

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A.MIRA-BEJAIA



*Mémoire de Fin de Cycle*  
*En vue de l'Obtention du Diplôme de Master*  
*En Génie des Procédés*  
*Option : génie des procédés des matériaux*

*Thème*

Optimisation des propriétés anti-oxydantes et élaboration d'un biofilm actif à base de PLA et d'extrait de romarin en vue de son utilisation dans l'emballage alimentaire

**Présenté par :**

Kadri Sara

Hassaine Sara

**Encadré par :**

Mme. Chibani Nacera

**Devant le jury composé de :**

Nom et prénom	Grade		
DJIDJELLI Hocine	Prof	Université de Bejaïa	Président
AZZOUG Moufok	MCA	Université de Bejaïa	Examinateur
CHIBANI Nacera	MCA	Université de Bejaïa	encadrante
MENICHE Amel	Doctorante	Université de Bejaïa	Co-encadrante

Année universitaire : 2022/2023

## *Remerciement*

*Nos remerciements les plus sincères à notre promotrice Mme.Chibani Nacera et à notre Co-promotrice Mme..Menniche Amel pour leurs encadrement sans failles, leur disponibilité et de nous avoir orienté et poussé à persévérer lors de la conception du projet.*

*Nos vifs remerciements vont au président du jury M.DJIDJELLI Hocine qui a accepté la présidence de notre travail, et nous tenons compte à exprimer toute nos reconnaissances à l'examineur M.AZZOUQ Moufok qui nous a fait l'honneur d'examiner ce travail.*

*Nous remercions nos professeurs de l'Université A. MJRA d'avoir enrichi nos connaissances, et de nous avoir guidés durant notre parcours*

*On tient à remercier aussi tous ceux qui de près ou de loin ont contribué à la réalisation de ce travail.*

*Merci*

## *Dédicace*

*Je tiens à dédier cet humble travail :*

*A ma mère et mon père qui m'ont soutenu durant ces années d'étude.*

*Qu'ils trouvent ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.*

*A ma sœur et mon frère : Chaima et Mohamed.*

*A ma tante, a mes meilleures amies Yasmine, filicia et Hanane.*

*A ma binôme : Sara*

*Sara Kadri*

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail*

*À toutes personnes que j'aime*

*À mon père et à ma mère pour leur affection, leur sacrifices et encouragements durant mes années d'études et que dieu les protège et les garde en bonne santé.*

*À mes chères sœurs : Meriem, Wassila*

*À mes frères : Anis, Moussa et Brahim*

*À mes meilleures amies : Zahra, ouzna et Faous*

*À toi ma binôme : Sara*

*À tous ceux qui ont contribué d'une manière ou d'une autre à l'élaboration de ce mémoire.*

*Sara Hassaine*



---

# *Sommaire*

---



**Sommaire**

**Liste des abréviations**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Liste des annexes**

**Introduction**

<b>I.1 Généralités sur les emballages alimentaires .....</b>	<b>- 3 -</b>
<b>I.1.1 Définition de l'emballage alimentaire : .....</b>	<b>- 3 -</b>
<b>I.1.2. Catégories d'emballage alimentaire : .....</b>	<b>- 3 -</b>
<b>I.1.3. Différentes fonctions d'emballage alimentaire : .....</b>	<b>- 4 -</b>
<b>I.1.4. Différents matériaux d'emballage alimentaire : .....</b>	<b>- 4 -</b>
<b>I.1.4.1. Papier et le carton : .....</b>	<b>- 4 -</b>
<b>I.1.4.2. Verre : .....</b>	<b>- 5 -</b>
<b>I.1.4.3. Métal : .....</b>	<b>- 5 -</b>
<b>I.1.4.4. Conteneurs multicouches et composites : .....</b>	<b>- 6 -</b>
<b>I.1.4.5. Bois : .....</b>	<b>- 6 -</b>
<b>I.1.4.6. Plastique .....</b>	<b>- 7 -</b>
<b>I.1.5. Innovation dans l'emballage alimentaire : .....</b>	<b>- 7 -</b>
<b>I.1.5.1. Emballage actif : .....</b>	<b>- 8 -</b>
<b>I.1.5.2 Emballage intelligent : .....</b>	<b>- 9 -</b>
<b>I.2. Généralités sur les bio-polymères .....</b>	<b>- 10 -</b>
<b>I.2.1. Définition d'un bio-polymère : .....</b>	<b>- 10 -</b>
<b>I.2.2. Types des bio-polymères : .....</b>	<b>- 10 -</b>
<b>I.2.3. Propriétés et les applications des bio-polymères : .....</b>	<b>- 11 -</b>
<b>I.3. Généralités sur poly (acide lactique) (PLA) : .....</b>	<b>- 11 -</b>
<b>I.3.1. Définition de poly (acide lactique) (PLA) : .....</b>	<b>- 11 -</b>
<b>I.3.2. Source de l'acide lactique : .....</b>	<b>- 12 -</b>
<b>I.3.3. Composition chimique de PLA : .....</b>	<b>- 12 -</b>
<b>I.3.4. Propriétés de l'acide lactique : .....</b>	<b>- 13 -</b>
<b>I.3.4.1 Propriétés physico-chimiques du PLA : .....</b>	<b>- 13 -</b>

I.3.4.2. Propriétés thermique :	- 14 -
I.3.4.3. Propriétés mécaniques :	- 14 -
I.3.4.4. Propriétés rhéologique :	- 15 -
I.3.5. Application du PLA :	- 15 -
I.3.5.1. Application médicale :	- 15 -
I.3.5.2. Application textiles :	- 16 -
I.3.5.3. En emballages :	- 16 -
I.4. Morphologie des plantes :	- 17 -
I.4.1 Définition de <i>rosmarinus officinalis</i> :	- 17 -
I.4.2. Systématique.....	- 17 -
I.4.3. Composition chimique de romarin :	- 17 -
I.4.4. Propriétés de <i>Rosmarinus officinalis</i> :	- 18 -
I.4.4.1. Usage interne .....	- 18 -
I.4.4.2. Usage externe :	- 19 -
I.4.5. Principes actifs :	- 19 -
I.4.6. Propriétés physico-chimique de romarin :	- 19 -
I.4.6.1. Activité antibactérienne :	- 19 -
I.4.6.2. Activité antifongique :	- 20 -
I.4.6.3. Activité antivirale :	- 20 -
I.4.6.4. Activité ovicide :	- 20 -
I.4.6.5. Activité anti-oxydante :	- 20 -
I.5. Composés phénoliques :	- 20 -
I.5.1. Définition des composés phénoliques :	- 20 -
I.5.2. Propriétés biologiques des polyphénols :	- 21 -
I.5.3. Méthodes d'extraction des composés phénoliques :	- 21 -
I.5.3.1. Extraction par ultrason :	- 21 -
I.5.3.2. Extraction assistée par micro-ondes :	- 22 -
I.5.3.3. Extraction assistée par macération :	- 22 -
I.5.3.4. Extraction assistée par soxhlet :	- 22 -
I.6. Généralités sur les plans d'expériences :	- 23 -
I.6.1. Définition de plan d'expérience :	- 23 -
I.6.2. Terminologie :	- 23 -
I.6.2.1 Réponse :	- 23 -
I.6.2.2 Facteurs :	- 23 -
I.6.2.3 Domaine du facteur :	- 24 -
I.6.2.4 Niveau :	- 24 -

<b>I.6.2.5</b> Domaine expérimental : .....	- 24 -
<b>I.6.2.6</b> Domaine d'étude : .....	- 24 -
<b>I.6.2.7</b> Matrice d'expérience : .....	- 24 -
<b>I.6.3.</b> Types de plan d'expérience : .....	- 24 -
<b>I.6.4.</b> Logiciels pour les plans d'expérience : .....	- 25 -
<b>II.1.</b> Matériels : .....	- 27 -
<b>II.1.1.</b> Produits chimiques et dispositifs expérimentaux : .....	- 27 -
<b>II.1.2.</b> Matériel végétal: .....	- 27 -
<b>II.1.2.1.</b> Récolte des échantillons : .....	- 27 -
<b>II.2.</b> Méthodes : .....	- 28 -
<b>II.2.1.</b> Séchage : .....	- 28 -
<b>II.2.2.</b> Broyage : .....	- 28 -
<b>II.2.3.</b> Extraction de romarin : .....	- 28 -
<b>II.2.4.</b> Filtration de romarin : .....	- 28 -
<b>II.2.5.</b> Evaporation de l'extrait romarin : .....	- 28 -
<b>II.3.</b> Analyse spectrale infrarouge à transformation de Fourier –IRTF : .....	- 30 -
<b>II.4.</b> Evaluation de l'activité anti-oxydante de l'extrait de romarin : .....	- 30 -
<b>II.4.1.</b> Dosage des composés phénoliques : .....	- 30 -
<b>II.4.2.</b> Test d'activité anti oxydante : .....	- 31 -
<b>II.5.</b> Evaluation de l'activité antibactérienne de l'extrait de romarin : .....	- 32 -
<b>II.5.1.</b> Principe de l'activité antibactérienne : .....	- 32 -
<b>II.5.2.</b> Matériel bactériologique et milieux: .....	- 33 -
<b>II.6.</b> Préparation des films PLA / extrait romarin : .....	- 34 -
<b>II.6.1.</b> Choix des facteurs et réponses : .....	- 34 -
<b>II.6.2.</b> Plan d'expérience retenu : .....	- 35 -
<b>II.6.3.</b> Techniques de caractérisation des films : .....	- 35 -
<b>II.6.3.1.</b> Analyse spectrale infrarouge à transformation de Fourier –IRTF : .....	- 36 -
<b>II.6.3.2.</b> Test d'épaisseur : .....	- 36 -
<b>II.6.3.3.</b> Test d'absorption d'eau : .....	- 36 -
<b>II.6.3.4.</b> Test d'activité anti-oxydante : .....	- 37 -
<b>III.1.</b> Caractérisation spectrale par IR-TF : .....	- 38 -
<b>III.2.</b> Teneur en polyphénols : .....	- 39 -
<b>III.3.</b> Activité anti-oxydante : .....	- 39 -
<b>III.4.</b> Evaluation de l'activité antibactérienne : .....	- 40 -
<b>III.5.</b> Caractérisation spectrale par IR-TF des films : .....	- 43 -
<b>III.6 :</b> Test d'épaisseur : .....	- 45 -



<b>III.7. Test d'absorption d'eau :</b> .....	- 45 -
<b>III.8. Test d'activité antioxydants :</b> .....	- 47 -
<b>III.9. Obtention d'un optimum :</b> .....	- 48 -
<b>III.9.1. Analyses globales des résultats :</b> .....	- 48 -
<b>III.9.2. Détermination de l'optimum :</b> .....	- 51 -



**Liste des abréviations**

**UV** : ultra-violet

**PE** : Polyéthylène.

**PP** : Polypropylène.

**PET** : Polyéthylène téréphtalate.

**ER** : extrait de romarin

**RFID** : Étiquette à identification par radiofréquence

**PHA** : poly-hydroxyalcanoates

**PLA** : acide poly-lactique

**L+** :lévo-lactique

**D-** :dextro-lactique

**HE** : l'huile essentiel

**VIH** : Virus de l'Immunodéficience Humaine

**UAE** : Extraction Assistée par Ultrasons

**°C**: Degré Celsius

**%** : pourcent

**Kg** : kilogramme

**g** : gramme

**GPa** : giga-pascal

**MPa** : méga-pascal

**µm** : micromètre

**m** : mètre

**Ppm** : partie par million

## *Liste des abréviations*

**kHz** : kilohertz

**MHz** : mégahertz

**S** : seconde

**h** : heure

**W** : watt

**Hz** : hertz

**ml** : millilitre

**min** : minute

**Liste des figures**

<b>Figure</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Figure : 01</b>	Les différents types d'emballage (primaire, secondaire, tertiaire).	<b>03</b>
<b>Figure : 02</b>	Emballage en carton et papier	<b>05</b>
<b>Figure : 03</b>	Emballage en verre	<b>05</b>
<b>Figure : 04</b>	Emballage en métal.	<b>06</b>
<b>Figure : 05</b>	Emballage multicouche	<b>06</b>
<b>Figure : 06</b>	Emballage composite.	<b>06</b>
<b>Figure : 07</b>	Emballage en bois.	<b>07</b>
<b>Figure : 08</b>	Emballage en plastique	<b>07</b>
<b>Figure : 09</b>	Emballage actif	<b>09</b>
<b>Figure : 10</b>	Emballage intelligent	<b>10</b>
<b>Figure : 11</b>	Structure chimique du poly (acide lactique)	<b>12</b>
<b>Figure : 12</b>	l'acide lactique	<b>12</b>
<b>Figure : 13</b>	composition chimique de PLA	<b>13</b>
<b>Figure : 14</b>	Exemple d'application du PLA dans l'emballage alimentaire	<b>16</b>
<b>Figure : 15</b>	photo représente les parties de la plante du Rosmarinus officinalis	<b>17</b>
<b>Figure : 16</b>	Représentation schématique du domaine du facteur avec ses trois niveaux	<b>23</b>
<b>Figure : 17</b>	Séchage de romarin	<b>28</b>
<b>Figure : 18</b>	protocole de la partie expérimentale	<b>29</b>
<b>Figure : 19</b>	Réduction du radical DPPH par un antioxydant	<b>31</b>

*Liste des figures*

<b>Figure : 20</b>	Spectre infrarouge d'extrait de romarin	<b>38</b>
<b>Figure : 21</b>	Histogramme de l'activité anti-oxydante d'extrait de romarin	<b>40</b>
<b>Figure : 22</b>	Histogramme des diamètres des zones d'inhibition des bactéries	<b>41</b>
<b>Figure : 23</b>	Histogramme des diamètres des zones d'inhibition des fonges	<b>42</b>
<b>Figure : 24</b>	Spectre infrarouge du PLA vierge	<b>43</b>
<b>Figure : 25</b>	Spectre IR-TF du PLA vierge, PLA+ 4%ER, PLA+6%ER et PLA+10%ER.	<b>44</b>
<b>Figure : 26</b>	Histogramme d'épaisseur des films	<b>45</b>
<b>Figure : 27</b>	Variation de taux d'absorption en fonction du temps du PLA vierge, PLA/ER pour déférente concentration	<b>46</b>
<b>Figure : 28</b>	Histogramme du pourcentage d'activité anti-oxydante des films	<b>48</b>
<b>Figure : 29</b>	Facteurs statistiques obtenus	<b>49</b>
<b>Figure : 30</b>	Histogramme représentant l'influence des facteurs sur le test d'activité anti-oxydante	<b>51</b>

**Liste des tableaux**

<b>Tableaux</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Tableau : 01</b>	propriétés spécifiques de quelques bio-polymères et les applications attendues	<b>11</b>
<b>Tableau : 02</b>	caractéristiques physico-chimiques de PLA	<b>13</b>
<b>Tableau : 03</b>	Quelques propriétés du PLA selon la chiralité.	<b>14</b>
<b>Tableau : 04</b>	propriétés mécaniques de PLA	<b>14</b>
<b>Tableau : 05</b>	Compositions chimiques de l'extrait du romarin	<b>17</b>
<b>Tableau : 06</b>	Principaux logiciels de plans d'expériences	<b>25</b>
<b>Tableau : 07</b>	représente la préparation des dilutions de l'acide gallique pour la réalisation de la courbe standard des poly phénols totaux.	<b>31</b>
<b>Tableau : 08</b>	La matrice proposée par le MODDE 6	<b>35</b>
<b>Tableau : 09</b>	Diamètre d'inhibition de la croissance des souches bactériennes par l'ER	<b>41</b>
<b>Tableau : 10</b>	Diamètre d'inhibition de la croissance des souches fongiques par l'ER	<b>42</b>
<b>Tableau : 11</b>	Epaisseur du film PLA (témoin) et des films contenant différentes concentrations d'ER	<b>45</b>
<b>Tableau : 12</b>	Le pourcentage de l'activité anti-oxydante et l'absorbance des films	<b>47</b>
<b>Tableau : 13</b>	Matrice d'étude complétée	<b>48</b>
<b>Tableau : 14</b>	Valeurs numériques des caractéristiques statistiques	<b>49</b>
<b>Tableau : 15</b>	Valeurs cibles de teste d'activité anti-oxydante	<b>52</b>

<b>Tableau : 16</b>	Les caractéristiques de l'optimum	<b>52</b>
---------------------	-----------------------------------	-----------





---

# *Introduction*

---



L'emballage a aujourd'hui non seulement un impact économique sur le secteur agroalimentaire, mais aussi sur le consommateur et sur la société.

Il existe une grande variété de matériaux d'emballage couramment utilisés pour les produits alimentaires, pharmaceutiques, cosmétiques, etc. Il s'agit notamment des matériaux dits traditionnels (bois, verre, papier, métal) et des matériaux «nouveaux» (biopolymères, matériaux d'origine biologique encore appelés matériaux biosourcés, comestibles, actifs, etc). Les polymères sont placés dans un groupe spécial lorsqu'ils sont considérés comme une source de nombreux matériaux simples (monofilms) et complexes (laminés) différents. Il est donc évident que la sélection du matériau d'emballage optimal pour un produit alimentaire spécifique est une tâche plus difficile que jamais.

En outre, la sélection d'un emballage approprié est d'une grande importance pour les fabricants de produits alimentaires qui doivent prendre en compte les aspects économique, marketing, logistique, les exigences techniques et fonctionnelles, la sécurité des consommateurs et l'impact environnemental (**Frédéric D et al., 2022**).

Le polyacide lactique (PLA) est un polymère biodégradable, il a reçu un intérêt considérable durant les dernières années. C'est un polyester aliphatique issu de ressources renouvelable qui possède des propriétés comparable à celle des plastiques pétrochimiques. A cause de sa biodégradabilité et biocompatibilité, il peut être dégradé en dioxyde de carbone, eau et méthane dans l'environnement pendant une période allant de quelques mois à deux ans, (**Djellali S., 2014**).

