

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique

Université A /Mira de Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie



Département des Sciences Alimentaires

Spécialité : Conservation des Aliments et Emballage

Mémoire En vue de l'obtention du diplôme de Master

Thème

*Développement et caractérisation d'un
emballage actif à base de polymère
biodégradable et d'extrait de plante*

Présenté par :

M^{elle} Bairi Hania

M^{elle} Baziz Nadjat

Soutenu le 26/06/2023

Mme MESKI SAMIRA

MCA

Mme SIDANE DJAHIDA

MCB

Mme IHAMOUCHE CHADIA

M.C.A

Devant le jury composé de :

Présidente

Examinatrice

Promotrice

Année universitaire 2023/ 2024

Remerciement

On tient tout d'abord à remercier Dieu tout-puissant de nous avoir accordé la force et la volonté nécessaires pour accomplir ce modeste travail.

Au terme de ce travail, nous souhaitons exprimer nos vifs remerciements les plus sincères à notre honorable promotrice, Madame BENMERAD CHADIA, pour avoir eu l'amabilité de diriger ce travail. Nous tenons à lui exprimer notre profonde et sincère reconnaissance, ainsi que notre profond respect, pour tous ses efforts, sa gentillesse, ses précieux conseils, sa confiance et son intérêt porté à ce sujet de recherche, qui nous ont permis de mener à bien ce travail.

Nos sincères remerciements s'adressent également les membres du jury Mme MESKI SAMIRA et Mme SIDANE DJAHIDA pour avoir accepté de corriger et d'évaluer notre travail.

Nous aimerions également adresser nos remerciements spéciaux à Madame MERZOUK.H et Madame TOUATL.N pour leur aide précieuse, leur soutien, leur disponibilité et leur gentillesse.

Nous souhaitons également exprimer nos remerciements aux ingénieurs du laboratoire de Microbiologie des Sciences Alimentaires pour leur aide dans la réalisation de la partie microbiologique de ce mémoire, Ils nous ont mis à l'aise dans le laboratoire.

Nous tenons à remercier les enseignants que nous avons eus tout au long de notre parcours universitaire, ainsi que notre chef de département. Enfin, nous souhaitons beaucoup de réussite à nos camarades de promotion.

Un grand merci à nos chers parents pour leur soutien inconditionnel, leurs sacrifices et leurs encouragements

Hania Nadjat



Dédicaces

Avec mes sentiments de gratitude les plus profonds, je dédie ce modeste travail :

À la prunelle de mes yeux, ma mère, la source de ma vie, d'amour et de tendresse, qui n'a cessé de m'encourager et de prier pour moi. Elle a consacré sa noble existence à bâtir la mienne. Puisse Dieu le Tout-Puissant lui accorder une meilleure santé et une longue vie.

À mon père, mon idole dans la vie et mon roc solide, à l'œil attentif. Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments. Son amour et son affection ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui. Que Dieu le préserve et lui procure santé et longue vie.

À mes adorables sœurs : Keltouma, Ouarda, Maria et Wissam. Merci pour votre soutien moral et d'avoir toujours été présentes quand j'en avais besoin. Que Dieu vous garde et illumine vos chemins. et un grand particulier à ma chère sœur Ouarda qui a su m'orienter et me faire apprendre de ses expériences.

À mon très cher et tendre mari Hakim, en signe d'amour et de gratitude pour m'avoir soutenue et encouragée, pour sa fidélité et sa gentillesse. Et à ma belle-famille bien sûr.

À mes chers grands-parents et à la mémoire de mon grand-père, que Dieu l'accueille dans son vaste paradis, ainsi qu'à tous mes tantes, oncles, cousins et cousines, et à toute la famille.

À mon binôme et ma meilleure amie Hania. À tous les moments formidables que nous avons passés ensemble, à tous nos souvenirs. Merci à toute sa famille.

À toute personne ayant cru en moi, qui m'a encouragée et qui a été là pour moi, que ce soit pour ce travail ou dans ma vie quotidienne.

Nadjet



Dédicaces

Avec mes sentiments de gratitude les plus profonds, Je dédie ce modeste travail :

A la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur de ma vie ma mère qui m'a apporté son appui durant toutes mes années d'étude, pour tous les sacrifices qu'elle me contente, toute la confiance qu'elle m'accorde et tout l'amour dont elle m'entoure dieu te garde pour moi.

A mon père : mon idole dans la vie et mon roc solide, l'œil attentif. Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, merci pour toute ton affection que dieu te préserve et te procure santé et longue vie.

A mes adorables sœurs : Thiziri, Nassima, warda, et sylvia merci pour le soutien moral et d'avoir toujours été présentes quand j'en avais besoin. Que Dieu vos garde et illumine vos chemins.

A mon chère et unique frère Mohand dieu le garde pour nous et beaucoup de bonheur dans sa vie.

A mon très cher et tendre fiancé Yacine pour son soutien et tout son encouragement et sa fidélité et sa gentillesse et à ma belle-famille.

A mes chers grands parents et à la mémoire de mon grand-père que dieu l'accueille dans son vaste paradis et à tous mes tantes, oncles, cousins et cousines et à toutes la famille.

A mon binôme et ma meilleure amie Nadjat A tous les moments formidables qu'on a passé ensemble, à tous nos souvenirs et merci pour toute sa famille.

À toute personne ayant cru en moi, qui m'ont encouragé et qui ont été là pour moi que ce soit pour ce travail ou dans ma vie quotidienne.

Hania



Sommaire

Sommaire

Liste des abréviations	i
Liste des figures	ii
Liste des tableaux	iii
Introduction générale.....	1

Chapitre I : Synthèse bibliographiques

I.1. Généralité sur les emballages alimentaires	3
I.1.1. Définition d'un emballage	3
I.1.2. Concept de l'emballage alimentaire	3
I.1.3. Fonctions d'emballage	3
I.1.4. Différents types d'emballage.....	4
I.1.5. Matériaux d'emballage.....	5
I.1.5.1. Emballages plastiques	5
a. Emballages flexibles	5
b. Emballages rigides ou semi rigides.....	6
c. Emballages composites et multicouches	7
d. Emballages actifs.....	7
e. Emballages intelligents	8
I.1.6. Interaction contenant / contenu dans l'emballage.....	9
a. Migration	9
b. Perméabilité.....	10
c. Sorption	10
I.1.7. Règlementation sur les emballages alimentaires.....	10
a. En Europe	10
b. En Algérie	11
I.2. Alginate de sodium	11
I.2.1. Définition	11
I.2.2. Source d'alginate	12
I.2.3. Composition chimique	12
I.2.4. Propriétés.....	13
I.2.4.1. Masse moléculaire moyenne	13

I.2.4.2. Le rapport M/G.....	13
I.2.4.3. Solubilité	14
I.2.4.4. Gélification.....	14
I.2.5. Applications des alginates	15
I .2.5.1.Domaine alimentaire	15
I .2.5.2. Domaine textile	15
I .2.5.3.Domaine pharmaceutique	15
I .2.5.4.Domaine cosmétiques	15
I .2.5.5.Domaine de moulage	16

Chapitre II : Etat d'art sur les huiles essentielles

II.1. Définitions	17
II.2. Localisation et répartition des huiles essentielles dans les plantes aromatiques	17
II.3. Composition chimique	17
II.3.1. Dérivés terpéniques.....	18
II.3.2. Composés phénoliques aromatiques	18
II.3.3. Composés d'origine diverses	19
II.4. Rôle des huiles essentielles.....	19
II.5. Mode d'extraction des huiles essentielles.....	20
II.5.1. Entraînement à la vapeur d'eau	20
II.5.2. Extraction par les solvants volatils.....	20
II.5.3. Expression à froid	21
II.5.4. Hydrodistillation	21
II.5.5. Extraction par micro-ondes	21
II.5.6. Extraction par ultra-sons	22
II.5.7. Extraction par des gaz supercritiques.....	22
II.6. Principales propriétés des huiles essentielles.....	23
II.6.1. Propriétés physique	23
II.6.2. Activités biologiques.....	23
II.6.2.1. Activité antimicrobienne	23
II.6.2.2. Activité antioxydantes	23
II.7. Domaine d'application des HE.....	24

II.7.1. Agro-alimentaire	24
II.7.2. Parfums et Cosmétiques.....	24
II.7.3. En pharmacie	24
II.7.4. Domaine médical	25
II.8. Toxicité des huiles essentielles	25
II.9. Identification de la plante à utiliser- Eucalyptus globulus	26
II.9.1. Définition	26
II.9.2. Caractéristiques botaniques	26
II.9.3. Culture.....	27
II.9.4. Propriétés thérapeutiques	27
II.9.5. Composition chimique	28
II.9.6. Utilisation.....	28
II.9.6.1. Domaine médicale	28
II.9.6.2. Domaine de l'industrie.....	28
II.9.6.3. Domaine cosmétique.....	29

Chapitre III : Matériels, méthodes et techniques de caractérisation

III.1. Matériaux.....	30
III.1.1. Alginate de sodium.....	30
III.1.2. Feuilles d'eucalyptus (HE _S E)	30
III.1.3. Glycérol	30
III.1.4. Chlorure de calcium (CaCl ₂)	31
III.1.5. Tween 80	31
III.1.6. DPPH.....	31
III.1.7. Souches bactériennes	31
III.2. Protocoles expérimentaux.....	32
III.2.1. Extraction d'huile essentielle d'eucalyptus (HEs).....	32
III.2.1.1. Par Hydrodistillation.....	32
III.2.1.2. Par Ultrason	32
III.2.2. Préparation des films Alg/HEE par voie casting	32
III.2.3. Réticulation des films	33
III.2.4. Formulations	33
III.3. Techniques de caractérisation.....	34

III.3.1. Rendement	34
III.3.2. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF)	34
III.3.3. Test de gonflement	34
III.3.4. Test de solubilité.....	34
III.3.5. Activité antioxydante.....	35
III.3.6. Activité antibactérienne	35
a. Préparation de l'inoculum	35
b. Préparation de milieu.....	36
c. Antibiogramme	36

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Rendement.....	37
IV.2. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF).....	38
IV.3. Test de gonflement	42
IV.4. Test de solubilité	44
IV.5. Activité antioxydante	45
IV.6. Activité antibactérienne.....	48
Conclusion	50
Références bibliographiques	

Liste des abréviations

Liste des abréviations

EVOH : Ethylène vinyl alcohol.

PVdC : Polychlorure de vinylidène.

PVC : Polychlorure de vinyle.

HIPS : Polystyrène à haut impact.

LMG : Limite de migration globale.

LMS : Limite de migration spécifique.

DJA : Dose journalière admissible.

QM : Concentration maximale dans le matériau.

QMA : Concentration maximale par unité de surface.

DPPH : 2, 2-diphényl-1-picrylhydrazyle.

BHT : Butyl hydroxy toluène.

HEs : Huiles essentielles.

HEsE : Huiles essentielles eucalyptus globulus.

HEs-Hy : Huiles essentielles par Hydrodistillation.

HEs-Us : Huiles essentielles par Ultrason.

IRTF : Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier.

CPG/SM : Chromatographie en phase gazeuse couplé à la spectroscopie de masse.

F_{alg/HEs} : Film Alginate et l'huile essentielle eucalyptus.

M_w : Masse moléculaire moyenne en poids.

CaCl₂ : Chlorure de calcium.

TG : Taux de gonflement.

MS : Masse initiale de film sec.

TS : Taux de solubilité.

RMN : Résonance magnétique nucléaire.

Rapport L/S : Rapport Liquide/Solide

Ca : Calcium

DL₅₀ : Dose Létale

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I : Classification du genre *Eucalyptus*

Tableau II : Caractéristiques de l'alginate de sodium (Sigma-Aldrich).

Tableau III : Compositions des différentes formulations :

Tableau IV : Différentes concentrations des solutions diluées de l'huile essentielle

Tableau V : Rendements en huiles essentielles d'eucalyptus en fonction de la méthode d'extraction.

Tableau VI : Bandes IR caractéristiques des HE extraites par hydrodistillation et ultrason.

Tableau VII : Résultat de l'évolution de l'activité antioxydant de l'HE d'*Eucalyptus globulus*

Liste des figures

Liste des figures

- Figure 1.** Fonctions d'emballage.
- Figure 2.** Classification des emballages.
- Figure 3.** Types d'emballage flexibles.
- Figure 4.** L'emballage rigide.
- Figure 5.** Types d'emballage multicouches.
- Figure 6.** L'emballage actif.
- Figure 7.** L'emballage intelligent.
- Figure 8.** Différentes interactions entre l'emballage, le produit et l'environnement.
- Figure 9.** Monomères de la chaîne alginat.
- Figure 10.** Schéma des blocs composant l'alginate.
- Figure 11.** Mécanisme de gélification des alginates.
- Figure 12.** Structure de l'isoprène (C₅H₈).
- Figure 13.** Exemple des structures des phénylpropanoïdes.
- Figure 14.** Feuilles d'Eucalyptus globulus.
- Figure 15.** Structure de l'alginate de sodium.
- Figure 16.** Réduction du 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle en diphényle picryl hydrazine.
- Figure 17.** Altercation des ions Ca²⁺ dans le poly-gulonate (G).
- Figure 18.** Spectre IRTF de l'huile essentielle extraite par Hydrodistillation et Ultrason.
- Figure 19.** Spectres IRTF d'Alginate du sodium et des films Alg /HE_S-Us à différent taux
- Figure 20.** Spectres IRTF d'Alginate du sodium et des films Alg /HE_S-Hy à différent taux
- Figure 21.** Evolution du taux de gonflement des films Alg/Huile essentielle d'eucalyptus
- Figure 22.** Evolution du taux de solubilité des films Alg/HES-Hy et Alg/HES-Us à différent concentration
- Figure 23.** Evolution d'activité antioxydant en fonction de différentes concentrations d'HE d'eucalyptus globulus extraite par Us.
- Figure 24.** Résultat de l'activité antioxydant des films Alg/HE à différentes concentrations
- Figure 25.** Effet de la bactérie à gram positif « *Staphylococcus aureus* » sur l'huile essentielle Eucalyptus Globulus

Introduction

Introduction

L'instinct de protéger, de conserver et de transporter la nourriture a mené inconsciemment à l'utilisation de l'emballage alimentaire. Les emballages actifs, qui vont au-delà de la simple barrière physique, offrent des fonctionnalités supplémentaires pour prolonger la durée de conservation, prévenir la détérioration et maintenir la qualité organoleptique des produits. Cependant, de nombreux emballages actifs contiennent des substances synthétiques et artificielles qui peuvent présenter des effets néfastes sur la santé humaine. Par conséquent, de nouvelles alternatives naturelles sont explorées, telles que l'utilisation des huiles essentielles et d'extraits de plantes aromatiques et médicinales.

L'homme a eu recours aux plantes pour se nourrir, se maquiller, se parfumer, mais aussi pour se soigner sans connaître réellement les propriétés de ces plantes, ni avoir la moindre connaissance scientifique, expliquant leurs vertus. La science confirme les différentes vertus des plantes aromatiques et de leurs huiles essentielles (HE) et leurs extraits bruts dans plusieurs domaines d'application tels que l'industrie alimentaire comme additifs et dans les cosmétiques, les parfumeries, en volume impressionnant. Elles rentrent également dans la composition de plusieurs médicaments, sous forme de crèmes, gélules et suppositoires. La composition chimique des huiles essentielles est d'une grande complexité, ce qui les rend inimitables, car chaque HE regroupe en réalité plusieurs substances actives inépuisables et renouvelables. On peut les recueillir de toutes les parties de la plante (fleurs, fruits, graines, écorces, tiges, ou parfois de la plante entière). Il est bien connu que les huiles essentielles présentent une activité antiseptique non négligeable. Elles exhibent une activité antibactérienne, antivirale, antimycotique, antioxydante, antiparasitaire, et aussi un effet insecticide (*Gontard N, 2017*). Ces propriétés sont largement exploitées dans l'élaboration de nouvelle formulation d'emballage actif.

C'est dans cette optique que s'inscrit notre travail, qui a pour objectif, le développement d'un nouvel emballage à base d'une matrice biodégradable qui est l'alginate de sodium et l'huile essentiel d'eucalyptus obtenu par deux procédés d'extraction à savoir l'hydrodistillation par Clevenger et la distillation assisté par ultrason. Cette huile a été utilisée à différents taux 3,5 et 7% comme agent antioxydant et antibactérien dans le but de prolonger la durée de vie des aliments emballés.

L'alginate de sodium est un polysaccharide linéaire et anionique qui est produit par les algues brunes ou par certaine bactérie. Et est très utilisé dans l'industrie agroalimentaire en tant qu'épaississant, texturant, conservateur, stabilisateur, agent filmogène et gélifiant. Dans l'industrie textile, comme épaississant pour les pâtes d'impression, stabilisateur pour les teintures, ainsi que comme agent plastifiant. Très appréciée par les dentistes pour réaliser des empreintes dentaires précises, et comme stabilisateur d'émulsions dans les produits cosmétiques et pharmaceutiques. Quant à la plante, le choix est porté sur l'eucalyptus globulus, également connu sous le nom de Gommier bleu, originaire d'Australie, cet arbre à croissance rapide s'est adapté avec succès aux climats méditerranéens et aux régions subtropicales (**Wichtl et Anton, 2003**). Il existe plusieurs espèces d'eucalyptus, qui partagent des caractéristiques communes. C'est un arbre à tronc lisse, caractérisé par une croissance extrêmement rapide, pouvant atteindre jusqu'à 60 mètres de hauteur. C'est un arbre aromatique qui possède des composants odorants et de nombreuses vertus médicinales (**Curir et al. 1995**).

Pour ce faire, nous avons subdivisé notre travail de recherche en quatre chapitres. Le premier examine l'état de l'art sur les emballages, en mettant l'accent sur leur définition, leur concept et leurs fonctions. Nous aborderons également la matrice d'alginate, en explorant ses sources, son origine et sa composition chimique. Le deuxième chapitre se concentre sur une étude approfondie des huiles essentielles et des extraits d'eucalyptus, que nous extrairons à la fois par hydro distillation et par ultrasons. Différent matériels, méthodes et techniques de caractérisation dont énumérés dans le troisième chapitre. Enfin, le dernier chapitre présentera une discussion approfondie des principaux résultats obtenus, suivie d'une conclusion générale.

*Chapitre I : Synthèse
bibliographique*

Chapitre I : Synthèse bibliographiques

I.1. Généralité sur les emballages alimentaires

I.1.1. Qu'est-ce qu'un emballage ?

