité et activité antioxydant.

Mots clés : lactosérum, biofilm, bio emballage.

Abstract

Our work has focused on the valorization and optimization of a by-product, whey, which for years was considered a waste product and insignificant, even though it offers excellent nutritional, antioxidant and microbial properties.

We were able to develop several biofilms from whey by-product. Based on the response surface method, which studies the influence of various factors - ratio, time and temperature - on biofilm properties during characterization tests, we were able to define the ideal biofilm with the best solubility and antioxidant activity.

Keywords : whey protein, biopackaging.

ملخص

ركز عملنا على تثمين وتحسين منتج ثانوي، وهو مصّل اللبن ، والذي كان لسنوات يعتبر منتجًا غير مهم ، على الرغم من أنه يوفر خصائص غذائية ومضادة للأكسدة وميكروبات ممتازة. تمكنا من تطوير العديد من التعبئة والتغليف القابلة للتحلل من منتج ثانوي لمصّل اللبن. استنادًا إلى طريقة سطح الاستجابة، التي تدرس تأثير العوامل المختلفة - تركيز والوقت ودرجة الحرارة - على خصائص التعبئة والتغليف القابلة للتحلل أثناء اختبارات التوصيف ، تمكنا من تحديد البيوفيلم المثالي مع أفضل نشاط للذوبان ومضادات الأكسدة. كلمة مفتاحية: مصّل اللبن، التعبئة والتغليف.