Afin d'améliorer les propriétés physico-chimiques, mécaniques et microbiologiques du PLA en vue de son application dans le domaine de l'emballage alimentaire les chercheurs se sont intéressés à l'incorporation des extraits des matières végétales ayant des propriétés antibactériennes, antifongiques et anti-oxydantes... (**De Lima GG et al., 2016**).

L'objectif de ce travail est, dans un premier temps est de mettre, en évidence les modifications des films polymères en ajoutant l'extrait de romarin, puis dans un second temps, d'évaluer l'effet antioxydant de ces films plastiques.

Le travail présenté s'articule ainsi en deux parties :

La première partie est consacrée à l'étude bibliographique, dans laquelle nous avons parlé sur l'emballage alimentaire en général, ensuite sur les bio-polymères particulièrement le polyacide lactique(PLA) et le romarin ainsi que les techniques d'extraction phénolique de romarin.

La deuxième partie est consacrée à l'étude expérimentale. Nous avons commencé en premier lieu par la présentation de la méthode d'extraction éthanolique du romarin puis à la préparation des films alimentaires à base de ce dernier avec l'acide poly-lactique.

Nous concluons ce mémoire en reprenant les principaux résultats obtenus durant la réalisation de ce mémoire.



---

# *Chapitre I*

## *Etude Bibliographique*

---



## I.1 Généralités sur les emballages alimentaires

### I.1.1 Définition de l'emballage alimentaire :

C'est un matériau mono ou multicouche conçus pour contenir les aliments tout en garantissant leur sécurité jusqu'à leur consommation. L'emballage alimentaire a pour fonctions essentielles de stocker, protéger et conserver les aliments qu'il contient depuis sa fabrication jusqu'à son utilisation finale par le consommateur (**Lapointe R., 2012**).

### I.1.2. Catégories d'emballage alimentaire :

Il existe trois types d'emballages :

- **Emballage de vente** (Emballage primaire) : Un article conçu pour constituer un utilisateur final ou un consommateur au point de vente. Exemple : pots de yaourt en plastique, en verre ou en carton ciré contenant le produit.
- **Emballage groupé** (emballage secondaire) : regroupant un certain nombre d'unités de vente à l'usage de l'utilisateur final ou du consommateur ; il peut être retiré du produit sans en modifier les caractéristiques. Exemple : Les boîtes au tour du yaourt divisent le yaourt en lots de 4,8 ou 12.
- **Emballage de transport** (emballage tertiaire): Facilite la manutention et le transport d'un certain nombre d'unités de vente ou d'emballages groupés pour éviter les dommages liés à leur manutention physique et leur transport. Ce sont les boîtes, les couvercles en plastique qui recouvrent le plateau de produit (**Jeant et al., 2007**).



**Figure 1** : Les différents types d'emballage (primaire, secondaire, tertiaire).

**I.1.3. Différentes fonctions d'emballage alimentaire :**

Comme nous le savons tous, l'emballage a trois fonctions traditionnelles : protection, transport et informer. Il est maintenant conçu pour remplir d'autres fonctions :

- **Fonction de contenant :** Un emballage est avant tout un contenant, dans le respect des limites métrologiques réglementaires (obligation d'indiquer précisément).
- **Fonction de démonstration** (fonction de présentation) : conçue pour attirer l'attention et attirer les acheteurs sur la ligne de distribution (c'est une fonction qui intéresse le service marketing).
- **Fonction d'information :** par l'étiquetage, qui prend de plus en plus d'importance, associée aux obligations réglementaires concernant les types d'information et la fidélité de l'information donnée.
- **Fonction de service:** dans la mesure où l'emballage offre un service spécifique flacon pulvérisateur, flacon à poudre, boîte auto-chauffante etc. Le concept de service s'étend également au confort d'utilisation, surtout la facilité d'ouverture sans outils spéciaux.
- **Fonction de sécurité des aliments:** protection contre la contamination ou la pollution délictueuse.
- **Fonctions de protection physique :** protection contre les chocs mécaniques (manutention, palettisation, transport), les variations de température (emballage isotherme), la lumière (ex : matériaux filtrants UV).
- **Fonctions principales : assistance technique pour la préservation et la protection de la qualité des aliments** contre les facteurs externes d'évolutions physico-chimiques et biochimiques des aliments, en lien avec les obligations d'innocence toxicologique et d'inertie chimique des composants matériels de l'emballage par rapport à son contenu (enjeux de transfert). La masse ou le volume contenu (CNE).

**I.1.4. Différents matériaux d'emballage alimentaire :**

L'industrie de l'emballage se compose de différents secteurs en fonction des matières utilisées :

**I.1.4.1. Papier et le carton :**

Il s'agit notamment des cartons ondulés et plats recyclés, blanchis ou non blanchis (boîtes de céréales par exemple).



**Figure 2 :** Emballage en carton et papier.

**I.1.4.2. Verre :**

Un matériau dur, cassant et transparent à base de silice et de fondant. Transparents et colorés (ex. bouteilles d'huile).



**Figure 3 :** Emballage en verre.

**I.1.4.3. Métal :**

Les métaux sont des matériaux dont les atomes sont reliés par des liaisons métalliques. Ce sont des objets simples ou d'alliages généralement durs, opaques, bons conducteurs de la chaleur et de l'électricité. Exemple (canettes métalliques, boîte de conserve).



Figure 4 : Emballage en métal.

**I.1.4.4. Contenants multicouches et composites :**

L'emballage en carton multicouche est une solution d'emballage standard spécialement conçue pour les boissons. Il existe dans une variété de formats, des portions individuelles aux formats familiaux. L'emballage en carton multicouche, utilisé pour les produits à longue conservation, se compose traditionnellement de sept couches - une couche de polyéthylène interne, d'aluminium, de polyéthylène, de carton, de polyéthylène externe et deux couches de résine et d'impression. L'aluminium, dont l'épaisseur peut atteindre 6 µm, est nécessaire pour le stockage à long terme comme le carton. De jus et de lait De crème glacée en carton paraffiné.

Carton de longue conservation

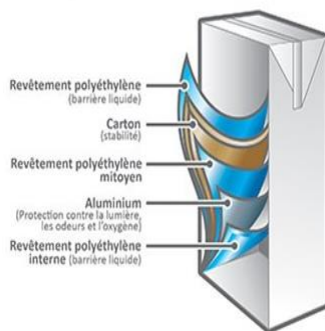


Figure 5: Emballage multicouche.

Figure 6: Emballage composite.

**I.1.4.5. Bois :**

Le bois est un matériau naturel issu des végétaux. Il est constitué par un tissu végétal formant la plus grande partie du tronc des plantes ligneuses (utilisé pour certains emballages de fromage).





**Figure 7 :** Emballage en bois.

**I.1.4.6. Plastique (PE, PP, PET... selon la composition des polymères) :**

Les matières plastiques sont des polymères qui sont couramment mélangés avec des additifs, des colorants et des charges pour emballer l'eau de source et les boissons gazeuses. Le plastique est un terme général pour toutes sortes de plastiques, et son étymologie vient du grec ancien, signifiant à l'origine "forme manufacturée" (Benslimane N., 2014).



**Figure 8:** Emballage en plastique.

**I.1.5. Innovation dans l'emballage alimentaire :**

Les revendications du milieu socio-économique s'orientent désormais vers une utilisation rationnelle et une conception d'emballages alimentaires offrant un bon compromis entre les exigences de qualité des aliments, de sécurité des consommateurs, de compétitivité économique

des produits et de protection de l'environnement. Cette demande surgit dans un environnement scientifique et technologique très évolutif non seulement dans le domaine de la modélisation des systèmes complexes, mais aussi dans le domaine des matériaux. Par exemple, les nanosciences et les nanotechnologies d'aujourd'hui ouvrent de nouvelles voies pour comprendre, maîtriser et concevoir les matériaux d'emballage alimentaire (**Silvestre C et al., 2011**).

**I.1.5.1. Emballage actif :**

Les avancées technologiques ont permis le développement d'emballages actifs qui interagissent avec les aliments ou s'adaptent à leur environnement pour préserver leurs propriétés organoleptiques et nutritionnelles le plus longtemps possible et de la meilleure façon possible.

La composition de l'emballage libère des conservateurs et des antioxydants pour garder les aliments frais, maintenir leur qualité et prévenir la détérioration.

Les objectifs sont :

- ✓ Augmenter la durée de vie.
- ✓ Faciliter la distribution.
- ✓ Fournir au consommateur un produit simple d'utilisation.

Le développement de l'emballage actif passe par des actions d'ordre technologiques physiques, chimiques et biologiques.

Dans la gamme des emballages actifs, nous pouvons distinguer deux catégories :

➤ **Absorbeurs :**

Le but de cet emballage est de supprimer les éléments inutiles qui nuisent à la qualité du produit contenu. Peut contenir des absorbeurs d'oxygène, des produits de décomposition et des régulateurs d'humidité. La photo ci-dessus montre l'emballage actif. Cet emballage contient des absorbants qui modifient l'atmosphère d'emballage du produit pour assurer une meilleure durée de conservation. Cet absorbant retarde le risque d'oxydation, qui est souvent la première cause d'altération des aliments, notamment de la viande.



**Figure 9:** Emballage actif.

➤ **Relargueurs d'additifs :**

Cette catégorie permet d'ajouter, d'introduire des éléments bénéfiques à l'ensemble clos comme des émetteurs d'éthanol, de gaz carbonique, d'agent de conservation, d'arôme.

**I.1.5.2 Emballage intelligent :**

L'emballage intelligent, surveille et contrôle les changements dans la façon dont les aliments sont emballés. Il fournit également des informations supplémentaires sur la qualité du produit à toutes les étapes du transport et du stockage avant la consommation. Les dispositifs d'information sont utilisés pour expliquer les caractéristiques des produits aux consommateurs d'une manière facile à comprendre.

Parmi les types d'applications, nous notons les suivantes :

- Indicateurs chromatiques : La couleur de l'indicateur change irréversiblement lorsque la température d'un surgelé est excessive ou, mieux, si l'aliment a atteint son couple temps/température.
- Détecteurs actifs : Des emballages transparents qui vont s'obscurcir si l'excès de lumière peut nuire à la conservation de l'aliment dans le temps.
- Étiquette à identification par radiofréquence (RFID): aussi appelée traçabilité ou passage à la caisse sans vider le chariot. (CTAC).



**Figure 10:** Emballage intelligent.

## **I.2. Généralités sur les bio-polymères**

### **I.2.1. Définition d'un bio-polymère :**

Un polymère est un système formé par une série de macromolécules, c'est-à-dire d'entités moléculaires de grande dimension, issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'unités répétitives, communément appelées unités (ou motifs) monomères. Les édifices macromoléculaires ainsi définis ont des dimensions moléculaires (caractérisées par leur masse molaire) beaucoup plus importantes à celles des molécules simples. On distingue les polymères trouvés à l'état naturel comme la cellulose, des polymères synthétiques entièrement fabriqués par l'homme à partir de monomères réactifs (le nylon, le polyéthylène, le téflon...) et enfin les polymères artificiels ou régénérés, obtenus par modification chimique d'un polymère naturel (MICHEL.F et al., 2005).

### **I.2.2. Types des bio-polymères :**

- **Bio-polymères d'origine biologique :** peuvent être classés en trois familles :
  - Polymères obtenus directement à partir de ressources animales et végétales telles que les polysaccharides, les protéines et les poly-nucléotides.
  - Polymères dérivés de bactéries tels que les poly-hydroxyalcanoates (PHA).
  - Polymères obtenus indirectement par polymérisation de monomères, eux-mêmes issus de sources végétales telles que l'acide lactique, résultant de la fermentation de sucres ou encore des composés monomères réactifs dérivés d'huiles végétales.
- **Bio-polymères synthétiques :**

Ils sont obtenus par fermentation et sont appelés bio-polymères synthétiques ou chimio-synthétiques en raison de leur procédé de fabrication. Il consiste en la polycondensation

(chauffage) de monomères naturels ou naturels-identiques. Le plus connu est le PLA (acide poly-lactique) (BOUZIDI L et al., 2017).

**I.2.3. Propriétés et les applications des bio-polymères :**

En raison de leur structure chimique, les bio-polymères ont des propriétés uniques et intéressantes et peuvent être utilisés dans un large éventail de domaines, notamment l'emballage, l'agriculture, la construction, l'automobile, l'électronique et le textile. Ils sont aussi utilisés pour des applications à forte valeur ajoutée dans le domaine médical (implants vasculaires, sutures, vis et aiguilles, ligaments artificiels, etc.) (MOKRANI N., 2013).

**Tableau 1:** propriétés spécifiques de quelques bio-polymères et les applications attendues. (MOKRANI. N).

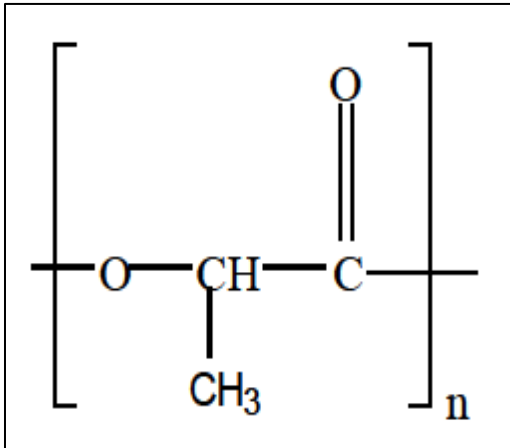
Bio-polymères	Propriétés particulières	Applications ciblées
Polymères à base d'amidon	Antistatiques, Anti-condensations, toucher naturel	Emballages, sacs, films de paillage
Polymère à base de cellulose	Transparences, antistatiques	Fibres, épaississant
Polymère à base de protéine	Comestibles, perméabilité sélective aux gaz	Galénique, emballages alimentaires
Polymère à base d'huile	Siccativités	Peinture, vernis
Polymère de synthèse (PLA)	Anti-condensations, brillances, antibactériens	Emballages, fibres textiles
Polyester bactérien	piézoélectriques, antioxydants, insolubilité dans l'eau	Médical, matériau Ostéo-synthétique

**I.3. Généralités sur poly (acide lactique) (PLA) :**

**I.3.1. Définition de poly (acide lactique) (PLA) :**

Le poly (acide lactique) ou acide poly-lactique ou polyacide (PLA), représenté sur la (Figure 12), est un polyester aliphatique biodégradable qui appartient à la famille des thermoplastiques et présente un grand intérêt comme alternative aux polymères non biodégradables. La biodégradabilité du PLA peut réduire l'impact du PLA sur l'environnement. Sa décomposition finale conduit à la formation d'eau et de dioxyde de

carbone, permettant à la biomasse de se réintégrer (Lee S., 2005). Cependant, le PLA possède d'autres propriétés intéressantes qui peuvent être utilisées dans de multiples domaines d'application. Par conséquent, sa rigidité élevée permet l'amincissement de certains emballages et contribue à augmenter le module des mélanges avec d'autres polymères. Le PLA est également très perméable, ce qui le rend utile pour des applications telles que les vêtements de sport qui réduisent l'humidité causée par la transpiration et les films pour l'emballage de fruits et légumes frais (Marion H et al., 2017).



**Figure 11:** Structure chimique du poly (acide lactique).

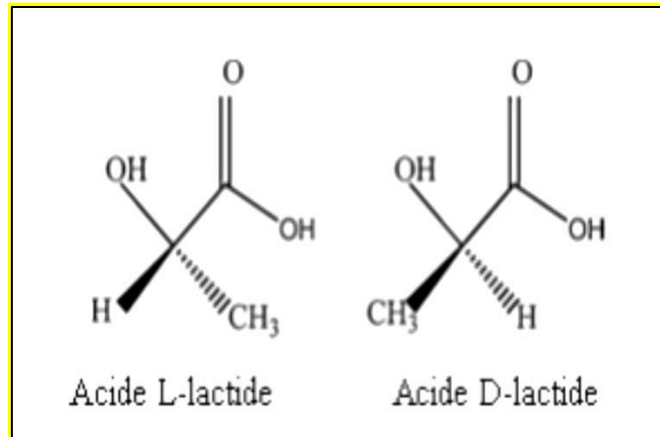
**Figure 12:** l'acide lactique.

### I.3.2. Source de l'acide lactique :

L'acide lactique est un produit de fermentation du glucose, une matière première 100% agricole, renouvelable annuellement et souvent issue du maïs. Généralement, la plupart des sucres simples dérivés de sous-produits agricoles peuvent être utilisés pour cette production. Ces sucres comprennent le glucose de l'amidon de maïs, de pomme de terre ou de riz, le maltose, le glucose, le saccharose de la betterave à sucre et le lactose du lactosérum. Le maïs est actuellement la source de glucose la moins chère et la plus abondante. Une tendance future consiste à utiliser des matériaux présents dans la biomasse à base de lignocellulosique tels que le maïs, la paille de riz, la paille de blé, l'herbe et la bagasse.

### I.3.3. Composition chimique de PLA :

L'acide lactique (acide  $\alpha$ -hydroxypropanoïque),  $\text{CH}_3\text{-CH(OH)-COOH}$ , possède un carbone symétrique et peut donc exister sous la forme de deux stéréo-isomères : la forme lévo-lactique (L+) qui est présente dans de nombreux organismes et la forme dextro-lactique (D-) qui est très rare dans la nature (Mohammed B., 2010).



**Figure 13:** composition chimique de PLA.

### I.3.4. Propriétés de l'acide lactique :

Toutes les propriétés des poly-lactiques (physiques, thermiques, mécaniques, etc.) et leur biodégradabilité dépendent de la stéréochimie des unités répétitives (L, D ou DL) et de leur distribution le long de la chaîne, de la cristallinité, de la tacticité et de la masse molaire.