La définition du terme « emballage » dans la directive européenne 94/62/CE (Européen Commission 1994), l'emballage est défini comme: « Tout produit constitué de matériaux de toute nature, destiné à contenir et à protéger des marchandises données, allant des matières premières aux produits finis, à permettre leur manutention et leur acheminement du producteur au consommateur ou à l'utilisateur, et à assurer leur présentation. Tous les articles à jeter (usage unique) utilisés aux mêmes fins doivent être considérés comme des emballages».

I.1.2. Concept de l'emballage alimentaire

Les emballages sont des éléments incontournables pour la conservation des aliments, car ils assurent leur sécurité et leur qualité. En effet, la plupart des produits alimentaires sont emballés de manière à protéger leur contenu contre les dommages chimiques (migration), biologiques (micro-organismes, insectes, rongeurs,...), physiques (gaz, l'humidité, la lumière) et mécaniques (chocs, vibrations, compression, flexion), à prolonger leur durée de vie et à maintenir leur qualité et leur sécurité pendant le transport et la distribution (**Yahyaoui, 2020**).

I.1.3. Fonctions d'emballage

Les fonctions de l'emballage sont multiples (**Figure 1**) et essentielles pour garantir que le produit arrive en bon état jusqu'au consommateur final. Tout d'abord, l'emballage doit remplir sa fonction de base qui est de *contenir* le produit, puis il doit *protéger et conserver* le produit contre toute agression extérieure. Enfin, pour promouvoir le produit, attirer et informer le consommateur, différentes fonction de marketing sont utilisées, entre autre, la fonction alerte pour attirer l'attention, la fonction information pour informer sur le produit, la fonction service pour faciliter l'utilisation et la fonction positionnement et attribution pour distinguer et identifier le produit (**Frédéric et al. 2022**).

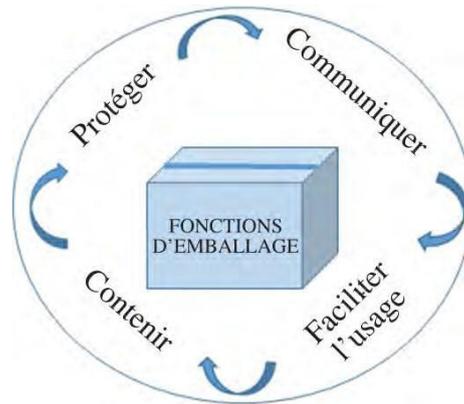


Figure 1. Fonctions d'emballage (Robertson, 2013).

I.1.4. Différents types d'emballage

Selon Ctac (2010) Pour avoir une terminologie technique précise, il est important de se référer à une classification des termes clés de l'industrie de l'emballage alimentaire (Figure 2). Voici les différents types d'emballages :

- **L'emballage primaire** : Il est en contact direct avec le produit et a pour objectif de le contenir et de le protéger contre toute contamination externe.
- **L'emballage secondaire** : Il est souvent utilisé pour protéger l'unité de vente ou faciliter l'utilisation du produit. Plusieurs emballages primaires peuvent être inclus dans un emballage secondaire.
- **L'emballage d'expédition** : Il regroupe plusieurs emballages secondaires pour faciliter la manutention et la protection des contenants pendant le transport.
- **L'emballage tertiaire** : Il est souvent composé de palettes réutilisables en bois ou en plastique, qui permettent le transport, le stockage et la manutention de certaines quantités d'unités d'expédition.



Figure 2. Classification des emballages (Ctac, 2010)

I.1.5. Matériaux d'emballage

Les matériaux d'emballage alimentaire sont nombreux et ont des caractéristiques et des performances différentes. Les matériaux les plus courants sont le verre, le métal, le plastique, le bois, le carton et le papier (**Robertson, 2009**). Les emballages en bois ont des avantages écologiques car ils sont renouvelables, réutilisables et recyclables (**Fefpeb, 2020, Frédéric, 2022**). Les emballages en verre d'aujourd'hui sont plus légers et plus résistants (**Robertson, 2013**). Les emballages métalliques sont couramment utilisés pour les produits alimentaires et sont associés à la robustesse et à la durabilité. Les principaux secteurs qui utilisent ces emballages sont les produits en conserve, et les boissons (**Frédéric et al, 2022**). Le papier et le carton sont des matériaux d'emballage couramment utilisés qui sont recyclables jusqu'à sept fois. Les emballages en carton destinés à la réfrigération sont souvent cirés, ce qui les rend non recyclables dans certains pays (**Ctac, 2010**).

I.1.5.1. Emballages plastiques

Les emballages en plastique sont fabriqués à partir de matières synthétiques appelées polymères, qui sont composées de molécules de grande taille et peuvent être façonnées sous pression à chaud. La plupart des plastiques sont produits à partir de pétrole brut ou de gaz naturel (**Sakordeme, 2014**). Dans le domaine de l'emballage alimentaire, on utilise différents types de plastiques tels que le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le polyamide, le chlorure de polyvinyle, l'acétate de polyvinyle et le polyéthylène téréphtalate. Chacun de ces plastiques possède des propriétés et des caractéristiques de perméabilité aux gaz et à l'humidité qui lui sont propres (**Ctac, 2010**).

a. Emballages flexibles

Les emballages flexibles (**Figure 3**) peuvent être fabriqués à partir de différents matériaux non rigides, mais le terme "film flexible" est généralement utilisé pour désigner les polymères thermoplastiques qui sont capables de ramollir sous l'effet de la chaleur et de durcir en refroidissant. Certains films, comme le polyester, le polyéthylène à faible densité, le polypropylène et le polyamide, peuvent être orientés en les étirant pour aligner les molécules et améliorer la résistance, la clarté et la flexibilité du film (**Kirwan, 2011 ; Soroka, 2010**).



Figure 3. Types d'emballage flexibles.

b. Emballages rigide ou semi rigides

Les emballages rigides ou semi-rigides (**Figure 4**), tels que les plateaux, les tasses, les cuves, les bouteilles et les bocaux, sont fabriqués à partir de polymères simples ou co-extrudés. Bien qu'ils ne soient pas réutilisables, ils ont une résistance thermique limitée et sont moins rigides que le verre ou le métal. Il existe sept méthodes de fabrication de ces contenants, telles que le thermoformage, le moulage par soufflage, le moulage par injection, l'injection soufflage, l'extrusion soufflage, l'étirement soufflage et le moulage par soufflage multicouche. Le polystyrène est souvent co-extrudé avec des matériaux tels que l'éthylène vinyl alcool (EVOH) ou le Polychlorure de vinylidène (PVdC/PVC) pour fabriquer des récipients semi-rigides et des bouteilles moulées par soufflage. Polystyrène à haut impact (HIPS) est également utilisé pour produire des récipients rigides ou semi-rigides, tels que des plateaux pouvant être congelés (**Soroka, 2010**).



Figure 4. L'emballage rigide.

c. Emballages multicouches

Les emballages composites et multicouches permettent de combiner les avantages de différents matériaux. Étant donné que chaque type d'emballage possède des avantages et des inconvénients propres, il est possible de conjuguer les propriétés complémentaires de chaque matériau pour concevoir un emballage efficace. Par exemple, en utilisant du carton, une ressource renouvelable, on peut rencontrer des problèmes d'étanchéité. Pour pallier cela, on peut associer du plastique qui possède des propriétés d'étanchéité intéressantes. De cette manière, les propriétés des différents matériaux sont utilisées de manière optimale pour obtenir un emballage qui répond aux exigences de conservation et de protection des produits (Ctac, 2010).



Figure 5. Types d'emballage multicouches

d. Emballages actifs

Les emballages actifs (Figure 6) pour les produits alimentaires sont fabriqués à partir de matériaux qui contiennent des additifs actifs tels que des agents antimicrobiens et antioxydants, incorporés dans la matrice polymérique pour prolonger la durée de conservation et améliorer les propriétés des aliments emballés (Del Nobile et al. 2009). Contrairement aux emballages conventionnels, ces emballages alimentaires actifs peuvent offrir plusieurs fonctions, comme la réduction de l'oxygène ou l'activité antimicrobienne (Quintavalla et Vicini 2002). Les matériaux d'emballage peuvent également absorber des substances responsables de la détérioration des aliments ou libérer des composants dans les aliments. Ces substances actives peuvent être placées dans un support distinct ou directement incorporées dans le matériau d'emballage. L'emballage actif répond à la demande croissante des consommateurs pour des matériaux d'emballage naturels, recyclables et biodégradables (Ribeiro-Santos, et al. 2017).



Figure 6. L'emballage actif.

e. Emballages intelligents

Un emballage intelligent est capable de surveiller le produit, de détecter les conditions internes ou externes de l'emballage et de communiquer avec le consommateur en fournissant des informations ou en signalant les problèmes éventuels grâce à des capteurs ou des puces implantés sur l'emballage. Il est important de noter que les termes emballage intelligent et emballage actif ne sont pas mutuellement exclusifs, car certains systèmes d'emballage peuvent être classés dans les deux catégories. Il y a environ une décennie, l'emballage intelligent n'était pas un concept commercialement viable en raison du coût élevé des appareils d'emballage et des réseaux informatiques très limités. Cependant, la technologie de l'information plus puissante et plus abordable a créé un environnement favorable à la prospérité de cette technologie (Yam. et al 2005).



Figure 7. L'emballage intelligent.

I.1.6. Interaction contenant / contenu

Plusieurs types d'interactions peuvent se produire entre un contenant (emballage) et son contenu (produit emballé), pouvant entraîner des modifications des propriétés organoleptiques de l'aliment ou des problèmes toxicologiques. En outre, ces interactions peuvent influencer les propriétés mécaniques de l'emballage, entraînant une réduction de sa résistance (NgocGiang, 2015). Les interactions contenant/contenu peuvent être subdivisées en trois types, à savoir la *migration*, la *perméabilité* et la *sorption*, comme illustré dans la **Figure 8** (Alamri et al. 2021).

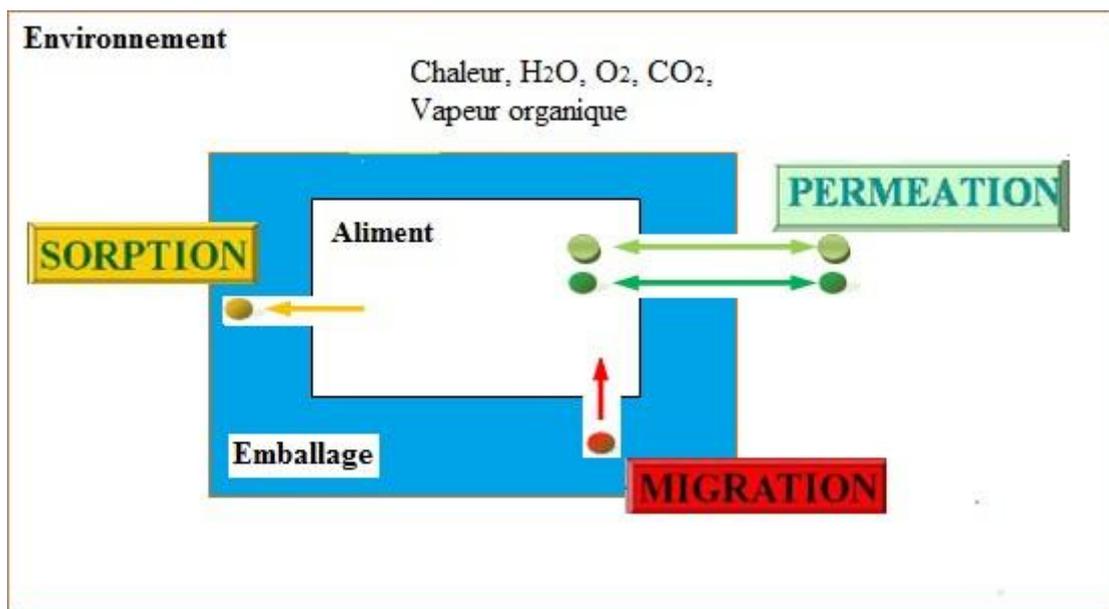


Figure 8. Différentes interactions entre l'emballage, le produit et l'environnement (NIELSEN, et al. 1994)

a. Migration

De nombreuses recherches ont été menées sur les problèmes de qualité, d'hygiène et de sécurité alimentaire liés à la migration des composés de l'emballage vers les produits. Les matériaux plastiques utilisés pour fabriquer des emballages nécessitent l'ajout d'additifs tels que des plastifiants, des antioxydants, ...etc. pour améliorer leurs propriétés. Cependant, certains de ces additifs peuvent se diffuser hors de l'emballage et contaminer le produit. La migration est le processus de transfert des composés de l'emballage vers le produit emballé, et elle peut être mesurée par la migration globale (perte de masse totale de migrants) et la migration spécifique (identification des composants qui migrent). Des travaux expérimentaux ont été menés pour étudier la migration des additifs de l'emballage plastique vers les aliments, notamment ceux de

Rosca et al. (2007). D'autres recherches ont proposé des modèles de migration, tels que Migratest Lite développé par **Brandsh et al. (2002)** et un modèle mathématique développé par **O'brien et al. (2001)** pour prédire la migration des additifs du polypropylène dans l'huile d'olive. Des modèles basés sur la méthode des éléments finis ont également été développés pour simuler la migration dans des emballages multicouches par **Roduit et al. (2005)**.

b. Perméabilité

Les emballages doivent être suffisamment étanches pour protéger le produit contre les odeurs extérieures, maintenir ses qualités sensorielles et assurer une durée de conservation adéquate. Ainsi, il est crucial de mesurer la perméabilité des matériaux d'emballage à l'oxygène, la vapeur d'eau, les vapeurs organiques et les composés aromatiques. La perméabilité correspond à la quantité de vapeur qui traverse un polymère soumis à une différence d'activité de la vapeur (**Soares, et al. 1999**) et (**Ulisten, et al. 2003**). Elle est plus importante pour les molécules linéaires ou allongées que pour celles de géométrie sphérique et varie selon l'état du polymère (caoutchoutique ou vitreux, amorphe ou semicristallin). Des études ont montré que la perméabilité à l'oxygène et à l'azote augmente avec la température (**Jasenka, et al. 2000**). D'autres études ont examiné l'influence de certains traitements sur la perméabilité, ainsi que la perméabilité de films laminés et co-extrudés pour emballer des fruits frais (**Del Nobile, et al. 2007**). Des modèles mathématiques ont été développés pour prédire les échanges gazeux dans des emballages à atmosphère modifiée (**Techavises, et al. 2008**).

c. Sorption

Le phénomène de sorption fait référence à la pénétration et à la dispersion d'une espèce dans un polymère, incluant l'adsorption, l'absorption, la diffusion et la dispersion de l'espèce dans un volume libre. La capacité de transport des espèces est influencée par leur capacité de mouvement ainsi que par la mobilité des chaînes polymériques. Les molécules du contenu peuvent s'adsorber sur les parois de l'emballage, puis pénétrer à travers le polymère si elles sont légères et peu encombrantes sur le plan stérique (**NgosGiang, 2015**).

I.1.7. Réglementation sur les emballages

a. En Europe

La réglementation européenne (**règlement 1935/2004 du Parlement Européen et du Conseil, directive 2002/72/CE amendée en 2004**) encadre les emballages alimentaires en vue de prévenir la migration de substances potentiellement nocives pour la santé humaine. Cette réglementation établit des limites de migration pour les substances présentes dans les

emballages et impose des restrictions sur les migrants potentiels tels que les résidus de monomères, les adjuvants technologiques, les produits de réaction ou de dégradation et les substances non autorisées. Les limites de migration comprennent la limite de migration globale (LMG) et la limite de migration spécifique (LMS) qui dépend de la dose journalière admissible (DJA). La concentration maximale dans le matériau (QM) et la concentration maximale par unité de surface (QMA) sont également utilisées pour évaluer les migrants potentiels. Un Règlement européen sur les matériaux et emballages actifs a été mis en place fin 2006 pour compléter les dispositions prévues dans le règlement 1935/2004. Il étendra les règles à tous les matériaux multicouches et transformera les QM et QMA en LMS.

b. En Algérie

En Algérie, la loi 09-03 du 29 safar 1430 correspondant au 25 février 2009 relative à la protection du consommateur et répression des fraudes réglemente les matériaux destinés à être en contact avec les denrées alimentaires. Les emballages doivent respecter la réglementation en vigueur, notamment le décret exécutif n°91-104 du 19 janvier 1991 qui concerne les matériaux en contact avec les denrées alimentaires et les produits de nettoyage. Le décret exécutif n°04-210 du 10 Joumada Ethania 1425 correspondant au 28 juillet 2004 qui fixe les caractéristiques techniques des emballages destinés à contenir des produits alimentaires ou à être manipulés par les enfants, ainsi que la Directive 2002/72/CE de la commission du 6 août 2002 qui concerne les matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

I.2. Alginate de sodium

I.2.1. Définition

L'alginate est un polysaccharide linéaire et anionique qui est produit par les algues brunes et les bactéries (**Hamid Akashet al, 2015**). Il a été découvert et extrait pour la première fois par Stanford en 1881 à partir de la matrice de la paroi cellulaire de l'algue *Laminariadigitata* (**Donati et al. 2009**). Ce polysaccharide est un constituant structurel des algues brunes marines, représentant jusqu'à 40% de la matière sèche. Il est principalement présent dans le mucilage intercellulaire et la paroi cellulaire des algues, sous forme d'un mélange insoluble de calcium, de magnésium, de potassium et de sels de sodium. La présence de l'alginate confère à l'algue sa force et sa flexibilité mécaniques, ainsi qu'un pouvoir de rétention d'eau qui prévient la déshydratation (**Aichour et Boudiaf, 2017 ; Donati et al. 2009**).

I.2.2. Source d'alginate

On trouve deux sources principales d'alginate : les bactéries et les algues brunes. Des bactéries aérobies fixatrices d'azote telles que *Azobacter vinelandii* et la bactérie pathogène opportuniste *Pseudomonas aeruginosa* sont capables de produire de l'alginate (**Vincent, 2010**).

A partir des algues. Les algues brunes sont les principaux organismes contenant de l'alginate, représentant plus de 40 % de leur poids sec. Les genres d'algues brunes tels que *Laminaires*, *Macrocystis* et *Fucus* sont les principaux utilisés par l'industrie pour la production d'acide alginique et d'alginate. D'autres genres de Phaeophyceae tels que *Ascophyllum*, *Ecklonia*, *Nereocystis* et *Durvillea* peuvent également être utilisés pour la production d'acide alginique (**Vincent, 2010**).

