

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie  
Département de Génie des procédés  
Laboratoire des Génie alimentaire

## Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés  
Spécialité : Génie alimentaire

Présenté par

**Bouhmar Ouardia**

**Ramdani Lydia**

*Thème*

**Application des huiles végétale dans le domaine des emballages alimentaire**

Soutenu le 06/07/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
GUESSOUM KHADOUDJ	M.C.A	Université de Bejaia	Président
IHAMOUCHEN CHADIA	M.C.A	Université de Bejaia	Examineur
HAMOUR NOURA	M.C.A	Université de Bejaia.	Encadrant

Année Universitaire : 2021/2022

## **Remerciements**

*Tout d'abord, nous remercions le bon Dieu de nous avoir met le bon chemin et de nous*

*Avoir éclairé la voie du savoir.*

*On tient a remercié intensément notre promotrice madame Hammour Noura pour son*

*Encouragement, ses orientations et ses conseils, ainsi pour le temps qu'elle a consacré à*

*M'apporter les outils méthodologiques indispensables à la conduite de cette recherche.*

*Son exigence nous a grandement stimulés.*

## ***Dédicaces***

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes chers parents*

*Je les remercie pour m'avoir donné la chance*

*De découvrir le monde du savoir. Qui m'a aidé durant la réalisation*

*De ce travail*

*A mon homme la lumière de ma vie Miloud*

*A mon cher frère Ramtan*

*A tout ma famille*

*A tous mes amis (es) particulièrement*

*A tous ceux qui sont dans mes pensées et que je n'ai pas cités*

*À tous, je veux exprimer ma sincère considération et ma reconnaissance, résumée en un mot sublime «Merci.»*

*Ouardia Bouhmar*

***Wawa***

## *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes chers parents*

*Je les remercie pour m'avoir donné la chance*

*De découvrir le monde du savoir. Qui m'a aidé durant la réalisation*

*De ce travail*

*A mon fiancé*

*A mes deux chers frères Daoud ; Syphax*

*A tout ma famille*

*A tous mes amis (es) particulièrement*

*A tous ceux qui sont dans mes pensées et que je n'ai pas cités*

*À tous, je veux exprimer ma sincère considération et ma reconnaissance, résumée en un mot sublime «Merci.»*

*Lydia Ramdani*

## Liste des tableaux

### Chapitre I : Généralités sur les emballages

<b>Tableau I.1.</b> Caractéristiques physiques du PHBV.....	13
---	----

### Chapitre II : Innovation de nouvelles technologies d'emballage alimentaire

<b>Tableau II.1.</b> Les huiles essentielles qui présentent une toxicité aiguë ou cancérogène.....	30
--	----

### Chapitre III : Etude bibliographique sur le pistachier lentisque.

<b>Tableaux. III.1.</b> Composition en acides gras de l'huile de fruits de Pistacia lentiscus L.....	40
--	----

<b>Tableaux. III.2.</b> Composition en éléments minéraux du fruit de pistacia lentiscus L.....	41
--	----

<b>Tableaux. III.3.</b> Effet thérapeutique de différentes parties de pistacia lentisque L.....	43
---	----

### Chapitre IV: Matériaux et Méthodes expérimentales

<b>Tableau IV.1.</b> Propriétés du PHBV.....	47
--	----

<b>Tableau IV.2.</b> Caractéristiques physico-chimiques du PLA 7001D.....	48
---	----

### Chapitre V : Résultats et discussions

<b>Tableau.V.1.</b> Caractéristiques organoleptiques de l'huile du Lentisque.....	58
---	----

<b>Tableau .V.2.</b> Caractéristiques physicochimiques des fruits de Pistacia Lentiscus.....	58
--	----

<b>Tableaux V.3.</b> Les résultats obtenus au sein de CIVITALE.....	64
---	----

<b>Tableaux V.4.</b> Les résultats obtenus au sein de CIVITAL.....	64
--	----

<b>Tablau.V.5.</b> Résultat de l'angle de contact.....	75
--	----

## Liste des figures

### Chapitre I : Généralités sur les emballages

<b>Figure. I.1</b> : Plaque de thermoplastique et quelque produit.....	7
<b>Figure. I.2</b> : Quelques objets thermodurcissables.....	7
<b>Figure.I.3</b> : Quelques objets sont des élastomères.....	8
<b>Figure .I.6</b> : Homopolymères PHB et PHV et leur copolymère le PHBV.....	12
<b>Figure .I.7</b> : Biosynthèse du PHB et du PHBV .....	12

### Chapitre II : Innovation de nouvelles technologies d'emballage alimentaire

<b>Figure. II .1.</b> Les plantes aromatique et medicinales les plus utilisée au Algérie.....	19
<b>Figure. II.2.</b> Squelette d'une unité isoprénique.....	26
<b>Figure. II .3.</b> Structure des composés aromatiques dérivés de phnénylpropane.....	27

### Chapitre III : Etude bibliographique sur le pistachier lentisque.

<b>Figure. III .1.</b> Arbuste de pistacia lentiscus L.....	36
<b>Figure. III .2.</b> Pistacia lentiscus L.en floraison L.....	36
<b>Figure. III.3.</b> Feuille de pistacia lentiscus.....	36
<b>Figure. III .4 .</b> Fruits rouge et noires de pistacia lentiscus L.....	37
<b>Figure . III.5.</b> Partie aérienne (branche, feuilles et fruits).....	37
<b>Figure.III.6.</b> « Larmes » de résine qui s'écoulent du tronc de pistacia lentisque.....	37
<b>Figure. III.7.</b> L'aire de répartition du genre pistacia.....	38

## Chapitre IV : Matériaux et Méthodes expérimentales

<b>Figure IV .1.</b> Les granulés du PHBV vierge.....	46
<b>Figure. IV.2 .</b> Pistachier lentisque.....	49
<b>Figure IV .3.</b> Moulin traditionnel de .l’huile de lentisque.....	50
<b>Figure IV .4.</b> Fruit noir de pistacia lentisque.....	50
<b>Figure. IV.5.</b> Photographie des films PLA/PHBV/HES.....	51
<b>Figure. IV.6..</b> Photographie des milieux de cultures.....	53
<b>Figure. IV .7.</b> Mise en évidence de l’activité antimicrobienne des films préparés.....	54
<b>Figure IV.8.</b> Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères.....	55
<b>Figure IV.9. :</b> Photo de la machine de traction utilisée.....	56
<b>Figure IV.10.</b> Photo de la machine de l’angle de contact. ....	57

## Chapitre V : Résultats et discussions

<b>Figure.V.1.</b> Spectre IRTF de l’huile de lentisque.....	67
<b>Figure.V.2.</b> Spectre IRTF du PHBV/Pla vierge.....	68
<b>Figure.V.3.</b> Spectre IRTF du PHBV/Pla/Huile de lentisque à différentes concentrations.....	69
<b>Figure.V.4.</b> Résultat de test antibactérien.....	70
<b>Figure.V.5.</b> Le module de Young des films de PHBV/PLA/Huile de lentisque.....	71
<b>Figure.V.6.</b> La contrainte à la rupture des films de PHBV/PLA/Huile de lentisque.....	71
<b>Figure.V.7.</b> L’allongement à la rupture des films de PHBV/PLA/Huile de lentisque.....	72

## Liste des abréviations

### Chapitre I : Généralités sur les emballages

<b>GRAS</b> : Généralement reconnu comme sûr.....	1
<b>FDA</b> : Agence américaine des produits alimentaires et médicamenteux.....	2
<b>PME</b> : Petite moyen entreprise.....	4
<b>PHBV</b> : Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate).....	11

### Chapitre II : Innovation de nouvelles technologies d'emballage alimentaire

<b>AFNOR</b> : Association française de normalisation.....	20
<b>CG</b> : Chromatographie en phase gazeuse.....	28
<b>DIF</b> : Droit individuel à la formation.....	29
<b>DNA</b> : Acide désoxyribonucléique.....	22
<b>FID</b> : First input Delay.....	29
<b>RNA</b> : Répétions national de association.....	22

### Chapitre IV : Matériaux et Méthodes expérimentales

<b>PLA</b> : acide poly lactique.....	46
<b>HES</b> : les huiles essentielles.....	50
<b>IRTF</b> : Infrarouge à transformée de Fourier.....	52
<b>GPa</b> : Giga pascal.....	55
<b>MPa</b> : Méga pascal.....	55

**Chapitre V: Résultats et discussions**

<b>PE :</b> Polyéthylène.....	72
<b>PP:</b> Polypropylène.....	72
<b>PS:</b> Polystyrène.....	72
<b>LDPE:</b> Low density polyethylene.....	73

## Table des matières

Remerciements

Dédicaces

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale

### Partie théorique

#### CHAPITRE I : Généralités sur les emballages

I. Les emballages alimentaires.....	4
I.1 Concept de l'emballage alimentaire.....	4
I.1.1 Dans le monde .....	4
I.1.2 En Algérie.....	4
I.2 Aperçu historique sur les emballages alimentaires.....	5
I.3 Types d'emballages alimentaires.....	6
II. Les emballages alimentaires plastiques.....	6
II.1 Les matières plastiques.....	6
II.1.1 Les polymères.....	6
II.2 Types d'emballages alimentaires plastique.....	6
II.3 Les facteurs affectant la sélection d'un matériau d'emballage.....	8
II.3.1 La lumière.....	8
II.3.2 La température.....	8

II.3.3.L'humidité.....	9
II.3.4 Les microorganismes.....	9
II.4 La durée de conservation des aliments emballés.....	9
II.4.1 Définition.....	9
II.4.2 Les facteurs contrôlant la durée de conservation.....	10
II.5 Les interactions entre l'emballage et l'aliment.....	10
III.1 Polyhydroxybutyrate-valerate (PHBV).....	11
III.1.1 Synthèse de PHBV .....	11
III.1.2 Les propriétés de PHBV.....	13

## **Chapitre II : Innovation de nouvelles technologies d'emballage alimentaire**

I. Les plantes aromatiques et médicinales.....	17
I.1 Généralités.....	17
I.1.1 Définition.....	17
I.1.2 Importance des plantes aromatiques et médicinales.....	17
I.1.2.1 L'action des plants médicinal.....	17
I.1.3 Domaine d'application.....	18
I.1.4 Actualité des plantes aromatiques et médicinales (PAM) utilisées en Tunisie.....	18
I.2 Les huiles essentielles.....	19
I.2.1 Bref historique.....	19
I.2.2 Définition.....	20
I.2.3 Les propriétés et les activités biologiques des huiles essentielles .....	21
I.2.4 Mode d'action des huiles essentielles.....	21

I.2.5 Utilité économique.....	22
I.2.6Extraction des huiles essentielles.....	23
I.2.6 Composition chimique des huiles essentielles.....	26
I.2.7 Sensibilisation des huiles essentielles.....	28
I.2.8 Facteurs influençant la composition et la qualité d'une huile essentielle.....	28
I.2.9 Méthodes de caractérisation des huiles essentielles.....	28
I.2.10 Toxicité des HEs : aspect juridique.....	29

### **CHAPITRE III : Etude bibliographique sur le pistachier lentisque.**

Introduction.....	33
III.1 Généralités sur le lentisque.....	34
1.1.1.1 Classification.....	34
1.1.1.2 Description botanique.....	35
1.1.2 Phénologie.....	37
1.1.3 Répartition géographique.....	38
1.1.4 Habitat et culture.....	39
1.1.5 Composition nutritionnelle.....	39
1.1.6 Composition chimique.....	39
a. Les huiles végétales.....	40
b. Composition en éléments minéraux des fruits.....	41
III.2 .Les biomolécules du Pistacia lentiscus L.....	41
III.2.1. Composés phénoliques.....	42
III.2.2.Les huiles essentielles.....	42

III .3.Effet thérapeutique des biomolécules de Pistacia lentiscus L.....	43
--	----

## Partie expérimentale

### CHAPITRE IV : Matériaux et Méthodes expérimentales

IV.1.Présentation des produits utilisés.....	46
IV.1.1.PHBV.....	46
IV.1.2.Le polylactide PLA.....	47
IV.1.3. Le chloroforme.....	48
IV.2. Matière végétale.....	48
IV.2.1.Le pistachier lentisque.....	48
IV.3.Sauche bactérienne et fongique étudié.....	49
IV.3.1. Klebsiella pneumniae.....	49
IV.3.2.Stphylocoque clinique.....	49
IV.3.3.Bacillus subtilis.....	50
IV.4.Méthodes expérimentales.....	50
IV.4.1. Extraction des huiles essentielles (méthode d'extraction traditionnelle).....	50
IV.4.2. Procédés de mise en œuvre.....	51
IV.4.3. Préparation des films par voie solvant.....	51
IV.5.Thechniques de caractérisations.....	52
IV.5.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	52
IV.5.2.Test d'activité antibactérienne.....	53
IV.5.2.1. Préparation des précultures.....	53

IV.5.2.2. Méthode de diffusion.....	54
IV.5.2.3.La lecture.....	54
IV.6.Caractérisation mécanique.....	54
IV.6.1.Essais de traction.....	54
IV.6.2.Angle de contact.....	55

## **Chapitre V: Résultats et discussions**

I. Analyse réalisé pour l'huile de lentisque.....	59
II. L'analyse spectroscopique.....	66
A. Pour l'huile de lentisque.....	67
B. Pour l'huile les films PHBV/PLA.....	68
III. Teste d'activité antibactérienne.....	69
IV. Analyse des propriétés mécaniques des films.....	70
V. Angle de contact.....	75
<b>Conclusion.....</b>	<b>76</b>

## Introduction générale

### Introduction générale

La commission européenne exige dans la législation communautaire relative aux matériaux en contact avec des denrées alimentaires que seules les matières plastiques ou en verre peuvent être en contact avec les denrées alimentaires. Cependant, au cours des dernières années, les problèmes environnementaux sont de plus en plus préoccupants. En effet, les polymères principalement utilisés dans les emballages plastiques proviennent de sources non renouvelables et ne sont pas biodégradables. La décomposition de matériaux nécessite des années et sont donc associés à des problèmes de pollution de l'environnement extrêmement complexes. En outre, toute interaction entre un matériau d'emballage plastique conventionnel et l'aliment qu'il contient est indésirable pour trois raisons : l'interaction peut avoir des effets toxicologiques sur le consommateur, et ou réduire la durée de conservation, et ou modifier les qualités organoleptiques et sensorielle de l'aliment. De plus, l'altération rapide des produits par des microorganismes est devenue un problème croissant. Ainsi, pour préserver l'environnement, la qualité de la nourriture et la fraîcheur de des produits, il est nécessaire d'identifier les matériaux optimaux, les conservateurs actifs et les technologies d'emballage innovantes. D'où l'émergence de l'emballage alimentaire actif comme solutions aux problèmes mentionnés.

Les huiles essentielles et les extraits, provenant de plantes aromatiques et médicinale sont généralement reconnus comme sûrs (GRAS) par la Food and Drug Administration des Etats-Unis. Ils ont fait l'objet de recherches approfondies non seulement pour être des produits naturels, mais aussi parce qu'ils ont démontré des propriétés biologiques, nutritifs et des avantages bénéfiques pour les aliments et pour la santé humaine. Ils ont été largement étudiés et exploités en raison de leurs propriétés biologiques. En général, les composants bioactifs majeurs présents dans les huiles essentielles et les extraits sont les principaux responsables de leurs activités biologiques, mais les composés mineurs peuvent également y contribuer et peuvent présenter une activité synergique.

Une grande variété des huiles essentielles et des extraits provenant de différentes plantes aromatiques a été appliquée dans la fabrication de l'emballage alimentaire.

Ces substances-là ont été appliquées à des polymères non biodégradables de faible coût et à des biopolymères dont le traitement est complexe.

Pour que les changements émergents dans l'industrie de l'emballage alimentaire renforcent l'économie de notre pays en améliorant la sécurité alimentaire, la qualité, en minimisant les pertes de produits alimentaires, et en protégeant l'environnement des dégâts provoqués par les emballages plastiques, nous avons développé des nouveaux films actifs biodégradables. En effet, nous avons utilisé l'acide poly lactique et Polyhydroxyalcanoate comme matrices polymériques et comme substances actifs les huiles essentielles du thym, et du pistachier lentisque, qui sont connus traditionnellement par leurs effets thérapeutiques et leurs propriétés antimicrobiennes, antibactériennes et nutritives.

L'acide poly lactique et Polyhydroxybutyrate-valerate, sont des polyesters aliphatiques biodégradables fabriqués à partir de ressources renouvelables. Ils sont considérés comme des matériaux d'emballage alimentaire écologique approuvé par la FDA des États-Unis.

Cependant, certains inconvénients de ces bioplastiques limitent encore leur application commerciale dans les emballages alimentaires, comme les mauvaises propriétés mécaniques et de barrière à l'eau. Plusieurs travaux ont montré que ces propriétés intrinsèques peuvent être améliorées par l'incorporation des divers substances naturelles, synthétiques et artificielles mais l'utilisation des huiles essentielles (naturelles et commerciales) et des extraits des plante de romarin , de la myrte, de thym et du pistachier lentisque comme des agents actifs dans les emballages alimentaires à base d'acide poly lactique et Polyhydroxybutyrate-valerate n'a pas été rapporté dans la bibliographie.

Ainsi, ce manuscrit comporte cinq parties trois chapitre ce sont des études bibliographiques et les derniers chapitre font partie de partie expérimentale (matérielle et méthodes, résultat et discussion)

Le premier chapitre considéré comme une partie bibliographique qui présente un aperçu sur les emballages alimentaires et les problèmes de l'environnement causé par les déchets des emballages alimentaires suivi d'un état d'art concernant le Polyhydroxybutyrate-valerate, ça synthèse, ces propriétés et ces applications.

Le deuxième chapitre décrit l'innovation de nouvelles technologies d'emballage alimentaire qui comporte une étude sur les emballages et les différentes techniques utilisées pour l'extraction des huiles essentielles.

Le troisième chapitre présente une étude bibliographique sur le pistachier lentisque y compris sa définition, sa composition naturelle et chimique, et les biomolécules du *Pistacia lentiscus*.

Le dernier chapitre résume l'ensemble des résultats obtenus, on termine par une conclusion générale suivie des perspectives qui pourraient enrichir et compléter le travail déjà réalisé.

# Chapitre I

## **Généralités sur les emballages**

## **I. Les emballages alimentaires**

### **I.1 Concept de l'emballage alimentaire**

Les emballages alimentaires sont essentiels et omniprésents car presque tous les aliments sont emballés d'une manière ou d'une autre. Sans emballage, la sécurité et la qualité des aliments seraient compromises [1]. L'emballage est une structure adaptée à un produit, conçu pour retarder et protéger les aliments contre la détérioration chimique, biologique et physique, prolonger la durée de conservation, maintenir, augmenter et assurer la qualité et la sécurité des produits

L'emballage alimentaire peut également être défini comme une couche extérieure supplémentaire d'un produit particulier, qui devrait faciliter sa protection contre les facteurs externes, le mouvement, le stockage pendant la période de la vente et de l'utilisation [2]. Certains exemples de facteurs chimiques qui peuvent affecter négativement les aliments comprennent l'exposition aux gaz, à l'humidité et à la lumière. Les emballages offrent également une protection biologique contre les micro-organismes, les insectes, les rongeurs et autres animaux nuisibles ainsi que la protection physique contre les dommages mécaniques, les chocs et les vibrations pendant le transport et la distribution.

#### **I.1.1 Concept de l'emballage alimentaire dans le monde**

L'industrie mondiale de l'emballage réalise en moyenne un chiffre d'affaires dépassant les 500 milliard d'euros dont 60% concerne le secteur agroalimentaire. Le premier marché est les états Unis (100 milliards de dollar), suivi du Japon (80 milliards de dollar), de l'Allemagne (29 milliards de dollar) et de la France (19 milliard de dollar).

#### **I.1.2 Concept de l'emballage alimentaire en Algérie**

Le secteur du papier et de l'emballage représente ainsi presque un quart de l'ensemble des 300000 PME existantes en Algérie. Environ 20% à 23% des PME sont spécialisées dans cette activité.