#### I.3.4.1 Propriétés physico-chimiques du PLA :

Propriétés physico-chimiques du PLA sont les suivantes :

- ✓ Bonnes propriétés optiques en termes de transparence et de brillance.
- ✓ Bonnes propriétés barrières aux graisses et aux huiles.
- ✓ Une perméabilité modérée à la vapeur d'eau.
- ✓ Propriétés barrière aux gaz (O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>).

Le tableau ci-dessous montre quelques caractéristiques physico-chimiques de PLA :

**Tableau 2:** caractéristiques physico-chimiques de PLA (Idris Z., 2014)

Caractéristiques	PLA
clarté	Transparent
densité	1,25
Température de fusion °C	160-180
Température de transitions vitreuse ° C	55-60
Indice de fluidité (MFI) (190°C ; 2,16Kg) (g /10min)	10 à 30

**I.3.4.2. Propriétés thermique :**

Le PLA a une température de transition vitreuse comprise entre 55°C et 59°C et un point de fusion qui varie entre 159°C et 182°C. Ces paramètres dépendent de la masse molaire, de la pureté optique et de la cristallinité du PLA, qui elle-même dépend du rapport de mélange des énantiomères L et D. (Arnaud R., 2013) Par exemple, le PLLA a une température de fusion entre 170 et 183°C et une température de transition vitreuse entre 55 et 65°C, tandis que celle du PDLLA est de 59°C. Ont montré que la température de transition vitreuse du PLA augmentait avec l'augmentation de la masse molaire et de la teneur en isomères L (Djellali S., 2014).

**Tableau 3:** propriétés du PLA selon la chiralité. (Djellali S., 2014).

Propriétés	P(L)LA	P(D)LA
cristallinité	Jusque à 40%	négligeable
Température de fusion °C	55-65	59
Température de transition vitreuse °C	170-183	175-180
Vitesse de dégradation	faible	élevé

**I.3.4.3. Propriétés mécaniques :**

Les propriétés mécaniques de base du PLA sont similaires à celles du polystyrène et du PET. C'est un matériau dur et cassant qui doit être renforcé pour une utilisation généralisée. En raison de son extrême fragilité, certains chercheurs ont amélioré sa résistance mécanique et sa flexibilité en ajoutant des plastifiants (Hao YP et al., 2013). Les propriétés mécaniques des polymères à base d'acide lactique peuvent varier dans une large mesure, allant de plastiques souples et élastiques à des matériaux rigides et très résistants. Le PLA semi-cristallin est préféré au polymère amorphe lorsque des propriétés mécaniques plus élevées sont souhaitées. Le PLA semi-cristallin a un module de traction approximatif de 3 GPa, une résistance à la traction de 50-70 MPa, un module de flexion de 5 GPa, une résistance à la flexion de 100 MPa et un allongement à la rupture d'environ 4 % (Farah S et al., 2016).



Tableau 4 : propriétés mécaniques de PLA (Farah S et al., 2016).

Résistance à la traction (MPa)	58
Module élastique (MPa)	3.8
Allongement à la rupture (%)	4-7

Cependant, ses propriétés mécaniques peuvent varier considérablement selon le type de PLA, il peut passer d'un comportement dur et cassant à un matériau souple et malléable. Encore une fois, ces propriétés dépendent fortement du rapport des énantiomères dans la macromolécule, qui déterminera la vitesse de cristallisation du matériau. (Arnaud R., 2013).

#### I.3.4.4. Propriétés rhéologique :

Pour un procédé de fabrication et une application donnés, comprendre les propriétés rhéologiques du PLA à l'état fondu est particulièrement intéressant. Ils stipulent comment le polymère s'écoule pendant le processus de conversion. Ils dépendent fortement de la température, la masse molaire et le taux de cisaillement. Le PLA semi-cristallin a une viscosité de cisaillement plus élevée que le PLA amorphe. (Maiza M., 2016).

#### I.3.5. Application du PLA :

Ce type de produit était principalement destiné à des applications à forte valeur ajoutée en raison du prix élevé des matières premières. Actuellement, nous continuons ce type d'application, mais en raison de la baisse importante des prix, le PLA est envisagé pour la fabrication d'autres produits à faible valeur ajoutée (Melha C et al., 2015).

##### I.3.5.1. Application médicale :

En raison de sa biodégradabilité, de sa biocompatibilité et de sa thermoplasticité, le PLA est bien adapté comme matériau orthopédique. Ils peuvent être utilisés pour fabriquer des prothèses, des tôles d'acier plates, des épingles ou d'autres objets pour le remplacement osseux. L'une des propriétés les plus intéressantes est la possibilité de contrôler la vitesse de dégradation afin d'ajuster la réduction de résistance du matériau polymère de support lors de la réparation de l'os fracturé. Cela évite d'avoir à retirer des pièces après les réparations par rapport à l'utilisation de pièces métalliques (Dimitriu S., 1998).

**I.3.5.2. Application textiles :**

Les fibres PLA sont utilisées dans diverses structures textiles par thermocollage, cardage, tricotage et tissage. La diversité des filaments avec de bonnes propriétés de méthane obtenus dans différentes morphologies et formes a conduit à ce large éventail d'applications. Les principales applications des fibres PLA et des non-tissés ne se limitent pas aux vêtements et aux articles ménagers tels que les noyaux de couette, les draps, les couvertures, les matelas et les tapis. Le fait que la fibre soit résistante aux UV devrait la rendre efficace pour les textiles de maison. En fait, certains fabricants envisagent de le mélanger avec de la laine ou du coton pour des vêtements ou des sous-vêtements de sports extrêmes.

Le matériau a été utilisé pour fabriquer des vêtements 100 % « fibre de maïs » ou mélangé avec du coton, de la laine ou de la viscosse (**Vink E et al., 2003**).

**I.3.5.3. En emballages :**

L'utilisation du PLA comme matériau d'emballage a augmenté en Europe, aux États-Unis et au Japon au cours des dernières années. En raison de la baisse du prix du PLA, on a pensé à utiliser ce type de polymère dans le domaine des plastiques. (**Wesch C et al., 2016**). Le PLA est utilisé dans le secteur de l'emballage alimentaire (films, contenants thermoformés, bouteilles) en raison de sa résistance aux graisses et de ses propriétés barrières contre les odeurs et les arômes. (**Anderson K.S et al., 2008**). Comme pour les autres types de polymères, des stabilisants, des inhibiteurs d'UV, des plastifiants, des agents de renforcement ou d'autres additifs doivent être ajoutés pour obtenir une matière plastique conforme aux spécifications. Dans le cas du PLA, il faut chercher essentiellement à le stabiliser contre la dégradation thermique et à augmenter sa flexibilité et d'autres propriétés mécaniques dans le cas des films (**Wesch C et al., 2016**).



**Figure 14:** Exemple d'application du PLA dans l'emballage alimentaire.

**I.4. Morphologie des plantes :**

**I.4.1 Définition de *rosmarinus officinalis* :**

Le romarin est une plante bien connue originaire de la région méditerranéenne. Un arbuste persistant très parfumé avec une hauteur de 1 à 2m à feuilles vert foncé et des fleurs bleu clair qui dégagent une odeur aromatique. Le romarin est certainement considéré comme une plante tonique, énergisante et stimulante (Iserin P., 2001).

**I.4.2. Systématique :**

**Règne :** Plante

**Embranchement :** spermaphytes

**Sous embranchement :** Angiosperme

**Classe :** Dicotylédone

**Ordre :** Tubiflorales Sous ordre : lamiales

**Famille :** Lamiacées

**Genre :** *Rosmarinus*

**Espèce :** *Rosmarinus officinalis* L. (Zehani.R).



**Figure 15:** photo représente les parties de la plante du *Rosmarinus officinalis*.

**I.4.3. Composition chimique de romarin :**

Les parties utilisées sont les sommités fleuries et les feuilles, ces dernières sont récoltées à la floraison puis séchées. Les feuilles persistantes peuvent être récoltées à tout moment de l'année, une fois mondées, elles sont simplement mises à sécher. Le romarin est utilisé en infusion ou sous forme d'HE (Bouchenak L et al., 2021). Les principaux constituants du romarin sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 5:** Compositions chimiques de l'extrait du romarin (Bouchenak L et al., 2021).

HE : 1 à 2,5 %	Les sommités fleuries de romarin fournissent 10 à 25ml/kg d'une HE dont les constituants principaux sont: le camphre (15 à 25%), le cinéole (15 à 50%), alpha-pinène (10 à 25%) et le bornéol libre et estérifié.
Diterpènes phénoliques tricycliques	Acide carnosolique: 0,35 %, rosmadial, carnosol (picrosalvine), l'épirosmanol et le rosmanol sont en fait des artéfacts d'oxydation lors de l'extraction de la drogue.
Tanins des labiées	Acides phénoliques: environ 3% de l'acide caféique avec l'acide rosmarinique notamment.
Flavonesméthylées	Genkwanine, lutéoline, diosmétine, et leurs hétérosides
Triterpènes et stéroïdes	Environ 10% d'acide oléanolique et 5% de dérivés de l'acide ursolique accompagnées de alpha-et béta-amyrines.
Cuticule cireuse des jeunes feuilles	N-alkanes (97%), isoalkanes et alkènes.
Constituants divers	Polysaccharides acides (environ 6%); traces de salicylates

#### I.4.4. Propriétés de *Rosmarinus officinalis* :

##### I.4.4.1. Usage interne

Le romarin est préconisé pour de nombreux maux:

- Stimulant général (comme menthe, mélisse, sauge, thym) et cardiotonique, stimulant descorticosurrénales.
- Hypertenseur (Caujolle, cazal).
- Stomachique.
- Antiseptique pulmonaire et béchique.
- Antidiarrhérique, antifermentescible.
- Carminatif.

- Antirhumatismal et antinévralgique.
- Antigoutteux.
- Emménagogue.
- Céphalique.
- Diurétique et sudorifique (**Valnet 1990**).

**I.4.4.2. Usage externe :**

Toutes les applications externes lui conviennent (en diffusion, utilisé en synergie):

- Cicatrisant des plaies et brûlures, résolutif.
- Parasiticide(**Valnet 1990**).

**I.4.5. Principes actifs :**

Les principaux constituants du romarin responsables des différentes propriétés sont :

- Les acides phénoliques : acide vanillique, acide caféique, acide p-coumarique
- Les flavonoïdes : genkwanine, cirsimaritrineériocitrine,hespéridine, diosmineLutéoline, apigénine (**Boumadjen R et al., 2018**).

**I.4.6. Propriétés physico-chimique de romarin :**

**I.4.6.1. Activité antibactérienne :**

Les effets des extraits aqueux et méthanoliques de romarin sur la croissance de *Streptococcus sobrinus* et l'activité extracellulaire de l'enzyme glucosyltransférase ont été étudiés, et les résultats ont montré que l'extrait de romarin peuvent empêcher la lésion de la carie en inhibant la croissance du *Streptococcus sobrinus*et peuvent aussi éliminer les plaques dentaires par suppression de l'activité de la glucosyl transférase (**Tsai et al., 2007**).

Pour rechercher de nouveaux antibiotiques et agents antibactériens, une autre étude a été développée, examinant les effets antibactériens d'extraits de composés isolés de plantes spécifiques dans un panel de 29 bactéries et levures dermatologiquement pertinentes.

Des extraits obtenus à partir de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) supercritique de romarin ont montré un large spectre antibactérien. Cet extrait d'acide carnosique a inhibé la croissance de 28 bactéries sur 29. (**Weckesser et al., 2007**).

**I.4.6.2. Activité antifongique :**

La biosynthèse de l'aflatoxine a été inhibée totalement par l'huile essentielle du Romarin à une concentration de 450 ppm. Selon les résultats indiqués, le potentiel de cette huile essentielle en tant que préservatif naturel contre l'*Aspergillus parasitiques*.

En utilisant la technique standard de diffusion sur gélose, ont évalué l'activité biologique de 11 huiles essentielles y compris celle du Romarin, les résultats ont montré que de ces huiles ont une activité inhibitrice modérée sur les cinq levures (*Candida albicans*, *Rhodotorulaglutinis*, *Schizosaccharomyces pombe*, *Saccharomyces cerevisiae* *Yarrowialypolitica*) examinées.

**I.4.6.3. Activité antivirale :**

Une évaluation de l'activité antivirale d'extraits de romarin disponibles dans le commerce a montré que l'infection par le virus de l'immunodéficience humaine (VIH) était inhibée à de très faibles concentrations. Cependant, le carnosol a montré une activité (anti-VIH) à des concentrations modérées sans cytotoxicité.

**I.4.6.4. Activité ovicide :**

L'huile essentielle du Romarin s'est avérée un agent ovicide contre trois espèces de moustique (*Anopheles stephensi*, *Aedes aegypti* et *Culex quinquefasciatus*). Cette huile présente une activité répulsive contre les moustiques (*Aedes aegypti*).

**I.4.6.5. Activité anti-oxydante :**

L'activité anti-oxydante du Romarin est connue depuis environ 30, En raison de ses propriétés antioxydants, le romarin est largement reconnu comme l'épice ayant la plus grande activité antioxydant. Plusieurs auteurs ont étudié l'utilisation des extraits du Romarin comme antioxydant pour conserver les produits à base de viande (**Belkhiri F.Z., 2015**).

**I.5. Composés phénoliques :****I.5.1. Définition des composés phénoliques :**

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires qui sont synthétisés au cours du processus de croissance des plantes et dans diverses situations (**Ksouri R et al., 2007**). Les composés phénoliques sont des biomolécules actives ayant un ou plusieurs cycles benzéniques avec un ou plusieurs groupes fonctionnels hydroxyle. Ces composés sont synthétisés par les plantes aussi bien au cours du développement normal que dans des conditions de stress. Chez

les plantes, ils contribuent au développement, à la reproduction, à la croissance cellulaire, à la différenciation, à l'organogenèse, à la floraison et à la lignification.

De plus, la teneur en composés phénoliques des plantes est très variable en fonction de nombreux paramètres génétiques, physiologiques et environnementaux (**Imen R., 2017**).

### **I.5.2. Propriétés biologiques des polyphénols :**

Les recherches récentes sur les composés phénoliques en général et les flavonoïdes en particulier ont été très poussées en raison de leurs diverses propriétés physiologiques telles que les activités antiallergiques, anti-inflammatoires, hépato protectrices, antibactériennes, antivirales et antibactériennes.

Les effets bénéfiques des polyphénols ont fait l'objet d'une attention particulière dans deux domaines : la phytothérapie et l'hygiène alimentaire. Les fabricants commercialisent désormais des aliments et des compléments alimentaires enrichis en polyphénols, et plusieurs études ont démontré des effets positifs sur la santé et la prévention des maladies liés à la consommation de polyphénols (**Zaazi S., 2021**).

### **I.5.3. Méthodes d'extraction des composés phénoliques :**

#### **I.5.3.1. Extraction par ultrason :**

L'extraction assistée par ultrasons est une technologie émergente utilisée pour l'extraction des composés naturels. Ces composés sont souvent extraits par la méthode conventionnelle qui dure de nombreuses heures. L'utilisation des ultrasons permet d'effectuer des extractions en quelques minutes avec une reproductibilité élevée, ce qui simplifie l'opération et donne une plus grande pureté au produit final. Les ultrasons interagissent avec le matériel végétal et modifient ses propriétés physiques et chimiques. Un effet de cavitation est créé, ce qui facilite la libération des composés extractibles et améliore le transfert de matière en perturbant les parois cellulaires des plantes (**Chemat et al., 2011**). Le choix approprié du solvant et de la température permet une meilleure extractibilité des composés phénoliques. De plus, l'optimisation des paramètres d'extraction assistée par ultrasons tels que la fréquence, la puissance des ultrasons, le temps d'extraction ainsi que la distribution d'ondes ultrasonores permet aussi d'augmenter le rendement d'extraction (**Wang & Weller., 2006**).

**Ma et al., 2008** Ont rapporté que le méthanol (80%) est le solvant le plus efficace pour l'extraction des composés phénoliques à partir des écorces de *Citrus reticulata*, suivi par l'éthanol et l'isopropanol. **Londono-Londono et al., 2010** et **Khan et al., 2010** ont rapporté que les conditions optimales pour l'extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques des

écorces d'agrumes ont été 40°C pendant 30 min. **Ma et al., 2009** ont également rapporté que les conditions optimales pour l'extraction des acides cinnamiques et benzoïques étaient 40 min à 30°C et 10 min à 40°C, respectivement. Ces résultats suggèrent que l'avantage de l'extraction assistée par ultrasons est de pouvoir effectuer l'extraction à des basses températures et pendant un temps d'extraction plus court que l'extraction conventionnelle par solvant.

#### **I.5.3.2. Extraction assistée par micro-ondes :**

L'extraction assistée par micro-ondes est un processus par lequel l'énergie micro-onde accélère l'extraction. Ce traitement accélère la rupture des cellules en provoquant une augmentation rapide de la température et de la pression interne dans les parois des cellules végétales (**Inoue et al., 2010**). Au cours du traitement par micro-ondes, le chauffage provoque la rupture des liaisons hydrogène faibles par la rotation dipolaire des molécules. Une quantité considérable de pression s'accumule à l'intérieur du biomatériau, qui modifie les propriétés physiques des tissus biologiques et améliore la porosité de la matrice biologique. Ceci permet une meilleure pénétration du solvant d'extraction à travers la matrice (**Kratchanova et al., 2004**) (**Yeoh et al., 2008**) et facilite l'extraction des composés entre autre les composés phénoliques (**Mandal et al., 2007**). Les principaux paramètres de l'extraction assistée par micro-ondes sont : le type de solvant, la puissance micro-ondes et le temps d'extraction. (**Hayat et al., 2010**) ont rapporté l'efficacité du méthanol (66%) pour libérer et séparer les composés phénoliques des écorces de mandarine et les conditions optimales d'extraction varient de 49 s à 152W (**Hayat et al., 2010**), 123 s à 400W (**Dahmoune et al., 2013**) à 3 min à 135°C et 400W et 8 min à 140°C (**Inoue et al., 2010**).