I.2.3. Composition chimique

L'alginate est un sel de l'acide alginique, qui est un polysaccharide linéaire, composé de (1-4)- β -D-mannuronique et de son épimère en C-5, l'acide α -L-guluronique (**Pereira et al, 2009**).

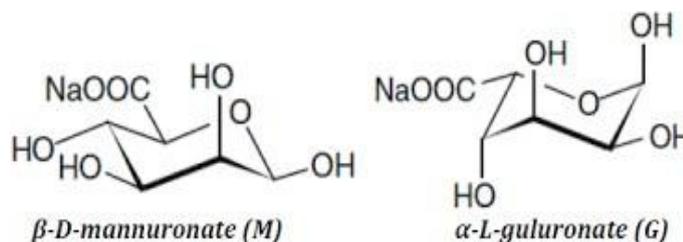


Figure 9. Monomères de la chaîne alginate

L'acide alginique est constitué de blocs d'acide polymannuronique (blocs MM), d'acide polyguluronique (blocs GG) et de séquences hétéropolymériques contenant à la fois des acides mannuronique et guluronique (blocs MG), arrangés en ordre. Les proportions de ces segments polymériques varient considérablement dans l'acide alginique extrait de différentes algues brunes. Le rapport des composants d'acide D-mannuronique et d'acide L-guluronique et leur séquence déterminent les propriétés observées pour les alginate extraits de différentes sources d'algues (**Haug et al, 1974 ; Glicksman, 1987**).

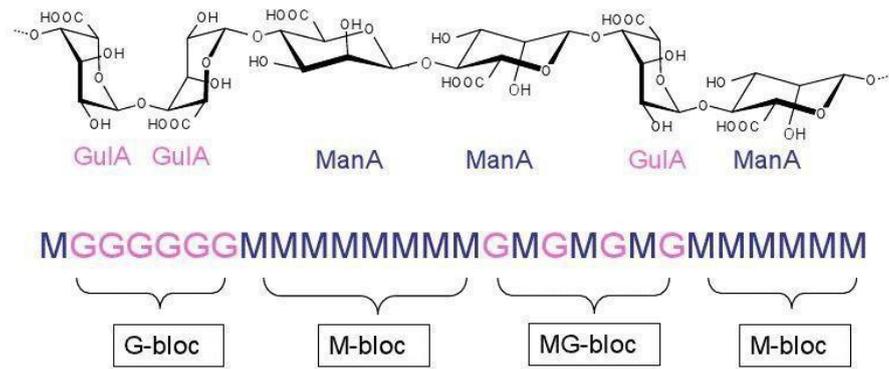


Figure 10. Schéma des blocs composant l'alginate

I.2.4. Propriétés

I.2.4.1. Masses moléculaire moyenne

L'alginate est caractérisé par différents paramètres tels que les masses moléculaires moyennes en poids (M_w) et en nombre (M_n) Hamimed (2016).

La masse molaire moyenne en nombre (M_n) est calculée en divisant la masse totale de toutes les macromolécules présentes dans un échantillon par le nombre total de macromolécules de cet échantillon, comme indiqué dans l'équation (1).

$$\bar{M}_n = \frac{\sum_i N_i \times M_i}{\sum_i N_i} \dots\dots\dots (1)$$

N_i : est le nombre de chaînes de masse molaire M_i .

La masse molaire moyenne en poids (M_w) est définie comme le rapport entre la somme des produits de la masse d'une chaîne i par sa masse molaire sur la masse totale des chaînes, équation (2).

$$\bar{M}_w = \frac{\sum_i m_i \times M_i}{\sum_i m_i} = \frac{\sum_i N_i \times M_i^2}{\sum_i N_i \times M_i} \dots\dots\dots (2)$$

I.2.4.2. Rapport M /G

Les caractéristiques structurales, qualitatives et fonctionnelles des alginates sont étroitement liées au rapport M/G, qui correspond au ratio entre le nombre de résidus de mannuronate et de guluronate. Un faible rapport M/G est associé à une forte capacité de gélification. Ce rapport peut varier considérablement en fonction de la source et de l'espèce d'algue, ainsi que des

traitements appliqués au polysaccharide. Il peut également varier en fonction de la partie de l'algue considérée. En général, le rapport M/G se situe entre 0,25 et 2,25, et peut être déterminé par des techniques telles que la RMN ou la chromatographie liquide échangeuse d'ions (Kloareg et Quatrano, 1988).

I.2.4.3. Solubilité

L'alginate de sodium est soluble dans l'eau, tout comme les autres sels d'alginate monovalents. Cependant, l'augmentation de la salinité du milieu peut diminuer progressivement la solubilité de l'alginate, et l'ajout de sels tels que le chlorure de potassium peut conduire à la séparation de phases. Les ions di- ou multivalents ont un effet encore plus prononcé, car ils augmentent la force ionique totale et peuvent provoquer la formation d'un réseau polymère à grande échelle, aboutissant à la formation d'un hydrogel (Donatiet al. 2009).

I.2.4.4. Gélification

La gélification des alginates résulte de l'association intermoléculaire entre les macromolécules. Les constituants mineurs jouent un rôle crucial dans la modification des propriétés mécaniques et physiques du gel final. La formation de textures variées dépend du nombre de jonctions inter-macromoléculaires. Toutefois, la gélification ne peut se produire sans la présence de réactifs capables de neutraliser les charges répulsives des carboxylates. Les alginates peuvent former des hydrogels en présence de cations divalents ou trivalents, grâce aux interactions électrostatiques entre les cations et les fonctions carboxylates portées par les monomères mannuronates (M) ou guluronates (G) des chaînes d'alginate (Figure 10). Plusieurs cations peuvent être utilisés pour la gélification, tels que Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Pd^{2+} , Ni^{2+} ... (Agulhon et al. 2014, Bierhalz et al. 2014, Kaklamani et al. 2014). Parmi ces cations, le cation Ca^{2+} est le plus souvent employé.

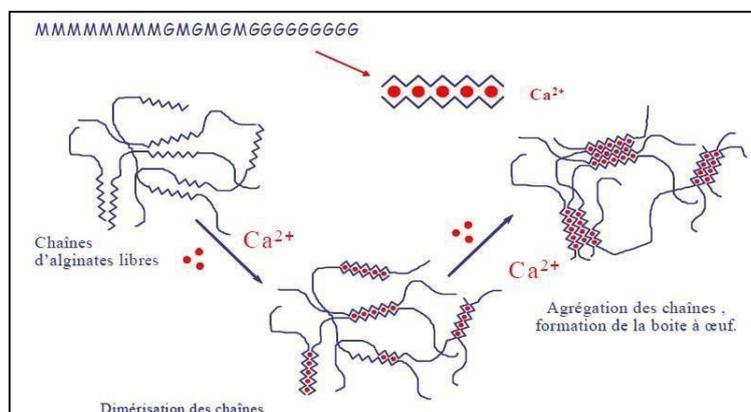


Figure 11. Mécanisme de gélification des alginates.

I.2.5. Application des algines

Ses propriétés colloïdales uniques en font un ingrédient polyvalent, pouvant être utilisé dans différents domaines (Loucif, 2018).

I.2.5. 1. Domaine alimentaire

Environ un tiers de la production mondiale d'alginate est utilisé dans l'industrie alimentaire, où il trouve une multitude d'applications en tant qu'épaississant, texturant, conservateur, stabilisateur, agent filmogène, gélifiant, etc. Par exemple, il peut être ajouté aux confitures, jus de fruits, sauces (moutarde, mayonnaise), potages, produits laitiers pour améliorer leur texture et leur stabilité. Dans les crèmes glacées, il agit comme stabilisateur en empêchant la formation de cristaux (Loucif, 2018).

I.2.5. 2. Domaine textile

La moitié de la production mondiale d'alginate est utilisée dans l'industrie textile, où il est utilisé comme épaississant pour les pâtes d'impression, stabilisateur pour les teintures, agent d'imperméabilisation, ainsi que comme agent plastifiant et filmogène (Bousmaha et Kebrit, 2021).

I.2.5.3. Domaine pharmaceutique

Cette industrie utilise environ 5% de la production mondiale d'alginate. L'alginate peut y être utilisé comme :

- Stabilisateur d'émulsions dans les produits cosmétiques et pharmaceutiques.
- Agglomérant dans la fabrication de comprimés.
- Épaississant et hémostatique dans les pommades, pansements et mèches nasales.
- Gélifiant dans les pâtes à empreinte dentaire utilisées en dentisterie (Bousmaha et Kebrit, 2021).

I.2.5.4. Domaine cosmétique

Les algues sont une source précieuse de principes actifs tels que des acides aminés, des sels minéraux, des oligo-éléments et des vitamines qui ont un rôle important dans les soins de la peau. Ces composants nourrissent, protègent, apaisent et ralentissent le vieillissement cutané. Les algues sont donc de plus en plus utilisées comme ingrédient clé dans les produits

cosmétiques tels que les savons, les shampooings, les masques, les crèmes, les sprays, les rouges à lèvres et les produits de maquillage (**Dhargalkar, 2005**).

I.2.5. 5. Domaine de moulage

Les professionnels de la dentisterie utilisent couramment l'alginate pour réaliser des empreintes dentaires précises. L'un des avantages de ce matériau est qu'il est hypoallergénique, ce qui le rend sûr pour une utilisation sur les patients. Cette propriété unique est également utilisée dans l'industrie cinématographique pour créer des effets spéciaux lors de la réalisation de moulages de parties du corps. (**Vincent, 2010**).

Chapitre II : Etat d'art sur les huiles essentielles

Chapitre II : Etat d'art sur les huiles essentielles

II.1. Définition

Les huiles essentielles sont des produits d'origine végétale contenant des principes actifs volatils. Elles sont composées de substances odorantes, huileuses, volatiles, et peuvent être incolores ou jaunâtres. Elles sont facilement altérables à l'air. Contrairement aux huiles fixes, elles ne sont pas grasses ou onctueuses au toucher (**Durvelle, 1930**).

Il existe différentes définitions des huiles essentielles, mais la plus générale, les décrit comme des mélanges de produits issus d'une espèce végétale, obtenus par distillation avec de la vapeur d'eau. Actuellement, on connaît environ 3000 huiles essentielles, mais seules 300 d'entre elles sont commercialisées (**Burt, 2004**).

II.2. Localisation et répartition des huiles essentielles dans les plantes aromatiques

Toutes les plantes ont la capacité potentielle de produire des huiles essentielles, bien que souvent en quantités minimales. Les plantes aromatiques sont celles qui en produisent en plus grande quantité, atteignant environ 1% de la plante (**Baser et al. 2009**). Les huiles essentielles sont largement répandues dans le règne végétal, principalement chez les plantes à fleurs, mais certaines plantes sans fleurs en contiennent également. Elles se trouvent généralement dans divers organes de la plante, tels que les glandes des poils sécréteurs ou les réservoirs intracellulaires en forme de canaux. Les huiles essentielles peuvent être stockées dans les feuilles, les fleurs, l'écorce, le bois, les racines, les rhizomes, les fruits et les graines (**Sharma et al. 2003**).

II.3. Composition chimique

En général, les huiles essentielles sont des mélanges complexes de différents constituants chimiques appartenant à diverses familles. Les familles chimiques les plus couramment présentes sont les terpénoïdes et les composés aromatiques. Cependant, on peut également y trouver des constituants aliphatiques issus de la synthèse des acides gras, ainsi que d'autres composants d'origines diverses, tels que des dérivés soufrés, des nitriles, des thiocyanates, bien que plus rarement (**Nyegue, 2005**).

II.3.1. Dérivés terpéniques

Les terpènes tirent leur nom de Kekulé, qui les a ainsi nommés en se basant sur la térébenthine (ter) et le pin (pène). Ce sont des composés formés par l'assemblage de deux ou plusieurs unités isopréniques, qui sont des unités constituées de cinq carbones, comme illustré dans la **Figure.11** (Capon et al. 1993).

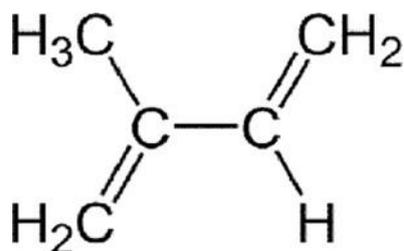


Figure12. Structure de l'isoprène (C₅H₈) (Bakkali et al. 2008)

Les terpènes les plus volatils, tels que les monoterpènes et les sesquiterpènes, sont les seuls présents dans la composition des huiles essentielles. Ils sont responsables de l'arôme des plantes. Cette odeur provient de la libération de molécules très volatiles contenant 10, 15 ou 20 atomes de carbone (Bruneton, 1999).

II.3.2. Composés phénoliques aromatiques

Les huiles essentielles contiennent également des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (C₆-C₃), bien que beaucoup moins fréquemment que les terpènes. Selon Lamamra (2018), ces composés, appelés phénylpropanoïdes ou composés phénoliques, sont synthétisés à partir des acides aminés aromatiques tels que la phénylalanine et la tyrosine. Ils se caractérisent généralement par la présence d'un groupe hydroxyle attaché à un cycle phényle (Toure, 2015). Ils jouent un rôle important dans les caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles. Un exemple notable est l'eugénol, responsable de l'odeur du clou de girofle, comme illustré dans la **Figure 12** (Kunle et Okogum, 2003).

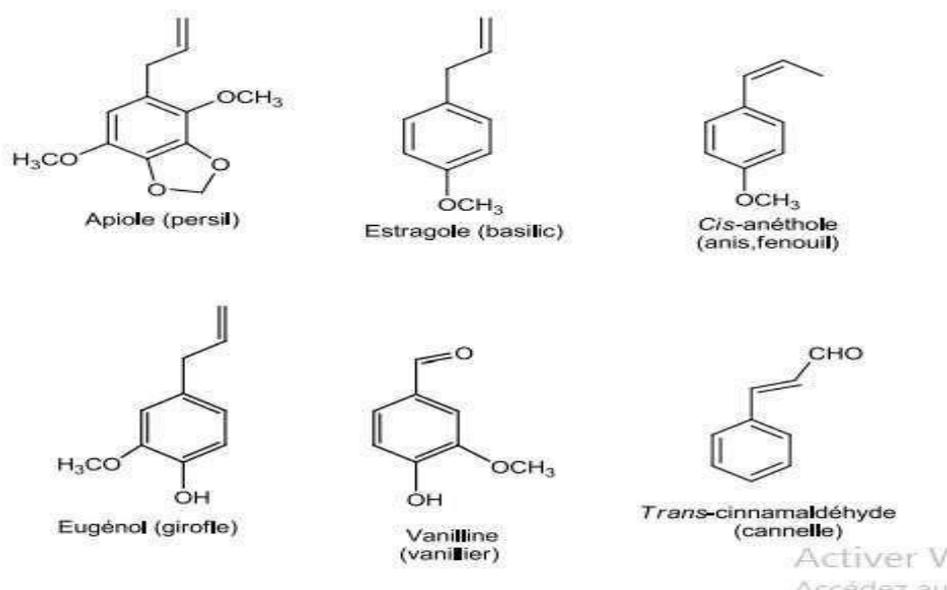


Figure 13. Exemple des structures des phénylpropanoïdes (Ouis, 2015).

II.3.3. Composés d'origine diverses

Les huiles essentielles sont le résultat de la transformation de molécules non volatiles qui peuvent être entraînées par la vapeur d'eau. Elles sont composées de produits issus de la dégradation d'acides gras, de terpènes, et parfois d'autres composés azotés ou soufrés, bien que ces derniers soient rares. Certaines plantes aromatiques produisent des huiles essentielles contenant des composés terpéniques avec un élément d'azote. L'indole, par exemple, se trouve dans l'huile essentielle de citron et les fleurs de jasmin (Lamamra, 2018).

II.4. Rôle des huiles essentielles

Les rôles biologiques des terpènes et des huiles essentielles sont souvent mal compris. Cependant, il est probable qu'ils jouent un rôle écologique dans les interactions entre les plantes, entre les plantes et les animaux, et pourraient même servir de supports de communication en transférant des messages biologiques sélectifs (Bruneton, 2009).

En effet, les huiles essentielles contribuent à l'équilibre des écosystèmes, attirent les abeilles et les insectes responsables de la pollinisation, protègent les plantes contre les herbivores et les rongeurs, et possèdent des propriétés antifongiques et antibactériennes. Dans le cas des plantes désertiques, les huiles essentielles jouent un rôle important dans la conservation de l'humidité essentielle à la survie des plantes. Exposées à des climats désertiques, les vapeurs aromatiques

ont la propriété de saturer l'air autour de la plante, empêchant ainsi les températures de devenir excessivement élevées pendant la journée et trop basses la nuit (**Hay-Robert, 1993**).

II.5. Mode d'extraction des huiles essentielles

La méthode d'extraction la plus ancienne et la plus couramment utilisée est la distillation, mais il existe d'autres méthodes (**Baser et Buchbauer, 2010**). Le choix de la méthode dépend de divers facteurs tels que la partie de la plante utilisée, le rendement souhaité, la durée d'extraction et les coûts. Quelle que soit la méthode d'extraction utilisée, la composition moléculaire de l'huile essentielle doit rester identique tout au long du processus (**Kaloustian et Hadji-Minaglou 2012**).

II.5.1. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau

La distillation par entraînement à la vapeur est une méthode couramment utilisée pour obtenir des huiles essentielles. Dans ce processus, le matériel végétal est placé dans un alambic au-dessus de l'eau bouillante, mais sans être en contact direct avec celle-ci. La vapeur d'eau saturée entre en contact avec le végétal, provoquant la libération des composés aromatiques contenus dans les glandes. Les huiles essentielles se diffusent à travers le végétal et se mêlent à la vapeur d'eau à l'extérieur. Ensuite, les vapeurs chargées en composés volatils sont refroidies et condensées, permettant ainsi la séparation des huiles essentielles de l'eau (**Nixon et McCaw, 2001**). Cette méthode prévient les réactions indésirables entre les constituants des huiles essentielles et l'eau, ce qui garantit une composition finale stable de l'extrait (**Mnayer, 2014**).