## I.2 Aperçu historique sur les emballages alimentaires

Pendant les périodes nomades de l'histoire humaine, les gens mangeaient ce qu'ils pouvaient trouver et ramasser de l'environnement de la nourriture, sans se soucier de protéger et de stocker leur nourriture. Cependant, lorsque l'humanité a commencé à s'installer dans les communautés, les régions et les villes, les gens mangeaient de ce qu'ils chassaient avec des ustensiles, des armes et des outils fabriqués. A ce moment-là, la nécessité de renfermer et de stocker la nourriture est devenue essentielle [3]. C'était la preuve de la poterie et du verre pour le stockage des aliments qui peut être marqué à environ 3000 avant J.C, à l'époque de l'Egypte ancienne. Les égyptiens ont également appris à sceller les récipients à l'aide de cire d'abeille ou de poix, protégeant ainsi la nourriture des insectes, des rongeurs, des bactéries et de l'air. Environ 600 avant J.C, les romains et les grecs utilisaient les bouchons en liège pour la fermeture des récipients

Des améliorations dans la fabrication du bois, du papier, du métal, de la céramique et du verre ont facilité l'utilisation de ces matériaux dans l'emballage et la conservation des aliments. Par exemple, le fer blanc est inventé vers 1200 et est encore utilisé aujourd'hui pour la conservation des aliments en boîtes [4]. En 1809, Nicolas Appert a mis au point un procédé de conservation des aliments dans des récipients en verre bouchés soumis à un traitement thermique dans un bain d'eau. En 1810, Durand a conduit à l'industrie de la conserverie, et quelques années plus tard, Pasteur observe que les bactéries sont la cause de la détérioration des aliments et peuvent être inactivées par un traitement à la vapeur.

Le vingtième siècle a vécu l'amélioration des matériaux d'emballage rigides et flexibles. Dans les années 1930, une méthode pour créer un vide dans les aliments renfermés par des matériaux en métal et en verre était développée. Dans les années 1950, de nouveaux matériaux comme le polychlorure de vinyle et le nylon étaient introduits et utilisés dans les films d'emballage. Vers la fin du vingtième siècle, il y a eu un certain nombre de développements importants dans l'emballage qui ont façonné le monde de l'emballage moderne et de la conservation des aliments. Les exemples incluent le traitement des emballages aseptiques, les matériaux micronodules et les systèmes d'emballage actifs, intelligents et recyclables [4].

### I.3 Types d'emballages alimentaires

Il existe différents types de matériaux qui sont utilisés dans la conception des emballages. L'exploitation de chacun d'entre eux constitue un pôle d'activité à part entière. Généralement, on note l'existence de quatre principaux segments d'activités : Le papier carton, le plastique, le verre, et le métal[5].

## II. Les emballages alimentaires plastiques

### II.1 Les matières plastiques

C'est une substance polymère d'origine organique ou semi organique, contenant un grand nombre d'atomes de carbone, oxygène, hydrogène ou d'azote.

#### II.1.1 Les polymères

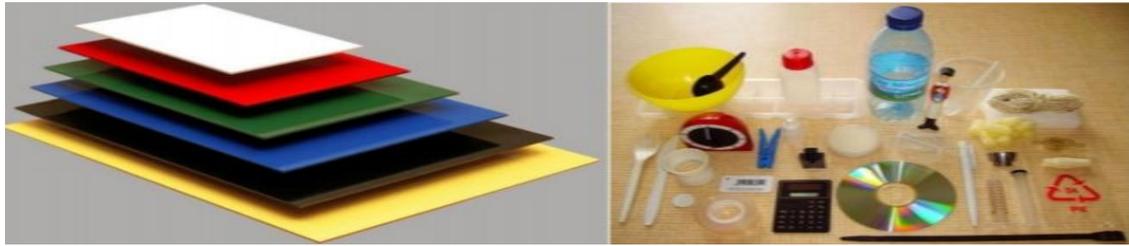
Un polymère est une macromolécule organique ou inorganique, composée de longues séquences de molécule appelées monomères [6]. On distingue Trois grandes familles de polymères peuvent être distinguées : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères.

##### II.1.1.1 Les thermoplastique

Ce sont des polymères qui constitué de base par des macromolécules linéaires, reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur.

Elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leur nouvelle forme [7].

On peut citer plusieurs polymères dans cette catégories qui sont : Polycarbonate (PC), les polyamides(PA), les styréniques (PS, PSE), les polyoléfines (PE, PP), les vinyliques(PVC). La figure.I.1 représente des exemples de thermoplastiques :



**Figure.I.1.**Plaqué de thermoplastique et quelque produit

### II.1.1.2 Les thermodurcissable

Les thermodurcissables sont des plastiques qui prennent une forme définitive au premier refroidissement. La réversibilité de forme est impossible car ils ne se ramollissent plus une fois moulés. Sous de fortes températures, ils se dégradent et brûlent (carbonisation). Les molécules de ces polymères sont organisées en de longues chaînes dans lesquelles un grand nombre de liaisons chimiques solides ne peuvent pas être rompues et se renforcent quand le plastique est chauffé [7]. On peut citer plusieurs polymères dans cette catégorie qui sont : les phénoplastes, les polyépoxydes, les polyuréthanes, les silicones. La figure.I.2 représente des exemples de thermodurcissables la figure.I.2.représente des exemples :



**Figure.I.2.**Quelques objets thermodurcissables

### II.1.1.3 Les élastomères

Elastomères est le terme générique désignant des polymères à haute poids moléculaires et dotés de propriétés élastiques. Ils peuvent être d'origine naturelle (caoutchouc) ou synthétique. Ils peuvent subir une élongation qui peut atteindre plusieurs fois leur longueur initiale puis reprendre leur forme originelle [8]. On peut citer plusieurs polymères dans cette catégorie qui sont : le polyisoprène : NR, le polyisoprène de synthèse : IR, le polychloroprène, les polysiloxanes, la figure.I.3.représente des exemples :



**Figure. I.3** Quelques objets sont des élastomères.

## II.2 Les facteurs affectant la sélection d'un matériau d'emballage

Le choix des matériaux dans lesquels les aliments seront emballés dépend de nombreux facteurs, notamment :

### II.2.1 La lumière

La transmission de la lumière est requise dans les emballages destinés à afficher le contenu du produit emballé, mais elle est restreinte lorsque les aliments sont sensibles à la lumière (rancissement causé par l'oxydation des lipides ainsi perte de valeur nutritive due à la destruction de la riboflavine ou par la perte de pigments naturels) [9,12].

### II.2.2 La température

Le contrôle de la température de stockage pour protéger les aliments contre la chaleur est essentiel pour garder la qualité de l'élément emballé. Dans les applications où l'emballage est chauffé (par exemple, la stérilisation dans un récipient ou plats cuisinés à la microonde), le Matériau d'emballage doit pouvoir supporter les conditions de traitement sans dommage et sans interaction avec les aliments. L'emballage pour les aliments congelés doit rester flexible et ne pas se fissurer à des températures de stockage [9,12].

### **II.2.3 L'humidité**

Tous les aliments frais contiennent à respirer en utilisant l'oxygène et produisant de la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone, par conséquent l'humidité s'augmente à l'intérieur de l'emballage. Une perméabilité élevée est requise pour l'emballage des aliments afin d'éviter la condensation de l'humidité à l'intérieur des emballages qui entraînant la formation de moisissures.

### **II.2.4 Les microorganismes**

Les paquets qui sont pliés, agrafés ou emballés par torsion ne sont pas vraiment scellés et peuvent être contaminés par des microorganismes. Les principales causes de contamination microbienne des aliments sont : l'air, l'eau, la thermo soudure inadéquate, les déchirures ou les plis du matériau d'emballage [9,12]. Alors en modifiant ces paramètres, on pourra agir sur les micro-organismes présentes ou ce qui se passe en emballage sous atmosphère modifiée par exemple.

## **II.3 La durée de conservation des aliments emballés**

### **II.3.1 Définition**

L'expression (durée de conservation) est facile à comprendre : c'est le nombre de jours, mois ou années pendant lesquels on conserve (on peut conserver, on doit conserver) quelque chose. Conserver veut dire maintenir quelque chose en état de servir ce à quoi il était initialement destiné. On parle couramment de durée de conservation pour des aliments, des médicaments. Autrement dit c'est la période pendant laquelle un produit conserve toutes ses propriétés : fraîcheur, goût et valeur nutritive.

### **II.3.2 Les facteurs contrôlant la durée de conservation**

La durée de conservation d'un aliment est contrôlée par deux facteurs :

Les caractéristiques du produit, y compris les paramètres de formulation et de traitement (facteurs intrinsèques).

Environnement auquel le produit est exposé pendant la distribution et le stockage (facteurs extrinsèques) : la température, l'humidité, la lumière, les contraintes mécanique. Propriétés de l'emballage [1].

### **II.4 Les interactions entre l'emballage et l'aliment**

Le matériau au contact de l'aliment doit assurer sa protection et sa conservation, sans modifier ses caractéristiques organoleptiques ou physico-chimiques et sans altérer des défunts de qualité sur le plan toxicologique, c'est le principe d'inertie qui dépend en particulier des interactions contenu/contenant. Ce dernier doit être vérifié par des essais de migration (globale et spécifique).

### **II.5 Les déchets d'emballage : un problème environnemental mondial**

Il existe une relation très étroite entre l'emballage et l'environnement avec les facteurs suivants : les matériaux utilisés, la finalité pour laquelle ils sont utilisés, les exigences spécifiques du client et la possibilité de les recycler ou de les réutiliser correctement. De plus, la production d'emballage nécessite des matières premières et de l'énergie. Le transport et le recyclage des emballages coutent également de l'énergie. Tout cela nuit à l'environnement.

Les applications et l'utilisation des plastiques sont étendues. Certains articles en plastique tels que les emballages alimentaires deviennent des déchets juste après leurs achats. D'autre articles en plastique peuvent être réutilisés plusieurs fois. La réutilisation des plastiques est préférable eu recyclage car elle consomme des quantités moindre d'énergie et des ressources. Eux Etats-Unis, 80% des déchets plastique post-consommation sont envoyés à la décharge, 8% sont incinérés et seulement 7% sont recyclés

Les stratégies de réutilisation et de recyclage des matériaux sont importantes, mais aussi la biodégradabilité et la composition et la stabilité des matériaux d'emballage alimentaire sont devenues des solutions « vertes » et des caractéristiques de plus en plus essentielles [13].

### **III. Les emballages biodégradables**

Un matériau est biodégradable lorsque la dégradation résulte d'une action des micro-organismes, les sous-produits sont de l'eau, du dioxyde de carbone et/ou du méthane et de la biomasse [14].

On utilisera la notion de « biodégradabilité » pour définir la capacité intrinsèque d'un matériau à être dégradé par une attaque microbienne, pour simplifier progressivement sa structure et finalement se convertir en CO<sub>2</sub> et/ou CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O, chaleur, résidus minéraux éventuels, et intervenir dans une réorganisation de biomasse [14].

Il existe plusieurs types de polymères biodégradables et dits « biodégradable » que l'on peut essayer de classer, en fonction de leurs origines (ressources fossile ou renouvelables), de leur nature chimique ou encore de leur processus de biodégradation [14].

#### **III.1 Polyhydroxybutyrate-valérate (PHBV)**

Les polyesters naturels, produits par une grande variété de bactéries en tant que réserve énergétique intracellulaire, ont reçu une attention toute particulière en tant que biopolymères. Ces polymères, des polyhydroxyalcanoates (PHAs) qui ont été découverts en 1925 par un microbiologiste français, Maurice Lemoigne, sont sensibles à la dégradation par les microbes : les microorganismes sécrètent des enzymes qui attaquent le polymère et le clivent en de petits segments capables d'être métabolisés par la flore microbienne. Dans un environnement aérobie, cette dégradation produit du méthane et du dioxyde de carbone. Jusqu'à présent, les bactéries constituent l'unique source de ces polyesters mais, dans le futur, le développement de plantes transgéniques devrait permettre leur utilisation pour la production des PHAs. Le poly-3-hydroxybutyrate (PHB) constitue une réserve de carbone dans un grand nombre de bactéries et a attiré l'attention en tant que polyester thermoplastique biodégradable. Ce polyester fut commercialisé au début des années 1980. Cependant, ses performances mécaniques restreintes et les difficultés de mise en œuvre à l'état fondu ont limité son développement à plus grande échelle. Ces polymères sont obtenus par voie métabolique, voie qui fait intervenir des enzymes spécifiques à chaque étape de la biosynthèse. Afin d'accroître leurs propriétés et permettre leur utilisation en remplacement des plastiques conventionnels, de nombreux copolymères ont également vu le jour tel que le

poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) (PHBV) [15]. Les structures du PHB, du PHA et du PHBV sont montrées sur la figure I-6 :

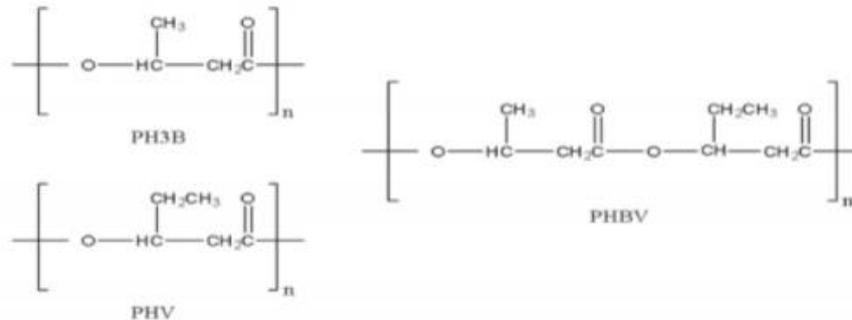


Figure I-4 : Homopolymères PHB et PHV et leur copolymère le PHBV

### III.1.1 Biosynthèse de PHBV

La biosynthèse du poly 3-hydroxybutyrate (PHB) et poly (3-hydroxybutyrate-3 hydroxyvalérate) (PHBV), illustrée en Figure I-7 , débute avec la condensation de deux molécules de l'acétylcoenzyme A (acétyl-CoA à R(-)-3-hydroxybutyrate-CoA). La PHAsynthèse polymérise alors R (-)-3-hydroxybutyryl-CoA pour former le PHB et /ou le R (-)-3-hydroxyvaleryl-CoA pour obtenir le copolymère, noté PHBV ou P (3HB-Co-3HV) [16].

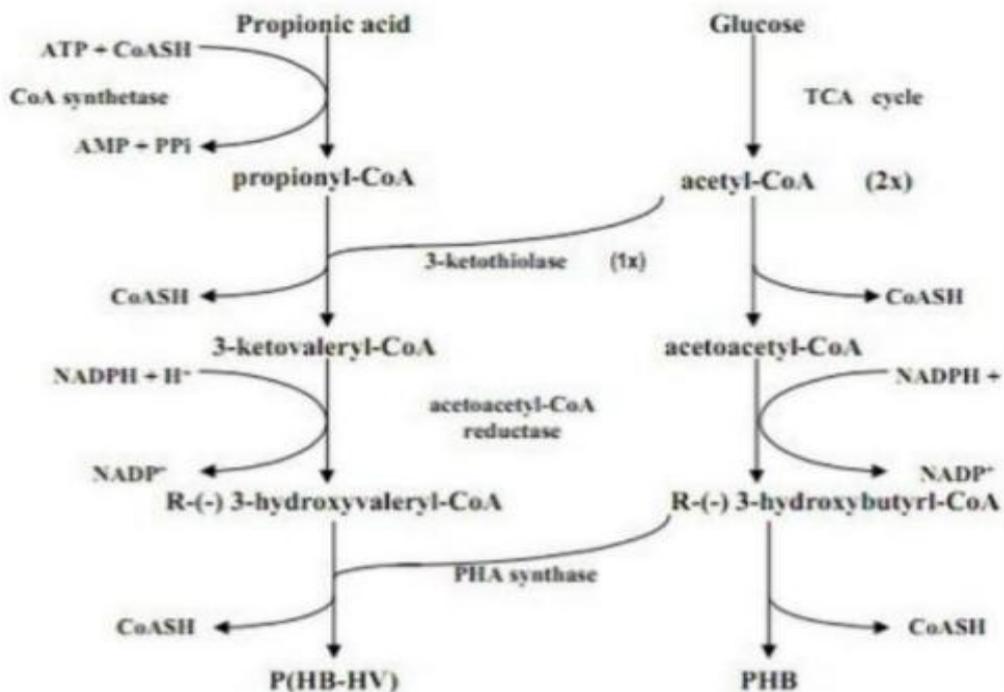


Figure I-4 : Biosynthèse du PHB et du PHBV

### III.1.2 Les propriétés de PHBV

**Tableau I.1** : Caractéristiques physiques du PHBV

Propriétés	Valeurs
Densité	1,25
Température de fusion	165-175°C
Température de dégradation	200°C
Température de transition vitreuse	5°C
Indice de fluidité [190°C/2,16Kg]	15

Le PHBV est imperméable et résistant à la chaleur et ses propriétés biodégradables en font un thermoplastique idéal. En plus, il se métabolise complètement et rapidement. Le PHBV a toutefois d'autres qualités inhabituelles, de sorte qu'il serait dommage de concevoir ce polyester uniquement dans sa fonction biodégradable. Les objets courants en PHBV ont une couleur plaisante et une surface brillante.

Le PHBV possède un degré de cristallinité légèrement moins élevé que celui du PHB, compris entre 50 et 70%. Ce taux diminue également en fonction du pourcentage de copolymère HV. La particularité des cristaux de PHBV est qu'ils sont isodimorphiques : c'est à-dire que les deux monomères peuvent cristalliser et les unités monomères de l'un sont incluses dans le cristal de l'autre, et vice versa [17].

---

**Références bibliographiques**

- [1] **Robertson, G. L. (2009)**. Food packaging and shelf life: a practical guide. CRC Press.
- [2] **Ciechomski, W. (2008)**. Opakowanie jako instrument promocji. LogForum, 4(4), 1-8
- [3] **Risch, S. J. (2009)**. Food packaging history and innovations. Journal of agricultural and food chemistry, 57(18), 8089-8092.
- [4] **Cutter, C. N. (2002)**. Microbial control by packaging: a review. Critical reviews in food science and nutrition, 42(2), 151-161
- [5] **Pothet, J, P, (2008)**. « Aide –mémoire des matériaux d’emballages » ; L’usine nouvelle Dunod.
- [6] **K.Naima**, Etude expérimental de comportement mécanique de PMMA à l’état vierge et après vieillissement par UV, mémoire de master en génie des matériaux, université MOULOUE MAMMERI DE TIZI OUZOU ,2014.
- [7] **K.Fatma**, Elaboration et caractérisation d’un composite à base d’amidon/charge naturelle mémoire de master en génie chimique, université MOHAMED KHIDER DE BISKARA, 2019/2020.
- [8] **S.Assam el Mokhtar, A. houssine Mohamed el amine**, Etude du comportement mécanique et détermination des paramètres limites des tubes en PVC, mémoire de master en génie des matériaux, université Abdelhamid Ibn badis –Mostaganem ,2018/2019.
- [9]. **Soroka, W., 2010**. Plastic applications, Fundamentals of Packaging Technology. 4th ed. Institute of Packaging Professionals, Naperville, IL, pp. 281\_314.
- [1]. **Lee, D.S., Yam, K.L., Piergiovanni, L., 2008**. Food packaging polymers. Food Packaging Science and Technology. CRC Press, Boca Raton, FL, pp. 141\_176.
- [11]. **Soroka, W., 2010**. Shaping plastics, Fundamentals of Packaging Technology. 4th ed. Institute of Packaging Professionals, Naperville, IL, pp. 241\_280.
- [12]. **Lyijynen, T., Hurme, E., Ahvenainen, R., 2003**. Optimizing packaging. In: Ahvenainen, R. (Ed.), Novel Food Packaging Techniques. Woodhead Publishing, Cambridge, pp. 441\_458.
- [13] **Tharanathan, R. N. (2003)**. Biodegradable films and composite coatings: past, present and future. Trends in food science & technology, 14(3), 71-78.

[14] **S.Zoubida**, Etude de la dégradation fongique des polymères : cinétique de dégradation des polymères et caractérisation des sous-produits de dégradation – Etude de l'écotoxicité de ces polymères, thèse pour obtenir le grade de docteur en chimie et physico-chimie des polymères, université du MAINE-U.F.R. Sciences et techniques, 28janvier 2008.