#### **I.5.3.3. Extraction assistée par macération :**

La macération consiste à laisser la poudre du matériel végétal en contact prolongé avec un solvant pour en extraire les principes actifs. C'est une extraction qui se fait à température ambiante et qui a l'avantage de préserver les substances thermosensibles (**Elmouloud B., 2016**). Le liquide de macération peut être de l'eau, de l'alcool ou du vinaigre. Dans le cas de la macération à l'eau, les plantes doivent être versées dans le liquide froid ou tiède pendant quelques heures (10 ou 12 heures) Les macérations à l'eau ne doivent pas dépasser une douzaine heures par risque d'oxydation et de fermentation du liquide. Pour l'alcool, le vinaigre, huiles, cette macération peut se prolonger plusieurs jours sans inconvénients (**Pierre et Lis., 2007**).

#### **I.5.3.4. Extraction assistée par soxhlet :**

L'extraction par Soxhlet est une technique générale et bien établie, et qui dépasse en performance les autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de



l'extraction des composés thermolabiles (**Luque de Castro et al., 1998**). La matière végétale est placée dans une cartouche, et remplie de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide en bloc. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du solvant par distillation. Le soluté reste dans le flacon et le solvant frais passe de nouveau dans le lit de solide. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée. L'extraction par Soxhlet dépend fortement des caractéristiques de la matrice solide et de la dimension des particules vu que la diffusion interne est souvent l'étape limitante pendant l'extraction. Pour l'extraction de l'huile totale des graines oléagineuses, une extraction pendant 2h a donné une efficacité de rendement d'extraction de 99% si la dimension particulière était de 0.4 millimètre, alors que 12h extraction étaient nécessaires pour obtenir la même efficacité si la dimension particulière était de 2.0 millimètres (**Luque-Garcia et al., 2004**).

## **I.6. Généralités sur les plans d'expériences :**

### **I.6.1. Définition de plan d'expérience :**

Les plans d'expérience sont des technologies qui peuvent quantifier l'impact de divers facteurs sur les réponses et optimiser leur rôle dans un bon domaine expérimental. (**Fadil M et al., 2015**). Les plans d'expérience permettent une meilleure organisation des essais qui accompagnent la recherche scientifique et industrielle. Ils sont applicables à de nombreux domaines et à toutes les industries. La conception d'expériences vous permet d'obtenir le plus d'informations avec le moins d'expérimentation (**Goupy J., 2006**). Plans d'expériences. Ed. Techniques Ingénieur.

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles :

- Espace expérimental.
- Modélisation mathématique des grandeurs étudiées.

### **I.6.2. Terminologie :**

#### **I.6.2.1 Réponse :**

La réponse est la grandeur qui est observée pour chaque expérience réalisée.

#### **I.6.2.2 Facteurs :**

Un facteur est une variable qui est nécessairement contrôlable et susceptible d'affecter la réponse observée (**Tinsson W., 2010**).

La réponse dépend donc d'un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (Goupy J., 2006).

**I.6.2.3 Domaine du facteur :**

L'ensemble de toutes les valeurs qu'un facteur peut prendre entre ses niveaux bas et haut est appelé la plage de variation du facteur, ou simplement la plage du facteur illustrée à la figure 03 (Goupy J., 2006).

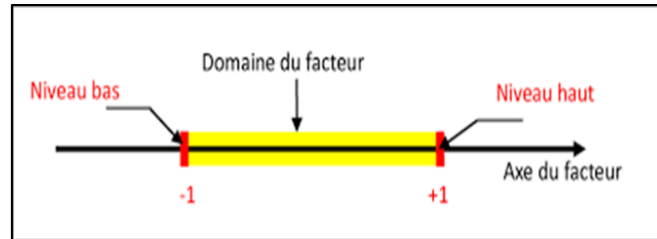


Figure 16: Représentation schématique du domaine du facteur avec ses trois niveaux.

**I.6.2.4 Niveau :**

Un niveau est la valeur donnée à un facteur pour exécuter le test. En général, lorsqu'on examine l'influence d'un facteur, on limite sa variation entre deux bornes. La limite inférieure correspond au niveau bas et la limite supérieure au niveau haut. (Goupy J., 2006).

**I.6.2.5 Domaine expérimental :**

C'est un ensemble de m facteurs quantitatifs utilisés afin d'expliquer au mieux un phénomène complexe. En pratique cet intervalle est simplement la plage de variations autorisée pour le facteur (Tinsson W).

**I.6.2.6 Domaine d'étude :**

En pratique, l'expérimentateur sélectionne une partie de l'espace expérimental pour effectuer ses recherches. Cette zone particulière de l'espace expérimental est la zone de recherche (Goupy J et al., 2013).

**I.6.2.7 Matrice d'expérience :**

Les matrices d'expériences correspondent à une représentation mathématique de l'organisation des effets. (Faucher J., 2006). Les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue.

**I.6.3. Types de plan d'expérience :**

✓ Plans de criblage

- Plans à un facteur à la fois

- Plans factoriels fractionnaires
- Plans sursaturés
- Plans factoriels complets
  - ✓ Plans de modélisation
- Plans factoriels complets
- Plans non conventionnels
- Plans composites centrés
- Plans de Doehlert
- Plans de Box-Behnken
- Plans de Roquemaure
- Plans D-optimaux
- Plans de mélange
- Plan de Plackett-Burmane (**Goupy J., 2006**).

**I.6.4. Logiciels pour les plans d'expérience :**

**Tableau 6 :** Principaux logiciels de plans d'expériences (**Goupy J., 2006**).

<b>JMP</b>	<a href="http://www.jmpdiscovery.com">http://www.jmpdiscovery.com</a>
<b>Minitab</b>	<a href="http://www.minital.fr">http://www.minital.fr</a>
<b>Statistica</b>	<a href="http://www.intsoft.com/product/Tech/Statistica">http://www.intsoft.com/product/Tech/Statistica</a>
<b>Statgraphics</b>	<a href="http://www.Simaplus.fr">http://www.Simaplus.fr</a>
<b>Unscrambler</b>	<a href="http://www.Camo.no">http://www.Camo.no</a>
<b>Pirouette</b>	<a href="http://www.infometrics.com">http://www.infometrics.com</a>
<b>Modde</b>	<a href="http://www.umetrics.com">http://www.umetrics.com</a>





---

## *Chapitre II*

# *Matériels et méthodes*

---



Le but de notre travail est l'élaboration des films alimentaires à base de PLA et l'extrait de romarin, par la réalisation d'un plant dit plant D-optimale, utilisant un logiciel appelé «MODDE6 ». Cette expérimentation a été effectuée au niveau de Laboratoire du département Génie des procédés université A. MIRA Bejaïa de 04/2023 jusqu'au 06/2023. .

**II.1. Matériels :****II.1.1. Produits chimiques et dispositifs expérimentaux :**

- La verrerie (les béchers, erlenmeyers, burettes, pipettes, fioles jaugées, flacons).
- L'étalon poly phénolique acide gallique,
- Le réactif de Folin-Ciocalteu
- Carbonate de sodium( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).
- Les solvants : Ethanol, Eau distillé,
- Etuve
- Balance électrique
- Plaque magnétique agitatrice
- Spectrophotomètre
- Broyeur
- Réfrigérateur
- Micropipette
- Rota vapeur
- Sonificateur
- Parafilm
- Papier aluminium
- Papier absorbant

**II.1.2. Matériel végétal:****II.1.2.1. Récolte des échantillons :**

Notre étude est portée sur une espèce de plante de la famille des lamiacées (labiées) qui est *Rosmarinus officinalis*.

La récolte de matière végétale "Romarin" a été effectuée manuellement dans la région d'Ighil Ali wilaya de Bejaia durant la période d'Avril 2023. On a utilisé les tiges de la plante.

**II.2. Méthodes :****II.2.1. Séchage :**

La matière végétale a été ensuite étalée sur du papier aluminium, puis séchée à l'air ambiant durant 1 semaine, et compléte dans l'étuve à 60°C pendant 24h afin d'éliminer tout l'eau.



**Figure 17:** Séchage de romarin

**II.2.2. Broyage :**

Les échantillons séchés sont enfin broyés dans un broyeur électrique pour obtenir une fine poudre, puis mis dans des sachets hermétiques et conservés à sec (température ambiante) à l'abri de l'humidité.

**II.2.3. Extraction de romarin :**

L'extraction de romarin a été effectuée par la méthode d'extraction par ultrason (UAE).

20g d'échantillon a été mélangé avec 200 ml d'éthanol (96%) dans un bécher de (250 ml).

Les composés phénoliques des feuilles de romarin sont extraits, en utilisant un sonificateur qui fonctionne à une fréquence de (50 Hz) et une puissance maximale de (130 W) et la température est fixée à 50°C pendant 40 min.

**II.2.4. Filtration de romarin :**

Les extraits obtenus ont été filtrés par un papier filtre, la filtration a duré 3h puis conservé à température ambiante et à l'abri de la lumière.

**II.2.5. Evaporation de l'extrait romarin :**

Le mélange extrait est évaporé dans un rota vapeur à 40°C pendant 30 min, pour éliminer le solvant et récupérer l'extrait pâteux. L'extrait récupéré est conservé dans des boîtes hermétiques au réfrigérateur.

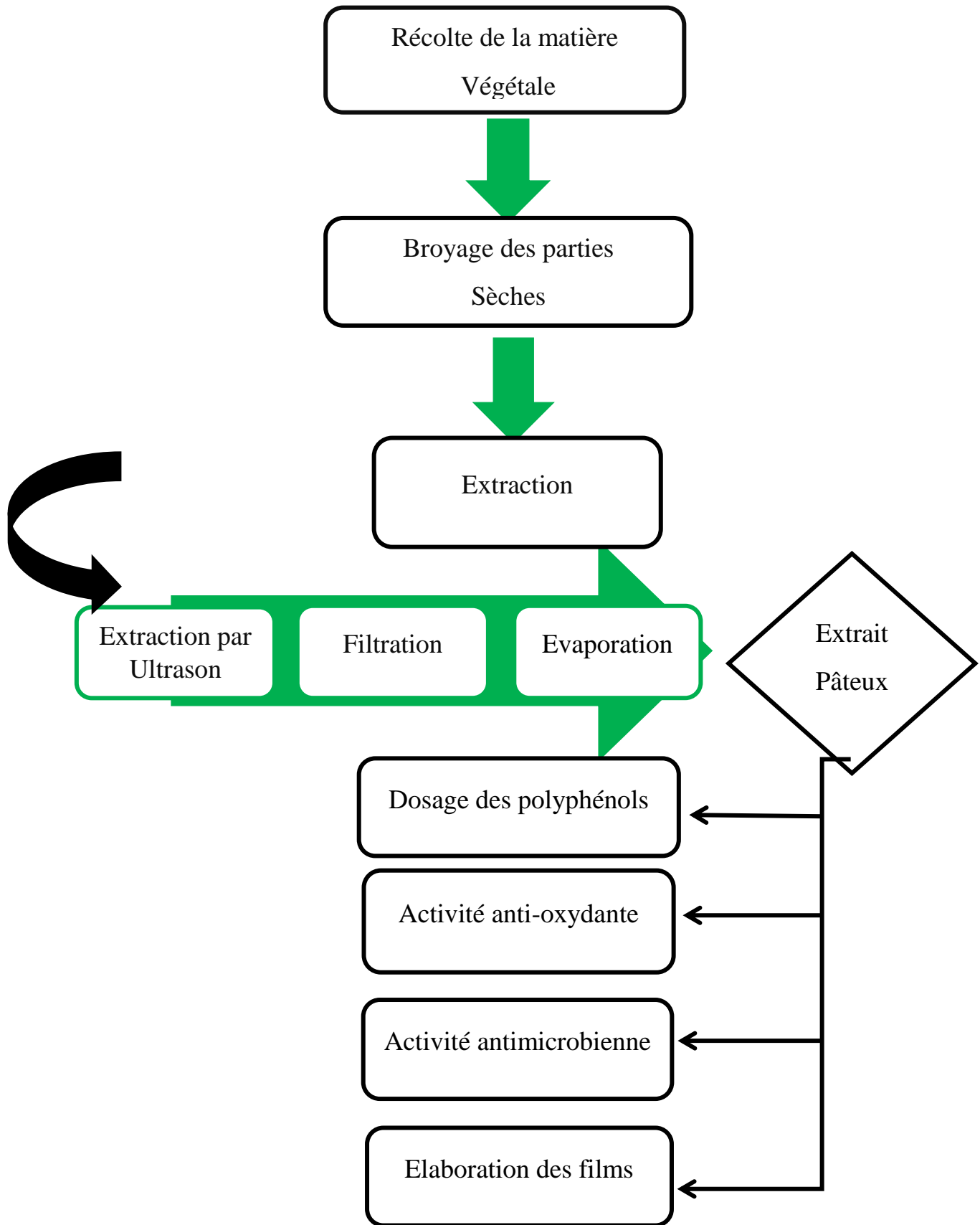


Figure 18: protocole de la partie expérimentale



### II.3. Analyse spectrale infrarouge à transformation de Fourier –IRTF :

La spectroscopie IRTF est une technique d'analyse qualitative et quantitative utilisée pour l'identification des groupements fonctionnels qui apparaissent sous forme de bande d'absorption. Elle consiste à soumettre la molécule au rayonnement IR. Les spectres IR du PLA, extrait romarin ont été enregistrée à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier de modèle SHIMAZU FTIR-8400S, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de  $4\text{ cm}^{-1}$ , dans la région  $4000\text{ cm}^{-1}$  à  $400\text{ cm}^{-1}$ . L'analyse se fait sur des échantillons sous forme de film, ainsi que des pastilles (pour l'extrait éthanolique de romarin) préparées sous une pression de l'ordre de 90KN avec un mélange constitué de 80% de KBr et 20% de romarin.

### II.4. Evaluation de l'activité anti-oxydante de l'extrait de romarin :

#### II.4.1. Dosage des composés phénoliques :

##### a) Dosage des polyphénols par l'UV Visible :

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué selon la méthode de Folin-Ciocalteu (FC) (MAHMOUDI S et al., 2012). Utilisant l'acide gallique comme standard.

Cette méthode est basée sur les réactions d'oxydoréduction, le réactif de FolinCiocalteu, acide de couleur jaune, est utilisé comme oxydant, il est constitué d'un mélange d'acides phosphotungsténique et phosphomolybdique. L'oxydation des phénols réduit ce réactif en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène qui absorbent à 760nm. Une mesure colorimétrique effectuée à cette longueur d'onde permet ainsi d'apprécier le taux de polyphénols totaux (PT) présents dans l'échantillon. L'intensité de la couleur est proportionnelle à la teneur en composé phénoliques oxydés.

#### ❖ Mode opératoire :

##### ✓ Préparation de la gamme d'étalonnage :

Peser 4 mg d'acide gallique, les dissoudre dans 40 ml d'eau distillée puis diluer la solution mère ( $C = 0.1\text{mg/ml}$ ).

**Tableau 7 :** représente la préparation des dilutions de l'acide gallique pour la réalisation de la courbe standard des poly phénols totaux.

Dilution	0	1/4	2/3	3/2	4/1
Concentration mg/ml	0	0.02	0.04	0.06	0.08

✓ **Traçage de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique :**

Prélever 0,2 ml de chaque dilution d'échantillon dans des tubes à essais, ajouter 1 ml de réactif de Folin-Ciocalteu, après 3 mn rajouter 0,8ml de carbonate de sodium à 7.5 % puis laisser incuber pendant une heure à température ambiante et à l'abri de la lumière.

Le blanc est représenté par 1ml de Folin-Ciocalteu et 0,8ml de carbonate de sodium à 7.5 %. La lecture des absorbances est faite à 765 nm, après agitation et repos d'une heure. La Concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage.

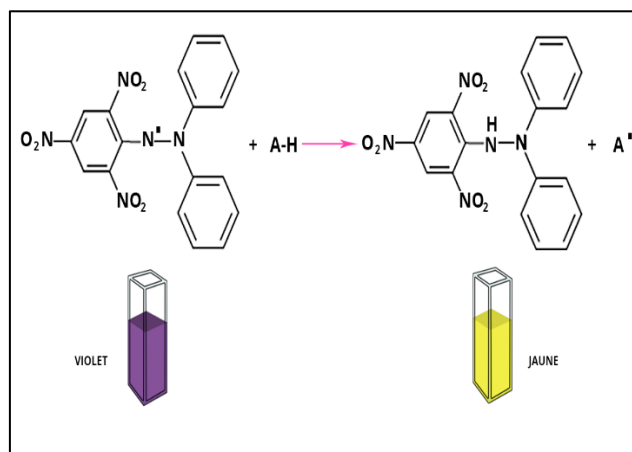
✓ **Dosage des poly phénols totaux dans l'extrait éthanoïque :**

. On prend 0.2 ml d'extrait dilue à 1/10 auquel on ajoute 1 ml de FolinCiocalteu (dilué10 fois). Après 10 min on ajoute 0.8 ml de solution de Carbonate de sodium 7.5%. Après incubation de 30 min à l'air ambiant on lit la densité optique à 765nm.

La concentration en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique.