II.5.2. Extraction par les solvants volatils

Dans une méthode d'extraction alternative, le matériel végétal est mis en contact avec un solvant, soit à chaud, soit à froid (généralement à température ambiante). Après évaporation du solvant, le produit obtenu est appelé "concrète". Ce terme est utilisé en raison de la tendance du produit à se solidifier en raison de la présence de matières grasses entraînées par le solvant. Ensuite, la concrète est traitée à froid avec de l'alcool absolu pour séparer les matières grasses. Après évaporation de l'alcool, on obtient la phase appelée "absolue" des huiles essentielles. Cependant, l'utilisation restreinte de l'extraction par solvant organique est justifiée par son coût élevé, les problèmes de sécurité et de toxicité associés, ainsi que la réglementation environnementale liée à sa mise en œuvre (**Mohammedi, 2012**).

II.5.3. Expression à froid

L'extraction à froid est une méthode utilisée spécifiquement pour les agrumes tels que le citron, la mandarine, l'orange et le pamplemousse. Ce procédé mécanique vise à éclater les minuscules vésicules et poches contenant l'essence. L'essence ainsi libérée est entraînée par un courant d'eau. Le processus implique de fixer le fruit sur une coupe munie de lames, avec une seconde coupe pour l'isoler. Un couteau circulaire creuse un trou à la base du fruit. En appliquant une pression sur les parois du fruit, le jus est extrait et dirigé vers un collecteur, tandis que l'essence est extraite de la peau à l'aide d'un jet d'eau. L'émulsion eau-essence ainsi obtenue est ensuite séparée par décantation. L'avantage de cette technique réside dans le fait que l'essence n'a pas subi de modifications chimiques dues à la chaleur. De plus, cette méthode est généralement couplée à la production de jus de fruit (**Baser et Buchbauer, 2010**).

II.5.4. Hydrodistillation

Ce procédé correspond à une distillation hétérogène, et consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition, généralement à pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement des poches sécrétrices et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau un mélange azéotropique. La vapeur d'eau produite entraîne les huiles essentielles avec elle, puis elle se condense dans un serpentin à l'extrémité duquel le distillat est recueilli dans un récipient. Ce distillat se décante en deux parties, l'huile essentielle se trouvant généralement dans la partie supérieure et la partie inférieure étant constituée par de l'eau (**Mohammedi, 2012**).

II.5.5. Extraction par micro-ondes

L'extraction par micro-ondes est un procédé qui utilise les micro-ondes pour extraire rapidement et sélectivement des produits chimiques à partir de diverses substances (**Paré, 1997**). Dans ce procédé, le matériel végétal est immergé dans un solvant transparent aux micro-ondes, de sorte que seule la plante soit chauffée. Les micro-ondes chauffent l'eau présente dans le système glandulaire et vasculaire de la plante, libérant ainsi les composés volatils qui passent dans le solvant (qui n'est pas chauffé). Ensuite, on filtre et on récupère l'extrait. L'extraction par micro-ondes présente l'avantage considérable de réduire le temps d'extraction à quelques secondes (**France Ida, 1996**). De plus, ce procédé est rapide et peu énergivore, et il produit généralement un produit de qualité supérieure par rapport à celui obtenu par distillation

traditionnelle (**Bruneton, 1999**). Cependant, l'analyse des huiles essentielles obtenues par cette méthode a montré que bien que leur composition qualitative soit similaire à celle des huiles obtenues par distillation, les pourcentages des constituants peuvent varier de manière significative (**Scheffer, 1996**).

II.5.6. Extraction par ultrason

Les ultrasons sont des ondes mécaniques à haute fréquence utilisées pour l'extraction des arômes et d'autres molécules des plantes. Lorsque les ultrasons se propagent à travers un liquide, ils créent des zones de compression et de raréfaction, ce qui entraîne la formation de bulles de cavitation. Lorsque ces bulles explosent près de la surface solide du matériel végétal, elles provoquent la rupture des membranes cellulaires, libérant ainsi les composés actifs (**Dolatowski et al, 2007**). Étant donné que les glandes des huiles essentielles sont généralement présentes à la surface des plantes aromatiques, l'implosion des bulles de cavitation détruit ces glandes et libère les huiles essentielles (**Veillet et al. 2010**). L'extraction par ultrasons est largement utilisée dans l'industrie agroalimentaire (**Pingret et al. 2013**). Pour surmonter certains problèmes associés à la distillation traditionnelle, tels que la dégradation thermique due aux hautes températures, la consommation excessive d'eau, les longues durées d'extraction et les faibles rendements (**Da Porto et al. 2009**).

II.5.7. Extraction par des gaz supercritiques

Une autre méthode d'extraction est l'extraction par des gaz supercritiques, utilisant le dioxyde de carbone (CO₂) dans un état supercritique. Le CO₂ supercritique se trouve entre l'état liquide et l'état gazeux lorsqu'il est soumis à une pression et à une température spécifique. Dans cette méthode, la matière végétale est placée dans un extracteur où le CO₂ supercritique est introduit sous pression et refroidi. Le mélange est ensuite recueilli dans un récipient où la pression est réduite, ce qui permet au CO₂ de s'évaporer, laissant derrière lui l'huile essentielle (**Safaralie et al. 2008**). L'utilisation du CO₂ supercritique présente plusieurs avantages, notamment sa nature naturelle, son inertie chimique, sa non-toxicité, sa facilité d'élimination, sa sélectivité, et son faible coût (**Bruneton, 1999**).

II.6. Principales propriétés des huiles essentielles

II.6.1. Propriétés physique

Les huiles essentielles sont caractérisées par leur volatilité. Elles se présentent sous forme liquide et peuvent avoir différentes couleurs, allant du jaune pâle au vert émeraude, et du bleu au rouge brunâtre foncé. Cependant, certaines huiles essentielles peuvent être incolores (Aljaafari et al. 2019). En termes de densité, la plupart des huiles essentielles sont moins denses que l'eau, ce qui signifie qu'elles flottent sur l'eau. Cependant, il existe des exceptions, telles que l'huile essentielle de saffran et les essences de clou de girofle, qui sont plus denses que l'eau (Arriaza, 2010). En ce qui concerne leur solubilité, les huiles essentielles sont généralement liposolubles, ce qui signifie qu'elles se dissolvent facilement dans les graisses et les huiles. Elles sont également solubles dans l'alcool et les solvants organiques. En revanche, les huiles essentielles sont très peu solubles dans l'eau. C'est pourquoi on utilise souvent des méthodes d'extraction à base d'huile ou de solvants organiques (Jilani et Dicko, 2012).

II.6.2. Activités biologiques

II. 6. 2.1. Activité antimicrobienne

La première démonstration de l'action des huiles essentielles contre les bactéries a été réalisée en 1881 par Delacroix, ouvrant ainsi la voie à de nombreuses recherches sur leurs activités antibactériennes (Burt, 2004). Les huiles essentielles ont un large spectre d'action et peuvent agir contre une variété de bactéries, y compris celles qui développent des résistances aux antibiotiques. Cependant, l'activité antimicrobienne peut varier en fonction de la composition chimique de l'huile essentielle et de la souche bactérienne (Avlessi, 2012). Ils peuvent avoir un effet bactéricide (tuant les bactéries), ou bactériostatique (inhibant leur croissance) (Oussou, 2009). Ils ont une action efficace sur les bactéries à Gram positif et moindre sur les bactéries à Gram négatif, en raison de la nature de leur paroi cellulaire (Burt, 2004)

II.6.2.2. Activité antioxydante

Les antioxydants agissent comme des protecteurs en capturant les radicaux libres, qui sont des composés très réactifs contenant un électron célibataire et qui sont produits quotidiennement par l'organisme (Shahidi, 1997). Les radicaux libres sont nécessaires à certains processus vitaux (Bartosz, 2003), mais ils deviennent nocifs lorsqu'ils sont en excès et peuvent endommager les protéines, les lipides (Pourrut, 2008), et les acides nucléiques (Favier, 2003), entraînant un stress oxydant qui contribue au vieillissement cellulaire accéléré et au

développement de certaines maladies telles que la maladie, l'artériosclérose et le cancer d'Alzheimer (**Butterfield et Lauderback, 2002**).

Des études récentes ont rapporté que certaines huiles essentielles sont plus efficaces que certains antioxydants synthétiques (**Hussain et al. 2010**). Par exemple, l'huile essentielle de cumin noir et son oléorésine ont montré une capacité à piéger les radicaux libres 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) avec des effets de 41 à 71% et de 50 à 80%, respectivement, comparables à l'efficacité du Butyl hydroxy toluène(BHT) (**Baser et Buchbauer, 2010**). L'activité antioxydante des huiles essentielles est attribuée à certains alcools, éthers, cétones et aldéhydes monoterpéniques (**Edris, 2007**).

II.7. Domaine d'application des HE

II.7.1. Agro-alimentaire

L'industrie alimentaire utilise les huiles essentielles pour améliorer le goût, parfumer et colorer les aliments. Les boissons gazeuses sont l'un des principaux consommateurs d'huiles essentielles dans ce secteur. Les fabricants d'aliments préparés les utilisent de plus en plus car le nombre de produits augmente et les consommateurs recherchent des ingrédients naturels. (**Lamamra, 2018**).

II.7.2. Parfums et Cosmétiques

L'utilisation des huiles essentielles dans l'industrie des parfums et des cosmétiques comme agents conservateurs gagne en popularité en raison de leurs propriétés antioxydantes et antimicrobiennes, ce qui peut prolonger la durée de vie des produits. De plus, leurs caractéristiques odorantes en font des ingrédients largement utilisés dans la formulation des produits. Cependant, leur utilisation peut présenter des contre-indications : des concentrations plus élevées que celles recommandées peuvent entraîner des odeurs très prononcées ou provoquer des réactions cutanées telles que des allergies (**André et Bettenfeld, 2012**). Les absolues sont très appréciées des parfumeurs en raison de l'intensité et de la finesse de leur parfum. Par exemple, les absolues de jasmin, de lavande, de géranium, de lavandin, de narcisse, etc. sont souvent utilisées comme ingrédients dans les parfums (**De Silva, 1995**).

II.7.3. En pharmacie

Les huiles essentielles sont considérées comme la base de la médecine traditionnelle. Les médicaments à base d'huiles essentielles doivent se conformer à la réglementation en vigueur

pour ce type de médicaments. S'ils satisfont aux critères établis par l'ordonnance n° 2007-613 du 26 avril 2007, notamment le premier chapitre, article 2, ils peuvent être enregistrés en tant que médicaments traditionnels à base de plantes. Cela implique une procédure spécifique d'enregistrement et de conformité aux exigences réglementaires pour assurer leur qualité, leur sécurité et leur efficacité. Il convient de noter que la réglementation concernant les médicaments à base de plantes peut varier d'un pays à l'autre. Il est important de se conformer aux lois et réglementations spécifiques du pays dans lequel les médicaments à base d'huiles essentielles sont fabriqués, commercialisés ou utilisés (**Mascret, 2010**).

II.74. Domaine médical

Les huiles essentielles à usage médicinal peuvent être commercialisées sous différentes formes, telles que des flacons, des vaporisateurs, des pastilles ou des bonbons. Elles sont utilisées de diverses manières pour bénéficier de leurs propriétés thérapeutiques. Par exemple, elles peuvent être utilisées en inhalation pour soulager les problèmes respiratoires, en tant que composant dans l'eau d'un dentifrice, ou pour rafraîchir et apaiser la gorge (**Grysole, 2004**).

II.8. Toxicité des huiles essentielles

Les huiles essentielles (HEs) sont des substances actives et peuvent avoir des effets secondaires graves. Il est donc essentiel de respecter la posologie recommandée et la durée d'utilisation. En ce qui concerne la toxicité aiguë par voie orale, la plupart des huiles essentielles couramment utilisées ont une dose létale médiane (DL50) supérieure à 2 à 5 g/kg. Cela signifie que la quantité nécessaire pour provoquer la mort chez la moitié des sujets de test serait comprise entre 2 et 5 grammes par kilogramme de poids corporel. Cependant, il est important de noter que certaines huiles essentielles peuvent être plus toxiques, avec une DL50 comprise entre 1 et 2 g/kg. Par exemple, le basilic, l'estragon et l'hysope ont une DL50 de l'ordre de 1,5 ml/kg. L'essence de moutarde est considérée comme les plus toxiques, avec des DL50 inférieures à 1 g/kg. Il convient de prendre ces informations sur la toxicité des huiles essentielles au sérieux. Il est préférable de consulter un professionnel de la santé qualifié ou un aromathérapeute avant d'utiliser des huiles essentielles, en particulier si vous envisagez une utilisation interne ou prolongée. Ils pourront vous fournir des conseils appropriés sur la posologie, les précautions d'utilisation et les éventuels effets secondaires (**Bruneton, 1999**).

II.9. Identification de la plante à utiliser- *Eucalyptus globulus*

II.9.1. Définition

Le nom "Eucalyptus" trouve son origine dans le grec, où "eu" signifie "bon" ou "bien" et "kalypto" signifie "couvrir" ou "protéger". (Boukhatem et al., 2017). L'Eucalyptus globulus est l'une des espèces d'eucalyptus les plus largement utilisées dans la pharmacopée internationale. C'est un arbre aromatique qui possède des composants odorants et de nombreuses vertus médicinales (Curir et al. 1995).

L'eucalyptus, également connu sous le nom de Gommier bleu ou arbre aux fièvres, est largement répandu à travers le monde. Originaire d'Australie, cet arbre à croissance rapide s'est adapté avec succès aux climats méditerranéens et aux régions subtropicales. Il est également apprécié pour sa capacité à assécher les sols humides (Wichtl et Anton, 2003).

Les différentes parties de l'eucalyptus, telles que les feuilles et l'écorce, sont utilisées dans la préparation des huiles essentielles qui sont ensuite utilisées à des fins médicinales, notamment pour leurs propriétés antiseptiques et anti-inflammatoires pour soulager les problèmes respiratoires tels que la congestion nasale et la toux.



Figure 14. Feuilles d'Eucalyptus globulus

II.9.2. Caractéristiques botaniques

L'eucalyptus appartient à la famille des Myrtaceae, également connue sous le nom de Myrtacées. Il existe plusieurs espèces d'eucalyptus, qui partagent des caractéristiques communes. C'est un arbre à tronc lisse, caractérisé par une croissance extrêmement rapide, pouvant atteindre jusqu'à 100 mètres de hauteur. Les feuilles de l'eucalyptus sont de couleur

verte-grisâtre lorsqu'elles sont mures. Elles sont coriaces, pendantes et ont une forme de limbe falciforme. Elles sont reliées à la tige par l'intermédiaire d'un court pétiole. Les jeunes feuilles, quant à elles, sont de couleur verte pâle, et ont un limbe arrondi.

Les fleurs de l'eucalyptus sont caractérisées par un calice formé de quatre sépales. Ces sépales sont cireux, et ils sont soudés pour former une urne à quatre pans. Pendant la période de floraison, le "couvercle" de cette urne se détache, laissant apparaître de nombreuses étamines qui constituent l'appareil reproducteur de la fleur. La classification botanique d'*Eucalyptus globulus* est donnée dans le **tableau I (Ghedira, 2008)**.

Tableau I : Classification du genre Eucalyptus

Règne	Plante
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida-Dicotylédones
Sous-classe	Rosidae
Famille	Myrtaceae
Genre	Eucalyptus
Nom botanique	Eucalyptus globulus, Labill.

II.9.3. Culture

L'*Eucalyptus globulus* est bien adapté aux régions tempérées chaudes et ne tolère pas les températures inférieures à 4°C. Sa multiplication se fait généralement par semis des graines à l'automne, en les plaçant dans des godets sous serre. Les plants sont ensuite repiqués au printemps. La récolte des feuilles d'eucalyptus se fait tout au long de l'été, en choisissant les feuilles les plus allongées et étroites qui poussent sur les rameaux âgés. Ils préfèrent une exposition en plein soleil à tous les stades de leur croissance, bénéficiant ainsi d'une bonne luminosité pour leur développement (**Burnie, 2006**).

II.9.4. Propriétés thérapeutiques

L'*Eucalyptus globulus* possède des nombreuses propriétés thérapeutiques telles que :

- Une propriété balsamique, ayant la fonction d'un baume adoucissant pour les muqueuses respiratoires (**Burnie, 2006**).
- Une propriété antiseptique des voies respiratoires et à ce titre, il soigne les

rhumes, grippe set maux dégorge (**Belaouad, 1998**).

- Une propriété astringente et fébrifuge (**Belaouad, 1998**).
- Une propriété hypoglycémiant et vermifuge (**Perroti et Caraffa, 1994**).
- Une action détoxifiante vis-à-vis des toxines diphtériques set tétaniques, et antimicrobienne sur les bactéries Gram+ (**Aityoucef, 1983**).
- Une action anti catarrhale (**Belaouad, 1998**).

II.9.5. Composition chimique

La teneur en huile essentielle dans les feuilles d'Eucalyptus globulus varie de 5 à 35 ml/kg. Le principal constituant de l'huile essentielle est le 1,8-cinéole, qui représente généralement 70 à 80% de la composition. Les autres constituants de l'huile essentielle sont principalement des composés terpéniques (**Bruneton, 1999**). En plus de l'huile essentielle, les feuilles d'eucalyptus renferment également de l'eau, des matières minérales, des lipides, un tanin, une résine, ainsi que des composés spécifiques appelés "euglobals", qui sont des hétérocycles oxygénés à structure acylphoroglucinol-mono ou sesquiterpénique. On y trouve également des flavonoïdes tels que le rutoside, l'hyperoside et des flavonesméthylés. Enfin, des acides phénols et d'autres composés phénoliques sont également présents dans les feuilles d'eucalyptus (**Marie Claude, 2006**).

II.9.6. Utilisation

II.9.6.1. médicale

L'huile essentielle d'Eucalyptus, grâce à sa composition riche en 1,8-cinéole, possède de nombreuses vertus bénéfiques pour la santé. Son action antiseptique et cicatrisante en fait un remède naturel très recherché. Elle est notamment utilisée pour traiter diverses affections broncho-pulmonaires telles que la grippe, la toux, la sinusite, la bronchite et la rhino-pharyngite, capable de faire baisser rapidement la fièvre et de réguler la température corporelle. En dermatologie, elle est employée pour combattre l'acné et d'autres problèmes de peau.