[15] **D.RUTOT, P. DUBOIS**, le (bio) polymère biodégradable : l'enjeu de demain .chimie nouvelle, 2004.

[16] **H. Amina**, Elaboration et caractérisation d'un biocomposite à base de : amidon/charge naturelle, mémoire de master en génie de l'environnement, université Mohamad khider de bistra, 7 juillet 2019.

[17] **M.DEROIN**, « Etude de vieillissement de biopolymères en milieu marin » thèse doctorat, (2014).

# Chapitre II

## **Innovation de nouvelles technologies d'emballage alimentaire**

Au cours des dernières années, la recherche sur le développement de matériaux ayant des propriétés antimicrobiennes et antioxydants a connu un grand essor dans le but de protéger les aliments contre les réactions oxydatives et la croissance microbienne.

En outre, l'application d'ingrédients naturels est une nouvelle tendance dans l'industrie alimentaire, c'est-à-dire des conservateurs naturels dérivés de sources naturelles, au lieu de substances synthétiques. L'incorporation des substances naturelles telles que les huiles essentielles et les extraits de plantes aromatiques et médicinales est une nouvelle approche dans Les emballages alimentaires actifs.

## **I. Les plantes aromatiques et médicinales**

### **I.1 Généralités**

#### **I.1.1 Définition**

Une plante aromatique et médicinale est une drogue végétale selon la pharmacopée européenne utilisée en médecine traditionnelle pour ses vertus thérapeutiques. Cela signifie qu'au moins une de ses parties possède des propriétés curatives. Leur activité thérapeutique relève de leurs principes actifs, à savoir les composants présents dans cette dernière.

Les plantes médicinales ont été toujours associées aux comportements et au savoir traditionnel. Selon les statistiques de 2003 de l'OMS, 80% de la population mondiale recourt aux médecines traditionnelles pour satisfaire des besoins en soins de santé primaire

Il pousse dans le monde plus de 20000 espèces de végétaux, à usages condimentaires, médicinaux ou cosmétiques, dont 50% est utilisée en industrie pharmaceutique [1].

#### **I.1.2 Importance des plantes aromatiques et médicinales**

##### **I.1.2.1 L'action des plantes médicinales**

La plupart des espèces végétales qui poussent dans le monde entier possèdent de vertus thérapeutiques, car elles contiennent des principes actifs qui agissent directement sur l'organisme. On les utilise aussi bien en médecine classique qu'en phytothérapie : elles présentent en effet des avantages dont les médicaments sont souvent dépourvus.

La phytothérapie ou bien «la thérapie par les plantes» est en pleine expansion. A travers les siècles, les traditions humaines ont su développer la connaissance et l'utilisation des plantes médicinales.

Les effets secondaires induits par les médicaments inquiètent les utilisateurs, qui se tournent vers des soins moins agressifs pour l'organisme. On estime que 10 à 20% des hospitalisations sont dues aux effets secondaires des médicaments chimiques. C'est pour cela on voit que la phytothérapie qui propose des remèdes naturels et bien acceptés par l'organisme, est souvent associée aux traitements classiques [2].

### **I.1.3 Domaine d'application**

Au fil des années, la demande en substances d'origine naturelle a augmenté d'une façon considérable grâce à leurs propriétés thérapeutiques, organoleptiques et odorantes. Les essences et les extraits préparés à partir des plantes peuvent être utilisés dans des domaines aussi divers que la parfumerie, l'agro-alimentaire, l'aromathérapie, la pharmacie, la phytothérapie et les produits cosmétiques naturels.

### **I.1.4 Actualité des plantes aromatiques et médicinales (PAM) utilisées en Algérie**

Avec une superficie de 2 381 741 km<sup>2</sup>, l'Algérie est le plus grand pays riverain de la Méditerranée. Il est reconnu par sa diversité variétale en plantes médicinales et aromatiques, ainsi que leurs diverses utilisations populaires dans l'ensemble des terroirs du pays. Ce sont des savoir-faire ancestraux transmis de génération en génération chez les populations, le plus souvent rurales. C'est un héritage familial oral, dominant en particulier chez les femmes âgées et illettrées.

Dans le Hoggar et en absence de médecins, dans certaines contrées isolées, les Touaregs se soignent avec les plantes médicinales et aromatiques dont ils connaissent le secret transmis de père en fils. En Kabylie, lorsqu'il y a de la neige et que les routes sont coupées, les montagnards utilisent des plantes médicinales et aromatiques pour se soigner (fumigation de feuilles d'eucalyptus contre la grippe). Dans la steppe pendant les transhumances, les nomades utilisent l'armoise blanche pour lutter contre les indigestions [3].



**Figure II.1.** Les plantes aromatiques et médicinales les plus utilisées au Algérie

## I.2 Les huiles essentielles

### I.2.1 Bref historique

Les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles datent de l'an 30. Les huiles essentielles semblent donc avoir accompagné la civilisation humaine depuis ses premières genèses. Les égyptiens puis les grecs et les romains ont employé diverses matières premières végétales ainsi que les produits qui en découlent, notamment les huiles essentielles. Ces utilisations concernaient différents domaines:

Parfumerie, médecine, rites religieux, coutumes païennes, alimentation, etc. L'étape byzantine de la civilisation a permis l'instauration des bases de la distillation et, avec l'ère arabe de la civilisation, l'huile essentielle devient un des principaux produits de commercialisation internationale. Ainsi, vers l'an mille, avicenne, médecin et scientifique.

Par la suite, les huiles essentielles ont bénéficié des avancées scientifiques, au niveau des techniques d'obtention et de l'analyse de leur composition chimique. Parallèlement, leur utilisation a aussi tiré profit de l'avènement de l'aromathérapie. René-Maurice GATTEFOSSE a créé, en 1928, le terme de l'aromathérapie et il a mené de nombreux travaux concernant les huiles essentielles, notamment leurs propriétés ; ces résultats seront à l'origine de nombreuses autres recherches.

### **I.2.2 Définition des huiles essentielles**

Le terme « huile essentielle » a été inventé au 16<sup>ième</sup> siècle par le médecin Suisse Paracelse Von HOHENHEIM pour désigner le composé actif d'un remède naturel. De très nombreux auteurs ont tenté de donner une définition des huiles essentielles.

D'après William Naves, aucune des définitions des huiles essentielles n'a le mérite de la clarté, ni celui de la précision. Cet auteur définit les huiles essentielles comme « des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale, ces mélanges passent avec une certaine proportion d'eau lors d'une distillation effectuée dans un courant de vapeur d'eau ». Cette définition a été reprise à peu de choses près par AFNOR et ISO : « l'huile essentielle est le produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe frais de certains agrumes, soit par distillation. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques ».

Pour certains auteurs comme Carette , il est important de distinguer huile essentielle et essence ; cette dernière est une sécrétion naturelle élaborée par l'organisme végétal, contenue dans divers types d'organes producteurs, variables selon la partie de la plante considérée .En revanche, une huile essentielle est un extrait naturel de matières premières d'origans végétaux, Obtenu par distillation par la vapeur d'eau, c'est-à-dire que l'huile essentielle est l'essence distillée. Les huiles essentielles n'ont pas une présence générale chez les végétaux. Parmi les 1 500 000 espèces végétales, 10% seulement sont dites aromatiques. , c'est-à-dire qu'elles Synthétisent et sécrètent des infimes quantités d'essence aromatique.

Certaines familles se caractérisent par le grand nombre d'espèces à essences qu'elles groupent, en particulier les Labiés, les Ombellifères, les Myrtacées et les Lauracées (benayd, 2008) [4].

Les huiles essentielles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des cellules dites cellules à huiles essentielles, dans des poils sécréteurs, dans des poches sécrétrices ou dans

des canaux sécréteurs. Elles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : les fleurs, les feuilles, les racines, les rhizomes, les fruits, le bois et/ou les graines

### **I.2.3 Les propriétés et les activités biologiques des huiles essentielles**

Les HEs sont des substances très odorantes et aromatisants, désignés comme étant GRAS « généralement considérés comme sûrs ». Elles sont volatiles à la température ambiante, liquides à l'exception de quelques-unes qui sont solide à la température ambiante (HE d'Anis et de la Menthe du japon). Elles sont solubles dans les solvants organiques usuels et insolubles dans l'eau. La densité des HEs est généralement inférieure à celle de l'eau (0,85 à 280,95) à l'exception de trois huiles dites lourdes à savoir l'huile de cannelle, de girofle et de sassafras. L'activité antimicrobienne inhérente des HEs est communément liée à la structure Chimique de leurs composants, la concentration dans laquelle les composants sont présents, et les interactions entre eux affectent leurs propriétés bioactives. L'activité antimicrobienne des HE est associée aux composants terpénoïdes et phénoliques des huiles. Certaines études ont démontré que les HEs ont une plus grande activité antibactérienne que leurs principaux constituants lorsqu'ils sont testés séparément. Outre, il a été démontré que les HEs présentent des propriétés antivirales, antimycosiques, antiparasitaires, et insecticides.

Ces caractéristiques sont possiblement liées à la fonction de ces composés dans les plantes. En outre, les HEs sont connues par leurs bienfaits potentiels sur la santé humaine telle que les propriétés anticancéreuses, antiinflammatoires, antidiabétiques, Antiulcérogènes, antidépressives, anti anxiolytiques [5].

### **I.2.4 Mode d'action des huiles essentielles**

Dans la bibliographie scientifique, il n'y pas un grand nombre d'auteurs ayant rapporté le mécanisme d'action des huiles essentielles et leurs composants, et jusqu'à maintenant ils n'ont pas totalement compris le mécanisme. Mais quelques auteurs ont donné plusieurs suppositions selon leurs observations.

Du fait de la variabilité quantitative et qualitative des composants des huiles essentielles, il est probable que leur activité antimicrobienne ne soit pas attribuable à un mécanisme unique, mais à plusieurs sites d'action au niveau cellulaire le mode d'action des

Huiles essentielles dépendent en premier lieu du type et des Caractéristiques des composants actifs, en particulier leur propriété hydrophobe qui leur permet de pénétrer dans la double couche phospholipidique de la membrane de la cellule bactérienne. Cela peut induire un changement de conformation de la membrane, une perturbation chimiosmotiques et une fuite d'ions ( $K^+$ ) des conclusions similaires sont obtenues par d'autres auteurs.

Certains composés phénoliques des huiles essentielles interfèrent avec les protéines de la membrane des micro-organismes comme l'enzyme ATPase, soit par action directe sur la partie hydrophobe de la protéine, soit en interférant dans la translocation des protons dans la membrane prévenant la phosphorylation de l'ADP.

Une inhibition de la décarboxylation des acides aminés chez *Enterobacter aérogène* a Aussi été rapportée. Les huiles essentielles peuvent aussi inhiber la synthèse de DNA, de RNA, des protéines et des polysaccharides (Malecky, 2007) [6].

D'autres auteurs pensaient que l'activité inhibitrice de ces composés serait due à leur affinité avec les groupements SH impliqués dans la division cellulaire.

### **I.2.5 Utilité économique**

Les substances naturelles issues des végétaux ont des intérêts multiples mis à profit dans l'industrie cosmétique, alimentaire et médical.

L'utilisation des HEs comme base dans la Fabrication de parfums et de savons constitue une pratique courante depuis des siècles dans la plupart des civilisations. La consommation d'huile dans ce secteur se caractérise par le Besoin d'une très grande variété de produits, de quantités relativement faibles et de prix souvent élevés. La parfumerie technique a également recours aux HEs pour l'image de propreté à laquelle elles sont associées, mais aussi parfois pour leurs propriétés antiseptiques. En ce qui concerne l'industrie alimentaire, les HEs sont utilisées pour rehausser le goût Des aliments, pour parfumer et colorer. Le nombre de produits augmente et le consommateur recherche d'avantage les produits avec des ingrédients naturels (par exemple : HE d'orange la plus utilisé dans le monde). Les huiles à utilisations médicinales peuvent être vendues comme tel en petits flacons ou sous forme de vaporisateurs, de pastilles, de bonbons. Ces huiles peuvent

également être utilisées comme inhalant pour soulager les difficultés respiratoires, comme dentifrice (dans l'eau), ainsi que pour rafraîchir ou soulager la gorge [7].

L'homéopathie et l'aromathérapie sont des exemples courants d'usage d'HEs en médecine douce, et leur popularité s'est accrue d'une façon considérable ces dernières années.

## **I.2.7 Extraction des huiles essentielles**

### **I.2.7.1 Principe général**

Les HEs sont des principes aromatiques obtenus à partir des plantes, botaniquement définies, par extraction solide-liquide. Cette extraction consiste en un transfert ou échange de matière entre deux phases hétérogènes : l'une solide contenant la matière à extraire « solution riche » et l'autre liquide correspondant au « solvant d'extraction ».

### **I.2.7.2 Méthodes d'extraction**

Les HEs représentent de 0,1 à 3% du poids sec du matériel végétal, ce qui en fait des molécules rares, mais précieuses [8]. Le choix de la technique d'extraction influe directement sur le rendement d'extraction et sur la qualité des essences obtenues.

#### **a. La distillation**

La distillation à la vapeur d'eau est la principale méthode traditionnelle et commerciale utilisée pour isoler les HEs (trésors aromatiques) à partir du matériel végétal. Trois groupes de Techniques sont utilisées.

#### **L'hydro distillation**

Ce procédé consiste à extraire par l'eau vapeur les molécules volatiles du matériel végétal. Une condensation ultérieure en circuit fermé permet de récupérer ces essences. La matière végétale est immergée directement dans un récipient « alambic » rempli d'eau placée sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs hétérogènes, au contact du froid, se condensent et deviennent liquides. Ce liquide est formé d'un mélange d'eau et d'huile parfumée. Cette dernière se sépare de l'hydrolat par non miscibilité et différence de densité.

#### **L'entraînement à la vapeur ou distillation à la vapeur d'eau**

La technique d'entraînement à la vapeur d'eau est mise au point pour minimiser les Altérations de l'HE liées à certains phénomènes de dégradation des composés de cette essence

végétale ou des réactions chimiques comme l'hydrolyse des esters. La conséquence étant une augmentation de la qualité d'HE obtenue.

Distance au-dessus du fond rempli d'eau. La masse végétale est donc en contact direct La matrice végétale est disposée sur des plaques perforées situées à une certaine avec la vapeur d'eau saturée, mais pas avec l'eau.

#### **L'hydro diffusion (la percolation)**

Appelée aussi « la distillation à la vapeur directe », est une variante de l'entraînement à la vapeur mais sans eau dans le fond de l'alambic. La vapeur d'eau est introduite par le haut par rapport à la matière végétale pour percoler à travers la charge végétale. Le mélange de vapeur (vapeurs d'eau et les vapeurs d'huile) est ensuite condensé et recueilli [9].

#### **b. L'expression**

L'expression, appelée également « pression à froid », est une technique « physique » essentiellement utilisée pour l'extraction des essences des écorces des agrumes telles que la mandarine, le citron, l'orange amère, etc. Le principe consiste à briser les parois des sacs oléifères renfermant l'HE sans aucune source de chaleur, ce qui permet d'éviter les Phénomènes d'hydrolyse. L'huile ainsi libérée présente une odeur très proche de la plante fraîche, d'où son Appellation « essence » [10].

#### **c. L'extraction aux solvants organiques volatils**

Cette technique est utilisée pour l'extraction des substances odorantes volatiles à partir des organes de végétaux trop fragiles et qui ne supportent pas la chaleur (thermolabiles).

L'extraction consiste à épuiser la matière végétale à l'aide d'un solvant approprié pendant une durée déterminée. Après décantation et concentration, le solvant est ensuite éliminé Par distillation partielle et on obtient un mélange pâteux odorant appelé « **concrète** ». Ce dernier ne contient pas uniquement des molécules volatiles mais également des cires et des acides gras [11].

#### **d. L'enfleurage**

Cette technique d'extraction est réservée aux organes fragiles de la plante : les fleurs (le jasmin, la tubéreuse,...). Elle repose sur l'affinité des composés parfumés pour les corps gras.

Le principe consiste à diffuser les tissus végétaux dans un corps gras pour le saturer en arômes végétales. Le mélange obtenu (composé du gras et de l'extrait) est ensuite traité à l'alcool pour ne laisser que l'essence dite « absolue » [12].

#### **e. Extraction par micro-ondes sous vide**

C'est un procédé d'extraction assisté par micro-ondes, où la matrice végétale fraîche est placée dans un réacteur micro-ondes sans ajout de solvant. Le chauffage de l'eau intrinsèque du végétal permet la rupture des glandes sécrétrices d'HE. Les métabolites secondaires sont alors libérés et entraînés dans le mélange formé avec la vapeur d'eau propre du végétal. Ces métabolites secondaires sont recueillis suite à des étapes de condensation, refroidissement et décantation.

C'est une technique très rapide, qui permet de réduire les dépenses en énergie et d'obtenir des substances de meilleure qualité olfactive et de plus grand rendement avec une consommation moindre de solvants [13].

#### **f. Extraction par CO<sub>2</sub> supercritique**

Apparue vers la fin des années 1970, l'extraction aux fluides supercritiques, en particulier le CO<sub>2</sub> supercritiques, est un procédé innovant conçu pour le traitement des essences aromatiques thermosensibles. Elle présente un large spectre de potentialité dans les industries :

Agro-alimentaires, chimiques : polymérisation, photochimie, biochimiques, pharmaceutiques ainsi que l'extraction des arômes et parfums. Un fluide est dit à l'état supercritique lorsqu'il est porté à une température et à une pression au-delà de son point critique : un couple de pression-température critiques ( $P_c$ ,  $T_c$ ).

Ce FSC présente alors un comportement intermédiaire entre celui d'un gaz et d'un liquide. Différents FSC sont utilisés tel que l'eau, l'éthane, le propane, etc., mais le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) reste le solvant le plus communément utilisé. Il se révèle être un solvant alternatif pour l'extraction des composés actifs de plantes. Les produits ainsi obtenus sont très concentrés avec une fragrance très proche du végétal et sans solvant résiduel. Le choix de CO<sub>2</sub> supercritique comme solvant alternatif d'extraction est justifié par ses coordonnées critiques modérées ( $T_c = 31,1\text{ °C}$ ,  $P_c = 73,8\text{ bar}$ ). C'est un solvant « vert », chimiquement

inerte, non polluant, inodore, peu onéreux, de haute pureté (99,99%), naturellement abondant avec un bon Pouvoir de Solubilisation, à l'état supercritique, vis à vis des molécules apolaires ou faiblement polaires et de petite masse molaire.

Le flux de CO<sub>2</sub> supercritique est acheminé vers l'extracteur qui contient le végétal préalablement broyé. Le tout est maintenu pendant plusieurs heures afin d'atteindre les Conditions opératoires recherchées. Ce fluide va alors se charger des principes aromatiques de la plante. A la sortie de l'extracteur le CO<sub>2</sub> est détendu, redevient gazeux et se Sépare des actifs végétaux extraits. Il en résulte, au niveau des séparateurs, des composés odorants spécifiques liquides ou pâteux [13].

## I.2.7 Composition chimique des huiles essentielles

Les HEs sont des mélanges naturels extrêmement complexes. Plus de 300 constituants différents à fonctions organiques classiques (hydrocarbures, alcools, acides, esters,...). Ces composés sont classés en deux séries distinctes : la série des terpénoïdes d'une part et la série des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>) d'autre part [10].

### I.2.7.1 Les terpénoïde

Les terpénoïde appelé également « les terpènes » sont des hydrocarbures issus du couplage d'un nombre d'unités « isopréniques » (C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>) n (Figure I-1)

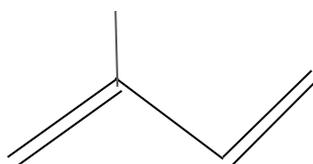


Figure II-2. Squelette d'une unité isoprénique

Les terpènes sont classés selon le nombre n d'unités isopréniques en mono **terpènes** Formés de deux unités (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>), les **sesquiterpènes** formés de trois unités (C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>), les **di terpènes** formés de quatre unités (C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>), les **ses terpènes** (C<sub>25</sub>H<sub>40</sub>), le **tri terpènes** (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>) et le **tétra terpènes** ou **poly terpènes** (C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>) n. L'étude de la composition chimique des HEs révèle la présence des terpènes volatils, c'est à dire de faible masse

Moléculaire (des mono terpènes et des sesquiterpènes) et plus rarement de rarement de quelques diterpènes (C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>) [10].