**II.4.2. Test d'activité anti oxydante :**

La réduction du radical libre DPPH $\cdot$  (2,2-diphényle-1-picrylhydrazyle) par un antioxydant peut être suivit par spectromètre UV-visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm ; provoqué par les antioxydants. En présence des piègeurs de radicaux libres, le DPPH. De couleur violette se réduit en 2,2-Diphényle picrylhydrazone de couleur jaune. (**Brand-williams et al., 1995**).



**Figure 19:** Réduction du radical DPPH par un antioxydant.

**❖ Mode opératoire :**

Après avoir solubilisé 2.4mg de DPPH dans 100 ml d'éthanol absolue, trois tubes ont été préparés séparément :

- ✓ Echantillon : 975 µl DPPH + 25 µl d'extrait.
- ✓ Contrôle négatif : 975 µl DPPH + 25 µl d'éthanol.
- ✓ Contrôle blanc : 6 ml d'éthanol.

Après agitation, les tubes ont été placés à l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes. La lecture a été effectuée par la mesure d'absorbance à 517 nm.

$$\% \text{d'activité antiradicalaire} = [(\text{Abs contrôle} - \text{Abs échantillon}) / \text{Abs contrôle}] \times 100$$

**I%:** Pourcentage de l'activité anti-radicalaire (AAR%).

**Abs Échantillon :** Absorbance de l'échantillon.

**Abs contrôle :** Absorbance du Contrôle positif.

**II.5. Evaluation de l'activité antibactérienne de l'extrait de romarin :****II.5.1. Principe de l'activité antibactérienne :**

L'activité antibactérienne est évaluée par la méthode d'aromatogramme qui permet de déterminer la sensibilité des différentes espèces bactériennes vis à vis des extraits aqueux et éthanoliques de la plante *rosmarinus officinalis* L. Elle consiste à placer des disques en papier de whatman de 6 mm de diamètre sur un milieu géloséensemencée avec une suspension de différentes souches bactériennes testées. Après incubation, les colonies se développent à la surface de la gélose laissant des zones vierges autour des puits appelées zones d'inhibitions. Le diamètre de ces derniers est proportionnel à l'activité bactériostatique de l'extrait sur la souche testée. Plus il est grand, plus la souche est dite sensible. Cette activité peut s'exprimer directement en indiquant le diamètre de la zone d'inhibition en millimètre. (Basli A et al., 2012).

**II.5.2. Matériel bactériologique et milieux:****❖ Stérilisation du matériel**

Toutes le matériel utilisé lors la activité antibactérienne L'eau physiologique, les disques en papier Wattman, bouillon nutritif (BN), l'eau distillée, les pinces et les tubes à essai dans un papier aluminium, sont été stérilisés à l'autoclave à 120 C pendant 20 minute.

**❖ Origine des souches bactériennes**

Dans notre travail l'étude de l'activité antibactérienne de l'extrait éthanolique et aqueux de la plante *rosmarinus officinalis* , nous avons quatre souches bactériennes cz sont : *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Penicillium sp*, *Aspergillus Niger*, cette activité a été réalisée dans le laboratoire pédagogique du centre universitaire de Bejaia.

**• Espèces fongiques :**

- *Penicillium sp*.
- *Aspergillus Niger*.

**• Espèces bactérienne :**

- *Escherichia coli*.
- *Staphylococcus aureus*.

**❖ Préparation de milieu de culture :**

La culture des bactéries a nécessité l'utilisation des milieux suivants :

- La Gélose M-H (Mueller-Hinton) qui est un milieu non sélectif pour l'étude de la sensibilité ou la résistance des germes pathogènes.
- Le bouillon nutritif (BN): pour l'isolement et l'entretien des souches bactériennes.

**❖ Préparation des disques :**

On a coupé le papier de wattman N°03 en disque de diamètre doivent posséder un contour régulier pour donner une zone d'inhibition que l'on peut mesurer facilement. Ces disque sont met dans des tubes à essai et stérilisés dans un autoclave a 121 C° pendant 15 minute.

**❖ Préparation de l'extrait :****❖ Mode opératoire :**

Création d'une zone stérile (essuyer la zone de travail avec de l'eau javel et de l'éthanol).

Mettre des boites pétries au tour des becque benzène, faire couler la gélose (Mueller-Hinton) dans les boites pétries avec une épaisseur de 4 mm préalablement préparé.

L'ensemencement est effectué par écouvillonnage, il consiste à mettre en contact un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne et fongique 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° après chaque application pour obtenir une distribution égale de l'inoculum.

Les disques préparés de papier wattman N°3 de 6 mm de diamètre, ont été déposés sur le milieu ensemencé à l'aide d'une pince stérile (3 disques dans chaque boîte) et 20µl d'extrait éthanolique de romarin (0.85g/ml dans le DMSO) ont été injectés sur les disques déposés à l'aide d'une micropipette. Les boîtes sont ensuite incubées à l'étuve à 37 °C pour les bactéries et 25°C pour les champignons.

### **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 à de disque étudié.

- Non sensible (-) ou résistante : diamètre < 8mm
- Sensible (+) : diamètre compris entre 9 à 14 mm
- Très sensible (++) : diamètre compris entre 15 à 19 mm
- Extrêmement sensible (+++) : diamètre > 20 mm, (Mouas Y et al., 2017).

### **II.6. Préparation des films PLA / extrait romarin :**

Afin d'avoir une démarche scientifique et organisée, un plan d'expérience fut réalisé à l'aide d'un logiciel d'optimisation le MODDE 6.

#### **II.6.1. Choix des facteurs et réponses :**

L'étape la plus essentielle dans ce cas est le choix des facteurs et des réponses du plan d'expérience ainsi que le choix des domaines d'études.

Les facteurs choisis sont :

- ✓ Facteur 1 : quantité de l'extrait de romarin.
- ✓ Facteur 2 : le temps d'agitation.

Suite aux études et aux recherches réalisées dans les chapitres précédents deux réponses ont été retenues :

- ✓ Réponse 1 : l'activité anti-oxydante.
- ✓ Réponse 2 : Test d'absorption d'eau.

### II.6.2. Plan d'expérience retenu :

Après avoir introduit les facteurs et les réponses cités précédemment et choisi le modèle, le logiciel MODDE 06 a proposé la matrice suivante (tableau 8) :

**Tableau 8** : La matrice des essais proposés par MODDE 6.

Exp No	Exp Name	RunOrder	Incl/Excl	extrait	temps	Activité anti-oxydante
1	N1	9	Incl	4	60	
2	N2	11	Incl	10	60	
3	N3	5	Incl	4	150	
4	N4	10	Incl	10	150	
5	N5	3	Incl	4	120	
6	N6	4	Incl	10	90	
7	N7	1	Incl	8	60	
8	N8	12	Incl	6	150	
9	N9	8	Incl	7	105	
10	N10	7	Incl	7	105	
11	N11	2	Incl	7	105	
12	N12	6	Incl	7	105	

#### ❖ Mode opératoire :

Mélanger 1g de PLA et 50ml de chloroforme puis à l'aide d'une plaque agitatrice multiposte pendant 8h jusqu'à la dissolution totale de PLA.

Les différentes masses d'ER (0.04g, 0.06g, 0,07g, 0.08g et 1g) ont été ajoutées aux mélanges précédents, une agitation de temps nécessaire pour chaque mélange.

Les solutions résultantes ont été versées dans des boîtes de Pétri en verre en mentionnant le pourcentage de chaque mélange et laisser s'évaporer sous la haute pendant 24h.

### II.6.3. Techniques de caractérisation des films :

On s'intéressera dans cette partie à la description des différentes méthodes d'analyse et de caractérisation des échantillons à savoir :

- ⇒ Analyse spectrale infrarouge à transformation de Fourier (IRTF).
- ⇒ Test d'épaisseur.
- ⇒ Test d'absorption d'eau.

⇒ L'activité anti-oxydante.

### II.6.3.1. Analyse spectrale infrarouge à transformation de Fourier –IRTF :

La spectroscopie IRTF est une technique d'analyse qualitative et quantitative utilisée pour l'identification des groupements fonctionnels qui apparaissent sous forme de bande d'absorption. Elle consiste à soumettre la molécule au rayonnement IR. Les spectres IR ont été enregistrée à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de  $4\text{ cm}^{-1}$ , dans la région  $4000\text{ cm}^{-1}$  à  $400\text{ cm}^{-1}$ . L'analyse se fait sur des échantillons sous forme de film.

### II.6.3.2. Test d'épaisseur :

L'épaisseur du film a été mesurée à l'aide d'un micromètre, et les résultats ont été exprimés comme la moyenne de 3 répliques d'échantillons prélevés à différents endroits de la surface du matériau.

### II.6.3.3. Test d'absorption d'eau :

Le test d'absorption d'eau consiste à évaluer la quantité d'eau que l'échantillon peut absorber en fonction du temps d'immersion.

Découpés les films destinés à la mesure de l'absorption d'eau sous forme de carrées de 15 mm de côté puis laisser sécher dans une étuve pendant 24h à  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Après séchage transporter les échantillons dans un dessiccateur (afin d'éviter l'absorption d'humidité trouvée dans l'aire), puis les peser avec une précision de l'ordre de 0.1 mg. Immerger dans l'eau distillée (ou de pureté équivalente) et laisser à  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 6J. Les films sont régulièrement prélevés de l'eau, ensuite essuyer avec du papier absorbant l'excès d'eau puis pesée à nouveau.

La masse mesurée est  $m_h$  chaque valeur de  $m_h$  est une valeur moyenne de 3 mesures.

Le pourcentage d'eau absorbée est déterminé par la formule suivante :

Avec :

$$\% \text{Abs} = (m_h - m_s) / m_h * 100$$

- $m_h$  : masse humide.

- $m_s$  : masse sèche.

**II.6.3.4. Test d'activité anti-oxydante :**

La molécule de DPPH, (2,2-diphinol-1-picrylhydrazyl) est définie comme un radical libre stable de couleur violette, est réduit en composé jaune en présence de composés anti-radicaux libres.

Découpez les films destinés à la mesure de l'activité anti-oxydante sous forme de carrés de 10 mm de côté et placés dans des bêches, rajouter 6ml de solution DPPH. Agiter pendant 30 min a l'aide d'une plaque agitatrice multiposte. Après agitation les échantillons ont été conservé à l'abrite de la lumière et dans des conditions ambiantes.

Après 24h les échantillons ont été analysés à l'aide d'un spectromètre UV-visible à 517 nm.

Le pourcentage de réduction du DPPH est calculé selon la formule suivante :

$$\% = ((\text{Abs C} - \text{Abs E}) / \text{Abs C}) * 100$$

Abs E : Absorbance d'échantillon.

Abs C : Absorbance du control.





---

***Chapitre III :***  
***Résultats et discussions***

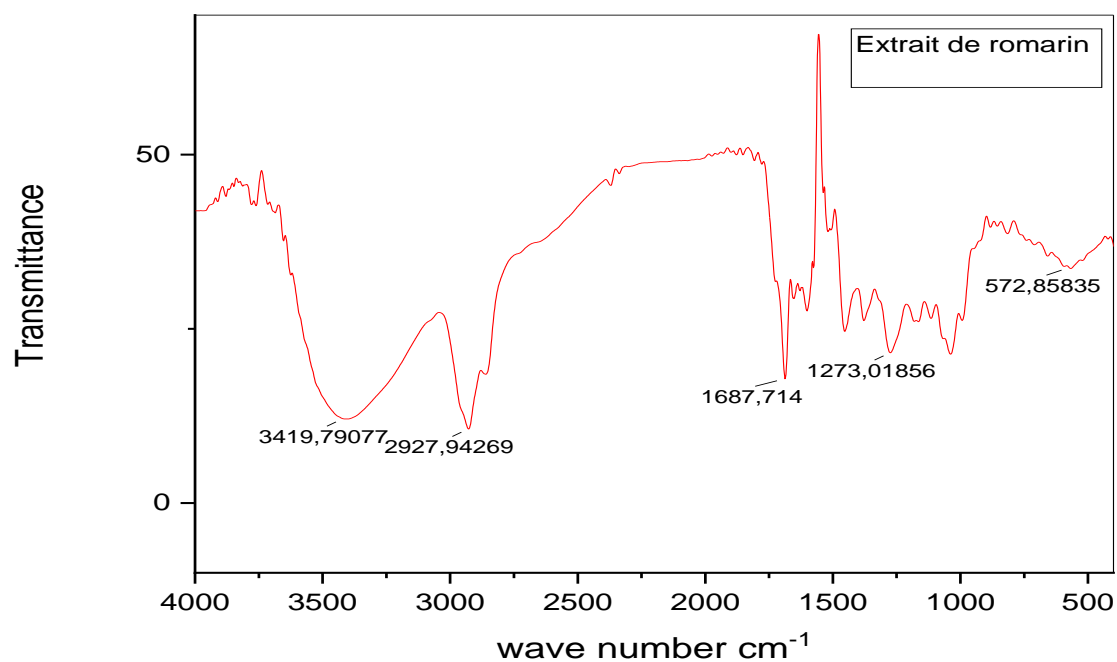
---



Ce chapitre est consacré à l'interprétation et la discussion des résultats obtenus sur l'étude de l'activité de l'extrait du romarin et des films composites PLA/ER.

### III.1. Caractérisation spectrale par IR-TF :

La figure suivante représente le spectre IRTF du l'extrait romarin :



**Figure 20:** Spectre infrarouge d'extrait romarin.

D'après la figure on peut déduire à partir des bandes présentes dans le spectre infrarouge, les fonctions suivantes :

- 3419 cm<sup>-1</sup>: correspond aux vibrations d'élongation des groupes hydroxyle OH
- 2927 cm<sup>-1</sup>: correspond aux vibrations d'élongation -C =H
- 1687 cm<sup>-1</sup>: correspond au groupe carbonyle C=O d'une fonction acide.
- 1273cm<sup>-1</sup>: correspond aux groupes C=C aromatiques.

A partir de ces résultats et les données de la littérature, on peut conclure que le spectre infrarouge du produit isolé traduit les principales bandes de l'acide Carnosique. (**Reza Rezanejad et al., 2019**).

**III.2. Teneur en polyphénols :**

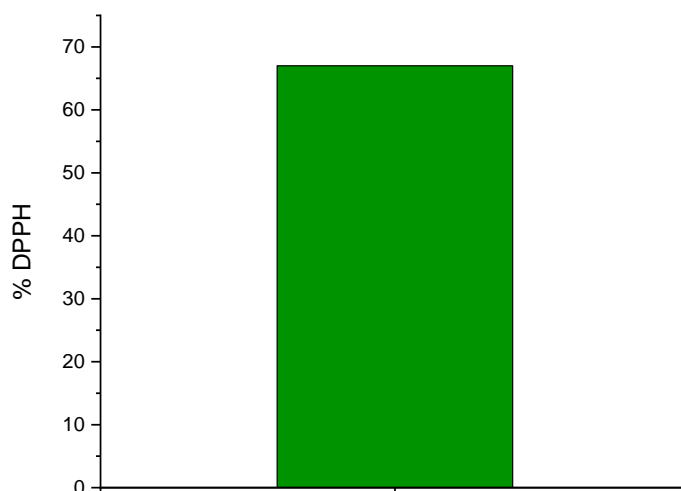
La teneur en polyphénols totaux d'ER a été effectuée par la méthode spectrophotométrique au réactif de Folin-Ciocalteu. Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par gramme de romarin (g EAG/g de romarin), en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique. Les constituants phénoliques totaux de l'extrait ont été trouvés avec une valeur de l'ordre de 130 mg EAG/g de romarin.

Cette valeur est proche de celle reporté par **Ho et al., 2009** qui est de l'ordre de  $127 \pm 3$  mg GAE /g et elle est supérieure à celle obtenue par **Tsai et al., 2007** qui est de l'ordre de 58.1 mg EAG/g et de celle obtenue par **Tawaha et al., 2007** qui est de l'ordre de  $39.1 \pm 3.6$  mg GAE/g. par contre elle est inférieure à celle obtenue par **Erkan et al., 2008** qui est de l'ordre de 162 mg GAE/g.

**Yesil-celiktas et al., 2007** ont mené des études sur les teneurs en composés phénoliques totaux issus de trois régions différentes de Turquie, variaient entre 70,3 et 147,3 mg d'Eq AG/g. La variation en teneurs obtenues peut être due à certain nombre de facteurs intrinsèques (génétique) et extrinsèques (conditions climatiques, les pratiques culturelles, la maturité à la récolte et les conditions de stockage) (**Falleh et al., 2008 ; Podsdek., 2004**).

**III.3. Activité anti-oxydante :**

L'activité anti-oxydante est réalisée par la méthode de du radicale (2,2-diphényle-1-picrylhydrazyle) DPPH qui est une méthode piégeage du radical libre stable DPPH par une molécule anti-radicalaire, le choix de ce test est basé sur la réduction d'une solution alcoolique de DPPH en présence d'un antioxydant afin de mesurer leur capacité à réduire ce radical. Le résultat du test au DPPH de l'extrait de romarin est présenté dans le graphe suivant :



**Figure 21:** Histogramme de l'activité anti-oxydante d'extrait de romarin

D'après la figure les résultats du test DPPH de l'extrait de romarin se caractérise par une importante activité de piégeage du radicale DPPH (67 %). L'augmentation de l'activité anti oxydante dans notre extrait s'explique par la richesse de ce dernier en poly phénols.

Cette valeur obtenue est inférieure par rapport à celle rapporté par (Athamena S et al., 2012) en Constantine qui est de l'ordre de (80,50%).

Le taux de l'activité anti-oxydante de l'extrait de romarin dépend de plusieurs facteurs tels que : l'origine géographique et botanique, le moment de la récolte, et le solvant ainsi que la méthode utilisé pour l'extraction.

#### **III.4. Evaluation de l'activité antibactérienne :**

La méthode de diffusion des disques nous a permis de vérifier le pouvoir antibactérien d'ER vis-à-vis les souches bactériennes choisies. Après incubation.