II.9.6.2. Domaine de l'industrie

Utilisées pour parfumer, comme désinfectants et dans des savons liquides industriels. Les composés α et β -pinène trouvés dans certaines huiles essentielles d'Eucalyptus sont utilisés dans la fabrication de peintures, y compris les peintures à l'huile. D'autre part, les huiles essentielles d'Eucalyptus riches en cuminal, phellandral et cryptone étaient autrefois utilisées dans la fabrication de germicides. Les huiles riches en pipéritone sont utilisées dans la fabrication

d'agents odoriférants, tels que le menthol synthétique. La pipéritone est également utilisée comme matière première dans la production de fongicides, comme le thymol synthétique (Boland et al. 1991).

II.9.6.3. Domaine cosmétique

L'huile essentielle d'Eucalyptus entre dans la composition de certaines eaux de Cologne et de nombreuses lotions après-rasages. Le citronellal, présent dans certaines huiles essentielles d'Eucalyptus, est largement utilisé dans la production de parfums haut de gamme. Son arôme citronné lui confère une place privilégiée. Par ailleurs, certaines espèces d'Eucalyptus, comme l'Eucalyptus olida, fournissent des huiles essentielles riches en E-méthyl-cinnamate. Ce composé est directement exploité comme additif aromatique dans diverses applications. Enfin, les composés α et β -pinène sont utilisés dans la synthèse de nombreux dérivés terpéniques, qui sont largement employés dans les industries de la parfumerie et des arômes (Curtis, 1990).

***Chapitre III : Matériels,
méthodes et techniques de
caractérisation***

Chapitre III : Matériels, méthodes et techniques de caractérisation

III.1. Matériaux

III.1.1. L'alginate de sodium

L'alginate de sodium utilisé dans ce travail a été fourni par Sigma-Aldrich (USA). Sa structure chimique est représenté sur la figure et ses caractéristiques sont présentées dans le **tableau II** :

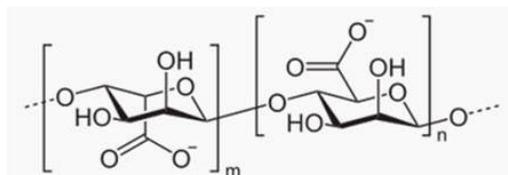


Figure 15. Structure de l'alginate de sodium

Tableau II : Caractéristiques de l'alginate de sodium (Sigma-Aldrich).

Caractéristique	Description et valeur
Aspect	Poudre blanche- jaunâtre
Odeur	Sans
Gout	Sans
Solubilité	Insoluble : solvants organiques, solutions aqueuses (Ph <3). Soluble : Eau
Point de Fusion	> 300°C
Viscosité (1g /L)	15-25 Cp

III.1.2. Feuilles d'eucalyptus (HSE)

Dans ce travail, nous avons utilisé les feuille d'Eucalyptus globulus de la famille Myrtaceae, récoltée dans la région de Bejaia, puis nettoyées, séchées à l'ombre et à température ambiante pendant quelques jours, et découpées en petits morceaux puis broyées avec un broyeur électrique.

III.1.3. Glycérol

Pour plastifier les films, dont le nom est propane-1, 2 ,3-triol, de formule chimique : CH₂OH-CHOH-CH₂OH est un composé organique naturel, liquide sans couleur, inodore, non-toxique, visqueux et très hygroscopique (**Palma et al. 2013**).

III.1.4. Chlorure de calcium (CaCl₂)

Utilisé comme agent de réticulation, c'est un sel de calcium, très soluble dans l'eau. Sa formule chimique est CaCl₂, solide à la température ambiante, avec notamment une bonne conductivité électrique à l'état liquide (Benhouria, 2018).

III.1.5. Tween 80

Le Polysorbate 80 est un ester du sorbitol partiellement estérifié avec l'acide oléique, qui est dérivé de l'huile d'olive. Il est utilisé comme émulsifiant et agent de dispersion à froid, il est scientifiquement considéré comme un tensio-actif, il peut être utilisé pour stabiliser les mélanges contenant des huiles essentielles en les dispersant dans l'eau.

III.1.6. DPPH

Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle est un radical libre stable violet en solution ayant une absorbance caractéristique dans l'intervalle de 512 et 517 nm. Cette couleur disparaît rapidement lorsque qu'il est réduit par un composé à propriété antiradicalaire en diphényle picryl hydrazine ayant une couleur jaune (Hara et al. 2018). Le DPPH utilisé a été fourni par le laboratoire de microbiologie alimentaire de la faculté SNV de l'université de Bejaia.

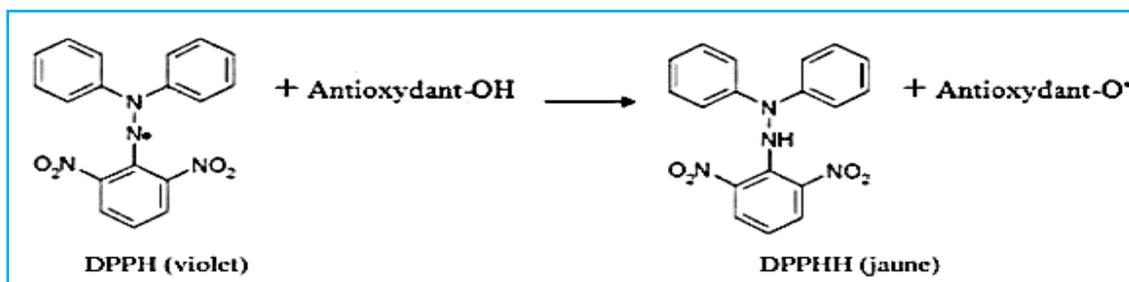


Figure 16. Réduction du 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle en diphényle picryl hydrazine

III .1.7. Souches bactériennes

Deux souches bactériennes ont été utilisées, l'une à gram positif *Staphylococcus aureus* (ATCC6538) et l'autre à gram négatif *Escherichia coli* (ATCC25922) et deux types de moisissures *Aspergillus* et *Fusarium*. Ces souches ont été fournies par le laboratoire de microbiologie alimentaire de l'université de Bejaia.

III.2. Protocoles expérimentaux

III.2.1. Extraction de l'huile essentielle d'eucalyptus (HE_S)

III.2.1.1. Par Hydrodistillation

L'extraction de huile essentielle d'Eucalyptus a été réalisée par hydrodistillation dans un appareil de type Clevenger. 100g de la matière végétale sèche et découpée en petit morceau sont introduites dans un ballon et imprégné avec une quantité d'eau distillée suffisante, et portée à ébullition pendant 3h. Les huiles essentielles sont récupérées et stockées dans des flacons en verre opaque à 4°C.

III.2.1.2. Par ultrason

L'utilisation des ultrasons permet d'effectuer des extractions en temps réduit (quelques minutes) avec une grande reproductibilité (Chemat *et al.* 2011 ; Bourgou *et al.* 2016). On dépose 40g de feuilles d'eucalyptus soigneusement découpées dans une bécher, auquel on rajoute 400ml d'eau distillée puis on le place dans un bain à ultrasons et on règle les paramètres tels que : la puissance à 80 %, la température à 45 °C, la fréquence à 45 KHz, et le temps à 30 min. Puis une distillation classique est effectuée pour extraire l'huile essentielle. Le distillat récupéré est constitué de deux phases, l'une organique (l'huile essentielle), l'autre aqueuse. La séparation des phases a été faite sur la base des différences de densité à l'aide d'une ampoule à décanté, puis dans un rota vapeur pour éliminer toute trace d'eau. L'huile essentielle récupérée est stockée dans un flacon en verre opaque à l'abri de la lumière et à 4°C.

III.2.2. Préparation des films Alg/HEE par voie casting

On fait dissoudre 2g d'alginate de sodium dans 100ml de l'eau distillé, sous agitation constante à température ambiante jusqu'à la dissolution complète dans un bécher pendant 30min. Une fois dissout on ajout 40% de glycérol et on laisse agiter encore 15min. Après on couvre le bécher avec un papier aluminium et on chauffe le mélange jusqu'à ébullition, et formation de mousse, on arrête le chauffage et l'agitation et enlève le papier aluminium pour permettre aux bulles d'air formées de s'échapper. Après avoir été refroidis, on le verse dans des boites pétries (20 ml dans chaque boite pour avoir des films de même épaisseur), et laissé sécher pendant 24h à température ambiante, puis les films sont récupérés et stocké dans des sachets hermétiquement fermés. La même procédure a été utilisé pour la préparation des films Alg/HEE avec l'ajout ici du tween 80, et des taux différents 3, 5 et 7% de l'HEE, puis homogénéise dans un bain ultrason pendant 10min. A la fin le mélange est versé dans des boites pétries (20 ml), et laissé sécher pendant 24h à température ambiante puis les films sont récupérés et stockés dans des sachets.

III.2.3. Réticulation des films

Une solution de CaCl_2 à 1% dans un 100ml d'eau distillée a été préparée et ajoutée aux mélanges avant de les verser dans les boîtes pétries.

L'alginate est un polysaccharide chargé négativement qui a la capacité de former un hydrogel en présence de cations divalents ou trivalents. La réticulation des films d'alginate se produit lorsque les ions calcium (Ca^{2+}) sont piégés et retenus dans le poly-gulonate (G) de l'alginate en créant un réseau tridimensionnel qui renforce la structure du film en lui conférant une meilleure stabilité mécanique **Figure16**.



Figure 17. Altercation des ions Ca^{2+} dans le poly-gulonate (G) de l'alginate

III.2.4. Formulations

Différentes formulation ont été élaborées à base d'alginate de sodium et d'huiles essentiel à différents pourcentages. Les proportions de chaque formulation sont représentées dans le tableau ci-dessous :

Tableau III : Compositions des différentes formulations :

Produits(%) Formulations	Alginate de sodium	Glycérol	HEE _{Hy}	HEE _{US}
F0	100	40	0	0
F3%Hy	100	40	3	0
F5%Hy	100	40	5	0
F7%Hy	100	40	7	0
F3%US	100	40	0	3
F5%US	100	40	0	5
F7%US	100	40	0	7

III.3. Technique de caractérisation

III.3.1. Rendement

Le rendement d'huile essentielle est exprimé par rapport à sa matière sèche et calculé par la formule suivante : $(R_{HE}) \% = \frac{M}{M_s} \times 100$

R_{HE} : Rendement en huile essentielle d'eucalyptus.

M : Masse de l'huile essentielle obtenue en gramme.

M_s : Masse d'eucalyptus broyés en gramme

III.3.2. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge permet l'identification des groupements fonctionnels. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre de type *SHIMADZU FTIR -8400 S*, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm⁻¹ dans l'intervalle 400-4000 cm⁻¹ avec un nombre de scans de 32. L'analyse est réalisée sur les films réticulés et non réticulés.

III.3.3. Test de gonflement

Le test de gonflement a été déterminé gravimétriquement en séchant trois échantillons carrés (2x2cm) pour chaque films dans une étuve à 80°C pendant 5h pour déterminé la masse initiale de films (M₀). Ensuite, ils sont placés dans des béchers contenant 40 ml d'eau distillée. Après 24 h, ils ont été retirés, essuyés par du papier absorbant et pesés à nouveaux (M₁). Le taux de gonflement (TG) des films a été déterminé à partir de la relation suivante (**Chen et al. 2021**) :

$$TG (\%) = \frac{M_1 - M_0}{M_0} .100$$

III.3.4. Test de solubilité

La solubilité dans l'eau de chaque film a été déterminée selon la méthode décrite par **Chen et al. 2021**. Trois échantillons sélectionnés de manière aléatoire à partir de chaque film ont d'abord été séchés dans une étuve à 80 ° C pendant 5 h pour déterminé la masse initiale de film sec (M_S). Ensuite, chaque échantillon est placé dans un bécher contenant 40 ml d'eau distillée. Les béchers ont été recouverts de para film et conservés à température ambiante pendant 24 h. La masse du film non dissous a été déterminée en retirant les morceaux de films des béchers, et en les séchant dans une étuve (80 ° C, 5 h) puis pesé à nouveau (M_{ND}). Le taux de solubilité (TS) du film dans l'eau a été déterminé à partir de la relation :

$$TS (\%) = \frac{M_s - M_{ND}}{M_s} \cdot 100$$

III.3.5. Activité antioxydante

La capacité anti-oxydante des huiles essentielles, d'eucalyptus globulus est réalisée par l'utilisation de 2, 2 diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH), il s'agit d'un essai de piégeage des radicaux libres selon le protocole adapté par **L.Chekoual, 2018**

Préparation de la solution de DPPH (9.85mg de DPPH dans 25 ml d'éthanol), Préparation d'une solution mère d'huile essentielle à 1mg/ml (50 mg d'HE dans 50 ml d'éthanol), ensuite on procède aux dilutions selon les détails du tableau suivant :

Tableau IV : Différentes concentrations des solutions diluées de l'huile essentielle

	HE (mg/ml)
Tube n°1	0.3
Tube n°2	0.4
Tube n°3	0.5
Tube n°4	0.7
Tube n°5	1
Tube n°6	0

Dans chaque tube on verse 1 ml d'HE selon les dilutions ci-dessus et 1ml de DPPH respectivement. Les tubes sont légèrement agités, ensuite conservé à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante puis on mesure l'absorbance à 517 nm (UV-Visible) = A_{test} . Un contrôle négatif est aussi mesuré A_{blanc} (1 ml de la solution DPPH). Chaque essai est répété 3 fois. Le Pourcentage d'inhibition du DPPH par les échantillons est calculé selon la formule suivante :

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{A_{control} - A_{ech}}{A_{control}} * 100$$

IC₅₀ correspond à la concentration en HE permettant la réduction du radical libre du DPPH à 50% est déterminée graphiquement. Même procédure pour les films Alg / HEE, sauf qu'ici on ne fait pas de dilution.

III.3.6. Activité antibactérienne

a. Préparation de l'inoculum

Les souches cibles sont d'abord repiquées par la méthode de stries sur des boites de Pétri

contenant la gélose nutritive, puis incubées à 37 °C pendant 18-24 heures pour les bactéries. Une ou plusieurs colonies bien isolées de chaque culture pure sont prélevées et transférées dans 9ml d'eau physiologique afin de préparer une suspension bactérienne de 10^8 unités formant colonie/ml qui correspond au standard McFarland 0.5 ou à des absorbance de 0.08 à 0.1 lue à 600 nm. Pour les moisissures l'incubée a été faite à 25 °C pendant 3-4 jours, La lecture a été effectuée par la mesure de l'absorbance à 540 nm.

b. Préparation de milieu

on fait fondre le milieu de culture Muller-Hinton pour les bactéries et les moisissures dans un bain marie à 95°C, puis on verse aseptiquement dans les boites de pétri de 90 mm de diamètre une couche à raison de 20 ml par boite avec une bonne répétition sur tout la boite. On laisse refroidir et solidifier légèrement sur la paille.

c. Antibiogramme

L'activité antibactérienne des HE et ainsi les films alg/HE_sE est évaluée par la technique de diffusion sur disque selon **Celiktas et al. 2007** avec quelque modification. Des disques (D = 6 mm) stériles des films sont déposés à la surface d'une gélose Mueller Hinton (MH) préalablementensemencée par un écouvillon de 10^6 UFC/ml. Les boites de Pétri sont incubées à 37 °C pendant 24 heures pour les bactéries, et 25°C pendant 3 à 4 jours pour les moisissures. Des zones d'inhibition autour des disques sont mesurées en millimètres (**Karabay-Yavasoglu et al. 2007**).

Chapitre IV : Résultats et discussion

Chapitre IV : Résultat et discussion

IV.1. Rendement

Les huiles essentielles extraites des feuilles d'eucalyptus globulus, était jaune (méthode ultrason) et jaune claire (méthode hydrodistillation), avec une odeur agréable de camphre. Les valeurs des taux de rendement obtenus avec les deux méthodes d'extraction sont illustrées dans le Tableau V.

Tableau V : Rendements en huiles essentielles d'eucalyptus en fonction de la méthode d'extraction.

	Méthodes d'extraction	
	Hydrodistillation	Ultrason
Rapport Liquide/Solide (ml/g)	5	10
Temps d'extraction	3h	30 min
Rendement (%)	1,23	1,68

On remarque que le rendement de l'huile essentielle extraite par la méthode hydrodistillation est estimé à 1,23%. Ce taux s'avère très prometteur, en comparaison avec les données de la littérature telles que les travaux de **Jorge et al. (2021)**, et **Boujehen, (2019)** qui ont obtenu une teneur en huile essentielle de 0,7 %, 0,7 %, 0.64% respectivement. Ce taux reste néanmoins inférieures par rapport à celui obtenu par **Beyould si-said(2014)**, et **Pereira et al. (2005)** qui ont obtenu 2,53 % et 1.6% respectivement. Pour la méthode d'extraction par ultrason, le rendement est de 1,68%, supérieur à celui trouvé par **Toudert (2015)**. Qui a trouvé un rendement d'extraction égale à 0,48%.

En comparant les deux méthodes, on constate que le rendement de l'huile extraite par les ultrasons est supérieur, à celle extraite par la méthode d'hydrodistillation estimé respectivement à 1.68 et 1.23%. Cette variation peut être expliquée par plusieurs facteurs qui influencent le rendement en huile essentielle tels que : de la durée d'extraction et le rapport liquide-solide, la technique d'extraction, la température,...ect (**Gilles et al. 2010**).

La baisse de l'efficacité de l'extraction par la méthode d'hydrodistillation est due principalement au temps d'extraction plus longue (3h) et à la température élevée, que nécessite cette méthode. Ce qui entraîne la perte ou la dégradation thermique des composés volatils sensibles de l'huile essentielle (**Chen, et al. 2020 ; Gilani et Najafpour, 2022**). Par contre, l'augmentation de l'efficacité de l'extraction dans la méthode ultrason est due à l'effet de

sonication, qui permet de créer un grand nombre de bulles de cavitation. Ces dernière une fois brisées, endommagent le maximum des parois cellulaires proches d'elles ce qui facilite la libération des HE dans la solution (Song et al. 2018). L'expansion des cavitations augmente la surface de contact entre l'huile essentielle et le solvant et par conséquent l'efficacité d'extraction augmente (Gilani et Najafpour, 2022). Entre outre, un rapport L/S plus élevé améliore la diffusion de la masse grâce à la réduction de la viscosité, en augmentant le gradient de concentration à l'intérieur de matériel végétal, ce qui augmente le rendement d'extraction d'HE (Samaram et al. 2015 ; Boudraa et al. 2021).

En conclusion, ces résultats confirment les résultats de la littérature, qui indiquent que l'utilisation des ultrasons permet de surmonter certains problèmes associés à la distillation, tels que la dégradation thermique due aux hautes températures, les longues durées d'extraction et les faibles rendements (Beuchat. L.R. (2002)).