### I.2.7.2 Les composés aromatiques

Les composés aromatiques des huiles essentielles sont principalement des dérivés du phénylpropane C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>. Ils sont beaucoup moins fréquents que les terpènes. Ils peuvent comprendre des phénols (chavicol, eugénol), des aldéhydes (cinnamaldéhyde), des alcools (alcool cinnamique), des dérivés méthoxy (anéthol, estragol) ou méthylène dioxy [14]. La structure des différentes molécules est présente dans la Figure I.4 Des composants azotés ou soufrés tels que les glucosinolates ou des dérivés d'isothiocyanate sont également caractéristiques des métabolites secondaires des diverses plantes. À titre d'exemple, les

Composés soufrés sont majoritairement présents dans les huiles essentielles des plantes de la famille des Alliées.

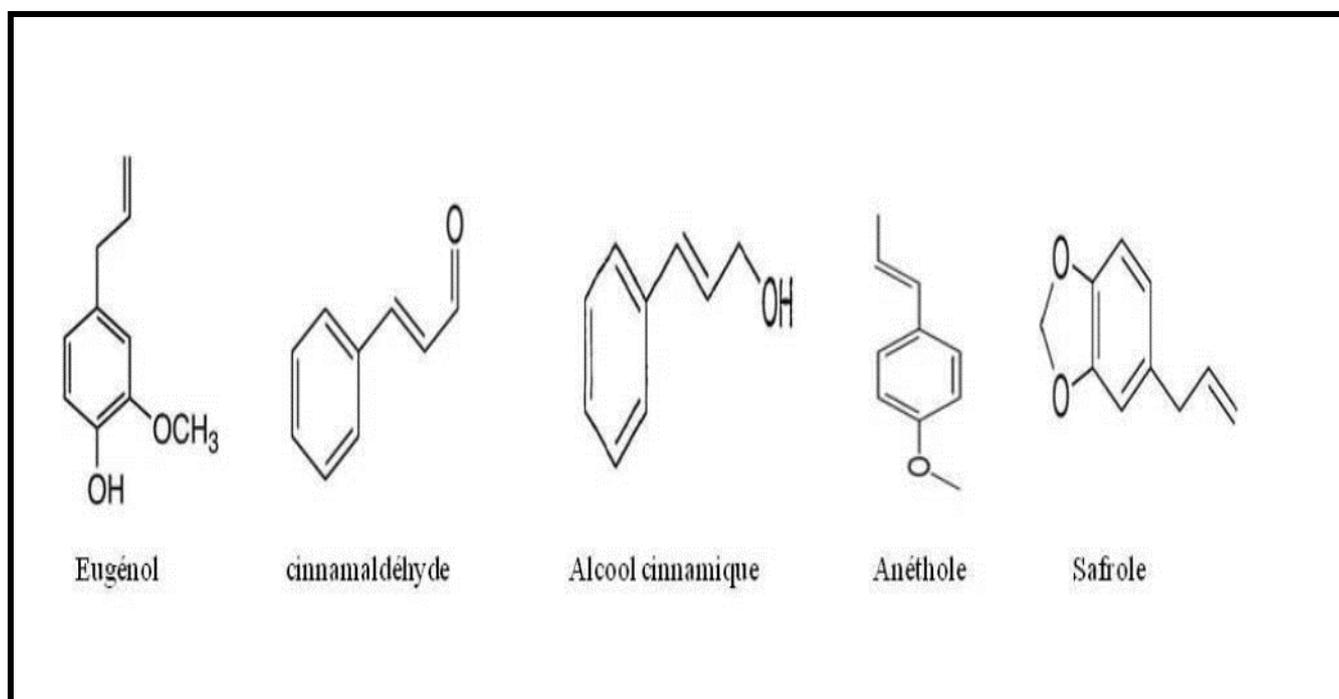


Figure II.3. Structure des composés aromatiques dérivés de phénylpropane

### **I.3. Mode d'extraction**

Les composés aromatiques doivent être extraits de leur matrice avant de pouvoir les utiliser. Plusieurs méthodes d'extraction sont mises au point. La distillation est le procédé le plus anciennement utilisé pour l'extraction des huiles essentielles. En que plusieurs méthodes d'extraction innovantes aient été mises au point, seules la distillation et l'expression à froid permettent d'obtenir des huiles essentielles conformes à la pharmacopée européenne. Même si les procédés innovants n'aboutissent pas à des huiles essentielles au sens réglementaire, ils permettent l'obtention de plusieurs constituants des HE et des principes aromatiques intéressants.

#### **I.2.7 Sensibilisation des huiles essentielles**

Les HEs sont sensibles à peu de facteurs physicochimiques tels que l'oxygène, la lumière, la température et le pH. Ainsi, l'oxygène en présence de lumière conduit à l'oxydation des composés insaturés avec la génération de radicaux libres. Les HEs perdent de petites quantités de composés volatils lorsqu'ils sont stockés à des températures élevées. De plus, certains composants sont très instables à pH variable [15].

#### **I.2.8 Facteurs influençant la composition et la qualité d'une huile essentielle**

La composition et la qualité des HEs sont naturellement affectées par les caractéristiques de la plante, telles que le stade de développement, la variété, l'origine géographique, la partie de la plante utilisée, l'âge, la saison et les facteurs environnementaux, Comme la température, l'humidité, l'altitude et la nature du sol. Ainsi, le mode de récolte, les conditions de transport, séchage et de stockage peuvent générer des dégradations enzymatiques. Mais, également la méthode d'extraction, les conditions opératoires (notamment la température, la durée d'extraction, le broyage, la pression, l'agitation) et le solvant utilisé contribuent à la variation du rendement et de la qualité de l'HE .

#### **I.2.9 Méthodes de caractérisation des huiles essentielles**

L'identification qualitative et quantitative des différents composés d'une HE demeure une étape délicate nécessitant la mise en œuvre de diverses techniques. La chromatographie en phase gazeuse (GC) reste la technique incontournable pour la caractérisation des HEs. C'est une méthode d'analyse par séparation des constituants gazeux ou susceptibles d'être

volatilisés par élévation de température sans décomposition. Le couplage de la GC à un détecteur à ionisation de flamme (FID ou DIF) permet la quantification des composés et le calcul de leurs indices de rétention à partir d'une série d'alcane de référence. La combinaison de la chromatographie en phase gazeuse avec une technique spectroscopique : la spectrométrie de masse (GC/MS) permet ainsi l'identification de ces composés volatils du mélange complexe par analyse comparative des spectres de masse relatifs avec ceux d'une bibliothèque spectrale [16].

### **I.2.10 Toxicité des HEs : aspect juridique**

Pourcentages des HEs sont tolérables dans les aliments. L'ingestion de fortes doses de composés naturels peut induire de graves problèmes de toxicité. Il est nécessaire de trouver un équilibre entre la dose effective d'HE et le risque de toxicité. Le carvacrol, le carvone, le cinnamaldéhyde, le citral, le *p*-cymène, l'eugénol, le limonène, le menthol et le thymol sont des composants chimiques présents dans les HEs sont homologués et reconnus comme des agents sains dans les pays de l'union européenne (UE). D'autre part, l'estragole et le méthyl eugenol ont été retirés de la liste de sécurité [17]. A nos jours, des groupes internationaux impliqués en santé publique comme le non, observed adverse effect level (NOAEL) travaillent pour évaluer la toxicité de certains composants d'HEs, leurs études visent à fixer des normes pour assurer la sécurité d'emploi des produits. En dépit d'être approuvé en tant qu'additif alimentaire, certains HEs de lavande, de Jasmin, de palissandre, de laurier, d'eucalyptus, d'ylang-ylang, de citronnelle, de santal de clou de girofle et de poméranche peuvent provoquer des réactions allergiques [17].

**Tableau II.1.** Les huiles essentielles qui présentent une toxicité aiguë ou cancérigène

<b>HES</b>	<b>Source</b>
Huile d'amande (amère, non rectifiée)	Graines
Huile boldo	Feuilles
Huile de cade	Bois
L'huile de raifort	racines
Huile de moutarde	Graines
Huile de pin	Bois
Huile de sassafras	Racines
L'huile de racine de serpent	Racines

- [1] **Bhar, H., & Balouk, A. (2011)**. Les plantes aromatiques et medecinales, Ces plantes Odorantes qui soulagent la douleur. L'espace marocain, 68(2), 20-27.
- [2] **Chevallier A., Larousse 2001**. Encyclopedia of Medicinal Plants (2nd Edition)
- [3] <http://om.cih eam.org/article.php? ID PD F=00007 1 56>.
- [4] **Benayad N., 2008**. Les huiles essentielles extraites des plantes médicinales marocaines : moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées. Université Mohammed V – Agdal. Rabat, 63p.
- [5] **Bruneton J., 1993**. Pharmacognosie. Phytochimie, plantes médicinales. Tec. & Doc. Lavoisier, 2ème édition, Paris. 915p.
- [6] **Anton R. and Lobstein A., 2005**. Plantes aromatiques. Epices, aromates, condiments et huiles essentielles. Ed. Tec. & Doc., Paris, 522p
- [7] **Ribeiro-Santos, R., Carvalho-Costa, D., Cavaleiro, C., Costa, H. S., Albuquerque, T. G., Castilho, M. C., & Sanches-Silva, A. (2015)**. A novel insight on an ancient aromatic plant: The rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.). Trends in Food Science & Technology, 45(2), 355-368
- [8] **Malecky M., 2007**. Métabolisme des terpénoïdes chez les caprins. Thèse de doctorat, INRA, UMR 791 Physiologie de la Nutrition et Alimentation, F-75231 Paris, pp. 30-35. [175]
- [9] **Turgeon M., 2001**. Profil des produits forestiers première transformation : huiles Essentielles. Ministère des Ressources naturelles, Secteur des forêts, Direction du Développement de l'industrie des produits forestiers. Québec
- [10] **Piochon, M. (2008)**. Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Université du Québec à Chicoutimi
- [11] **Y, marwa**. application des huiles essentielles dans le domaine des emballages alimentaire, thèse présentée pour obtenir le grade de docteur en chimie organique, école doctorale de mathématique informatique, science et technologie de matière, faculté des sciences basque, 2020
- [12] **Bruneton, J. (2009)**. Menthe in: Pharmacognosie, Phytochimie, plantes médicinales, 4e Éd., Tec & Doc, Paris (pp. 631-638). ISBN 978-2-7430-1188-8.
- [13] **Kaufmann, B., & Christen, P. (2002)**. Recent extraction techniques for natural products: Microwave-assisted extraction and pressurised solvent extraction. Phytochemical

Analysis: An International Journal of Plant Chemical and Biochemical Techniques, 13(2), 105-113.

[14] **Hauthal, W. H. (2001)**. Advances with supercritical fluids. Chemosphere, 43(1), 123-135

[15] **D, MNAYER**. Eco-Extraction des huiles essentielles et des arômes alimentaires en vue d'une application comme agents antioxydants et antimicrobiens, présenté pour obtenir le grade de docteur en science de l'université d'Avignon et des pays de Vaucluse ; 2014

[16] **Choi, S. J., Decker, E. A., Henson, L., Popplewell, L. M., & McClements, D. J. (2009)** .Stability of citral in oil-in-water emulsions prepared with medium-chain triacylglycerols and triacetin. Journal of agricultural and food chemistry, 57(23), 11349-11353

[17] **AFNOR, 2000**. Huiles essentielles. Monographies relatives aux huiles essentielles. Tome 2. 6<sup>ième</sup> Édition. AFNOR, Paris

# Chapitre III

**Etude bibliographique sur le pistachier lentisque.**

## Introduction

La flore algérienne est caractérisée par sa diversité florale, Méditerranéenne, Saharienne et une flore paléo tropicale, estimée à plus de 3000 espèces appartenant à plusieurs familles botanique. Ces espèces sont pour la plupart spontanées avec un nombre non négligeable (15%) d'espèces endémiques [1]. Ce qui a donné à la pharmacopée traditionnelle une richesse inestimable.

*Pistacia lentiscus* L. appartenant à la famille des Anacardiaceae est l'une des plantes spontanées les plus répandus en Algérie. On le trouve sur tout type de sol, subhumide et semiaride et dispersé tout au long du littoral et se développe dans divers habitats le long d'un gradient climatique qui varie suivant le rayonnement solaire, température et précipitation [2].

Les qualités thérapeutiques de cette espèce sont connues depuis l'antiquité, lorsque les égyptiens ont utilisé le mastic de Pistachier lentisque pour l'embaumement [3]. L'huile de fruits de lentisque est souvent utilisée comme un remède d'application locale externe sous forme d'onguent pour soigner les brûlures ou les douleurs dorsales.

### III.1 Généralités sur le lentisque

#### III.1.1 Description de *Pistacia lentiscus* L

##### III.1.1.1 Classification

Le lentisque, ou Pistachier lentisque (*Pistacia lentiscus* L.), est un arbrisseau du genre *Pistacia* appartenant à la famille des Anacardiaceae qui comprend environ 70 genres et plus de 600 espèces.

Selon la classification commune de Zohary (1952) cité par AL-Saghir et Porter (2012), le genre *Pistacia* regroupe 10 autres espèces : *Pistacia mexicana* ; *Pistacia texana* ; *Pistacia saportae* ; *Pistacia weinmannifolia* ; *Pistacia atlantica* ; *Pistacia chinensis* ; *Pistacia khinjuk* ; *Pistacia palaestina* ; *Pistacia terebinthus* (le pistachier térébinthe) et enfin *Pistacia vera*, le Pistachier vrai ou commun, la seule espèce cultivée pour l'alimentation humaine et la plus importante économiquement.

En Algérie, le genre *Pistacia* est représenté par quatre espèces, *Pistacia lentiscus*, *Pistacia terebinthus*, *Pistacia vera* et *Pistacia atlantica* [4].

Taxonomie de *Pistacia lentiscus* d'après Linné (L., 1753) [5].

- **Règne** : Végétal
- **Embranchement** : Spermaphytes
- **Sous embranchement** : Angiospermes
- **Classe** : Dicotylédones
- **Ordre** : Sapindales
- **Genre** : *Pistacia*
- **Espèce** : *Pistacia lentiscus* L.

**Noms vernaculaires :**

- ✓ Arabe : Darou, dherou, drou, sarisse سريس
- ✓ Kabylie (Algérie) : Amadagh Tidekt, Tidekst
- ✓ Français : Lentisque et arbre au mastic
- ✓ Allemand : Mastixbaum
- ✓ Anglais : Chios mastic tree
- ✓ Espagnol : Lentisco

**III.1.1.2 Description botanique**

*Pistacia lentiscus* L. est un arbrisseau de 1 à 3 m de hauteur, sclérophylle, qui se comporte comme une espèce thermophile, se développant dans des secteurs chauds à basses altitudes et dans les abrités et ensoleillés à altitudes moyennes (**Figure III.1**).

**a. Les fleurs** : sont brunâtres de trois mm, constituent des grappes denses spiciformes. Elles sont à l'origine de petits fruits rouges, puis noirs à maturité. Elle dégage une odeur forte et désagréable (**Figure III.2**). On différencie les fleurs femelles des fleurs mâles grâce à leur couleur, vert jaunâtre pour les femelles et rouge foncé pour les mâles. Les fleurs mâles et femelles poussent sur des arbustes différents, les mâles ont 5 petits sépales dont émergent 5 étamines rougeâtres reposant sur un disque nectarifère. Les femelles, à 3 ou 4 sépales à un ovaire supère avec un style court à 3 stigmates. Floraison de Mars à Mai [7]. La floraison est la formation puis l'épanouissement d'une fleur ou inflorescence.

**b. Les feuilles** : sont persistantes, paripennées, à 4 à 10 folioles elliptiques, coriaces et luisantes et le pétiole est nettement ailé (**Figure III.3**). On trouve des pieds mâles et femelles distincts (espèce dioïque) qui fleurissent en grappes denses en mois de Mai.

**c. Les branches** : tortueuses et pressées, forment une masse serrée (**Figure III.5**).

**d. Le fruit** : est une baie globuleuse (de 2 à 3 mm), monosperme, remplie par nucléole de la même forme, d'abord rouge, il devient brunâtre à sa maturité, qui est complète à l'eau (**Figure III.1**)

e. **L'écorce** : rougeâtre sur les jeunes branches et vire au gris avec le temps. Quand on incise l'écorce la plante laisse s'écouler une résine irritante non colorée à odeur forte (Fig.06).

f. **Le mastic** : si l'on incise le tronc de ce végétal, il s'en écoule un suc résineux nommé mastic qui, une fois distillé, fournit une essence employée en parfumerie (Fig.06).



**Figure III.1.** Arbuste de pistacia lentiscus L.



**Figure III.2.** Pistacia lentiscus L. en floraison



**Figure. III .3.** Feuille de pistacia lentiscus L.



**Figure .III.4.**Fruits rouge et noirs de pistacia lentiscus L.



**Figure. III.5.**Partie aérienne (branche, feuilles et fruits).



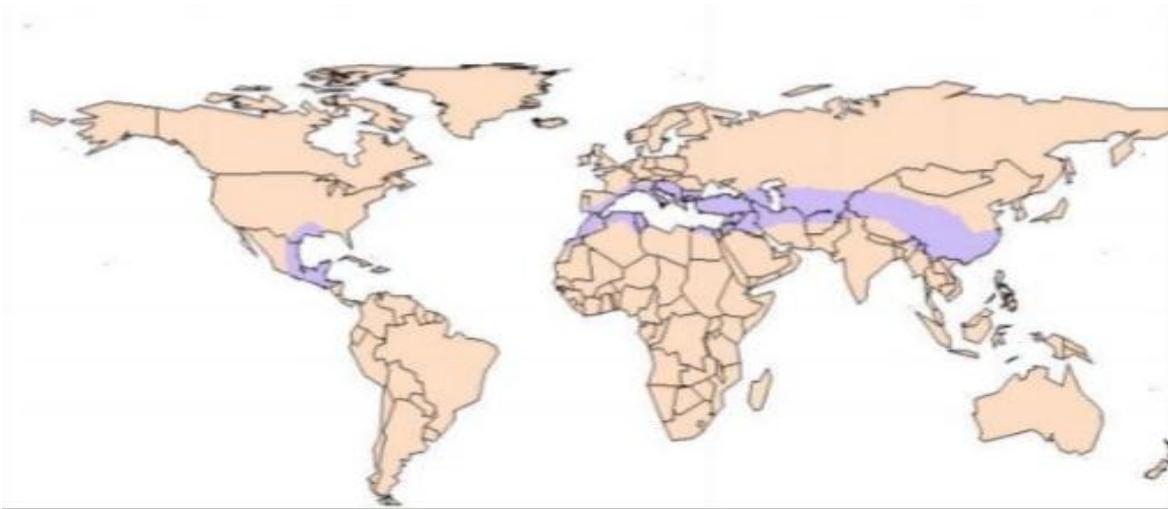
**Figure.III.6.** « Larmes » de résine qui s'écoulent du tronc de pistacia lentisque L

### III.1.2. Phénologie

La phénologie du lentisque a fait objet d'étude par Castro-Diez et Montserrat-Mart, (1998) et également par Martinez-Palle et **Arone, (2000)**. Contrairement aux arbres femelles qui continuent à développer leur fruit durant la période hivernale, les arbres mâles en finissant précocement leur cycle phréologique, ont tout le temps pour durcir leurs tissus ce qui les rend à l'abri des premières gelées automnales.