Les résultats de l'activité antibactérienne de l'extrait éthanolique de romarin sont représentés dans les figures et le tableau :

Tableau 9 : Diamètres d’inhibitions de la croissance des souches bactériennes par l’EER

Souches bactériennes	Boîte 1			Boîte 2		
<b>Escherichia coli</b>	8	9	8	9	8	10
<b>Staphylococcus aureus</b>	8	8	9	10	9	9

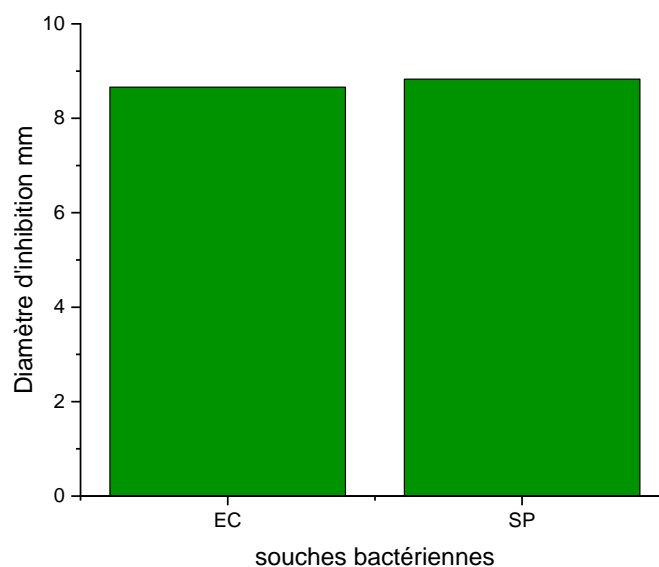


Figure 22: Histogramme des diamètres des zones d’inhibition des souches bactériennes

D’après la figure les résultats des diamètres des zones d’inhibition analyser montre que l’extrait de romarin est plus actif avec *Staphylococcus aureus* (8.83mm) alors que sur la souche *Escherichia coli* l’effet est moins important (8.66mm).

Nos résultats sont on accord avec ceux **Mouas Y et al., 2017** qu’on montrer que l’extrait de romarin possède un effet inhibiteur important sur *Staphylococcus aureus* alors que sur *Escherichia coli* l’effet est moins important.

Tableau 10 : Diamètres d'inhibitions de la croissance des souches fongiques par l'EER

Souches fongiques	Boîte 1			Boîte 2		
Penicillium sp	9	10	8	8	10	9
-						
Aspergillus Niger	10	8	9	9	9	11

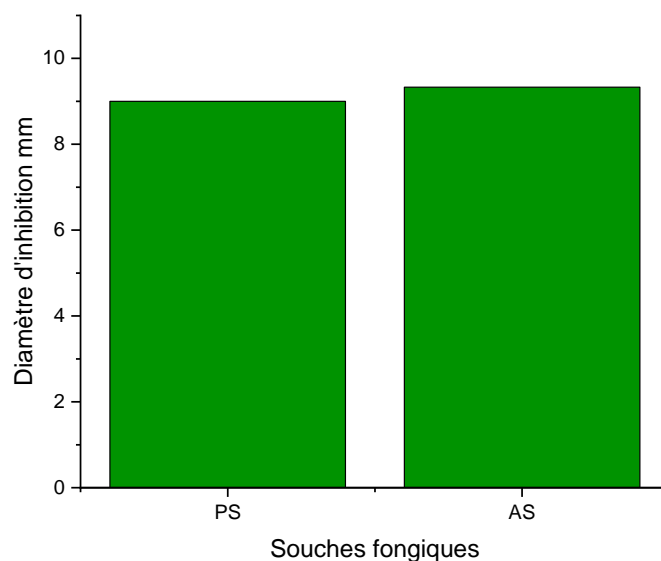


Figure 23: Histogramme des diamètres des zones d'inhibition des souches fongiques

D'après la figure l'extrait de romarin a une activité antifongique remarquable avec un diamètre d'inhibition de 9mm pour penicillium SP et 9.33 mm pour aspergillus Niger.

L'étude de **sehari., 2018** montre que l'effet antifongique d'extrait de romarin est bien remarquable sur l'aspergillus Niger avec un diamètre qui dépasse les 35 mm.

## III.5. Caractérisation spectrale par IR-TF des films :

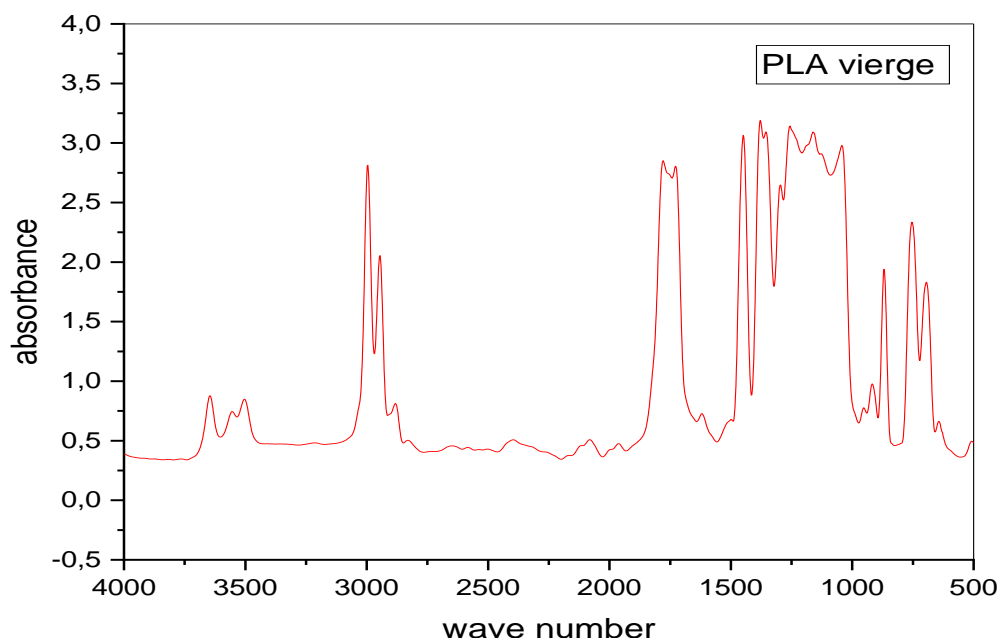


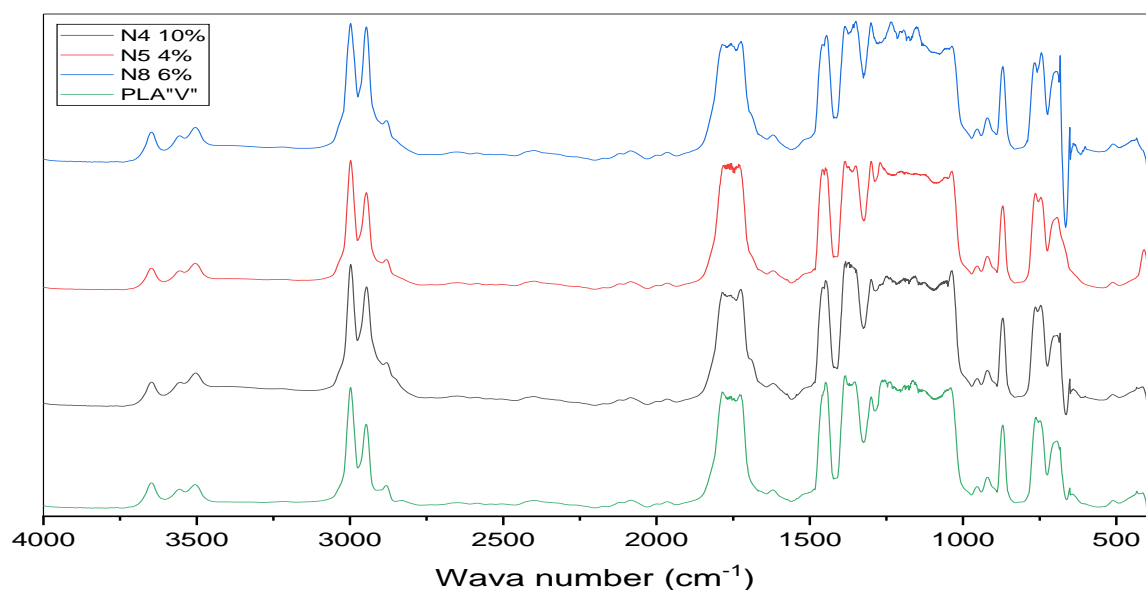
Figure 24: Spectre infrarouge du PLA vierge.

D'après la figure le spectre du PLA révèle la présence de plusieurs bandes d'absorption, on cite notamment :

- Deux pics centrés à 3000 et 2966  $\text{cm}^{-1}$  attribués aux vibrations d'élongations des groupements  $-\text{CH}$  ;
- Une large bande centrée à 1800  $\text{cm}^{-1}$ , correspond à l'absorption des liaisons carbonyles des esters présents dans le PLA ;
- Une large bande d'absorption centrée à 1379  $\text{cm}^{-1}$  (zone dite de l'empreinte digitale du polymère), attribuée aux vibrations de déformation asymétrique et symétrique des liaisons  $-\text{CH}$  ;
- Une série des bandes à 1154, 1045 correspondant aux vibrations d'élongation des liaisons  $\text{C-O}$  ;
- Un pic à 874 est attribué aux vibrations d'élongation des liaisons  $\text{C-C}$

### - Caractérisation structurale des films (PLA/ER) :

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 nouveaux pics, leurs décalages, changement de la forme des pics ainsi que parfois par leurs disparitions.



**Figure 25:** Spectre IR-TF du PLA vierge, PLA+ 4%ER, PLA+6%ER et PLA+10%ER.

D'après la figure le spectre IR-TF obtenu, nous permet de voir que certaines bandes d'absorptions sont affectées par l'ajout d'extrait De romarin, soit 4%, 6% ou 10% en charge. D'après les spectres, on remarque que N5 et PLA vierge sont identiques cela peut s'expliquer par la présence d'une faible concentration d'extrait, et une augmentation de l'intensité de la bande d'absorption située entre 2860 et 2900  $\text{cm}^{-1}$  pour N4, N8 et qui est attribuée aux vibrations d'élongation des liaisons C-H qui est dû à l'augmentation de la quantité d'extrait ajouté.

En effet, L'analyse de la région située entre 690 et 665  $\text{cm}^{-1}$  ont permis également de détecter au niveau du mélange une augmentation des pics correspondant à un développement d'un nouvel état physique qui est installé au sein du mélange. Ces résultats sont confirmés par les travaux (Mariana A et al., 2023).

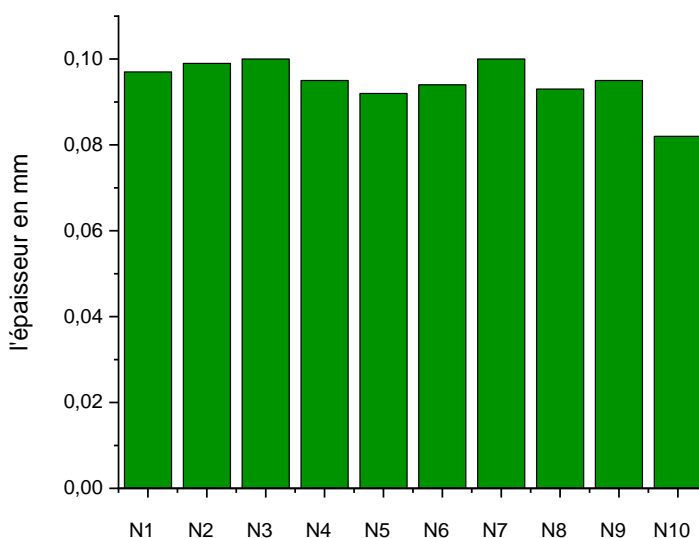


**III.6 : Test d'épaisseur :**

L'épaisseur des films est indiquée dans le tableau suivant :

**Tableau 11 :** Épaisseurs du film PLA (témoin) et des films contenant différentes concentrations d'ER.

Films	N1	N2	N3	N4	N5	N6	N7	N8	N9	PLA“V“
Epaisseur	0.097	0.099	0.1	0.095	0.092	0.094	0.1	0.093	0.095	0.082

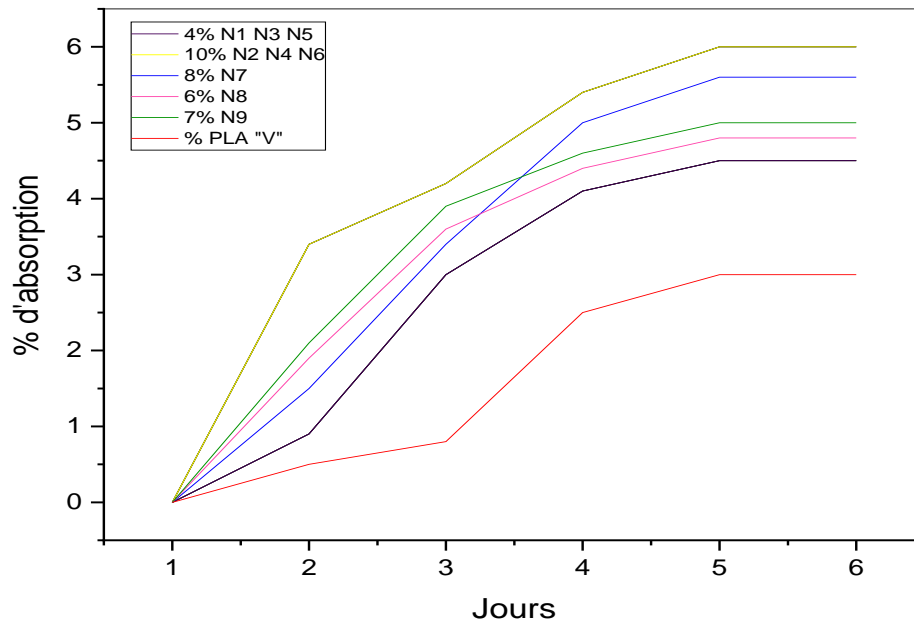


**Figure 26:** Histogramme d'épaisseur des films.

D'après les résultats obtenus dans la figure on remarque que l'épaisseur des films est presque identique, cela veut dire que la concentration en extrait et le temps d'agitation n'a aucun effet sur l'épaisseur des films.

**III.7. Test d'absorption d'eau :**

La figure suivante montre la variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps du PLA vierge, PLA/EET pour différentes concentration :



**Figure 27:** variation du taux d'absorption d'eau en fonction du temps du PLA vierge, PLA/ER pour différentes concentration.

Comme on peut le voir sur ces figures, pour tous les échantillons (PLA et composites PLA chargés avec différentes concentrations de romarin), l'absorption d'eau augmente rapidement le premier jour puis évolue lentement sur 4 jours pour se stabiliser au bout de 6ème jour.

En comparant l'absorption d'eau, on peut voir que la matrice PLA seule a enregistré une absorption d'eau qui ne dépasse pas 3%, ce qui a été attribué à la nature hydrophobe du polymère.

Par incorporation d'extrait de romarin dans la matrice du PLA le taux d'absorption d'eau devient de plus en plus important au fur et à mesure que l'on augmente la concentration de l'extrait de romarin et la valeur maximale obtenue est de 6% pour l'échantillon le plus concentré (10% d'extrait de romarin). Et cela a été attribué à la nature des composés hydrophiles de romarin.

Wong et al ont rapporté que l'utilisation des composés hydrophiles entraîne une variation de la microstructure du film, incluant ainsi une diminution de la densité et une formation de pores et des bulles d'airs, qui peuvent être l'origine de la diminution des propriétés de barrière des films.

III.8. Test d'activité antioxydants :

Tableau 12: le pourcentage de l'activité anti-oxydante et l'absorbance des films

Films	N1	N2	N3	N4	N5	N6	N7	N8	N9	PLA "V"
Abs	0.197	0.118	0.343	0.118	0.251	0.113	0.115	0.119	0.115	1.716
%	65.07	79.08	39.18	79.08	55.50	79.96	79.61	78.90	79.61	

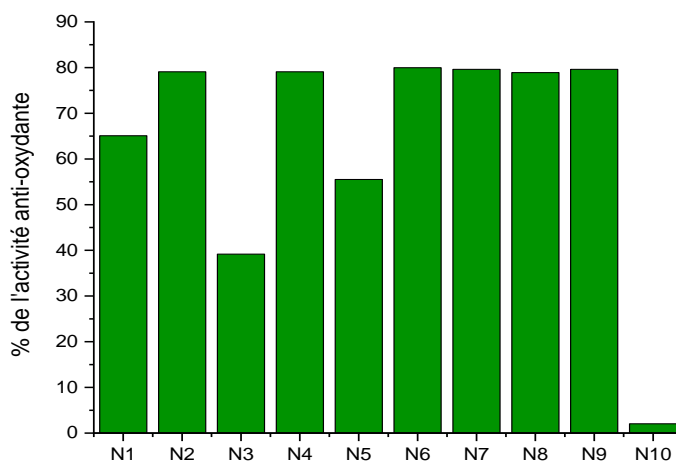


Figure 28: activité anti-oxydante des films.

La réduction du DPPH° est facilement mesurée par spectrophotométrie à 517 nm. La réaction sera plus ou moins rapide selon la nature de l'antioxydant, et la quantité de DPPH-H formée dépendra de la concentration en antioxydant.

D'après les résultats illustrés dans l'histogramme de la figure on remarque que le pourcentage de l'activité anti-oxydante varie entre une valeur minimale de 2% attribué au film en PLA vierge et une valeur maximale de 79.96% attribué au film PLA/ER (10%). Cette proportionnalité est due à l'usage des concentrations croissantes.