IV.2. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier(IRTf)

La Figure 18 représente les spectres IRTf des huiles essentielles d'eucalyptus extraites par hydrodistillation et ultrason. On remarque que les deux spectres ont la même allure et font apparaître les mêmes pics qui sont représentés sur le Tableau VI (Michelina.C.2017), à l'exception de la bande située entre 3100 et 3780 cm^{-1} qui est caractéristique des groupements hydroxyl O-H lié de l'eau et de l'alcool, qui est plus prononcée et plus large pour l'HEE extraite par hydrodistillation que celui par l'ultrason. Cette différence peut s'expliquer par le mode récupération d'HE, car dans la première méthode, l'HE est récupérée par une simple seringue (probabilité d'avoir de l'eau est grande), tandis que dans la deuxième méthode, le solvant (eau) a été évaporé dans un rota vapeur (probabilité est quasi nulle).

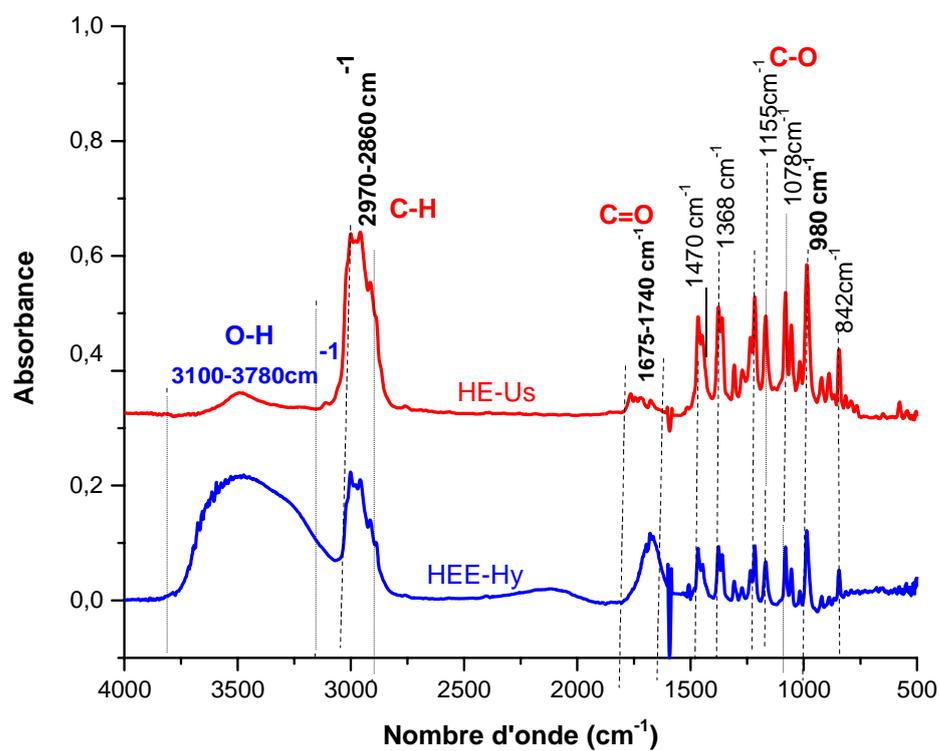


Figure 18. Spectre IRTF de l'huile essentielle extraite par Hydrodistillation et Ultrason.

Tableau VI : Bandes IR caractéristiques des HE extraites par hydrodistillation et ultrason.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Caractéristique
3100-3780 cm ⁻¹	Vibration d'élongation des groupes O-H de la fonction d'alcool et de l'eau
2970 et 2860 cm ⁻¹	Vibration d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H dans les groupes aliphatiques -CH ₃
1736 cm ⁻¹	Présence du groupe carboxyle C=O
1630 cm ⁻¹	Vibration d'élongation de la liaison C=C, de la fonction alcène
1470 cm ⁻¹	Vibration de déformation dans le plan du groupement CH ₂
1228-943 cm ⁻¹	l'étirement aromatique C-H dans le plan et hors du plan, respectivement prouvent la présence de cycles aromatiques
1140 cm ⁻¹	vibration de valence du C-O.
984 cm ⁻¹	déformation dans le plan du groupement C-O,

Les spectres IRTF des films Alg /HEE extraite par ultrason à différents taux (3, 5 et 7%) sont représentés sur la Figure 19. On remarque que tous les films on la même allure et présentent les spectres suivant :

✓ Une large bande entre 3400 et 3600 cm⁻¹ qui est attribuée aux vibrations de valence de la liaison O-H des groupements hydroxyles caractéristiques des polysaccharides naturels (**Shao et al. 2015**) et une bande à 2910-2829 cm⁻¹ qui peut être attribuée à l'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H dans les groupes aliphatiques -CH₃

✓ Une autre bande caractéristique à 1639 cm⁻¹ relative à l'élongation asymétrique du carboxylate (COO⁻) ce qui confirme la haute teneur en acide uronique de ce biopolymère (**Pranoto et al. 2015**).

✓ Une bande située vers 1460 cm⁻¹ est attribuée à une vibration de déformation C-OH avec la contribution de l'étirement symétrique du groupement carboxylate COO⁻ (**Ivan et al. 2017**).

✓ Une bande située vers 1298 cm⁻¹ correspondant aux vibrations d'élongations C-C-O.

✓ Une bande située vers 1025 cm⁻¹ correspondant aux vibrations de valence -C-O.

la bande très faible située à 850 cm⁻¹, caractéristique d'un composé cyclique qui a été affecté à l'étirement C-O vibration des résidus d'acide uronique, et un à 800 cm⁻¹ affecté à la vibration de déformation C-H des résidus d'acide α -L-gulonique.

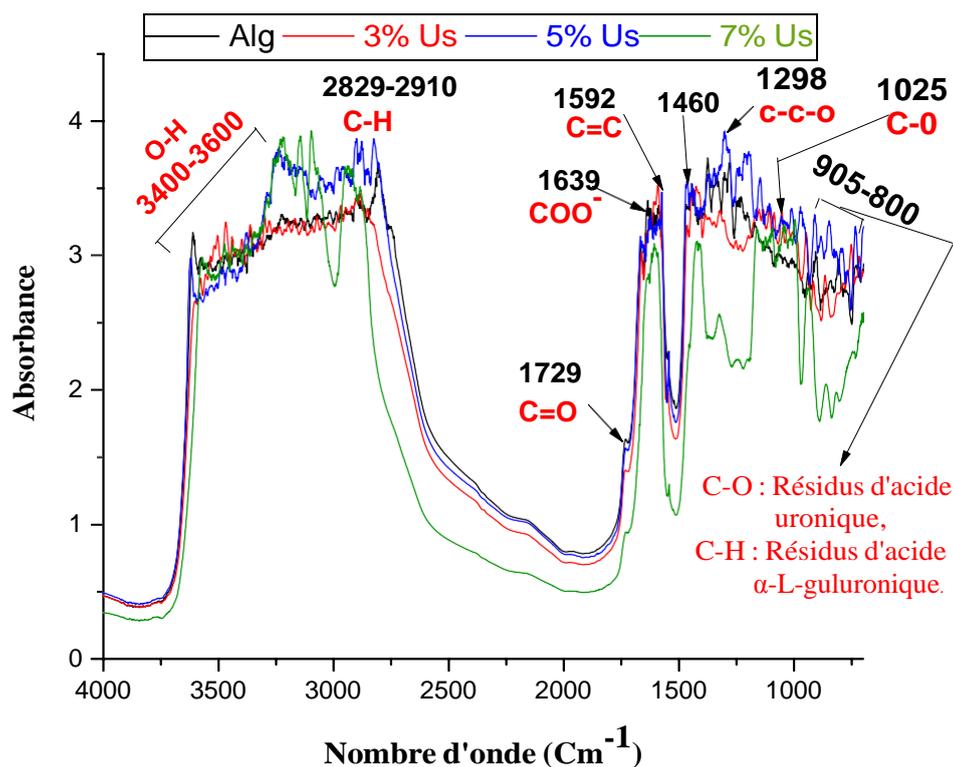


Figure 19. Spectres IRTF d'Alginate du sodium et des films Alg /HE_S-Us à différent taux

La Figure 20 représente les spectres IRTF d'Alginate et des films Alg /HE_S-Hy à différentes taux (3 ; 5 et 7%). Les spectres IRTF des films d'alginate et d'alginate/HES-Hy montrent des bandes caractéristiques des groupements fonctionnels présents dans les polymères. Les bandes à 3460 cm⁻¹ et 3240 cm⁻¹ sont attribuées aux vibrations d'élongation symétriques des groupements O-H, tandis que les bandes à 2743-2829 cm⁻¹ sont dues aux vibrations d'élongation des groupements C-H asymétrique et symétrique respectivement. Les bandes à 1322 cm⁻¹ et 1580 cm⁻¹ correspondent respectivement aux vibrations d'élongation des groupements C=O et C-O respectivement. L'ajout de HES-Hy n'entraîne pas de modification significative de la position des pics, ce qui indique qu'il n'y a pas d'interaction chimique entre l'alginate et le HES-Hy. Seule l'intensité des pics varie en fonction de la proportion de HES-Hy dans les films.

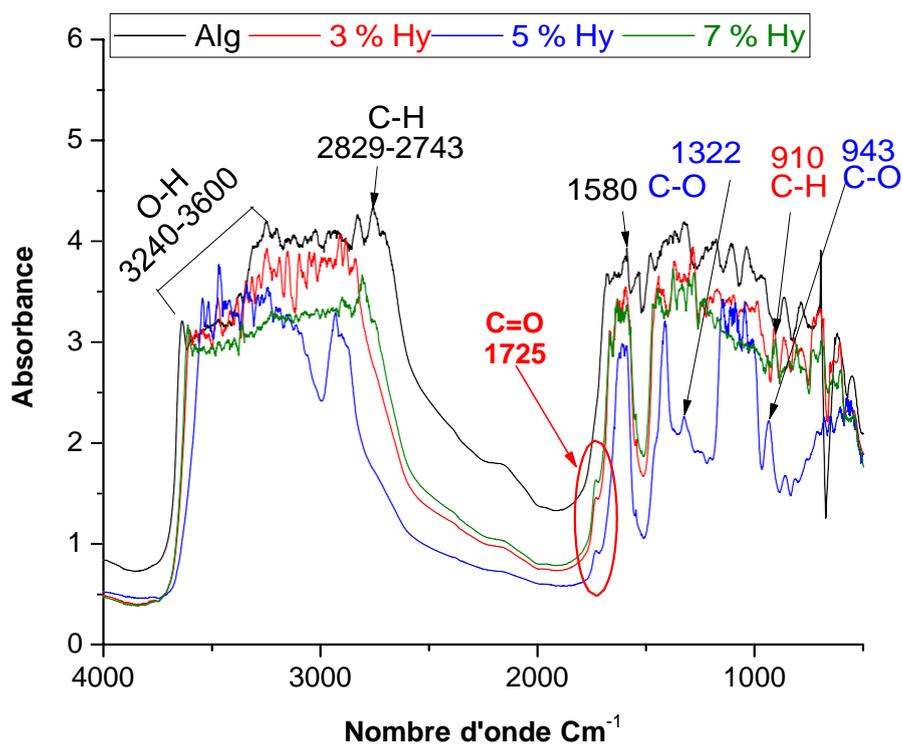


Figure 20. Spectres IRTF d'Alginate du sodium et des films Alg /HE_S-Hy à différent taux.

IV.3. Test de gonflement

L'évolution du taux de gonflement du film d'alginate pur et des films Alg/ HE-Hy et Alg/HE-US à différent taux de charge est représentée sur la Figure 21.

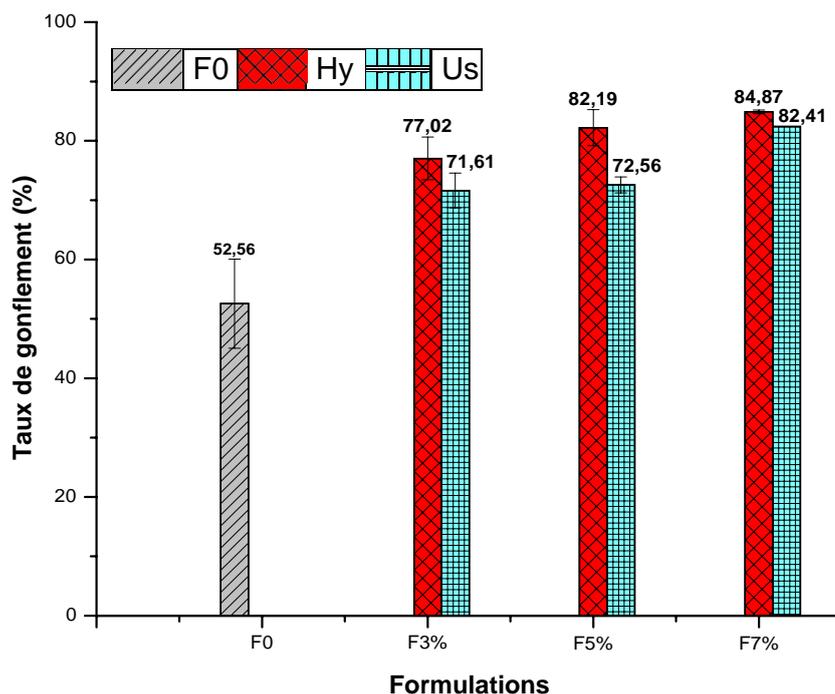


Figure 21. Evolution du taux de gonflement des films Alg/Huile essentielle d'eucalyptus

Le phénomène de gonflement implique la diffusion de l'eau, la dissociation des liaisons hydrogène et ioniques et la relaxation du polymère (**Peng et al. 2013**). La matrice alginate pur présent un taux de gonflement avoisinant 53%, due principalement à son caractère très hydrophile et qui par le biais des interactions des liaisons hydrogènes entre les O-H du polysaccharide et les molécules d'eau, l'absorption d'eau augmente et par conséquent, le taux de gonflement augmente.

L'incorporation d'extraits d'eucalyptus dans d'alginate a amélioré de manière significative le degré de gonflement et ce dernier augmente aussi avec l'augmentation de la concentration de l'HE. Cette augmentation **Silva. M.A et al 2009** l'explique par la réduction du degré de réticulation de la chaîne intermoléculaire dans les films, entraînant ainsi une réduction de la force de rétraction, permettant ainsi l'absorption d'une plus grande quantité d'eau (**Peng et al. 2013**). Par exemple, pour les films Alg/HES par Hy, le taux de gonflement passe de 72 % pour une concentration de 3 % à 85% pour une concentration de 7 %. Pour les films Alg/HES par US, le taux de gonflement passe de 71 % pour une concentration de 3 % à 82 % pour une concentration de 7 %. On peut conclure que les différentes concentrations obtenues

pour les deux méthodes d'extraction influencent le pourcentage de gonflement des films d'alginate de sodium, qui reflète leur capacité d'absorption d'eau.

IV.4. Test de solubilité

La solubilité dans l'eau est une autre caractéristique importante des matériaux d'emballage en particulier dans un environnement humide, et elle directement liés aux propriétés hydrophiles des films, et elle dépend de la méthode d'extraction utilisée et de la concentration en huile essentielle. La figure montre l'évolution de la solubilité du film d'alginate pur et des films Alg/HE-Hy et Alg/HE-US.

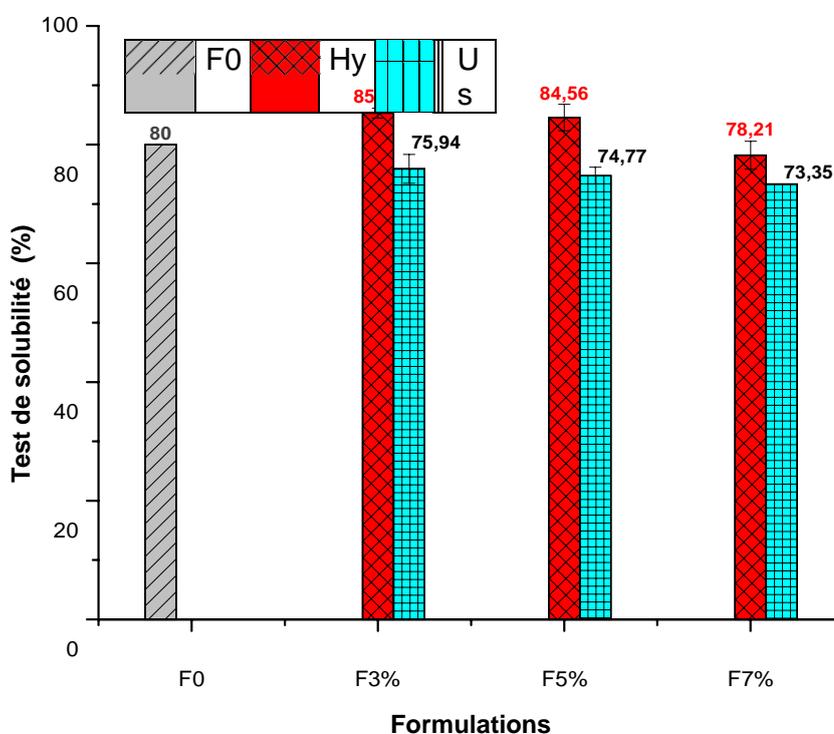


Figure 22. Evolution du taux de solubilité des films Alg/HES-Hy et Alg/HES-U s à différent concentration

Sachant que l'alginate est 100% soluble dans l'eau, On remarque que notre film d'alginate pur présente une solubilité de 80 %, due principalement à son caractère très hydrophile qui peut facilement absorber l'eau, et les 20% de gain dans la solubilité est dû à la réticulation des chaînes de ce polysaccharide par le CaCl_2 , qui renforce les liaisons intermoléculaires et rend les films plus cohésifs et ordonnés.

La solubilité des films a diminué avec l'incorporation d'EE extrait par ultrason, atteignant des valeurs de 75, 74 et 73 % pour des concentrations 3,5 et 7% respectivement, soit une réduction de 5, 6 et 7% par rapport à la matrice alginate pur. Cette réduction de la solubilité des films pourrait être associée à la formation d'un réseau compact entraînant une diffusion plus faible de l'eau dans la matrice d'alginate (**Chen et al., 2019**). Un phénomène similaire de réduction de la solubilité des films de Chitosane après l'incorporation d'extraits d'*Eucalyptus globulus* a été rapporté par différents chercheurs (**Hafsa et al., 2016 ; Peng et al., 2013 ; Shojaee-Aliabadi et al., 2014**).