### III.1.3. Répartition géographique.

*Pistacia lentiscus* L. est un arbrisseau que l'on trouve couramment en sites arides, Asie et région méditerranéenne de l'Europe et d'Afrique, jusqu'aux Canaries [7]. L'aire de répartition de genre de *Pistacia* est illustrée dans la figure 7 ci-dessous :



**Figure. III .7.**L'aire de répartition du genre pistacia [7].

En France, le pistachier lentisque occupe la zone méditerranéenne au niveau de littoral, et quelques vallons chauds. Il est très répandu en Corse, avec l'olivier sauvage, le myrte et la salsepareille. On le rencontre aussi au Portugal [8]. En Algérie, on le retrouve sur tout type de sol, subhumide et semi-aride plus précisément dans le bassin du Soummam en association avec le pin d'Alep, le chêne vert et le chêne liège [9]. Présente dans le bassin méditerranéen, il se trouve à l'état sauvage, dans les maquis, et les garrigues dans tout type de sols, bien qu'il préfère les terrains siliceux [10]. Il occupent l'étage thermo-méditerranéen. Sa limite méridionale se situe aux environs de Saida, sa présence au sud de l'Atlas saharien n'est pas signalée.

### III.1.4. Habitat et culture

Le Pistachier lentisque est un arbrisseau qui préfère les sols siliceux et sec, il se développe sur des sols calcaires une plante considérée comme thermophile et xérophile. C'est une espèce indifférente aux propriétés physico-chimiques du sol mais préfère des sols à faible concentration en phosphore et potassium conjugués avec des concentrations différentes en carbonates de calcium et en azote.

Cet arbuste n'a guère besoin d'eau et résiste très bien à la canicule, à croissance lente qui supporte les tailles régulières, il apprécie une exposition au soleil ou mi- ombre .il résiste bien au vent et aux embruns en bord de mer .il est également capable de résister à des températures jusqu'à  $-7^{\circ}$  C sur une courte durée [11]. De par son houppier composé de branches imbriquées et dense, le lentisque assure la protection du sol et crée les conditions favorables pour l'humification de la matière organique et l'enrichissement de ses propriétés biologiques.

### III.1.5. Composition nutritionnelle

Les fruits de lentisque procurent des huiles très énergétiques avec un rendement estimé à 44.37 %. L'analyse de la composition acide par chromatographie en phase gazeuse montre que les huiles de lentisque sont mono insaturées. Les teneurs élevées en acides gras essentiels témoignent de l'importance de la valeur alimentaire de ces huiles.

### III.1.6. Composition chimique

#### a. Les huiles végétales

Une huile végétale est un mélange à consistance liquide ou semi-liquide à température ambiante, de substances majoritairement hydrophobes, solubles dans les solvants organiques apolaires ou peu polaires, non volatiles : on parle alors d'huile fixe ou grasse [12].L'huile de *Pistacia lentiscus* L. est caractérisée par sa bonne qualité nutritive, elle est extraite à partir du fruit comestible, est de couleur verte foncée ; elle n'est entièrement liquide qu'à la Température de  $32$  à  $34^{\circ}$  C ; en-dessous, elle laisse déposer une

Matière blanche, susceptible de cristallisation, qui bientôt envahit la totalité de l'huile et la solidifie complètement.

Beaucoup d'études sur la composition chimique de cette huile ont été effectués par quelques auteurs ; Duru et al. (2003), Zrira et al. (2003), Benhammou et al. (2008) ont rapporté que l'huile a la bonne qualité nutritive en raison de son contenu en acides gras insaturé (oléique + linoléique = 73%) et d'acides gras saturés (Palmitique + stéarique = 25.8%).

La teneur en matières grasses brutes des fruits de *Pistacia lentiscus* L. varie de 32,8% pour les fruits noirs (mûrs) à 11,70% pour les fruits rouges. Ainsi, le fruit noir peut être considéré comme une graine oléagineuse ayant des teneurs élevés en matières grasses comme c'est le cas pour l'arachide, l'olive, le tournesol et le coton [13].

**Tableaux. III.1.** Composition en acides gras de l'huile de fruits de *Pistacia lentiscus* L.

Acide gras	(%) d'acides gras Selon (Charef et al, 2008)	(%) d'acides gras Selon (Mezni et al, 2012)
Acide palmitiques	16.3	25
Oléiques	55.6	56
Linoléique	17.6	15

### b. Composition en éléments minéraux des fruits

Les fruits matures de *Pistacia lentiscus* L. sont riches en éléments minéraux. L'élément minéral le plus abondant est Na, suivi par K, Ca, Mg, Fe et Cu (**Tableau. III.2**).

**Tableau. III.2.**Composition en éléments minéraux du fruit de *Pistacia lentiscus* L.

Eléments minéraux	Quantité (mg/100g de l'huile) (Dhifi, 2013)	Quantité (mg/g du fruit) (Hamad et Hasan, 2011)
Na	25.36 ± 3.25	0.46
K	2.17 ± 0.05	2.67
Ca	0.25 ± 0.04	0.37
Mg	0.19 ± 2.23	-
Fe	0.004 ± 0.00tr	-
Cu	0.0001 ± 0.00tr	-
Phosphore	-	0.004

## III.2. Les biomolécules du *Pistacia lentiscus* L.

### III.2.1. Composés phénoliques

Les polyphénols sont des molécules spécifiques du règne végétal. Cette appellation désigne un vaste ensemble de substances aux structures variées qu'il est difficile de définir simplement.

Ces composés phénoliques possèdent un pouvoir antioxydant, du à leurs propriétés redox en jouant un rôle important dans la destruction oxydative par la neutralisation des radicaux libres, piégeage de l'oxygène, ou décomposition des peroxydes [14].

D'après **Arab et al. (2014)**, le rendement en composés phénoliques dans le fruit de *Pistacia lentiscus* L. est de l'ordre de 61,34% alors que la concentration de l'extrait phénolique des fruits, exprimé en acide gallique, est de 31,81 mg/ml d'après les résultats de [15].

Selon les résultats du screening phytochimique **d'Arab et al (2014)**, les fruits de lentisque ont une forte teneur en anthocyane, leucoanthocyane, tannins totaux tannins gallique, flavonoïdes, Glucosides, et l'amidon. Inversement, il ya un moyen teneur de

Mucilages, et une absence totale de saponosides, sénosides, quinones libres, coumarines, irridoides.

### **III.2.2. Les huiles essentielles**

Il s'agit d'un extrait pur et naturel provenant de plantes aromatiques. Elle concentre l'essence de la plante, autrement dit son parfum. Il s'agit de substances odorantes, volatiles, de consistance huileuse, très concentrées, offrant une forte concentration en principes actifs. Il faut ainsi une très grande quantité de plantes fraîches pour obtenir quelques millilitres d'huiles essentielles

Les huiles essentielles obtenues à partir des fruits sont composées de d'hydrocarbures monoterpéniques 90 à 96% et sesquiterpènes 3.2%. Les fruits non mûrs sont constitués d'  $\alpha$ -pinène 22% et de  $\beta$ -myrcène 54%. Alors qu'à la maturité leurs huiles essentielles sont constituées de 11% d' $\alpha$ -pinène et 72% de  $\beta$ -myrcène [16].

### **III .3. Effet thérapeutique des biomolécules de Pistacia lentiscus L.**

L'utilisation des dérivés de Pistacia lentiscus L. en médecine traditionnelle a fait l'objet de plusieurs travaux. Toutes les parties de cette plante ont des vertus thérapeutiques, synthétisées dans le tableau 3 suivant :

**Tableau. III.3.** Effet thérapeutique de différentes parties de *Pistacia lentiscus* L.

<b>Fruits</b> (Hmimsa, 2004). (Bensegueni et al, 2007)	<b>Feuille</b> (Atmani et al, 2009). (Kivçak et Akay, 2005)	<b>Résine</b> (Boullard, 2001) (Belfadel, 2009)
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Douleurs dorsales.</li> <li>➤ Pour les diabétiques.</li> <li>➤ Pour le traitement des douleurs d'estomac.</li> <li>➤ Soigner les brûlures</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Apéritif et astringent</li> <li>➤ Guérir les troubles gastro-intestinaux</li> <li>➤ Traitement de l'eczéma</li> <li>➤ Traitement de la diarrhée.</li> <li>➤ Agit contre les infections de la gorge.</li> <li>➤ Un puissant antiulcéreux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Astringente</li> <li>➤ Carminative</li> <li>➤ Diurétique</li> <li>➤ Tonique.</li> </ul>

**Autre utilisation :**

➤ **Alimentaire** : le lentisque produit une oléorésine appelée mastic (gomme), consommée dans les traditions comme chewing-gum, additif alimentaire. Dans plusieurs pays d'orient et d'Afrique du Nord, on la mélange à de la farine et à de la pâte d'amandes pour faire une sorte de beurre considéré comme aphrodisiaque qui est dilué dans le thé [17].

➤ **Cosmétique** : fabrication de parfum, adhésif dentaire.

➤ **Industriel** : pour l'éclairage [18], préparation des savons.

**Référence chapitre 3**

- [1] **Ozenda P. (1977).** Flore du Sahara, Ed. CNRS. PARIS, France, 250-259. Rao. K.S., Dominic. R., Singh. K., Kaluwin. C., Rivett. D.E., Jones. G.P.(1990). «Lipid fatty acid, amino acid and mineral compositions of five edible plant leaves." Journal of Agricultural Food Chemistry 38, 2137-2139.
- [2]. **Saadoune N. S. (2005).** Types stomatiques du genre Pistacia: Pistacia atlantica Desf. Ssp. Atlantica et Pistacia lentiscus L. Options Méditerranéennes, Serie A, Numero63. (2005). Disponible sur: [www.cituelike.org/user/millivacs/article/8437723](http://www.cituelike.org/user/millivacs/article/8437723)[consulté le 05/11/2012].
- [3].**De Pooter H. L., Schamp N. M., Aboutabl E. A., El Tohamy S. F., Doss S. L., (1991).** Flavour and Fragrance journal 6 229-232.
- [4] **Ghalem B.R., Benhassaini H. (2007).** Etude des phytostérols et des acides gras de Pistachia atlantica. Afrique Science. 3(3) 405 – 412.
- [5] **Maameri H Z. (2014).** Pistacia lentiscus L.: Evaluation pharmaco toxicologique. Thèse de Doctorat en Sciences. Université Constantine 1, Algérie. 56- 102 p
- [6].**Belfadel F.Z. (2009).** Huile de fruits de Pistacia lentiscus- Caractéristiques physicochimiques et effets biologiques (Effet cicatrisant chez le rat). Mémoire Magistère en chimie organique, p19, p 139.
- [7] **Bellakhdar J. (2003).** Le Maghreb à travers ses plantes: plantes, productions végétales et traditions au Maghreb. Editions le Fennec. Casablanca.
- [8] **Alyafi J. (1979).** Approche systématique et écologie du genre Pistacia L. dans la région Méditerranéenne. Thèse de Docteur. Faculté des Sciences et Techniques. St Jérôme, Marseille P 82.
- [9] **Belhadj S. (2000).** Les pistacheraies algériennes: Etat actuel et dégradation. Centre Universitaire de Djelfa, Algérie, p 108.
- [10] **Polesse. , j-M., (2010).** Arbre & Arbuste de Méditerranée .Ed : Edisud, p .85 .
- [11] **Stéphanie M L, aromalogue. (2014).** Le lentisque des vertus multiples.
- [12] **Karleskind A., (1992) Manuel des Corps Gras,** Tech. & Doc. Lavoisier, tome (I-II), p768, p1571.
- [13] **Charef M., Yousfi M., Saidi M., Stocker P., (2008).** Determination of the Fatty Acid Composition of Acorn (Quercus), Pistacia lentiscus Seeds Growing in Algeria, Springerlink.

[14] **Nijveldt R. J., Nood, E., Hoorn D. E. et al., (2001).**-Flavonoids: A review of probable mechanisms of action and potential applications. *American Journal of Clinical Nutrition*, 74 : 418–425.

[15] **Bougherara M.I.,(2015),** Caractérisation physicochimique et biochimique d'un extrait de Pistacia Lentiscus et détermination de ses effets sur certains paramètres biologiques page 64.

[16] **Boelens M. H., Jimenez R. (1991).** Chemical composition of the essential oils from the gum and from various parts of Pistacia lentiscus L. (mastic gum tree). *Flavour and Fragrance Journal*. 6,(4): 271–275.

[17] **Rivera-N D. et Obōn de Castro C., (1991).** La guía de incafo de las plantas utiles y venenosas de la peninsula Iberica y baleares (excluidas medicinales).Incafo éd. Madrid.p 1257.

[18] **Bonnier G. et Douin R., (1934).** Flore complète illustrée en couleurs de France, Suisse et Belgique. Librairie Générale de l'Enseignement. Paris. 12 tommes. 120 fasc., 721 p.

# Chapitre IV

## **Matériaux et Méthodes expérimentales**

## Matériaux et Méthodes expérimentales

Dans ce chapitre on va consacrer à la présentation des matériaux et des méthodes utilisés dans le cadre de notre travail, ainsi que la description des procédures et techniques expérimentales. Dans un premier temps, les principales caractéristiques physico-chimiques des matériaux utilisés sont fournies, suivies par la présentation des méthodes de mise en œuvre des échantillons à base de mélanges PHBV/PLA/huile de lentisque.

### IV.I. Présentation des produits utilisés

#### IV.1.1. PHBV

Le polymère utilisé est le Polyhydroxyalcanoate (**GRADE : PHI 002**), issue à plus de 90% (selon la norme ASTM D6866) de ressources végétales annuellement renouvelables. Le PHI 02 est recyclable, compostable industriellement selon la norme **ASTM D6400** et spécifiquement élaboré pour les applications d'injection moulage [1].



**Figure IV .1.** Les granulés du PHBV vierge.

Tableau IV.1. Propriétés du PHBV.

	Méthode	Unité	Valeur
<b>Propriétés générales</b>			
Densité	ISO 1183	/	1.25
MFI (190°C ; 2.1 Kg)	ISO 1133	g/10min	5-15
Propriétés optiques	/	/	Opaque
<b>Propriétés thermiques</b>			
Température de fusion	DSC	°C	170-176
HDT Méthode B120	ISO 75-2	°C	73
Vicat méthode A50	ISO306	°C	124
<b>Propriétés mécanique</b>			
Contrainte de traction au seuil élastique	ISO 527	MPA	31
Contrainte de traction à rupture	ISO 527	MPA	39
Allongement en traction à rupture	ISO 527	%	2
Module en flexion	ISO 178	MPA	3520-4170
Choc Charpy (entaillé)	ISO179	KJ/M <sup>2</sup>	1.3
Dureté (15s)	ISO868	Shore D	76

### IV.1.2 Le polylactide (PLA)

Le polylactide (PLA) utilisé est fabriqué par Nature Works LLC (Etats-Unis) sous le grade PLA 2003D Ingeo et commercialisé par NaturePlast (France). Le grade employé dans cette étude est le PLA 2003D, Les principales caractéristiques de ce polymère sont rapportées dans le Tableau IV-2.

**Tableau IV.2.** Caractéristiques physico-chimiques du PLA 7001D

Caractéristiques	Valeur
Densité	1.24
Indice de fluidité (g/10min) : [210°C, 2.16Kg]	6
Température de fusion (°C)	145-160
Température de transition vitreuse (°C)	55-60
Taux de cristallinité (%)	1.5
Masse molaire moyenne en nombre (g.mol <sup>-1</sup> )	75000

Ce grade contient une quantité d'énantiomère D d'environ 4,4% [3], d'où une faible cristallinité.

### IV.1.3. Chloroforme

Le chloroforme est le solvant utilisé pour la préparation des mélanges PHBV/PLA ayant les caractéristiques suivantes :

- Formule générale : CHCl<sub>3</sub>
- Masse moléculaire : 119,38 g/mol.
- Température d'ébullition : 61,2°C
- Densité : 1,478 g/cm<sup>3</sup>

## IV.2. Matière végétal

### IV.2.1. Le pistachier lentisque

Le pistachier utilisé est le pistachier lentisque qui est très répandu dans le bassin méditerranéen. C'est un arbrisseau dioïque thermophile de 1 à 3 mètre de hauteur, à odeur résineuse forte et à écorce lisse et grise, les feuilles persistantes, composées pourvues d'un pétiole ailé, les fleurs en grappes spiciformes denses, naissant 1 ou 2 à l'aisselle d'une feuille et égalant au plus la longueur d'une foliole. Le lentisque est riche en huiles essentielles et à ce titre fait partie des plantes aromatiques.



Figure. IV.2 .Pistachier lentisque

### IV.3.Souches bactériennes et fongiques étudiées

Afin de déterminer l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle du lentisque, trois espèces microbiennes pathogènes sont aimablement fournies par le laboratoire de la microbiologie pour réaliser les tests de cette activité. Test d'activité antibactérienne.

➤ **Souches à gram négatif - :**

*Klebsiella pneumoniae*

➤ **Souches à gram positif + :**

*Staphylocoque clinique*

*Bacillus subtilis*

#### IV.3.1. *Klebsiella pneumoniae*

De la famille des entérobactéries, comporte cinq espèces dont l'espèce-type est *Klebsiella pneumoniae* qui est la plus fréquente des bactéries à gram négatif impliquée dans les cas de pneumonies nosocomiales.

#### IV.3.2. *Staphylocoque clinique*

Ce sont des bactéries impliquées dans des pathologies variées et de degrés de gravité divers. Elles sont un des premiers agents responsables d'infections nosocomiales, mais elles

Peuvent aussi être contractées en dehors de l'hôpital cependant, ces bactéries sont fréquemment (eaux non-traitées, sol objets souillés) sont des bactéries a gram positive.

### IV.3.3. Bacillus subtilis

Est fréquemment utilisé comme outil génétique comme Escherichia coli et les levures. Son étude approfondie comme modèle des bactéries gram+ a permis d'établir les voies de métabolisme cellulaire et la régulation cellulaire .

## IV.4. Méthodes expérimentales

### IV.4.1. Extraction des huiles essentielles (méthode d'extraction traditionnelle)

L'extraction de l'huile essentielle a été effectuée par la méthode d'extraction traditionnelle. C'est une simple technique où les écorces des agrumes sont pressées pour extraire leurs es HES. Le principe de cette méthode consiste à faire éclater par différents procédés mécaniques (compression, perforation) les poches qui sont situés à la surface de l'écorce des fruits renferment l'HES. l'huile libérée est ensuite recueillie dans des bouteilles. Les photos suivantes représentent les étapes d'extraction artisanale de l'huile de lentisque.



Figure IV .3. Moulin traditionnel de .l'huile de lentisque.



Figure IV .4. Fruit noir de pistacia lentisque.

Les fruits sujet du présent travail, Pistacia Lentiscus (Figure 38), ont été récoltés à maturité en Novembre 2008 au Nord algérien du gouvernorat d'El Taref.

Immédiatement après la récolte, les fruits sont lavés pour les débarrasser des organismes potentiellement responsables de leur détérioration et de leur qualité. Ensuite, la pulpe du fruit est plongée dans l'azote liquide pour une stabilité chimique et biologique, cette

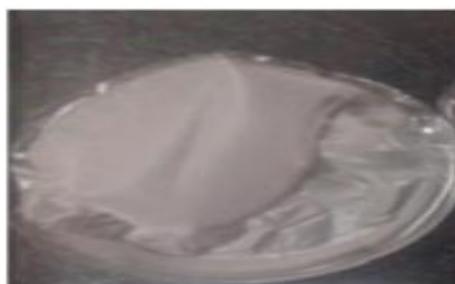
Cryogénéation est nécessaire pour la conservation de la matière végétale pour barrer les enzymes responsables de la dégradation des composés fragiles.

#### IV.4.2. Procédés de mise en œuvre

Pour la préparation des échantillons, plusieurs étapes de transformations ont été menées tels que la réalisation des mélanges PHBV/PLA/huile de lentisque par voie « solvant casting ». Nous présentons dans cette partie les différentes étapes de mélange et de mise en forme utilisés.

#### IV.4.3. Préparation des films par voie solvant

Les films sont préparés selon le protocole décrit par Kamper et Fennemma (1958). Différentes concentration (1, 2, 5%) de l'huile de lentisque sont mélangés avec une solution PHBV/PLA dissout dans 50 ml de chloroforme sous agitation magnétique pendant 2h. Les solutions filmogène ainsi obtenues sont ensuite coulées en boites de pétri et séchées pendant 24h et à une température ambiante.