Par contre le temps d'agitation n'a aucun effet sur l'activité anti-oxydante.

L'activité antioxydante de films de PLA contenant des extraits de plantes, provient principalement de l'abondance de ces agents actifs en composés polyphénoliques. Ces derniers, ont montré dans la littérature une activité antimicrobienne importante. Les résultats confirment que les composés bioactifs restants dans le film après leur séchage ont joué leur rôle antioxydant. Selon **Ayala-Zavala et al., 2008** les systèmes d'emballage actifs antioxydants peuvent être divisés en trois groupes selon le mécanisme d'action du composé antioxydant.

**III.9. Obtention d'un optimum :**

Après l'élaboration des films par le MODDE 6 et la caractérisation

Physicochimique de celle-ci nous avons inséré les valeurs de degré d'activité anti oxydante comme réponse. Le MODDE 6 nous a donné le tableau suivant :

**Tableau 13:** matrice d'étude complétée

Exp No	Exp Name	RunOrder	Incl/Excl	extrait	temps	Activité anti-oxydante
1	N1	9	Incl	4	60	65,07
2	N2	11	Incl	10	60	79,08
3	N3	5	Incl	4	150	39,18
4	N4	10	Incl	10	150	79,08
5	N5	3	Incl	4	120	55,5
6	N6	4	Incl	10	90	79,96
7	N7	1	Incl	8	60	79,61
8	N8	12	Incl	6	150	78,9
9	N9	8	Incl	7	105	79,61
10	N10	7	Incl	7	105	79,58
11	N11	2	Incl	7	105	79,62
12	N12	6	Incl	7	105	79,61

**III.9.1. Analyses globales des résultats :**

**a) Analyses statistiques :**

La figure représente en résumé les facteurs statistiques obtenus :

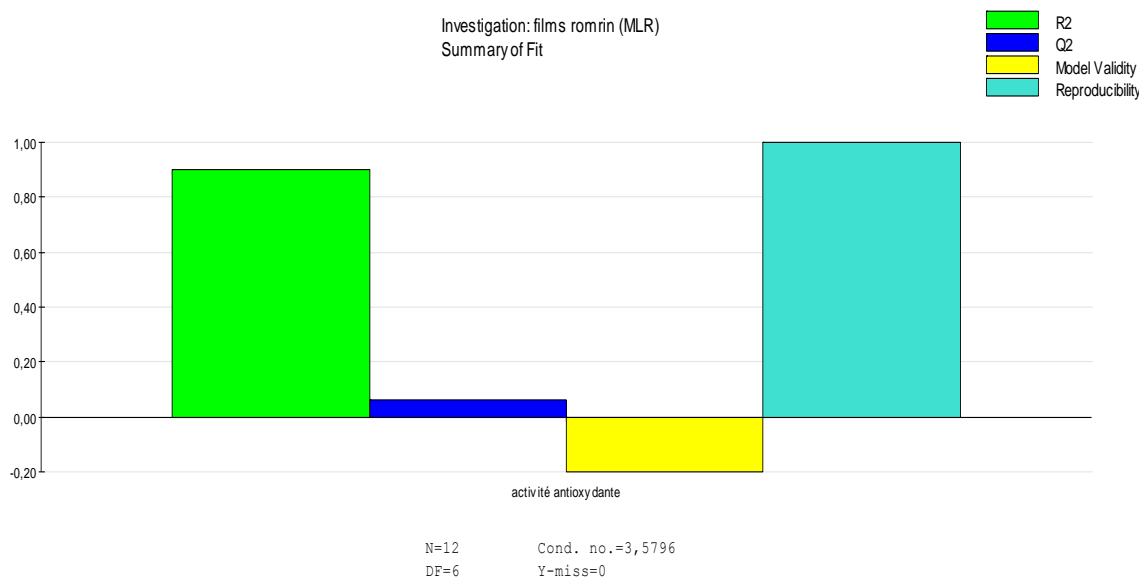


Figure 29 : facteurs statistiques obtenus

Afin de mieux exploiter ces résultats, les valeurs numériques des caractéristiques statistiques sont résumées dans le tableau :

Tableau 14 : Valeurs numériques des caractéristiques statistiques.

Réponse	R2	Q2	Reproductibilité
Activité anti-oxydante	0.903	0.059	1

Les paramètres statistiques R2 et Q2 traduisent respectivement, l'explication et la prédiction du modèle associé aux résultats obtenus. Lorsque ces deux derniers tendent vers l'unité, le modèle associé explique la variation et prédit la réponse totalement. En revanche lorsque R2 ou Q2 tendent vers 0, alors le modèle ne peut être utilisé ni pour expliquer la variation ni la prédiction des réponses.

D'après le tableau on déduit : Pour l'activité anti-oxydante le paramètre R2=0.903 peut expliquer les pourcentages des facteurs par contre Q2= 0.059 ne peut pas prédire les pourcentages des facteurs (quantité d'extrait de romarin et temps d'agitation).

Reproductibilité : pour la réponse nous avons des valeurs élevées, cela indique une maîtrise lors de la préparation des films, étant donné que les paramètres figés, autres que ceux qui font l'objet du plan d'expérience, n'ont aucune influence sur les résultats obtenus.

➤ **Modèle mathématique proposé :**

Après modélisation le logiciel MODDE 6, nous a proposé une équation qui prédit l'influence des facteurs utilisés sur la réponse choisie :

Activité antioxydante	Coeff. SC	Std. Err.	P	Conf. int()
Constant	80,6559	2,58461	7,19209e-008	6,32436
ext	11,9868	2,26437	0,00184097	5,54075
tem	-3,01676	2,26437	0,231136	5,54074
ext*ext	-13,3527	3,6635	0,0107731	8,96433
tem*tem	-0,387059	3,6635	0,919301	8,96433
ext*tem	5,68431	2,66211	0,0766502	6,514

N = 12                      Q2 =      0,059      Cond. no. =    3,5796  
 DF = 6                      R2 =      0,903      Y-miss =      0  
                                  R2 Adj. = 0,823      RSD =          5,5171  
                                  Conf. lev. =    0,95

➤ **Equation de l'activité anti-oxydante :**

$$Y = b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 X_2 + b_{11} X_1^2 + b_{22} X_2^2$$

$$Y = X_1 11.987 - 3.017 X_2 + 5.684 X_1 X_2 - 13.353 X_1^2 - 0.387 X_2^2$$

Avec :  $X_1$  : concentration en extrait (ext) et  $X_2$  : temps d'agitation (tem).

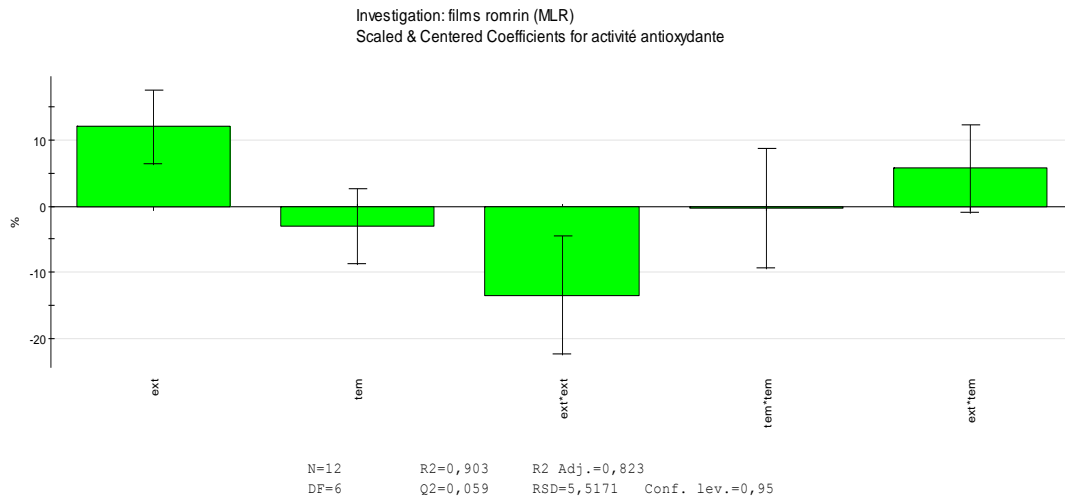
Selon le modèle proposé, on remarque que l'activité anti-oxydante est influencée par les facteurs  $X_1$  et  $X_2$  (ext et tem) ainsi par leurs interactions doubles  $X_1^2$  et  $X_2^2$  (ext\*ext et tem\*tem), aussi par l'interaction entre les facteurs  $X_1 X_2$  (ext\*tem).

b) **Analyses des effets propres des facteurs sur les réponses :**

➤ **Etude des effets propres :**

LA figure représente les effets propres des facteurs sur la réponse : Activité anti oxydante

Il y a des facteurs qui ont une influence positive sur les réponses (barre dirigée vers le haut), et ceux qui influent négativement sur les réponses (barre dirigée vers le bas). Aussi, plus le facteur est intense, plus il aura une influence importante sur les réponses.



**Figure 30:** Histogramme représentant l’influence des facteurs sur le Test d’activité anti oxydante

La figure montre que la concentration en extrait influence positivement et d’une manière plus importante, car il présente une croissance significative de l’activité anti-oxydante, cela peut être expliqué par le fait que ce dernier est riche en antioxydant.

L’effet des interactions (ext-tem) est positif sur l’activité anti-oxydante d’une manière moins importante, cela peut être expliqué par le fait qu’une longue agitation peut entraîner la dégradation des antioxydants, ayant comme conséquence la diminution de l’activité anti-oxydante.

L’effet des interactions « doubles » est considérablement négatif sur l’activité anti-oxydante et non significatif.

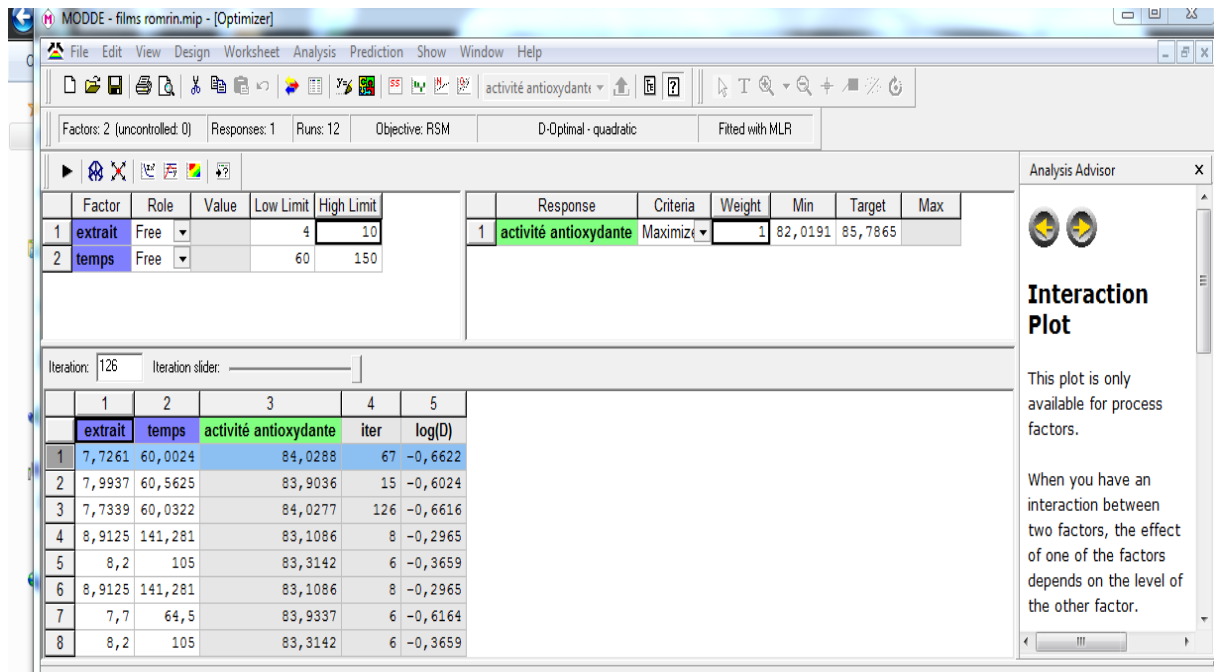
### III.9.2.Détermination de l'optimum :

En introduisant les valeurs cibles dans le logiciel :

- Le temps d’agitation : de 60 à 150 min
- La concentration d’extrait : de 4 % à 10%

Et en utilisant les équations de modélisation, ce dernier nous propose un optimum et un domaine d’optimalité.

Tableau 15 : Valeurs cibles de test d'activité anti-oxydante



D'après le tableau les résultats montrent que pour avoir l'optimum, il est préférable d'utiliser 8% d'extrait de romarin avec une agitation de 60 min.

Tableau 16: les caractéristiques de l'optimum.

Caractéristiques	Valeurs
Test d'absorption	5.6%
Test d'épaisseur	0.1 mm
Test d'activité anti-oxydante	79.61%





---

# Conclusion

---





Le PLA offre de grandes opportunités d'utilisation dans une variété de produits d'emballage alimentaire, en concurrence avec le polystyrène et le polyéthylène. Par conséquent, l'objectif principal de cette étude était de développer un emballage biodégradable actif en incorporant l'extrait de romarin afin d'améliorer ses propriétés.

Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées afin de recueillir le maximum d'information sur l'extrait de romarin et les films composites PLA/ER.

Le dosage des composés phénoliques a montré :

- la richesse de notre extrait en polyphénols d'un taux de 130 mg EAG/ g de romarin, On constate donc que ce taux dépend de la région, la récolte, la saison...) de plus il possède un taux très élevé en activité anti oxydante avec une valeur de 67%.

- l'analyse de la Spectroscopie infrarouge montre des pics et bandes d'absorption qui correspondent aux : polyphénols, les alcanes et les acides carnosoliques....

L'extrait éthanolique de romarin possède un effet antibactérien vis-à-vis les souches bactériennes testées (*staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*) et un effet anti fongique vis-à-vis les souches fongique testées (*penicillium sp*, *aspergillus niger*).

Le changement de caractère lors d'absorption vis-à-vis de l'eau est probablement dû à la nature chimique hydrophile des différents constituants d'ER, ce dernier forme avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes, donc plus le taux de l'extrait est élevé, plus la concentration en OH- s'accroît et par conséquent le taux d'absorption devient plus important.

La caractérisation avec l'IFTR ont presque les mêmes bandes et pics y'a une légère différence cela est due à la concentration des films on extrait utilisé.

L'optimisation des conditions de préparation d'un emballage alimentaire ayant les propriétés désirée à savoir : l'activité antioxydante.

L'étude montre que la production des films d'emballage à base de PLA et extrait de romarin est très influencée par les facteurs étudiés à savoir la concentration et le temps d'agitation. L'optimum de ces facteurs établis par le plan est de 8% d'extrait et 60 min de temps d'agitation.



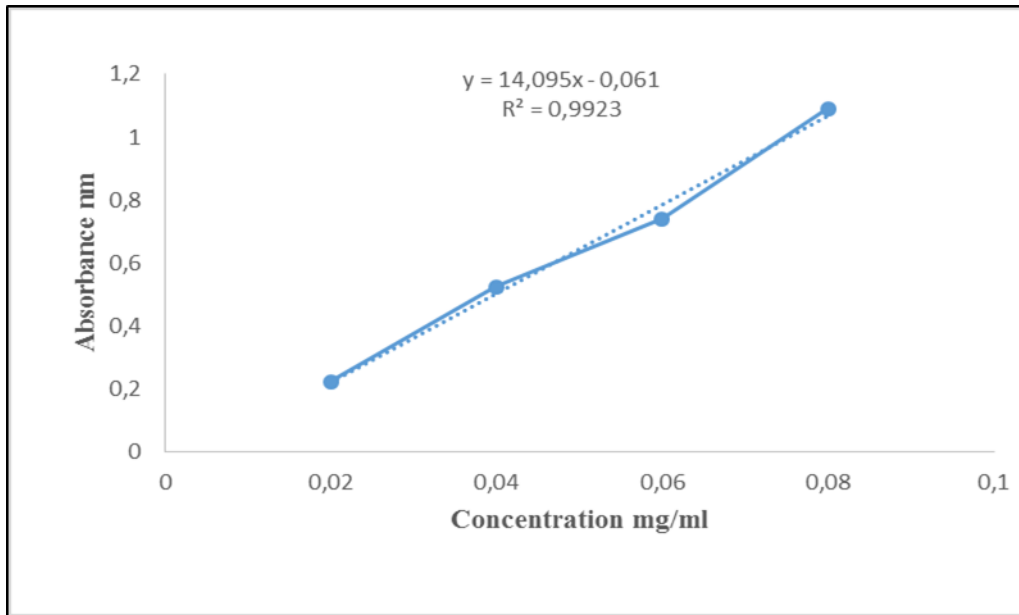


---

# *Annexe*

---





**Figure :** courbe d'étalonnage d'acide gallique



---

***Références  
bibliographiques***

---



**-A-**

**Anderson. K.S et al**, K. S.Anderson, K M. Schreck, M. A. Hillmyer, Tougheningpoly lactide, PolymerReviews, 2008

**Arnaud.R**, Contribution à l'étude du vieillissement couple thermo-hydro-mécanique de biocomposites PLA/lin, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 12/12/2013.

**Athamena.S et al** Athamena.S, Athamina.M, S.Laroui, S.Louaer, N.Segueni Evaluation de l'activité antioxydante de rosmarinus officinalis extrait pp 45-50 2012.

**Ayala-Zavala et al** : Ayala-Zavala, J. F., del Toro-Sánchez, L., Alvarez-Parrilla, E., Soto-Valdez, H., Martín- Belloso, O., Ruiz-Cruz, S., & González-Aguilar, G. A. Natural antimicrobial agents incorporated in active packaging to preserve the quality of fresh fruits and vegetables. Stewart Postharvest Rev, 4(3), 1-9 2008.