En revanche, la solubilité des films Alg/ HE-Hy était significativement plus élevée. Des résultats similaires ont été obtenus par **António Marques 2014** pour les films de protéine incorporant du clou de girofle. **Silva. M.A et al 2009** ont observé une solubilité plus élevés des films de pectine, et la réduction du degré de réticulation de la chaîne intermoléculaire devrait entraîner une réduction de la force de rétraction, permettant ainsi l'absorption d'une plus grande quantité d'eau.

En comparant les films Alg/ HE-Hy et Alg/ HE-Us, les premiers ont eu un effet plus important sur la solubilité. Selon la bibliographie cette différence de solubilité est influencée par la méthode d'extraction utilisée et principalement aux différents composants actifs de cette huile. Pour confirmer ces dires, on a effectué l'analyse par chromatographie en phase gazeuse couplé à la spectroscopie de masse au niveau d'Alger, mais malheureusement les résultats ne nous ont pas été parvenus à temps pour pouvoir les présentés et les discutés.

IV.5. Activité antioxydant

L'huile essentielle de feuille d'*eucalyptus globulus* possède des propriétés antioxydant qui a été évaluées par le test du DPPH. Ce test permet de mesurer la capacité des extraits à piéger le radical libre DPPH. La Figure 23 et le Tableau VII présentent les résultats obtenus pour différentes concentrations d'huile essentielle (0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,7 ; et 1mg/ml).

Tableau VII : Résultat de l'évolution de l'activité antioxydant de l'HE d'*Eucalyptus globulus*

Concentration mg/ml	Pourcentage inhibition d'HE _s -E
0,3	31,02
0,4	38,87
0,5	45,21
0,7	68,2
1	87,58

On observe que l'activité antioxydant de l'huile essentielle augmente avec la concentration. Pour atteindre un taux de 87% pour une concentration de 1mg/ml. Ce phénomène est lié à la présence de composés phénoliques qui peuvent réduire le DPPH en lui donnant un atome d'hydrogène ou un électron. Plusieurs études ont rapporté que l'activité antiradicalaire des extraits végétaux est proportionnelle à leur teneur en phénols (**Gülçin et al. 2003 ; Kumaran et Karunakaran, 2007 ; Wang et al. 2007**).

La valeur de la CI50, qui représente la concentration d'huile essentielle nécessaire pour inhiber 50% du DPPH (extraite à partir de la Figure 23) est de 0,5444mg/ml. Cette valeur indique une forte activité antioxydant de l'huile essentielle. L'origine de cette activité pourrait être attribuée aux flavonoïdes, qui sont des composés phénoliques possédant un cycle hydroxylé (**Le et al. 2007**). Des travaux antérieurs ont montré que l'extrait d'E globulus avait une CI50 de 0,057mg /ml (**Mishra et al. 2010**) et de 0,136mg/ml pour les feuilles (**Pal Singh et al., 2012**). Ces résultats peuvent varier en fonction des conditions expérimentales (température, rapport antioxydant/DPPH, solvant, pH, concentration) (**Popovici et al. 2009 ; Noipa et al. 2011 et Costa et al. 2012**). On peut également noter que plus le pourcentage d'inhibition est élevé, plus l'activité antioxydant est forte.

L'espèce *Eucalyptus. Globulus* possède comme composé majoritaire le 1,8-cinéole avec une teneur qui varie entre 47,05% et 81,70%, sachant que ce composé est en général le marqueur génétique de l'espèce *E. globulus*. Selon l'étude d'**Ashokeet al. 2010**, l'huile essentielle d'*E. globulus* montre une activité antioxydant avec un pourcentage de piégeage du radical DPPH de 79±0,82% à une concentration de 80% (V/V).

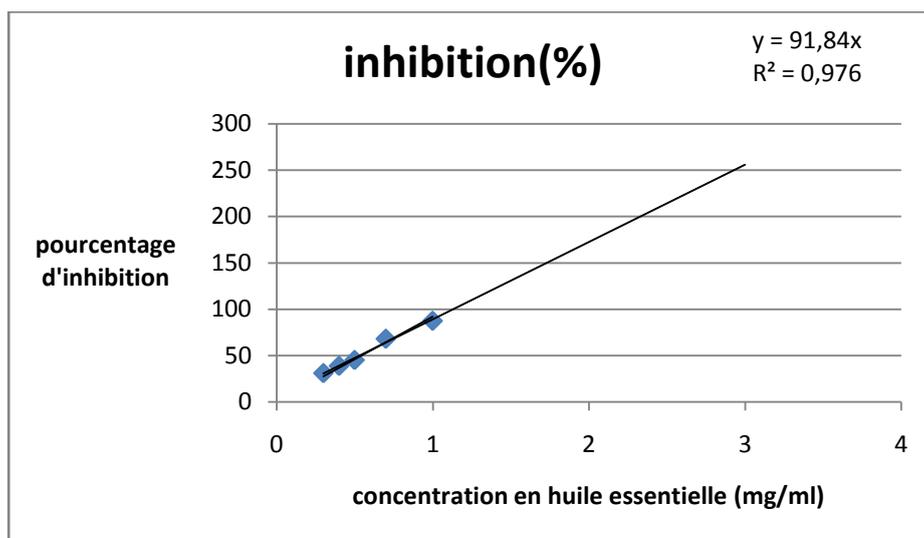


Figure 23. Evolution d'activité antioxydant en fonction de différentes concentrations d'HE d'eucalyptus globulus extraite par Us.

Les résultats de d'activité de piégeage du DPPH et du pouvoir réducteur des films Alg/HE d'eucalyptus sont présentés dans la figure 24. Le film d'alginate pur sans HE présente une activité antioxydante inhibitrice minimale de 39% par rapport à celle des films chargés en HEE qui est de 65.53 (Hy) et 69.38% (Us) pour la concentration optimale de 7%. Cependant, le taux d'inhibition augmente aussi avec la concentration de l'extrait d'eucalyptus pour les deux méthodes (HY et Us), ce qui indique le fort potentiel antioxydant de l'HE d'eucalyptus utilisée (*Norajit et al. 2010*). Cela peut être attribué aux extraits phénoliques élevés, ce qui renforce sa capacité à donner de l'hydrogène, qui est le phénomène de base de la méthode de piégeage du DPPH. Car les composés phénoliques possèdent une structure idéale pour piéger les radicaux libres et agir en tant que donneurs d'hydrogène (*Manjula Kola 2021*).

En comparant les deux méthodes d'extraction, on constate que la méthode ultrason présente des valeurs plus élevée par rapport à celle de l'hydrodistillation. A titre d'exemple on enregistre des pourcentages d'inhibition de 43.58, 59.57 et 65.53% pour les films Hy et 50.23, 61.53 et 69.38 % pour les films US. Ces différences constatées selon la méthode d'extraction sont dues à des composés différents dans la composition de cette huile. L'utilisation des ultrasons est généralement liée à une augmentation de la polarité du solvant, ce qui devrait permettre d'obtenir des extraits plus riches en composés phénoliques, ce qui explique la

meilleure activité antioxydante (*Somaris E 2021*). Des résultats similaires sont obtenus par *Vicente. G et al. 2012. Hongbo Mi 2021*).

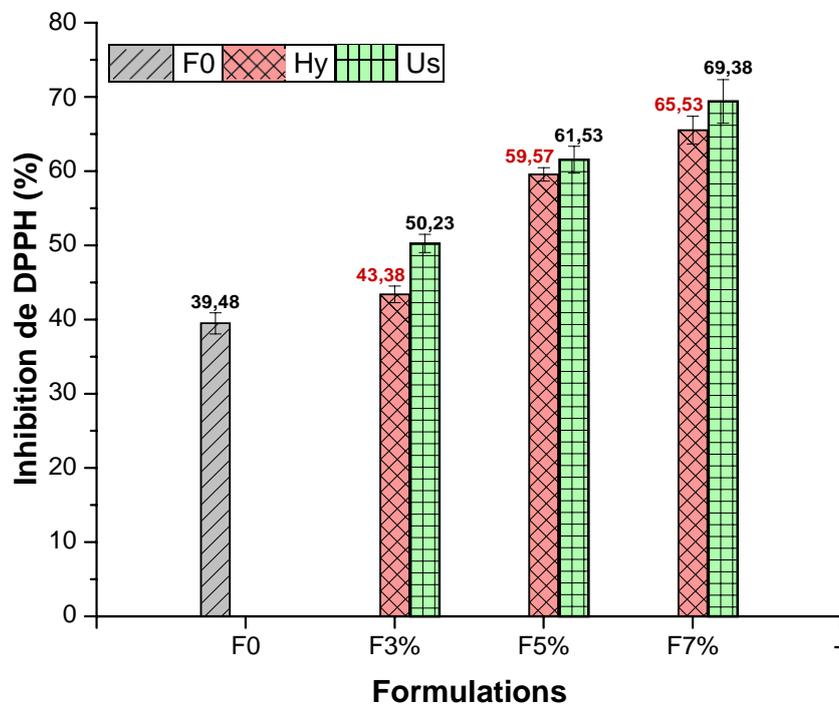


Figure 24. Résultat de l'activité antioxydant des films Alg/HE à différentes concentrations

IV.6. Activité antibactérienne

Dans cette étude, nous avons évalué l'effet antibactérien de l'HES de nos films à base d'alginate sur quatre micro-organismes : deux bactéries une à Gram positif (*Staphylococcus aureus*) et l'autre à Gram négatif (*E-Coli*) et deux champignons (*Aspergillus* et *Fusarium*). Pour cela, nous avons utilisé la technique de diffusion sur disque qui permet de mesurer la zone d'inhibition autour des échantillons. Nous avons constaté que l'HE extraite par ultrasons présentait la meilleure activité antibactérienne contre la souche de *Staphylococcus aureus*, tandis que les autres HES n'avaient pas d'effet significatif. En revanche, nos films d'alginate et d'alginate/HE n'ont montré aucune activité antibactérienne contre les quatre micro-organismes testés. Ce résultat suggère que le film d'alginate n'a pas d'activité antibactérienne intrinsèque.



Figure 25. Effet de la bactérie à gram positif « *Staphylococcus aureus* » sur l'huile essentielle Eucalyptus Globulus

Conclusion

Conclusion

Notre travail a porté sur l'élaboration et le développement d'un biofilm à base d'alginate de sodium chargé de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus extraites par deux méthodes à savoir l'hydrodistillation et l'ultrason à différents concentrations (3, 5 et 7%). Les résultats ont révélé que :

- Le rendement de l'huile essentielle extraite par la méthode hydrodistillation est estimé à 1,23% et celui par la méthode ultrason est de 1,68%. Ces taux s'avèrent très prometteurs et confirment les résultats de la littérature, qui indiquent que l'utilisation des ultrasons est plus efficace que l'hydrodistillation en termes de rendement.
- L'analyse par spectroscopie IRTF confirme la structure de l'HE d'eucalyptus pour les deux méthodes, à l'exception de la bande des hydroxyl O-H qui est plus prononcé et plus large pour l'HEE extraite par hydrodistillation que celui par l'ultrason, due à la présence de trace d'eau. L'ajout de HEE n'entraîne pas de modification significative sur les spectres des films alg/HEE.
- La matrice alginate pur présent un taux de gonflement avoisinant 53%, L'incorporation d'extraits d'eucalyptus a induit une augmentation du degré de gonflement et ce dernier augmente aussi avec la concentration de l'HE.
- L'alginate pur présente une solubilité de 80 %. Avec l'incorporation d'EE extrait par ultrason, la solubilité est réduite de 5, 6 et 7% par rapport à la matrice alginate pur. En revanche, la solubilité des films Alg/ HE-Hy a augmenté.
- Le CI_{50} , nécessaire pour inhiber 50% du DPPH est de 0,5444mg/ml. L'activité anti-oxydante augmente avec la concentration de l'extrait d'eucalyptus pour les deux méthodes (HY et Us), En revanche la méthode ultrason présente des pourcentages d'inhibition plus élevée.
- Pour l'activité antibactérienne, l'HE d'eucalyptus extrait par ultrasons présente un effet positif contre la souche de Staphylococcus aureus, tandis que les autres échantillons n'avaient pas d'effet significatif vis à vis des souches testées.

Références bibliographiques

Références bibliographique

A

- Agulhon, P., Robitzer, M., Habas, J. P., Quignard, F. (2014). Influence of both cation and alginate nature on the rheological behavior of transition metal alginate gels. *Carbohydrate. Polymer.* 112, 525-531.
- Aichour, A. et Boudiaf, H. (2017). L'alginate de sodium: encapsulation et caractérisation. Laboratoire de Génie des Procédés Chimiques, Département de Génie des Procédés,
- Aityoucef, M. (1983). « Les plante médicinales de Kabylie », Bis Press, Paris, 141p.
- Aljaafari M., Sultan Alhosani M., Abushelaibi A., Kok-Song L., et Swee-Hua Erin Lim. (2019). Essential Oils: Partnering with Antibiotics, Essential Oils - Oils of Nature, Hany A. El-Shemy, InTech Open.
- Almari, M, S et al. (2021). Food packaging's material: A food safety perspective. *Saudi journal of Biological Sciences*.doi.org/10.1016/j. sjbs.2021.04.047
- André, C. et Bettenfeld, M. L. (2012). Applications des huiles essentielles dans le domaine des arômes et parfums. In. X. Fernandez et F. Chemat (Eds). *La chimie des huiles essentielles: Tradition et innovation.* (pp. 193-211). Paris: Vuibert.
- Avlessi F., Alitonou G.A., Djenontin T S., Tchobo F., Yèhouéno B., Menut C. et Sohounhloué D. (2012). Chemical composition and Biological activities of the Essential oil extracted from the Fresh leaves of *Chromolaena odorata* (L. Robinson) growing in Benin. *ISCA Journal of Biological Sciences*, 1(3): 7-13.
- Ashoke, K.; Chattopadhyay, P.; Ghosh, J.S.; Mishra, A. K.; Sahu, N.; Mishra, A. (2010). Phytochemical Screening and Antioxidant Activity of essential oil of Eucalyptus leaf *Pharmacognosy. Journal | Vol 2 | Issue, (16): P25-28.*
- António, M., Bárbara, T., Carla, P., Cristina, R., Irineu, Batista., Jorge, A., Saraiva, M., Leonor, N., (2014). Characterization of fish protein films incorporated with essential oils of clove, garlic and organum: Physical, antioxidant and antibacterial properties. *LWT - Food Science and Technology* 59 533e539.

B

- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils- A review. *Food Chem Toxicol*; 46: 446-475.
- Bartosz G. (2003). Generation of reactive oxygen species in biological systems. *comments on toxicology.* 9: 5-21.

- Baser K-H-C. et Buchbauer G. (2009). Handbook of essential oils: science, technology, and applications. CRC Press. 1^{ère} éd, Environnement et Agriculture, Food Science et Technology, Physical Sciences. 991p.
- Baser, K. H. C., et Buchbauer, G. (2010). Handbook of essential oils: science, technology, and applications. Boca Raton: CRC Press/Taylor et Francis.
- Belaouad, A. (1998). « Les plantes médicinales d'Algérie », OPU Alger. 277p.
- Benhouria A. (2018). Synthèses des composites smectites /biopolymères comme adsorbants des Micropolluants: Caractérisation et Modélisation. Thèse de doctorat d'université ferhatabbas Sétif-1
- Bierhalz, A.C.K., Silva, M.A., Braga, M.E.M., Sousa, H.J.C., Kieckbusch, T.G. (2014). Effect of calcium and/or barium cross linking on the physical and antimicrobial properties of natamycin-loaded alginate films. LWT-Food Sci. Technol. 57, 494-501.
- Boland d j., brophy j., house a.p.n. (1991). Eucalyptus leaf oils use, chemistry, distillation and marketing aciarc/CSIRO Inkata Press Melbourne. Sydney page 08-page15.
- Boukhatem, M.N., Ferhat, M.A., Kameli, A. et Mekarnia, M. (2017). Eucalyptus globules (Labill) : un arbre à essence aux mille vertus. Lavoisier SAS.
- Bourgou, S., Serairi Beji, R., Medni, F., and Ksouri, R. (2016) : Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'Euphorbia helioscopia. Journal of new sciences, 28(12), 1649-1655.
- Bousmaha, Y et Kebrit, I. (2021). Bioplastiques fabriqués à partir des algues. Thèse de doctorat de l'université abouberkbelkaid – Tlemcen.
- Brandsh, J., et al. (2002). Migration modelling as a tool for quality assurance of food packaging. Food Additives and Contaminants. 2002, Vol. 19, Supplement, pp. 29-41.
- Bruneton J. (1999) - Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 3^{ème} édition, Ed. TEC et DOC, Paris.
- Bruneton, J. (2009). Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales. Tec et Doc. 4^{ème} Ed Lavoisier, Paris.
- Bruneton, J. (1995). Pharmacognosy, phytochemistry, medicinal plants. Paris, Lavoisier, 915p. (Technique et Documentation).
- Burnie, G. (2006). Encyclopédie de botanique et d'horticulture, plus de 10000 plantes du monde entier. Ed, Place des victoires. Paris.
- Burt S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods – a review. International Journal of Food and Microbiology. 94: 223-253.

- Butterfield D. et Lauderback C. (2002). Lipid peroxidation and protein oxidation in Alzheimer's disease brain: potential causes and consequences involving amyloid beta-peptide associated free radical oxidative stress. *Free Radical Biology and Medicine*. 32, 1050-1060.
- Bakhrouf, A.; Noumi, E.; Snoussi, M. (2010). In vitro effect of *Melaleuca alternifolia* and *Eucalyptus globulus* essential oils on mycelial formation by oral *Candida albicans* strains. *Afr. J. Microbiol, Tunisia*, 4(12), 1332-1336.
- Bey-Ould Si Said Z., Haddadi-Guemghar H., Boulekbache-Makhlouf L., Rigou P., Remini H., Adjaoud A., Khoudja N.K. et Madani K. (2016). Essential oils composition, antibacterial and antioxidant activities of hydrodistilled extract of *Eucalyptus globulus* fruits. *Industrial Crops and Products*, 89: 167–175.
- Boudjehem W.H. (2019). Etude de l'activité antimicrobienne de quelques huiles essentielles pour le contrôle des agents phytopathogènes. Master en Sciences Agronomiques, spécialité : Phytopharmacie et protection des végétaux. Université 8 mai 1945-Guelma, Algérie. 84p.
- Beuchat, L. R. (2002). Ecological factors influencing survival and growth of human pathogens on raw fruits and vegetables. *Microbes Infect.* 4: 413-423.
- Boudraa, H., Kadri, N., Mouni, L., Madani, K. (2021). Microwave-assisted hydrodistillation of essential oil from fennel seeds: Optimization using Plackett–Burman design and response surface methodology. *J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants* 23, 100307.
<https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2021.100307>.