PLA/PHBV vierge



PLA/PHBV/HES (1%)



PLA/PHBV/HES (2%)



PLA/PHBV/HES (5%)

**Figure. IV.5.** Photographie des films PLA/PHBV/HES.

## IV.5. Techniques de caractérisations

### IV.5.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau à analyser. Elle permet, via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau c'est l'aspect qualitatif et elle permet en outre une mesure quantitative, l'absorption infrarouge étant régie par la loi de Beer-Lambert :

$$A = \varepsilon \cdot L \cdot C$$

Avec :

C (en mol. m<sup>-3</sup>) : concentration de l'espèce absorbante.

L (en m) : longueur du trajet optique

$\varepsilon$  (en mol<sup>-1</sup> .m<sup>2</sup>) : coefficient d'extinction molaire de l'espèce absorbée.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption. C'est un outil efficace pour étudier les modifications de structure des polymères résultant de traitement chimique, de dégradation ou de vieillissement de diverses origines [4].

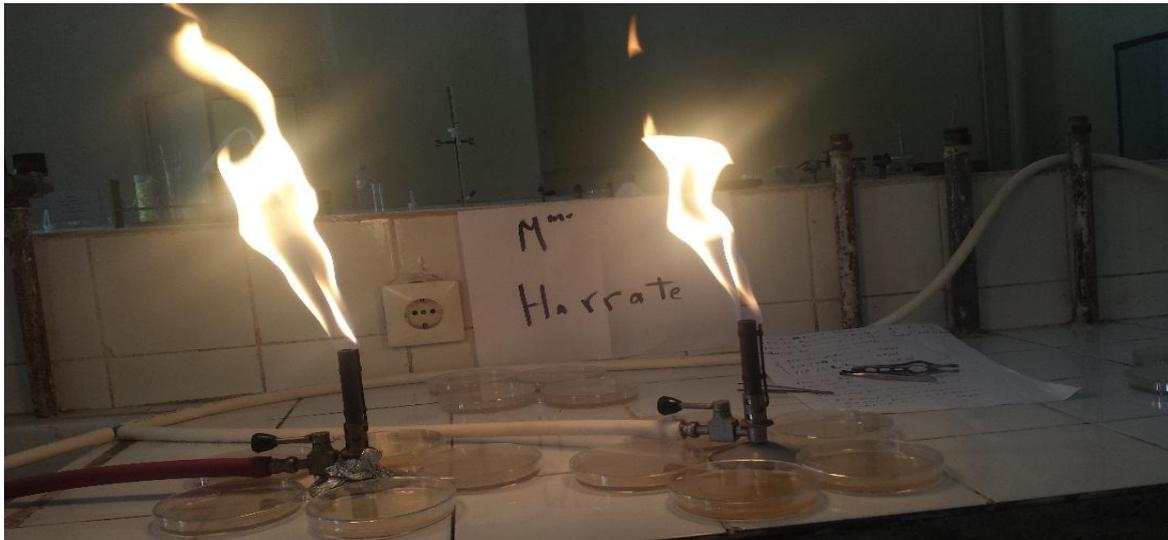
Les spectres IR-TF ont été enregistrés sur un spectromètre à transformée de Fourier, modèle « SHIMADZU FTIR-8400S », piloté par ordinateur muni d'un logiciel de traitement, dans un domaine de nombre d'ondes balayé de 4000 à 400cm<sup>-1</sup>. L'analyse est faite sur des échantillons sous forme des films de PHBV. Avant et après le vieillissement. L'épaisseur des films analysés est de 80 à 100  $\mu\text{m}$ .

## IV.5.2. Test d'activité antibactérienne

### IV.5.2.1. Préparation des précultures

Une suspension bactérienne est préparée à partir d'une culture pure et jeune. Ces inocula servent à ensemercer la gélose Mueller Hinton coulée dans des boîtes de Pétri sur une épaisseur de 4mm, les boîtes sont ensuite incubées à l'étuve à 37 °C pour les bactéries.

L'ensemencement est effectué par écouvillonnage, il consiste à mettre en contact un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne puis le frotter à trois reprises sur toute la surface gélosée de façon à former des stries serrées, en tournant la boîte à environ 60 °C après chaque application pour obtenir une distribution égale de l'inoculum. Pour chaque souche testée, 8 boîtes de Pétri sont écouvillonnées, (2 boîtes pour chaque concentration plus 2 boîtes pour le témoin).

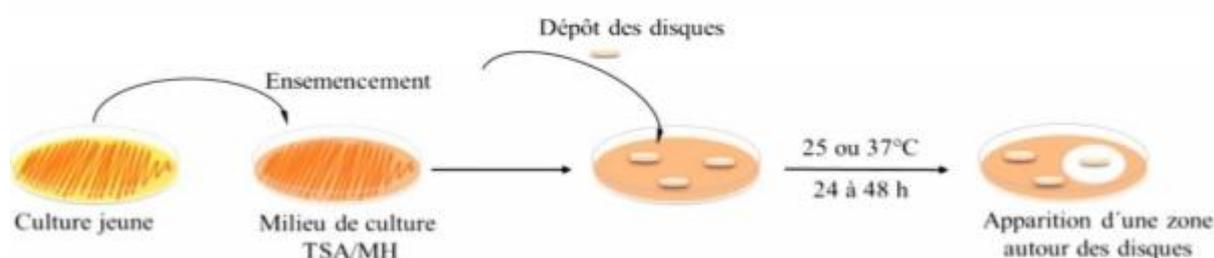


**Figure. IV.6..** Photographie des milieux de cultures.

### IV.5.2.2. Méthode de diffusion

L'étude de l'activité antibactérienne est réalisée par le test de diffusion sur agar. Des disques de film de 6 mm de diamètre à différentes concentrations 3%, 6% et 9% ont été préparés, stérilisés puis déposés sur la surface des boîtes ensemencées à l'aide d'une pince stérile. Afin de permettre une bonne diffusion, les boîtes sont mises à 4°C pendant une heure.

Finalement, les boîtes de pétri sont incubées à l'étuve pendant 24 heures à 37°C pour les bactéries et 48 heures à 25°C pour les champignons.



**Figure. IV .7.** Mise en évidence de l'activité antimicrobienne des films préparés

### IV.5.2.3. La lecture

La lecture s'effectue en mesurant pour chaque disque le diamètre d'inhibition. Cette distance millimétrique est ensuite reportée sur l'échelle de concordance afin que la souche soit interprétée en sensible, intermédiaire ou résistante vis-à-vis de chaque disque étudié.

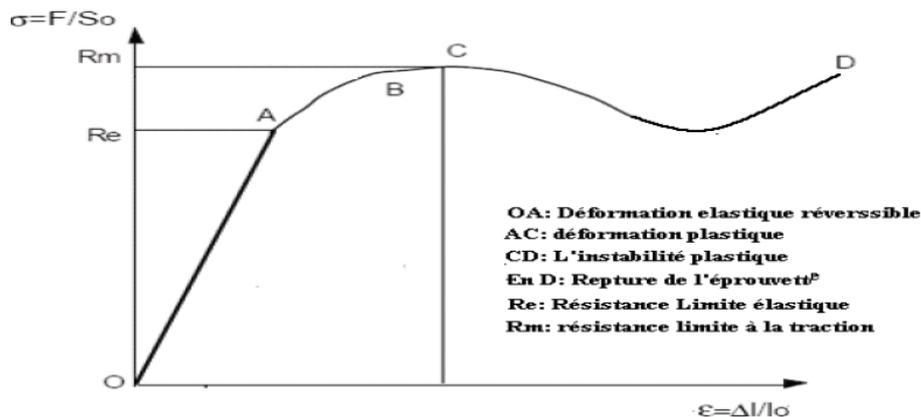
## IV.6. Caractérisation mécanique

### IV.6.1 Essais de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre des films de forme «50 x 10 mm», dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des films est effectuée au niveau d'usine de «Sarl Meri Plast » à Bejaïa à l'aide d'une machine de traction de type **BTC-FR 2,5TN.D09**, selon la norme

DIN EN ISO 527-1. La vitesse de déformation est maintenue constante à 60 mm/min et la force à laquelle est de mise les films est de 0.5N.

La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation. La figure IV.8, représente la courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères en général.



**Figure IV.8.** Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères.

La pente de la partie linéaire OA représente le module d'Young (E) exprimé en MPA ou en GPa, appelé aussi ou module d'élasticité. On appelle loi de Hooke la relation

$$\sigma_{\text{élastique}} = E * \varepsilon_{\text{élastique}}$$

La contrainte à laquelle la rupture a eu lieu, exprimé en Pascal est donnée par la formule suivante :

$$\delta = \frac{F}{S}$$

Avec :

- $\delta$  : Contrainte à la rupture.
- S : Section de l'éprouvette.
- F : La force d'étirement.

L'allongement à la rupture correspondant est exprimé en %, selon la formule suivante :

$$\varepsilon \% = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100$$

Avec :

- $\varepsilon$  : Allongement à la rupture.
- L : Longueur finale de l'éprouvette.
- $L_0$  : Longueur initiale de l'éprouvette.

La photo de la machine de traction utilisée est illustrée sur la figure IV.9.



**Figure IV.9.** : Photo de la machine de traction utilisée.

### IV.6.2. Angle de contact

Le goniomètre est un appareil destiné à caractériser l'hydrophobie/l'oléophobie des surfaces des matériaux à base du PHBV/PLA/huile de lentisque par la mesure de l'angle de contact que forme une goutte de liquide avec la surface de l'échantillon. Un goniomètre de type KRÜSS (Figure IV.10) est utilisé pour effectuer ces mesures. Pour la mesure de l'hydrophobie/ l'oléophobie, l'eau est utilisée comme liquide de mesure de l'angle de contact. Après réglage de la hauteur de déposition, une goutte de 3  $\mu\text{L}$  d'eau est déposée à la surface de l'échantillon. Une caméra enregistre 10 photos par seconde pour chaque goutte pendant 10 secondes. La ligne de base servant à mesurer l'angle de contact est déterminé pour chaque photo par le logiciel KRÜSS ADVANCE.



**Figure IV.10.** Photo de la machine de l'angle de contacte

**Références bibliographiques**

- [1] **Z.sihem, S.kahina**, Etude de la biodégradation d'un blend à base d'un biopolymères PHBV/PP, université Abderrahmane Mira –Bejaia, 2020/2021.
- [2] **I. Zembouai, M. Kaci, S. Bruzard, A. Benhamida, Y-M. Corre, Y. Grohens**. A study of morphological, thermal, rheological and barrier properties of Poly (3-hydroxybutyrate-Co3-Hydroxyvalerate)/polylactide blends prepare by melt mixing. *Polym Test*, 32,842–851. 2013.
- [3] **E.Richaud and J. Verdu**. “Vieillessement chimique des polymères - Cinétique de dégradation | Techniques de l'Ingénieur,” AM3152, 2011.
- [4] **J. L Gardette**. **Caractérisation des polymères par spectrométrie optique**. Techniques de l'ingénieur, 1998.

# Chapitre V

## **Résultat et discussion**

## I. Résultats et discussion

### I.1. Analyse réalisé pour l'huile de lentisque

#### I.1.1. Propriétés organoleptiques et physico-chimiques de l'huile du lentisque

Les propriétés organoleptiques constituent un moyen de vérification et de contrôle de la qualité de l'huile.

L'huile du Pistacia Lentiscus obtenue est visqueuse de couleur jaune et dont l'odeur est herbacée et épicée. Les paramètres organoleptiques des huiles analysés sont en accord avec ceux des normes AFNOR. Les résultats de caractérisation organoleptique sont rapportés dans les deux tableaux suivant :

**Tableau.V.1.** Caractéristiques organoleptiques de l'huile du lentisque

Caractéristiques organoleptiques de l'huile du lentisque	
Aspect	Visqueux
Couleur	Jaune
Odeur	Odeur fraîche et herbacée épicée

**Tableau .V.2.** Caractéristiques physicochimiques des fruits de Pistacia lentiscus

Paramètres	Résultats
% Eau	9.25
% Matière organique	86.3
% Cendre	3.75
Matière grasse (Extraite à EP 40-60°)	64.50
% Protéines (Nx 6,25)	10.90
% Cellulose	22.70

## I.1.2. Analyses physiques

### I.1.2.1. Humidité (teneur en eau) (H %)

L'humidité est la quantité d'eau contenue dans un échantillon quelconque et qui disparaît sous l'effet du chauffage, elle est quantifiée en masse perdue d'huile par dessiccateur à l'étuve dans des conditions déterminées (un séchage isotherme à une température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ) (ISO 662, 1998).

#### Principe :

Le taux d'humidité est calculé à partir de la différence de poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant 3 heures.

#### Mode opératoire :

- Peser le cristalliseur vide ( $M_0$ )
- Prise d'essai de 10g de l'échantillon ( $M_1$ )
- Soumettre à l'étuve, le cristalliseur contenant l'huile à une température de  $103^{\circ}\text{C}$  pendant 3 heures.
- Reprendre le cristalliseur et le refroidir dans un dessiccateur.
- Procéder à une dernière pesée ( $M_2$ )

#### Expression des résultats :

$$\text{Humidité}(\%) = \frac{M_1 - (M_2 - M_0)}{M_1} \times 100$$

$M_0$  : Masse du cristalliseur vide en grammes.

$M_1$  : Masse de la prise d'essai en grammes.

$M_2$  : Masse du cristalliseur contenant l'échantillon après chauffage en grammes

### I.1.2.1. Densité relative ( $20^{\circ}\text{C}/\text{eau}$ à $20^{\circ}\text{C}$ )

La densité relative à  $20^{\circ}\text{C}$  par rapport à l'eau à  $20^{\circ}\text{C}$  d'une huile est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à  $20^{\circ}\text{C}$  par la masse du même volume d'eau à  $20^{\circ}\text{C}$ .

**Mode opératoire :**

- Peser le pycnomètre parfaitement propre et sec vide ( $M_0$ )
- Remplir le pycnomètre d'eau distillée et le placer dans un bain-marie réglé à 20°C.
- Attendre l'équilibre de température.
- Ajuster le niveau de l'eau au trait repère.
- Sortir le pycnomètre du bain-marie.
- Le peser après l'avoir très bien essuyé ( $M_1$ ).
- Le vider, et le sécher à une étuve
- Remplir le pycnomètre d'huile et le remettre dans le bain-marie (20°C).
- Refaire la même opération, et le peser ( $M_2$ ) après le faire sortir du bain-marie, sans oublier de le bien essuyer.

**Expression des résultats :**

$$Dt = (M_2 - M_0) (M_1 - M_0) X \Delta + 0.0012 (1 - (M_2 - M_0) (M_1 - M_0) X \Delta)$$

$M_0$  : Masse du pycnomètre vide en grammes.

$M_1$  : Masse du pycnomètre plein d'eau en grammes.

$M_2$  : Masse du pycnomètre plein d'huile en grammes.

$\Delta$  : Densité de l'eau à une température  $t$  des mesures. (Dans notre cas  $\Delta$  à 20°C = 0.99823)

**I.1.3. Analyses chimiques****I.1.3.1. Acidité (A%)**

Elle correspond à la teneur en pourcentage d'acide gras présent dans l'huile de lentisque et représente un paramètre important dans l'évaluation de sa qualité. Ce dosage nous renseigne sur le degré d'altération de l'huile et d'estimer le taux d'acides gras libres dans l'huile exprimée en acide oléique [1]. L'acidité est mesurée selon la norme (ISO : 660-2003).

Le principe repose sur la neutralisation des acides gras à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium de normalité 0,5 mol/L pour donner des savons selon la réaction suivante :



**L'acidité, exprimée en pourcentage est égale à :**

$$A\% = V \times C \times M / 10 \times m$$

V est le volume en ml de la solution titrée de KOH utilisé,

C'est la concentration exacte, en moles /litre, de la solution titrée de KOH utilisé,

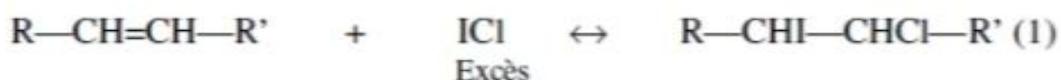
M est le poids molaire, en g/mole, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (= 282),

m est la prise d'essai en grammes.

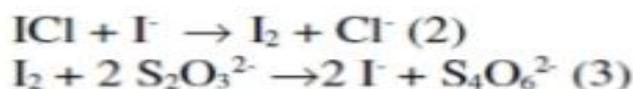
### I.1.3.2. Indice d'Iode

L'indice d'iode d'un corps est la masse de diiode, exprimée en gramme, que l'on peut fixer par addition sur 100 grammes de lipide. Il permet d'évaluer le degré d'insaturation. Le principe se base sur le titrage, par le thiosulfate de sodium, de l'excès de réactif de Wijs transformé en iode par l'addition de l'iodure de potassium. La norme (ISO : 3961-1996) est utilisée pour déterminer l'indice d'iode.

Équations du dosage :



Le réactif de Wijs qui n'est pas fixé sur les doubles liaisons est détruit lors de l'addition d'une solution d'iodure de potassium pour former du diiode I<sub>2</sub>, selon la réaction (2) et le titrage du di iode formé, par une solution connue de thiosulfate, permet de connaître la quantité de matière d'I-Cl réaction (3).



#### I.1.4. Teneur en acides gras

##### I.1.4.1. Objectif

La détermination de la teneur en acide gras, a pour objectif de compléter les analyses physiques et chimiques déjà réalisés et qui sont insuffisantes dans la reconnaissance des corps gras en général, et de nos échantillons en particulier. Les acides gras étant les constituants essentiels des triglycérides, c'est par leur connaissance que l'analyste peut déterminer les caractéristiques d'identité des corps gras, selon la présence ou non de certains acides gras et les proportions des acides gras entre eux [2] [3].

##### I.1.4.2. Principe

Le principe de l'analyse, tient compte du fait que les molécules composant principalement les huiles et qui sont les triglycérides - triesters d'acides gras du glycérol, sont difficiles à analyser tel quel en chromatographie gazeuse, et on analyse généralement les acides. En effet pour réaliser ces analyses, il faut dans un premier temps détruire les liaisons ester glycérol - acide gras, et synthétiser des esters du méthanol et des acides gras (ces esters, étant plus volatils, sont plus faciles à analyser que les acides gras « libres »). Séparer par la suite les esters obtenus, souvent appelés FAME pour Fatty Acid Methyl Esters, et les quantifier par chromatographie en phase gazeuse sur une colonne suffisamment polaire afin de séparer les molécules aussi bien en fonction de leur taille que de leur degré d'insaturation (les nuages électroniques des liaisons n'étant susceptibles d'interagir avec des phases stationnaires polaires).

La préparation des esters méthyliques est effectuée selon le protocole suivant : Les triglycérides sont attaqués par de la soude et les acides gras libérés sont estérifiés par le méthanol sous catalyse acide.

**Les analyses chimiques de l'huile de lentisque ont été effectuées au sein de l'entreprise CIVITALE, les résultats sont résumés dans les deux tableaux suivants :**

**Tableaux V.3.** Les résultats obtenus au sein de CIVITALE

Acides gras	Le pourcentage (%)
Acide palmitoleique (C16 :0)	28.5
Acide margarique (C16 :1)	2.5
Acide stéarique (C18 :0)	1.4
Acide cis oléique (C18 :1)	47.3
Acide linoléique (C18 :2)	20.3

**Tableaux V.4.** Les résultats obtenus au sein de CIVITALE

Indice d'iode	44.01
Indice de réfraction	1.4699
Indice d'acide	2,44 mg KOH/g
Taux d'humidité	0.14

### I.1.3. Caractérisation physico- chimique de l'huile de lentisque

#### I.1.3.1. Acidité (A)

L'Acidité permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides [4]. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et di glycérides). Les résultats de l'acidité sont présentés sur le (Tableau V.4).