**-B-**

**Basli A et al**, A. Basli, M. Chibane, K. Madani, N. Oukil Activité antibactérienne des polyphénols extraits d'une plante médicinale de la flore d'Algérie : OriganumglandulosumDesf. 813-835 2012.

**BELKHIRI F.Z** Etude de l'activité antibactérienne dès l'huile essentielle de rosmarinusofficinalis L. Mémoire de master université de Mohamed Khidar – Biskra, 2015.

**Benslimane N**, , Contribution à l'élaboration d'un plan de contrôle des emballages plastiques en contact avec les denrées alimentaires. Mémoire de master en science des aliments 2014.

**Bouchenak , L et al**, Bouchenak , L Taguelmimt.L, Extraction d'huile essentielle du RosmarinusOfficinalis L. issus de deux régions de Bejaia et caractérisation par HPLC. Mémoire de master université de Bejaïa, 2021.

**Boumadjen, R et al**. Boumadjen, R, Kimouche,S. Etude photochimiques et évaluation de l'activité antibactérienne d'une labiée rosmarinusofficinalis) Mémoire de master université des frères Mentouri, Constantine 1,2018.

**BOUZIDIL et al** BOUZIDIL, S.CHANOUNE Elaboration et Caractérisation d'un Composite Totalement Biodégradable », Université A. MIRA – BEJAIA, 2017.



**Brand-williams W et al** Brand-williams W, Cuvelier ME, Berset C use of a free radical method to evaluate antioxydant activity. LWT-Food sciTechnol. 1995, p : 25-30.

**-C-**

**Chemat et al:** Chemat, F., Huma, Z., Khan, M.K., 2011. Applications of ultrasound in foodtechnology: Processing, preservation and extraction. UltrasonincsSonochemistry. 18,

**CNE :** L’emballage et la santé, l’hygiène et la sécurité. Siret n°41513678700025 APE : 913.Paris. P2-3.

**CTAC :** Conseil de la transformation agroalimentaire et des produits de consommation, Guide de l’emballage alimentaire, informer, guider et préparer les industriels dans leurs décisions d’emballage p29-30.

**-D-**

**Dahmoune et al :** Dahmoune, F., Boulekbache, L., Moussi, K., Aoun, O., Spigno, G., Madani, K., 2013. Valorization of citrus limon residues for the recovery of antioxidants: evaluation and optimization of microwave and ultrasound application to solvent extraction. IndustrialCrops and Products. 50, 77-87.

**De Lima GG, et al :** De Lima GG, De Souza RO, Bozzi AD, Poplawska MA, Devine DM, Nugent MJD. (2016). Extraction MethodPlaysCriticalRole in AntibacterialActivity of Propolis-Loaded Hydrogels. Journal of Pharmaceutical Sciences, 105 ,1248-1257.

**Dimitriu. S :** S.Dimitriu Polysaccharides. Structural diversity and functionalversatility, Marcel Dekker, Sherbrooke, Canada, (1998).

**Djellali S :** Elaboration caractérisation et biodégradabilités des mélanges PEBD/PLA et PEBD/EGMA/PLA, thèse de doctorat, Université de setif 1, 2014.

**-E-**

**Elmouloud. B :** Extraction des polyphénols et étude des activités antioxydante et antibactérienne de quelques plantes Sahariennes thèse de doctora UNIVERSITY UNIVERSITE BADJI MOKHTAR –ANNABA 2016.

**Erkan et al., 2008** Erkan, N., Ayranci, G., Ayranci, E. (2008); Antioxidant activities of rosemary (Rosmarinus Officinalis L.). Extract, blackseed (Nigella sativa L.) essential oil, carnosic acid, rosmarinic acid and sesamol. Food Chem. 110: 76-82.

**-F-**

**Fadil M et al., 2015** Farah, A., Ihssane, B., Haloui, T., Rachiq, S., 2015. Optimisation des paramètres influençant l'hydrodistillation de *Rosmarinus officinalis* L. par la méthodologie de surface de réponse Optimization of parameters influencing the hydrodistillation of *Rosmarinus officinalis* L. by response surface methodology. *J. Mater. Environ. Sci* 6(8), 2346-2357.

**Farah S et al** Physical and mechanical properties of PLA, and their functions in widespread applications — A comprehensive review, *Adv. Drug Deliv. Rev* 2016.

**Faucher, J** : Les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue. 2006.

**Falleh H et al** : Falleh H., Ksouri, R., Chaieb, K., Karray-Bouraoui, N., Trabelsi, N., Boulaaba, M., Abdelly, C Phenolic composition of *Cynara cardunculus* L. organs, and their biological activities. *C. R. Biologies*. 331: 372-379 2008.

**Frédéric.D et al** : Frédéric DEBEAUFORT, Kata GALIĆ, Mia KUREK, Nasreddine BENBETTAIEB et Mario ŠČETAR Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques, ISTE Editions 2022.

**-G-**

**Goupy, J** : Plans d'expériences. Ed. Techniques Ingénieur 2006.

**Goupy, J et al** : Goupy, J Creighton, L : Introduction aux plans d'expériences: avec applications. Paris 2013.

**-H-**

**Hao,Y.P et al** : Hao,Y.P., Ge, H.H., Ham, L. J., Dong,L.S, Sun, S.L, Thermal and mechanical properties of polylactide toughened with a butyl acrylate-ethyl acrylate – glycidyl methacrylate copolymer. *Chinese Journal of polymer Science*, (2013).

**Hayat et al**: Hayat, K., Zhang, X., Chen, H., Xi, S., Jia, C., Zhong, F. Liberation and separation of phenolic compounds from citrus mandarin peels by microwave heating and its effect on antioxidant activity. *Separation and Purification Technology*. 73, 371-376 2010.

**Ho et al., 2009** Ho, S.C Ferhat M. (2009); Recherche de substances bio actives de *Centaurea microcarpa* coss et dur. Diplôme étude supérieur de biochimie Université de M'sila.

**-I-**

**Idris. Z :** Etude de mélange biopolymères à base de poly hydroxy alcanates (PHA) et de polylactide (PLA), Thèse de doctorat, Université de Béjaia, 2014.

**Imen. R :** « Etude de l'effet de F irradiation sur les polyphénols du curcumin » Université du 7 novembre à Carthage, 2017.

**Inoue et al :** Inoue, T., Tsubaki, S., Ogawa, B., Onishi, K., Azuma, J.I. Isolation of hesperidin from peels of thinned Citrus unshiu fruits by microwave-assisted extraction. Food Chemistry. 123, 542-547 2010.

**Iserin P :** Larousse-Encyclopédie des plantes Médicinales : identification, préparation, soins, 2ème édition. Larousse-Bordas, Paris. 128p 2001.

**-J-**

**Jahromi S.G.** Extraction techniques of phenolic compounds from plants. Plant physiological aspects of phenolic compounds, 1-18.

**Jawad A et al** Jawad A Langrish T.A.G Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction. Journal of Food Engineering. 109, 162-174.

**Jeant et al** Jeant R., Groguenec T., Schuch P., Brule G., 2007. Science des aliments ; biochimie, microbiologie, procédés produits. Lavoisier. Volume 2 technologie des produits alimentaires. Paris. p 407-436 2007.

**-K-**

**Khan et al** Khan, M.K., Abert-Vian, M., Fabiano-Tixier, A.S., Dangles, O., Chemat, F., 2010. Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis* L.) peel. Food Chemistry. 119, 851-858 2010.

**Kratchanova et al** Kratchanova, M., Pavlova, E., Panchev, I., The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue and quality of extracted pectin. Carbohydrates Polymers. 56, 181-185. 2004.

## *Référence bibliographique*

**Ksouri.R et al** R.Ksouri, W. Megdiche, A. Debez, H. Falleh, C. Grignon, C. Abdelly, Salinity effects on polyphenol content and antioxidant activities in leaves of the halophyte *Cakile maritima*. *Plant, Physiol Bioch*, 45, 244-249, 2007.

### **-L-**

**Lapointe R** Bioplastiques biodégradables, composables et biosourcés pour les emballages alimentaires, distinctions subtiles mais significatives. Essai d'obtention une grade de maître en Environnement, Centre Universitaire de Formation En Environnement Université De Sherbrooke-Canada, p1 2007.

**Lee S 2005** characterization and processing of biodegradable polymer blends of poly(butylene succinate adipate), *Korea-Australia Rheology journal*, 7, 71-772, 2005.

**Londono-Londono et al** Londoño-Londoño, J., Rodrigues de Lima, V., Lara, O., Gil, L., Crecsynski Pasa, T.B., Arango, G.J., Ramirez Pineda, J., 2010. Clean recovery of antioxidant flavonoids from citrus peel: Optimizing an aqueous ultrasound-assisted extraction method. *Food Chemistry*. 119, 81-87 2010.

**Luque de Castro et al** Luque de Castro, M. D. and L. E. Garcia-Ayuso (1998). "Soxhlet extraction of solid materials: An outdated technique with a promising innovative future." *Analytica Chimica Acta* 369: 1-10 1998.

**Luque de Castro et al** Luque-Garcia, J. L. and M. D. Luque de Castro (2004). "Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds." *Journal of Chromatography A* 1034: 237242 2004.

### **-M-**

**Ma et al** Ma, Y., Chen, J., Liu, D., Ye, X., 2008. Effect of ultrasonic treatment on the total phenolic and antioxidant activity of extracts from citrus peel. *Journal of Food Sciences*. 73, 115-120 2008.

**Ma et al** Ma, Y., Chen, J., Liu, D., Ye, X., 2009. Simultaneous extraction of phenolic compounds of citrus peel extracts: Effect of ultrasound. *Ultrasonics Sonochemistry*. 16, 57-62 2009.

## *Référence bibliographique*

**MAHMOUDI S et al** MAHMOUDI Souhilaa, KHALI Mustaphaa et MAHMOUDI Nacérab Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynarascolymus L.*) 2012.

**Maiza M** Formulation et caractérisation des matériaux biodégradables à base de l'acide polylactique-Plastifiants, thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas – Sétif 1, Algérie, 09 /04/2016.

**Mandal et al** Mandal, V., Mohan, Y., Hemalatha, S Microwaveassisted extraction-An innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *PharmacognosyReviews*. 1, 7-18 2007.

**Mariana A et al** Mariana A. Andrade, C'assia H. Barbosa, Miguel A. Cerqueira, Ana Gabriela Azevedo, Carolina Barros, Ana Vera Machado, Anabela Coelho, Ros'aliaFurtado, CristinaBeloCorreia, MargaridaSaraiva, FernandaVilarinho, Ana Sanches Silva, Fernando Ramos PLA films loadedwith green tea and rosemarypolyphenolicextracts as anactive packaging for almond and beef 2023.

**Marion H et al** Plastique et environnement, Christian PENU, Marion HELOU, AM3317, 2017.

**Melha C et al** C. Melha, N. Lamia, Élaboration d'un composite à base de chitosane, Le polyacide lactique et Cloisite 30B par voie fondue, mémoire, Université A. MIRA – Bejaia ,2015.

**MICHEL F et al** Chimie et Physico-chimie Des Polymères (cours), 2e et 3e cycles. Dunod, Paris, 4-8, 2005.

**Mouas Y et al.,** Mouas Y, Benrebiha F Z, Chaouia C, évaluatio de l'activité antibactérienne de l'huile essentiel et de l'extrait méthanolique de romarin *rosmarinus officinalis L* 2017.

**Mohammed B** Etude des correlation structure-proprité tinctoriales des fibres d'acide polylactique (pla) thèse de doctorat université de haute alsace 2010.

**-N-**

**MOKRANI N** Préparation et étude du comportement de membranes biopolymère salginate de sodium/Chitosane,mémoire de magister UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES 2013.

**-O-**

**-P-**

**Pierre et Lis M** Secrets des plantes. Editions Artemis, Paris 1: 463 2007.

**Podsdek A** Natural antioxidants and antioxidant capacity of Brassica vegetables: A Review. LWT, 40:1-11. Percival SL. Microbiology of waterborne diseases. Ed. Elsevier Academic Press, Amsterdam; Boston, 2004, p. 480.

**-Q-**

**-R-**

**RezaRezanejad et al** Reza REZANEJAD, Seyed Mahdi OJAGH, Marzieh HEIDARIEH, Mojtaba RAEISI, Gholamreza RAFIEE, Alireza ALISHAHI Characterization of Gamma-Irradiated Rosmarinus officinalis L. (Rosemary) 2019.

**-S-**

**Sandrine PERINO** Extraction d'actifs cosmétiques technique d'ingénieur 2016.

**Sehari N-H** Etude de l'effet de l'huile essentielle du Rosmarinus officinalis et de la Mentha pulegium dans la lutte biologique contre les parasites des denrées stockées. Thèse de Doctorat en Biodiversité Végétale. Univ de Djillali Liabes de Sidi Bel Abbes. p 71-72 2018.

**Silvestre C et al** Silvestre C, Duraccio D, Cimmino S. 2011. Food packaging based on polymersnanomaterial's 2011.

**-T-**

**Tawaha et al., 2007** Tawaha K., Alali F. Q., Gharaibeh M., Mohammad M. and El-Elimat T. (2007), Antioxidant activity and total phenolic content of selected Jordanian plant species. Food Chem; 104: 1372-1378.

**Tinsson** Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques. Springer Science & Business Media 2010.

**Tsai et al., 2007** In vitro inhibitory effects of rosemary extracts on growth and glucosyltransferase activity of streptococcus sodrinus .Food chem. (inpress) 2007.

**-U-**

**-V-**

## *Référence bibliographique*

**Valnet** Mémoire Étude de l'activité antibactérienne d'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* cultivée à Jijel 1990.

**Vink E et al** E.Vink, R. Ra'bago, D. Glassner, B. Springs, R.P. O'Conner, J. Kolstad, R. Gruber, the sustainability if nature works TM polylactidefibers: an update of future, *Macromolecularbioscience*; Initiated by yhe 1st international conference on bio-basedpolymer, 2003.

**-W-**

**Wang & Weller** Recentadvances in extraction of nutraceuticalsfrom plants. *Trends in Food Science and Technology*. 17, 300-312 2006.

**WECKESSER et al** Screening of plant extracts for antimicrobialactivityagainstbacteria and yeastwithdermatological relevance. *Phytomedicine*. (In press) 2007.

**Wesch C et al** C. Wesch, K. Bredimus, M. Paulus, R. Klein, Towards the suitable monitoring of ingestion of microplastics by marine biota: A review, *Environ. Pollut.* 218 1200–1208 2016.

**-X-**

**-Y-**

**Yeoh et al** Yeoh, S., Shi J., Langrish, T.A.G Comparisonsbetweendifferent techniques for waterbased extraction of pectinfrom orange peels. *Desalination*. 218, 229-237 2008.

**Yesil-Celiktas O et al** Yesil-Celiktas O., Girgin G., Orhan H., Wichers H-J., Bedir E. and Vardar-Sukan F Screening of free radical scavenging capacity and antioxydant activities of *Rosmarinus Officinalis* extract with Focus on location and harvesting times. *European food research and technology* 224 : 443-51 2007.

**-Z-**

**Zaazi.S** Préparation des films alimentaires à base des PLA et l'extrait de thym : étude et caractérisation » Université A. MIRA – BEJAIA 2021

**Zehani.R** Etude de lavariabilité anatomique et phytochimique des extraits aqueux de romarin (*rosmarinusofficinalis* L. originaire de différentes régions d'Algéries. Mémoire mastère université de Blida 1 2020.

## **Résumé**

L'objectif de ce travail est d'élaborer un biofilm alimentaire à base de PLA et d'extrait éthanolique de romarin. En premier lieu, l'extrait éthanolique de romarin qui est utilisé comme principe actif dans les films est soumis à différentes analyses : caractérisation structurale par IRTF, évaluation de l'activité antioxydante ; antibactérienne et antifongique. Ensuite, les films de PLA / EER ont été préparés par voie casting en utilisant un plan d'expérience factoriel complet à trois niveaux qui nous a permis d'étudier les paramètres influant sur l'activité antioxydante. Les films sont soumis à plusieurs analyses : caractérisation structurale par IR-TF, la variation du taux d'absorption d'eau, test d'épaisseur et l'activité antioxydante.

Les résultats obtenus ont montrés que les films élaborés possède une forte activité antioxydante, nous avons obtenu un film optimal qui peut constituer un emballage alimentaire aux conditions suivantes : Quantité de l'extrait de romarin: 8%, et 60 min de temps d'agitation, Taux d'absorption d'eau : 5.6 %, épaisseur 0.1 mm et une activité antioxydante 79.61%.

**Mots clés :** Emballage alimentaire, poly-acide-lactique, rosmarinus officinalis, activité antioxydante, activité antibactérienne.

## **Abstract**

The aim of this work is to develop a food biofilm based on PLA and ethanolic rosemary extract. First, the ethanolic extract of rosemary used as the active ingredient in the films is subjected to various analyses: structural characterization by FTIR, evaluation of antioxidant, antibacterial and antifungal activity. Next, PLA / EER films were prepared by casting using a complete three-stage factorial experimental design, enabling us to study the parameters influencing antioxidant activity. The films were subjected to several analyses: structural characterization by IR-TF, variation in water absorption rate, thickness test and antioxidant activity.

The results showed that the films produced have a high antioxidant activity, and we obtained an optimum film that can be used as food packaging under the following conditions: Quantity of rosemary extract: 8%, 60 min agitation time, water absorption rate: 5.6%, thickness 0.1 mm and antioxidant activity 79.61%.

**Key words:** Food packaging, poly-lactic acid, rosmarinus officinalis, antioxidant activity, antibacterial activity.