L'indice d'acide qui mesure la quantité d'acides gras libres résultant des réactions hydrolytiques des triglycérides Un critères de qualité permettant de rendre compte de l'état de conservation d'une huile. L'huile du lentisque présente un faible indice d'acide soit de 2,44 mg KOH/g d'huile. Charef et ses collaborateurs en 2008 [5] reportent des valeurs d'acide de l'huile de lentisque cultivé en Algérie deux fois plus grande soit de 5,891 à 6,203 mg KOH/g d'huile. Un indice d'acide élevé peut être attribué à une mauvaise conservation des fruits. La valeur trouvée dans cette étude est inférieure à celle de plusieurs huiles végétales comme

L'huile de sésame (IA =2,60), d'arachide (IA =3,05), de palmiste (IA =4,49) et l'huile de palme (IA = 29,17).

### I.1.3.2. Taux d'humidité (H%)

Le pourcentage d'humidité dans une huile nous informe du risque d'une hydrolyse des triglycérides (altération hydrolytique) qui conduit à la libération d'acides gras libres dix fois plus sensibles à l'oxydation que lorsqu'ils sont sous forme liés. Plus le taux d'humidité est élevé, plus ce risque est important.

Les taux de l'humidité varient d'un échantillon à un autre, ceci est due probablement au procédé artisanal d'extraction, dans lequel l'utilisation de l'eau diffère d'un individu à un autre et non d'une région à une autre. Les résultats d'humidité obtenus par Bouteldj et Kadjoudj (2013) [6] ne sont pas éloignés (0.14) de nos résultats.

### I.1.3.3. Indice d'iode

L'indice d'iode est une appréciation de l'insaturation des acides gras et de leurs esters (Naudet, 1988).

Le résultat d'Indice d' Iode est représenté en (**tableau V.2**)

D'après Vaitilingom (2007), Les huiles végétales peuvent être classifiées en 04 grands groupes, l'indice d'iode sert à les discriminer :

- Les huiles dont les indices d'iode se situent entre 0 et 50, sont des huiles saturées de type :
  - Lauriques : coprah, palmiste, babassu...
  - Palmitiques : palme, buruti
  - Stéariques : karité
- Les huiles mono-insaturées (semi- siccatives) : indices d'iode de 50 à 100
  - Oléiques : olive, arachide, colza, sésame, jatropha curcas, ricin
- Les huiles di-insaturées (semi- siccatives) : indices d'iode de 100 à 150
  - Linoléique : tournesol, coton, maïs, soja...
- Les huiles tri-insaturées (siccatives) : indices d'iode de >150

- Linoléniques : lin
- Eléostariques : huile de bois de chine

Selon la classification citée ci-dessus, l'huile de lentisque appartient à la catégorie des huiles saturées, ce résultat se veut être confirmé par la détermination des acides gras par la CPG. Vu que les résultats obtenus quant à cet indice, se trouvent globalement à la limite entre les huiles siccatives et non siccatives, on peut considérer l'huile de lentisque comme étant peu siccative, cela concorde avec l'appréciation de Hmimsa (2004) [7].

On constate que les résultats de l'indice d'iode obtenus par Bouteldj et Kadjoudj (2013) [6] se rapprochent beaucoup (44.76) de notre.

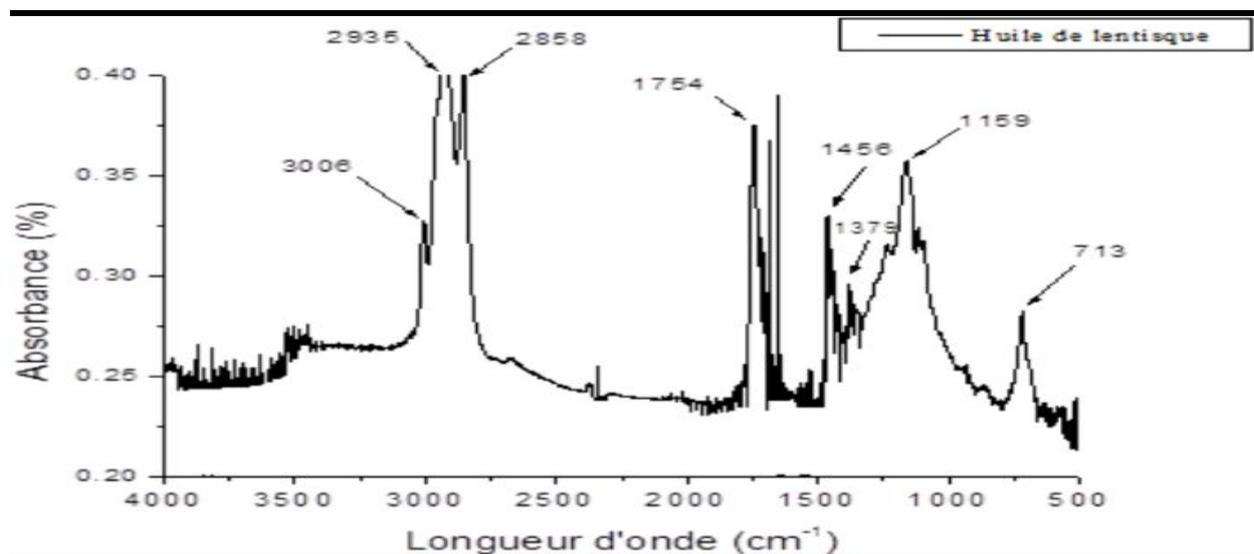
#### **I.1.3.4.Indice de réfraction**

L'indice de réfraction dépend, comme la densité, de la composition chimique de l'huile et de la température. Il croit avec l'insaturation et la présence sur les chaînes grasses de fonctions secondaires. Les valeurs trouvées par Boukeloua (2009) [8] sont proches de celles rapportées par Karleskind (1992) [2], concernant les huiles d'olive, de palme, et d'avocat, qui sont respectivement (1,468-1,470) et (1,453- 1,458) et (1,465-1,474).

#### **I.1.4.Caractérisations d'IRTF pour l'huile de lentisque et les mélanges PHBV/PLA**

##### **I.1.4.1.Analyse de l'huile de lentisque par spectroscopie IRTF**

La spectroscopie infrarouge est très utile pour examiner la présence de liaison ou toute autre interaction susceptible d'être établie dans un mélange, l'établissement de ces liaisons se traduit généralement par la formation d'un nouvel état physique dû au changement des énergies vibratoires et de déformations à l'échelle intra ou interatomique. Ces états se manifestent au niveau du spectre soit par l'apparition de nouveau pics, leurs décalages, changement de la forme des pics ainsi que parfois par leurs disparitions.



**Figure.V.1.** Spectre IRTF de l'huile de lentisque.

L'analyse du spectre (Figure.V.1) permet d'identifier des hydrocarbonées aliphatiques, oléfines, et des composés aliphatiques carbonates d'esters

- **Hydrocarbonés aliphatiques**

Les deux pics situés à 2935 cm<sup>-1</sup> et 2858 cm<sup>-1</sup> caractérisent les hydrocarbonés aliphatiques. L'élongation de la liaison C-H à forte intensité présente deux autres pics l'un situé à 1456 pour l'élongation C-H à forte intensité le second est situé à 1379 cm<sup>-1</sup> exprimant la déformation de la liaison C-H dans CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub>. Le pic situé à 713 cm<sup>-1</sup> à intensité moyenne définit l'élongation de la liaison C-H.

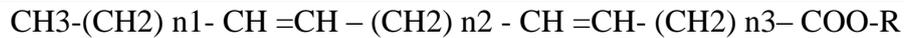
- **Oléfines**

Elles sont caractérisées par un pic à faible intensité situé à 3006 cm<sup>-1</sup> correspond à l'élongation de la liaison =C-H dans (R CH = CH R). et un deuxième pic, à faible intensité situé à 1159 cm<sup>-1</sup>, correspond à l'élongation de liaison C=C (cis - RCH=CHR).

- **Aliphatiques carbonates esters**

Ils sont caractérisés par deux pics : un pic situé à 1754 cm<sup>-1</sup> pour l'élongation de la liaison C=O à forte intensité dans (R COOR), le second pic situé à 1300 cm<sup>-1</sup> pour l'élongation de liaison C-O à forte intensité dans (R COOR).

D'après les données ci-dessus, on prévoit que quelques constituants de l'huile de Pistacia Lentiscus L. ont pour formule brute :



#### I.1.4.2. Analyse des mélanges PHBV/PLA par spectroscopie IRTF

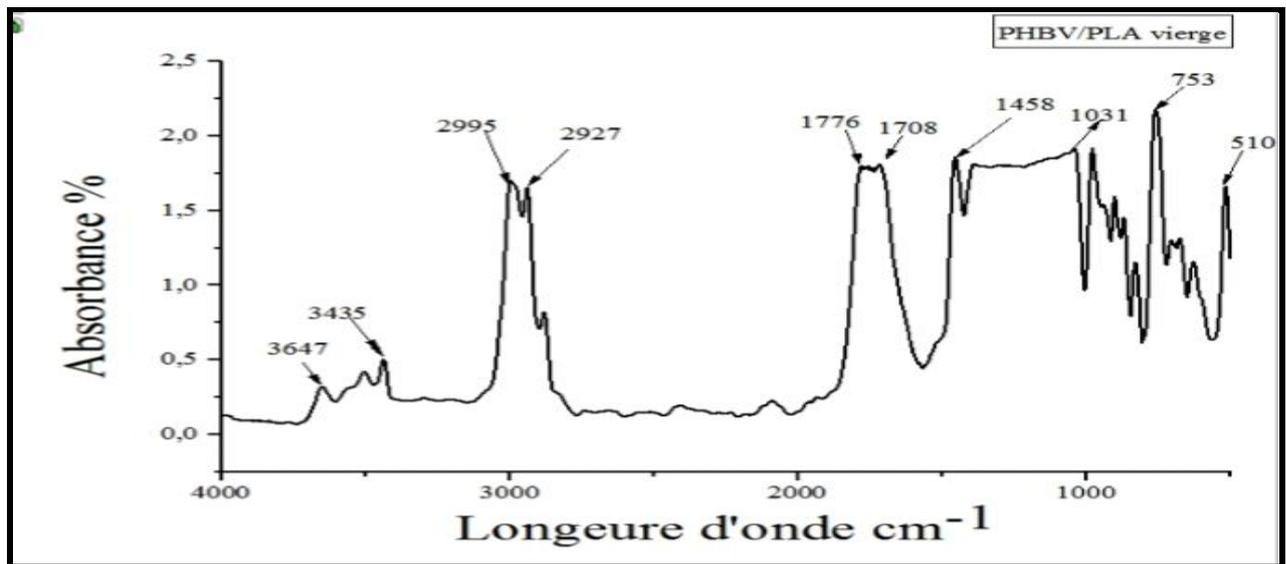
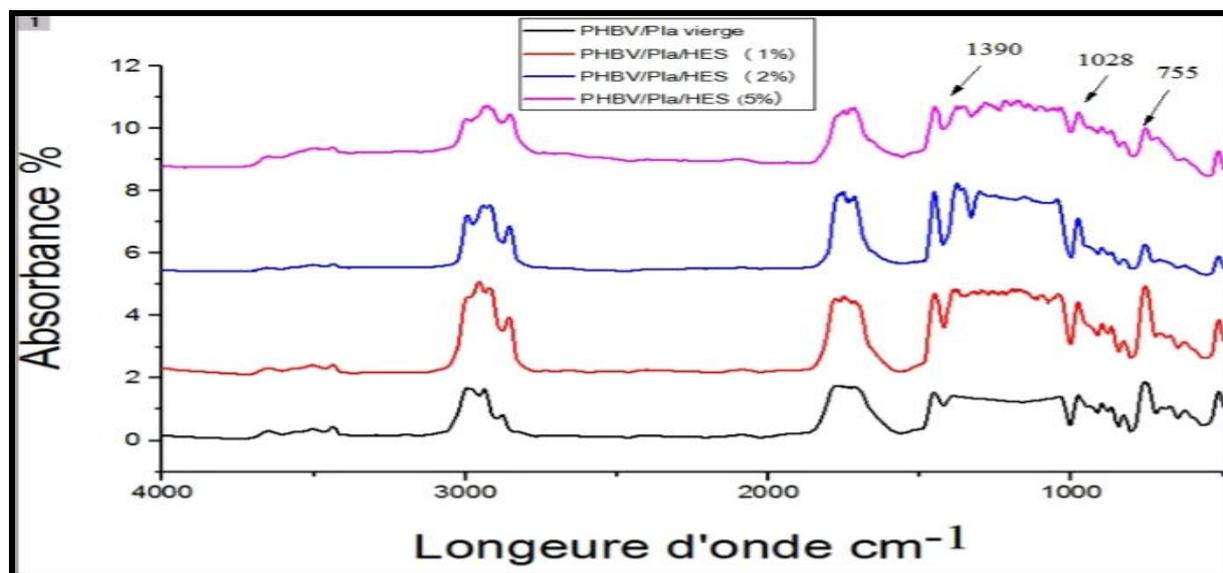


Figure.V.2. Spectre IRTF du PHBV/Pla vierge.

Le spectre IR-TF du PHBV/Pla vierge révèle la présence de plusieurs bandes d'absorption, on cite notamment:

- Deux pics assez étroits situés à 3647 3435  $\text{cm}^{-1}$  respectivement caractérisé à la vibration d'élongation de la liaison OH.
- la présence de bandes d'absorption larges et de forte intensité caractéristiques des groupes esters de PLA et de PHBV qui sont centrées à 2995 et 2927  $\text{cm}^{-1}$  respectivement dû aux interactions chimiques entre le PHBV et le PLA.
- Une série des bandes à 1031, 1048, 1708 et 1776 correspondant aux vibrations d'élongation des liaisons C-O.
- la présence de diminution de bandes d'absorption de PLA et de PHBV qui sont centrées à 753 et 510  $\text{cm}^{-1}$  qui est expliqué par l'augmentation de la fraction massique du PLA dans le mélange.



**Figure.V.3.** Spectre IRTF du PHBV/Pla/Huile de lentisque à différentes concentrations.

Concernant la figure V.3 représente le spectre IRTF du mélange de PHBV/Pla/Huile de lentisque à différente concentration.

Le spectre IR-TF obtenu, nous permet de voir que certaines bandes d'absorptions sont affectées par l'ajout de l'huile essentielle, soit 1%, 2% ou 5% en charge. D'après les spectres, on remarque l'augmentation de l'intensité des bandes d'absorption située entre 2985 et 2927  $\text{cm}^{-1}$  et qui est attribuée aux vibrations d'élongation des liaisons C-H qui est dû à l'augmentation de la quantité du l'huile de lentisque ajoutée. En effet, dans la région située entre 1400-700  $\text{cm}^{-1}$  ont permis également de détecter au niveau du mélange (à 5% HSE) une légère augmentation des pics correspondant à un changement d'état physique qui est installé au sein du mélange. Ces résultats sont confirmés par les travaux Adomaviciute et al [9].

#### **I.1.4.2. Activité antibactérienne des films du mélange PHBV/Pla / huile de lentisque**

Les essais de pouvoir antimicrobien ont été réalisés par la méthode de diffusion directe des disques de film sur agar.

La méthode de diffusion des disques nous a permis de vérifier le pouvoir antibactérien des films PLA /PHBV/huile lentisque, *vis-à-vis* les espèces microbiennes choisies. La figure.V.6 représente les résultats obtenus.

D'après les résultats, les films Pla /PHBV / huile lentisque de différents concentrations 1%, 2% et 5% n'ont montré aucun effet inhibiteur sur la croissance des souches bactériennes *Klebsiella pneumoniae* Stphylocoque clinique *Bacillus subtilis*.

Une étude menée par Harrar et al [10], a montré que la structure chimique des constituants des huiles essentielles influence directement sur l'activité antibactérienne et que la réduction de l'activité se produit généralement entre les molécules actives et les composés non oxygénés, qui réduisent leur solubilité et donc leur efficacité[10]. Nos résultats ne concordent pas avec ceux trouvés dans le test d'activité de film seul sur les microorganismes. Cela est peut être expliqué par la nature de film, la variété de la plante (huile de lentisque à un effet antibactérienne), les protocoles d'extraction ou la région de la récolte qui influencent de manière significative les activités biologiques des films [11].

En plus la nature chimique du PLA (manipulé avec le chloroforme) peut être à l'origine de l'inactivation de nos films qui sont évidemment très actifs vis-à-vis toutes les espèces microbiennes testées.



*Klebsiella pneumoniae*



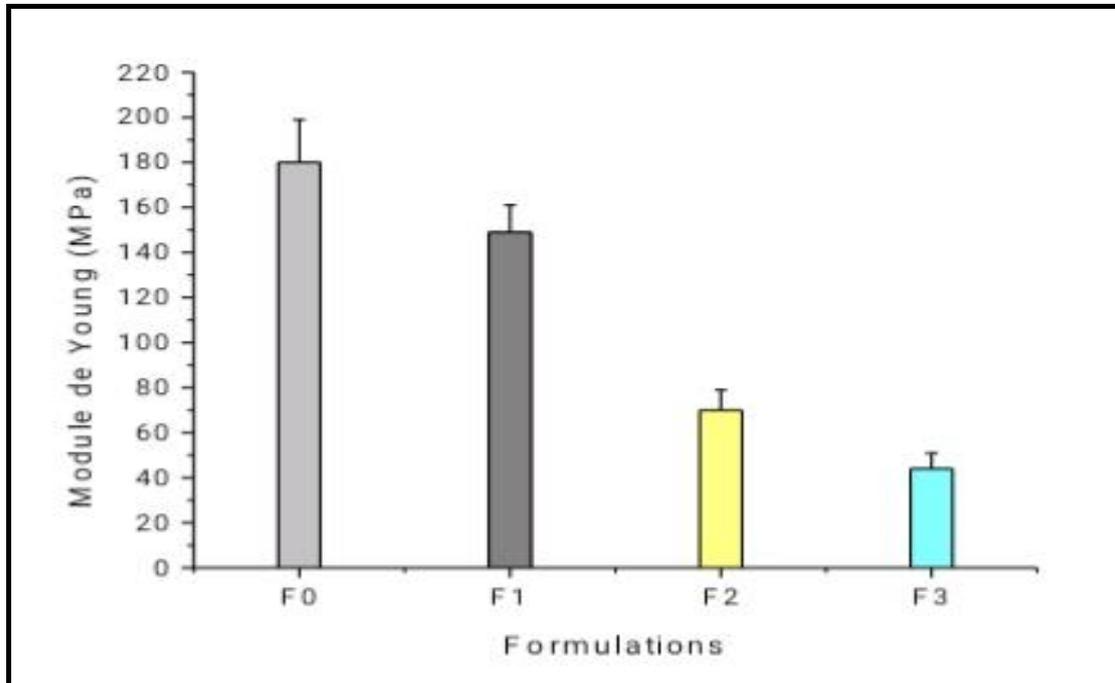
staphylocoque clinique



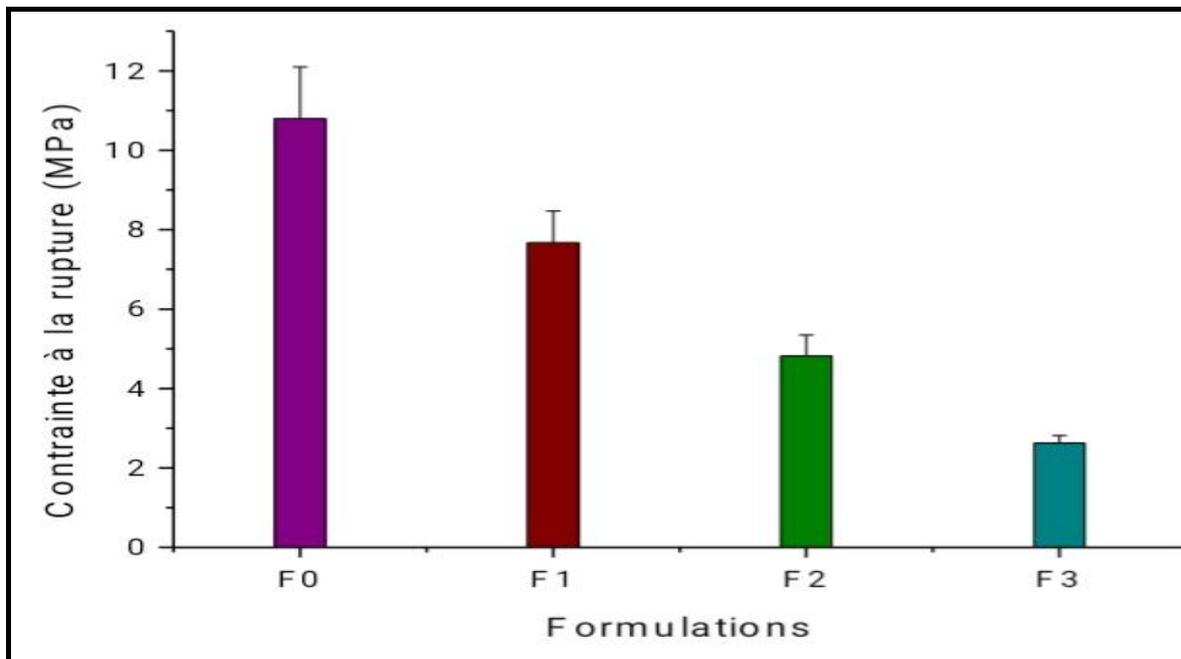
*Bacillus subtilis*

**Figure.V.4.**Résultat de test antibactérien

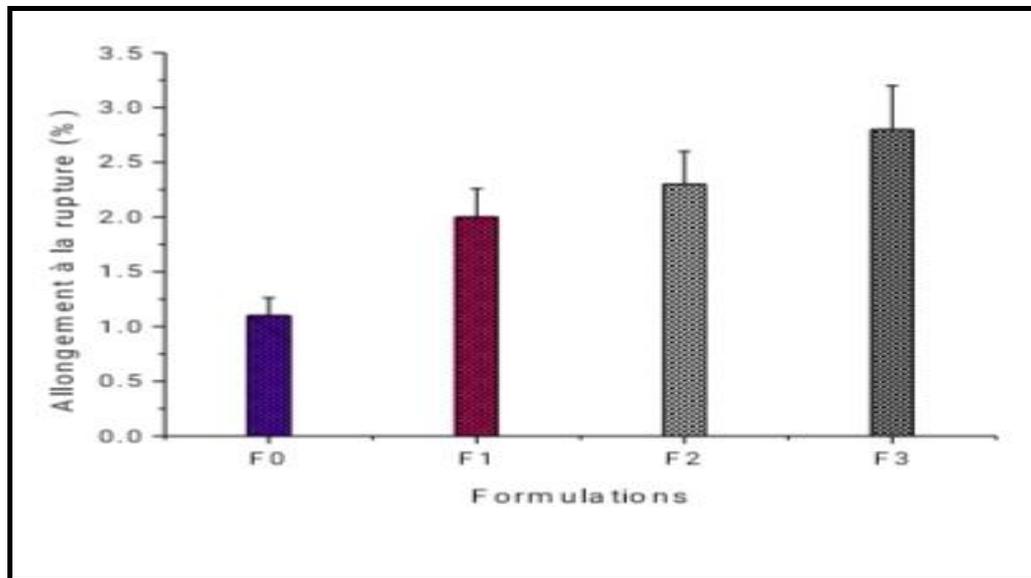
### I.1.4.3. Analyse des mélanges PHBV/PLA/huile de lentisque sur les propriétés mécaniques



**Figure.V.5.** Module de Young des films de PHBV/PLA/Huile de lentisque.



**Figure.V.6.** Contrainte à la rupture des films de PHBV/PLA/Huile de lentisque.



**Figure.V.7.:** Allongement à la rupture des films de PHBV/PLA/Huile de lentisque.

Les films à base des huiles ont un avenir sur le marché si elles possèdent au moins les mêmes propriétés mécaniques que les matériaux conventionnels (PHBV, PLA). Les constituants (huile de lentisque), leur microstructure et la résistance de l'interface d'adhésion additifs/matrice ont un rôle décisif sur les propriétés mécaniques. De plus, les propriétés de biocompatibilité des matrices de type PLA et PHBV donnent une valeur ajoutée par rapport aux polymères classiques (PE, PP, PS) utilisés dans le domaine des emballages.

Les caractéristiques de traction des biofilms sont importantes pour connaître la résistance des films lors du transport et son rôle d'emballage protecteur. La déformation ou l'allongement à la rupture est la grandeur qui caractérise la déformation du matériau qu'elle soit élastique ou plastique. Le module de Young permet d'évaluer l'élasticité de film. Enfin, le stress ou la contrainte à la rupture représente la contrainte à exercer avant la rupture du matériau.

Le PHBV et le PLA sont des polymères fragile et rigide, ce sont les inconvénients majeurs, qui limitent application dans le domaine des emballages alimentaires rigides [12,13]. Cette fragilité est due à la faible aptitude à la déformation plastique. Par conséquent, une exigence importante pour les matériaux d'emballage tels que les films doivent avoir une flexibilité élevé à température ambiante. Le module de Young des films contenant le PHBV/PLA vierge et PHBV/Pla à différentes concentration de l'huile de lentisque sont représentés sur les figures

V.5. Au vue de ces résultats, le film du PHBV/ PLA (vierge) a montré un modules de traction élevé, qui indique un comportement fragile. En revanche les formulations contenant l'huile de lentisque en tendance a diminué (F1=180, F2= 80 et F3= 60) respectivement, cela explique que les huiles essentielles ont permis d'obtenir des films beaucoup moins rigides et fragiles

que le film de PHBV/PLA à des concentration élevés du l'huile. Au vue de ces résultats nous notons que l'agissent comme des plastifiants, entraînant une augmentation de la ductilité et de la flexibilité des chaînes polymères. La présence des huiles dans les films peut conduire à la formation d'une structure de réseau faible, ce qui entraînerait également des changements dans la cristallinité matérielle. Une tendance similaire a été rapportée par Persico et al, (2009) [14] pour le polyéthylène (LDPE) revêtu de Carvacrol [15]. Ces résultats concordent avec ceux trouvés par Ramos et al, (2012) [16]. En effet, ils ont montré que l'ajout de Carvacrol et de Thymol dans la matrice de polypropylène (PP) exerce un effet

Plastifiant, en diminuant le module de Young et fournissant des propriétés ductiles au film [16].

L'allongement à la rupture (la déformation) (figure V.6) augmente de façon marqué pour les films contenant 5 % de l'huile de lentisque, à des valeurs de **40, 30%, 10%**, respectivement pour 5,2, 1%), Ceci est cohérent avec les travaux de Pelissari et a (2009) [17], d'où ils ont trouvé que la déformation à la rupture a augmenté significativement en incorporant 1% d'HE d'origan , Yahyaoui et al (2016) ont rapporté dans leurs études sur les films actifs à base de PLA contenant des additifs naturels, que les HEs commerciales agissent comme des plastifiants sur la matrice polymérique en entraînant une augmentation de la ductilité et de la flexibilité des chaînes [18]. Au vue de ces résultats, le film du PHBV/ PLA (vierge) a montré un très faible allongement à la rupture (environ 1%), ce qui indique un comportement fragile.

La contrainte à la rupture (figure V.7) diminue pour les films contient l'huile de lentisque cette réduction atteint son maximum à 5 %. Contrairement pour le film PHBV/PLA vierge présente une grande valeur de la contrainte. Cette diminution est probablement due à la meilleure dispersion de l'huile et particulièrement au renforcement des liaisons interraciales entre PHBV/PLA et le huile. Nous constatons également que le mélange PHBV/PLa/huile de lentisque 5% montre de meilleures résistances à la traction comparés au film vierge et films

contient 1 et 2% de l'huile. Ceci peut être expliqué par la capacité de l'huile à former de fortes liaisons interraciales entre PHBV/PLA et par conséquent un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases.

On peut conclure que les huiles de lentisque permettent d'améliorer les propriétés de traction des films destinés à être mis en marché dans le domaine des emballages plastiques.

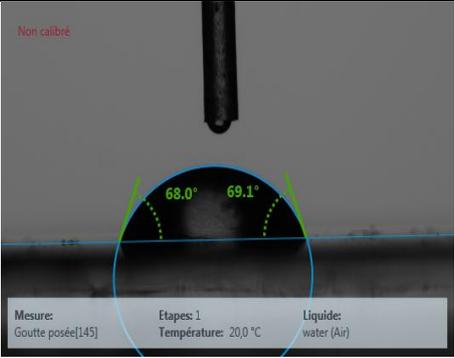
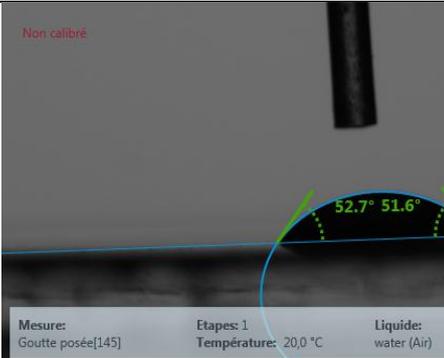
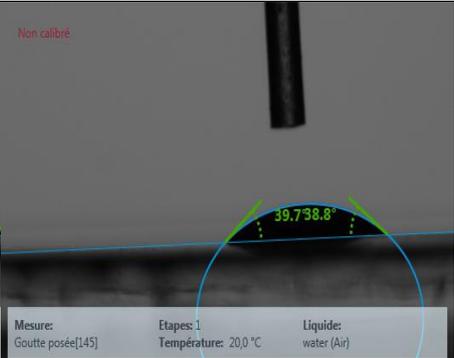
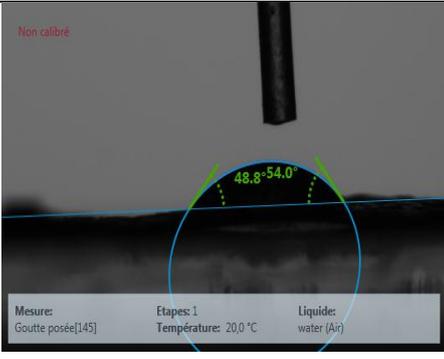
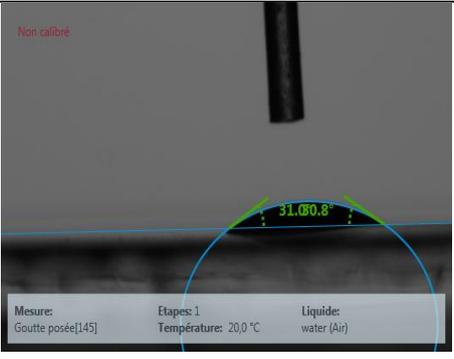
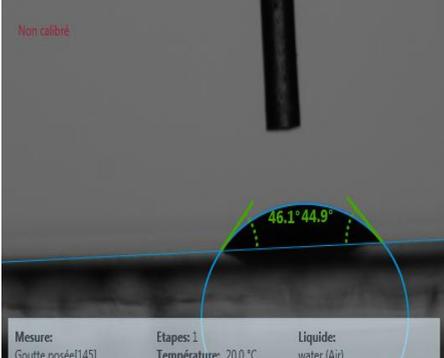
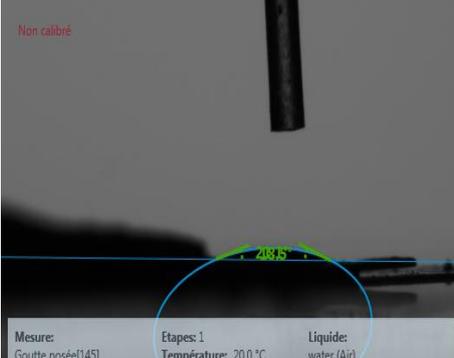
#### **I.1.4.2. Evaluation de l'hydrophobie et l'oléophobie par angle de contact des mélanges PHBV/PLA/huile de lentisque**

L'effet du pourcentage de l'huile de lentisque dans le mélange PHBV/PLA est analysé par goniométrie pour évaluer l'hydrophobie et l'oléophobie. La goutte d'eau est déposée à la surface des films et l'angle de contact entre la goutte et la surface est mesuré.

Comme on le sait, le PHBV et le PLA sont hygroscopiques, hétérogènes et poreux, de sorte que leur affinité pour la sorption de liquides polaires tels que l'eau est élevée. À cet égard, le Tableau (V.5) fournit les valeurs de l'angle de contact avec l'eau (°) pour l'ensemble des échantillons. Les résultats indiquent que la valeur de l'angle de contact du PHBV/PLA pur est de 70.1° alors que pour une teneur en huile de 1 % en poids, la valeur diminue à 52.7°, cette valeur est beaucoup plus prononcée pour une teneur de 5% en poids en raison de leur caractère hydrophile, cette réduction de l'angle de contact avec le temps ceci est probablement dû aux interactions spécifiques entre l'eau et les groupements ester et les groupes hydroxyle de l'huile de lentisque contenus principalement dans la cellulose et les hémicelluloses, permettant à l'eau de pénétrer dans les deux constituants, provoquant un gonflement et diminuant l'angle de contact.

D'un autre côté, d'après les résultats (temps = 10 min), l'eau s'écoule uniformément sur la surface des films contenant les différentes teneurs en l'huile comparant à celle de la matrice vierge on peut dire qu'il y a une bonne mouillabilité en raison de l'amélioration de l'adhésion interraciales entre l'huile et la matrice PHBV/PLA (les liaisons de Van Der Waals s'établissent entre l'adhésif et le substrat). Ces résultats sont en bon accord avec les données de test en traction.

Tableau.V.5.Résultat de l'angle de contact

Formulation	Angle de contact(°) Temps= 0min	Angle de contact(°) Temps= 10min
PHBV/Pla vierge		
PHBV/Pla/HES(0.1)		
PHBV/Pla/HES(0.2)		
PHBV/Pla/HES(0.5)		

## Conclusion générale

Le PLA et le PHBV offrent de grandes possibilités dans une large gamme d'applications de produits d'emballage alimentaire et rivalise avec le polystyrène et le polyéthylène. Ainsi, l'objectif principal de cette étude était de développer un emballage biodégradable actif pour la libération des agents antimicrobiens afin de contrôler en permanence le processus de détérioration dans les aliments. Le PLA et le PHBV en tant que des polymères biodégradables industriellement produit et les agents bioactifs naturels autorisés tels que les huiles essentielles de plante du pistachier lentisque été choisis en raison de leurs activités antimicrobiennes et antibactériennes connues permettant leurs applications dans les industries alimentaires et pharmaceutiques.

L'objectif de cette étude est en premier lieu de valoriser cette huile en vue de les incorporer de point de vue chimique et biologique. En second lieu d'approfondir les connaissances sur le mode d'incorporation de cette l'huile dans les matrices de PLA et PHBV, de caractériser ces systèmes d'un point de vu multi échelles.

La première partie consacré à la caractérisation physico-chimique du fruit (teneur en eau, , matière grasse, ...etc.). Ces résultats valorisent cette plante et mettent en avant sa capacité bénéfique pour la santé humaine et peuvent expliquer son utilisation en médecine traditionnelle

Dans la deuxième partie de ce travail, les films de PLA/PHBV contenant de l'huile du pistachier lentisque afin d'étudier leurs caractéristiques structurale, mécaniques, l'activité antibactérienne et angle de contact. Il a été démontré que l'ajout de l'huile de lentisque dans la matrice polymérique PHBV/PLA n'a révélé aucune activité antibactérienne.

L'ajout de l'huile de lentisque à une concentration de 5% a entraîné une réduction significative du module de Young entraînant ainsi des films moins rigides que le film contenant 1% de l'huile. Contrairement aux films PHBV/PLA vierge qui ont montré une rigidité assez importante. D'autre part, les films contenant 5% ont montré une amélioration de l'allongement et la contrainte à la rupture.

Les analyses structurales des mélanges PHBV/PLA obtenu, sont affectées par l'ajout de l'huile essentielle, soit 1%, 2% ou 5% en charge. D'après les spectres, ce résultat correspondant à un changement d'état physique qui est installé au sein du mélange

Les résultats de l'angle de contact révèle une bonne mouillabilité pour les formulations contenant 5% en poids de l'huile de lentisque en raison de leur caractère hydrophile, ceci est probablement dû

aux interactions spécifiques entre l'eau et le groupement ester et les groupes hydroxyle de l'huile de lentisque.

- 
- [1] **Perrin, J.L.**, (1992) Manuel des Corps Gras, tome 2. Ed. Technique et documentation Lavoisier, 1992, Paris
- [2] **Karleskind A. et Wolff J.P.** (1992). Manuel des corps gras. Ed: Tech et Doc. 1579p.
- [3] **Ollé M.** (2002). Analyse des corps gras. Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. P 3 325 – 2.
- [4] **Abaza, L., Mongi, M., Douja, D., Zarrouk, M.** (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oleaginous, Corps Gras, Lipides*, 9(2) : 174-179.
- [5] **Charef M., Yousfi M., Saidi M., Stocker P.,** (2008) Determination of the Fatty Acid Composition of Acorn (*Quercus*), *Pistacia lentiscus* Seeds Growing in Algeria, Springerlink.
- [6] **Bouteldj F. et Kadjoudj Z** (2013). Etude des paramètres physico-chimiques de l'huile de fruits de pistachier lentisque : *Pistacia lentiscus* L. (Drou) de Mila et de Jijel. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'Etat en Nutrition et en Technologies Agro-Alimentaires, I.N.A.T.A.A. Université Constantine1, 68 p.
- [7] **Hmimsa, Y.**, (2004). L'agro biodiversité dans les agrosystèmes traditionnels de montagnes : Cas du Rif marocain. Mémoire de troisième cycle. Université Abdelmalek Essaâdi, Faculté des Sciences, Tétouan, Maroc, 100 pp.
- [8] **Boukeloua, A.** (2009). Caractérisation botanique et chimique et évaluation pharmacotoxicologique d'une préparation topique à base de l'huile de *Pistacia lentiscus* L. thèse de magister mémoire en Biologie. Spécialité : Biotechnologie végétal. Université Mentouri Constantine.
- [9] **P.R. Salgado, M.E. López-Caballero, M.C. Gómez-Guillén,** A.N. Mauri, M.P.Montero, *Food Hydrocoll.*33, 74–84, 2013.
- [10] **A. HARRAR**, Activiteantioxydante et antimicrobienne d'extraits de *Rhamnus* L, Diplôme de Magister Biochimie et physiologie expérimentale, Université Frhat Abbes- sétif, 8- 31,2012.
- [11] **J-W Rhim, J, S.I. Hong, Ha, C.S,**Tensile, water vapor barrier and antimicrobial properties of PLA/nanoclay composite films. *Food Science and Technology* 42, 612– 617, 2009.
- [12] **Drumright, R. E., Gruber, P. R., & Henton, D. E.** (2000). Polylactic acid technology. *Advanced materials*, 12(23), 1841-1846.
- [13] **Fortunati, E., Peltzer, M., Armentano, I., Jiménez, A., & Kenny, J. M.** (2013). Combined effects of cellulose nanocrystals and silver nanoparticles on the barrier and migration properties of PLA nano-biocomposites. *Journal of Food Engineering*, 118(1), 117-124

- [14] **Persico, P., Ambrogi, V., Carfagna, C., Cerruti, P., Ferrocino, I., & Mauriello, G. (2009).** Nanocomposite polymer films containing carvacrol for antimicrobial active packaging. *Polymer Engineering & Science*, 49(7), 1447-1455.
- [15] ] **Persico, P., Ambrogi, V., Carfagna, C., Cerruti, P., Ferrocino, I., & Mauriello, G. (2009).** Nanocomposite polymer films containing carvacrol for antimicrobial active packaging. *Polymer Engineering & Science*, 49(7), 1447-1455.
- [16] **Ramos, M., Jiménez, A., Peltzer, M., & Garrigós, M. C. (2012).** Characterization and antimicrobial activity studies of polypropylene films with carvacrol and thymol for active packaging. *Journal of Food Engineering*, 109(3), 513-519.
- [17] **Pelissari, F. M., Grossmann, M. V., Yamashita, F., & Pineda, E. A. G. (2009).** Antimicrobial, mechanical, and barrier properties of cassava starch– chitosan films incorporated with oregano essential oil. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(16), 7499-7504.
- [18] **Yahyaoui, M., Gordobil, O., Díaz, R. H., Abderrabba, M., & Labidi, J. (2016).** Development of novel antimicrobial films based on poly (lactic acid) and essential oils. *Reactive and Functional Polymers*, 109, 1-8.