C

- Capon, M., Courilleau, V., Valette, C. (1993). *Chimie des couleurs et des odeurs*. Ed. Cultures et techniques, Nantes. 255 P.
- Chen, J., Chen, F., Meng, Y., Wang, S., et Long, Z. (2019). Oxidized microcrystalline cellulose improve thermoplastic starch-based composite films: Thermal, mechanical and water-solubility properties. *Polymer*, 168, 228–235.
- Chemat, F., Huma, Z., Khan, M.K. (2011). Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*. 18, 813-835.
- Chen, J., Wu, A., Yang, M., Ge, Y., Pristijono, P., Li, J., Mi, H. (2021). Characterization of sodium alginate-based films incorporated with thymol for fresh-cut apple packaging. *Food Control*, 126, 108063. doi: 10.1016/j.foodcont.2021.108063.
- Ctac, 2010. *Guide de l'emballage alimentaire*
- Curir, P., Beruto, M. et Dolci, M. (1995). "Eucalyptus species: in vitro culture and production of essential oils and other secondary metabolites". Dans: Bajaj, Y.P.S. (Ed.). *Medicinal and Aromatic Plants VIII*. Springer, Berlin, Heidelberg. P: 194-214.

- CURTIS A., SOUTHWELL IA., ET STIFF IA. (1990). Eucalyptus, a new source of cinnamate
J. Essential Oil Res 2, 105-110
- Chekoual, L., Aissat, A., Ait-Kaci Aourahoun, K., et Benabdelkader, T. (2019). Comparative
Study of Yield, Chemical Composition and Antioxidant Activity of Wild Algerian
Lavandula stoechas L. Obtained by Ultrasound Pre-treatment and by Conventional
Hydrodistillation. *Phytothérapie*, 16(S1), S109-S118. doi: 10.3166/phyto-2018-0105
- Celiktas, O., Hameş, Elif Esin Bedir., Erdal, F., vardar-sukan, O., Temel Baser, K., Husnu, C.
(2007). Antimicrobial activities of methanol extracts and essential oils of *Rosmarinus Officinalis*,
depending on location and seasonal variations. *Food Chemistry*. Volume 100. Doi:
10.1016/j.foodchem.2005.10.011.
- Costa, P., Goncalves, S., Valentao, P., Andrade, B., Anabela, R. (2012). *Thymus*
lotocephalus wild plants and in vitro culture produce different profiles of phenolic
compound with antioxidant activity. *Food Chemistry*, 135: 1253-1260p.
- Chen, G., Sun, F., Wang, S., Wang, W., Dong, J., Gao, F. (2020). Enhanced extraction of essential
oil from *Cinnamomum cassia* bark by ultrasound assisted hydrodistillation. *Chin. J. Chem. Eng.* 1–
29. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2020.08.007>.

D

- Durville J. P. (1930). *Chimie des parfums*, Ed : Librairie centrale des sciences de forages,
Girard Cie, Paris.
- Da Porto, C., Decorti, D., ET Kikic, I. (2009). Flavour compounds of *Lavandula angustifolia*
L. to use in food manufacturing: Comparison of three different extraction methods. *Food*
Chemistry, 112(4), 1072–1078.
- Danielle Huard. (1999). *Les huiles essentielles, l'aromathérapie*. Canada : Quebec: 195p.
Thèse de doctorat de l'université Pierre et Marie Curie.
- De Silva, T. (1995). *Development of essential oil industries in developing countries*. Austria:
K. Tuley de Silva.
- Del Nobile, M. A., Conte, A., Buonocore, G. G., Incoronato, A. L., Massaro, A., et Panza, O.
(2009). Active packaging by extrusion processing of recyclable and biodegradable
polymers. *Journal of Food Engineering*, 93(1), 1-6.
- Del Nobile, M.A., et al. (2007). Design of plastic packages for minimally processed fruits.
Journal of Food Engineering. Vol. 79, pp. 217–224.
- Dhargalkar V.K., et Pereira N. (2005). *Seaweed: Promising plant of the millennium*.
Science and culture.

Dolatowski, Z. J., Stadnik, J., Stasiak, D., et others. (2007). Applications of ultrasound in food technology. *Acta Sci. Pol., Technol. Aliment*, 6(3), 89–99.

Donati I. et Paoletti, S. (2009). *Material Properties of Alginates*. (B. H. A. Rehm, Ed.) (Vol. 13). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

E

Edris A.E. (2007). Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents: A review. *Phytotherapy Research* 21, 308-323.

Electrochemical Society, 58 (1) 651-661 Faculté de Technologie, Université FerhatAbbas Sétif-1, Sétif, Algérie.

F

Favier A. (2003). Le stress oxydant. Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique.

Fefped, (2020). European federation of wooden pallet and packaging manufacteurs.

France-Ida J. (1996) - Bref survol de diverses méthodes d'extraction d'huiles essentielles. *Info-essence*.3 : 5-6.

Frédéric et al., (2022). Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques, P6-8.

G

Glicksman, M. 1987. Utilization of seaweed hydrocolloids in the food industry. *Hydrobiologia*151/152: 31–47.

Gontard N., Guillard V., Gaucel S., Guillaume C. (2017). L'emballage alimentaire et l'innovation écologique dans toutes leurs dimensions. *Innovations Agronomiques*, INRA, 2017, 58, pp.1-9.

Grysole J. (2004) - La commercialisation des huiles essentielles. *Manuel pratique des huiles essentielles : de la plante à la commercialisation*. 139-141.

Gülçin, I., Oktay, M., Kreçci, E. et KüfrevioğÖ, I. (2003). Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinellaanisum*L.) seed extracts. *Food Chemistry*, 83, pp: 371–382.

Gilles, M., Zhao, J., An, M., Agboola, S. (2010). Chemical composition and antimicrobial properties of essential oils of three Australian Eucalyptus species. *Food Chemistry* 119, 731–737.

Gilani, S., Najafpour, G. (2022). Evaluation of the extraction process parameters on bioactive compounds of cinnamon bark: A comparative study. *Process Biochem* 114, 93–101. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2022.01.022>.

H

- Hamid Akash, M. S., Rehman, K., Chen, S. (2015). Natural and Synthetic Polymers as Drug Carriers for Delivery of Therapeutic Proteins. *Polymer Reviews*, 55(3), 371–406
- Hamimed, F. (2016). Elaboration de billes à base d'alginate. Étude rhéologique et de comportement. Thèse de doctorat de l'université m'hamedbougarra – Boumerdes.
- HaraK.,SomeyaT.,SanoK.,SaganeY.,WatanabeT.,WijesekaraR.G.S.(2018).Antioxidantactivities of traditional plants in Sri Lanka by DPPH free radical-scavenging assay. *Data In Brief*.17,870-875.
- Haug, A., Larsen, B., Smidsrod, O. (1974). Uronic acid sequence in alginate from different sources. *Carbohydrate Research*, 32: 217–225.
- Haug, A., Myklestad, S., Larsen, B., Smidsrød, O. (1967).Correlation between chemical structureand physical properties of alginates.*ActaChemicaScandinavica*21: 768–778.
- HayRobert,K.M.,Waterman,P.G.(1993).*VolatileOilCrops,TheirBiology,Biochemistryand Production*, JohnWileyandSonsInc., New York.
- Hussain A.I., Anwar F., Chatha S.A.S., Jabbar A., Mahboob S. and Nigam P.S. (2010). Rosmarinusofficinalis essential oil: antiproliferative, antioxidant and antibacterial activities. *Brazilian Journal of Microbiology* 41:1070-1078.
- HongboMi, Chen, J., Wu, A., Yang, M., Ge, Y., Pristijono, P., Jianrong Li, Baocheng Xu. (2021). Characterization of sodium alginate-based films incorporated with thymol for fresh-cut apple packaging *Food Control* 126.108063
- Hafsa, J., Smach, M.a., Ben Khedher, M.R., Charfeddine, B., Limem,K., Majdoub, H., Rouatbi, S. (2016). Physical, antioxidant and antimicrobial properties of chitosan films containing Eucalyptus globulussessential oil, *LWT - Food Science and Technology*.

I

- Ivana Lourenço de Mello Ferreira, Marcia Parente Melo da Costa, Marcia Cerqueira Delpech. (2017). Evaluation of single-point equations to determine intrinsic viscosity of sodium alginate and chitosan with high de acetylation degree. *Polymer Testing* 63 427-433.

J

- Jasenka, G., et al. (2000). Gas permeability and DSC characteristics of polymers used in food packaging. *Polymer Testing*.2000, Vol. 20, pp. 49-57.

Jilani, A., Dicko, A. (2012). The therapeutic benefits of essential oils. In: Nutrition, Well-being and Health [Internet]. Croatia: InTech; Available from: https://www.researchgate.net/publication/221925405_The_Therapeutic_Benefits_of_Essential_Oils.

Jorge A. Pino, Luis Moncayo-Molina; Iraidá Spengler, Julio C. (2021) Pérez Chemical composition and antibacterial activity of the leaf essential oil of *Eucalyptus globulus* Labill. from two highs of the canton Cañar, Ecuador or *Revista CENIC Ciencias Químicas*, vol. 52, núm. 1, pp. 026-033.

K

Kaklamani, G., Cheneler, D., Grover, L.M., Adams, M.J., Bowen, J. (2014). Mechanical properties of alginate hydrogels manufactured using external gelation. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 36, 135-142.

Kaloustian, J. et F. Hadji-Minaglou. (2012). *La connaissance des huiles essentielles, qualilogieet aromathérapie*. Editions Springer Verlag; Paris.

Kirwan, M.J. (2011). Paper and paper board packaging. In: Coles, R., Kirwan, M.J. (Eds.), *Food and Beverage Packaging Technology*, 2nd ed. Wiley-Blackwell, Chichester, pp. 13_250.

Kloareg B. et R.S. Quatrano. (1988). Structure of the cell walls of marine algae and ecophysiological functions of the matrix polysaccharides. *Oceanography and Marine Biology. An Annual Review*, 26, 259-315.

Kunle, O., Okogun, J., Egamana, E., Emojevwe, E. ET Shok, M. (2003).Antimicrobial activity of various extracts and carvacrol from *Lippiamultifloralea* extract. *Phytomedicine*. 1(10): 59-61.

Karabay-Yavasoglu, N.U., Sukatar, A., Ozdemir, G. and Horzum, Z. (2007) Antimicrobial Activity of Volatile Components and Various Extracts of the Red Alga *Jania rubens*. *Phytology Research*, 21,153-156.

Kumaran A. et Karunakaran R. J. (2007). In vitro antioxidant activities of methanol extracts of five *Phyllanthusspecies* from India. *LWT*, 40, pp : 344-352.

L

Lamamra, M. (2018). Contribution à l'étude de la composition chimique et de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Tinguarrasicula* (L.) Parl. Et de *Filipendulahexapetala*Gibb. Mémoire de magister de l'université ferhatabbas-Sétif.

Loucif, K. (2018). Études chimique et biologique de l'alginate de sodium oxydé par l'hypochlorite de sodium ou conjugué à la gélatine à travers la réaction de maillard. Thèse de doctorat de l'université Ferhat Abbas-Sétif-1 ufas-1 (Algérie).

Lee, B., Lee, S., Lee, H., Sim, G., Kim, J., Cho, Y., and Hong, J. (2007). Anti-oxidative and Photo-protective Effects of Coumarins Isolated from *Fraxinus chinensis*. *Arch Pharm Res*, 30: 1293-1301p.

M

Marie Claude, M., Monique, S. (2006). *Actifs et additifs encos métologie*, Ed tecet doc, Paris, ,1051p.

Mascret, C. (2010). La réglementation régissant les huiles essentielles. *Actualités Pharmaceutiques*, 49(492), 54–56.

Mnayer, D. (2014). *Eco-Extraction des huiles essentielles et des arômes alimentaires en vue d'une application comme agents antioxydants et antimicrobiens*. Thèse de doctorat de l'université d'Avignon et des pays de vaucluse.

Mohammedi, H. (2012). *Etude des extraits volatils de quelques plantes médicinales algériennes : daucus carota L., rutamontana L. et rosa canina L.* Mémoire de Magister de L'université des sciences et de la technologie houari boumediene (u.s.t.h.b) alger.

Michelina Catauro, Flavia Bollino, Elisabetta Tranquillo, Luigi Sapio, Michela Illiano, Ilaria Caiafa et Silvio Naviglio. (2017). Chemical analysis and anti-proliferative activity of Campania *Thymus Vulgaris* essential oil, *Journal of Essential Oil Research*,

Manjula Kola, BabuBhagathYerramathi, Beulah AnnemMuniraj, RammohanAluru, MadhaviThirumanyam, Grigory V. Zyryanov. (2021). Structural studies and bioactivity of sodium alginate edible films fabricated through ferulic acid crosslinking mechanism. *Journal of Food Engineering* 301. 110566

Mishra, K., Sahu, N., Mishra, A., Ashoke, K., Chattopadhyay, P. (2010). Phytochemical Screening and Antioxidant Activity of essential oil of *Eucalyptus* leaf. *Pharmacognosy Journal*, 16 :25-28p.

N

NgosGiang, T. (2015). *Etude expérimentale et numérique de l'influence des interactions contenant /contenu sur le comportement élasto-viscoplastique d'emballages en polyéthylène haute densité*. Université de reims champagne-Ardenne.

Nielsen, T.J. et Jägerstad, I.M. (1994). Flavour scalping by food packaging. *Food Science and Technology*. 1994, Vol. 5, pp. 353-356.

Nixon, M., et Mc Caw, M. (2001). *The Compleat distiller*. New Zealand: The Amphora Society.

Nyegue, M. A. (2005). *Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de quelque plantes aromatiques et/ou médicinales du Cameroun : Evaluation de leurs activités antiradicalaires, anti-inflammatoires et antimicrobiennes*. Thèse de doctorat en chimie organique, minérale, analytique et industrielle (p. 184): Université des sciences et techniques de Languedoc, Montpellier.

Norajit, K., Kim, K.M., Ryu, G.H. (2010). Comparative studies on the characterization and antioxidant properties of biodegradable alginate films containing ginseng extract. *J. Food Eng.* 98, 377–384.

Noipa, T., Supalax, S., Thawatchai, T., Wittaya, N. (2011). New approach for evaluation of the antioxidant capacity based on scavenging DPPH free radical in micelle systems. *Food search International*, 44: 798-806p.

O

O'Brien, A. et Cooper, I. (2001). Polymer additive migration to foods-a direct comparison of experimental data and values calculated from migration models for polypropylene. *Food Additives and Contaminants*.2001, Vol. 18, 4, pp. 343-355.

Ouis N. (2015). Etude chimique et biologique des huiles essentielles De Coriandre, De Fenouil Et De Persil. Thèse de Doctorat en Chimie organique. Université D'Oran 1 AhmedbenBella, Algérie. 166p.

Oussou K.R. (2009). Etude chimique et activités biologiques des huiles essentielles de sept plantes aromatiques de la pharmacopée Ivoirienne. Doctorat de l'Université de Cocody Abidjan, 241p.

P

Paré J. (1997) - Procédé assisté par micro-ondes. Info-essences, Bulletin sur les huiles essentielles, 4 :p.4

Palma, L.M., Almeida, T.S., De Andrade, A.R. (2013). High Catalytic Activity for l'élimination de polluants organiques dans les effluents par séparation magnétique, thèse.

Pereira, L., Critchley, A.T., Amado, A.M. (2009). Ribeiro-Claro, P.J.A. A comparative analysis of phycocolloids produced by underutilized versus industrially utilized carrageenophytes (Gigartinales, Rhodophyta). *J. Appl. Phycol.* 21: 599–605.

Perroti, C., Caraffa, N. (1994). *Se soigner par les plantes médicinales*. Paris, Ed Berti, 118p.

Pranoto, Y., Rakshit, S.K., V.M. Salokhe, V.M. (2005) Mechanical, physical and antimicrobial characterization of edible films based on alginate and chitosan containing garlic oil, *Dev. Chem. Eng. Miner. Process.* 13 (5–6) 617–626.

Pingret, D., Fabiano-Tixier, A.-S., et Chemat, F. (2013). Degradation during application of ultrasound in food processing: A review. *Food Control*, 31(2), 593–606.

Pourrut B. (2008). Implication du stress oxydatif dans la toxicité du plomb sur une plante modèle, *Vicia faba*. Thèse de doctorat, Toulouse, France.

Pal Singh, H., Kaur, S., Negi, K., Kumari, S., Saini, V., Batish, R. (2012). Assessment of in vitro antioxidant activity of essential oil of *Eucalyptus citriodora* (lemonscented Eucalypt; Myrtaceae) and its major constituents. *Food Science and Technology*, 48: 23-241p.

Popovici, C., Saykova, I., Tylkowski, B., (2009). Evaluation de l'activité antioxydante des copposés phénoliques par laréactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de Génie industriel*, 4 : 25-39p.

Peng, L., et Liang, S. (2013). The Effects of Consumer Perceived Value on Purchase Intention in e-Commerce Platform: A Time-Limited Promotion Perspective. *Proceedings of the Thirteen International Conference on Electronic Business*, Nanyang Executive Centre, 1-4 December 2013, 1-4, 56.

Q

Quintavalla, S., et Vicini, L. (2002). Antimicrobial food packaging in meat industry. *Meatscience*, 62(3), 373-380.

R

Ribeiro-Santos, R., Andrade, M., de Melo, N. R., et Sanches-Silva, A. (2017). Use of essential oils in active food packaging: Recent advances and future trends. *Trends in food science & technology*, 61, 132-140.

Ricciardelli D'Albore, G.C. (1986). Les insectes pollinisateurs de quelque som bellifères d'intérêt agricole et condimentaire (*Angelica archangelica*L., *Carumcarvi* L., *Petroselinumcrispum* A.W.HILL., *Apiumgraviolens* L., *Pinpinellaanisum* L., *Daucuscarota*L., *Foeniculumvulgare* MILLERV. *Azoricum* THELL.). *Apidologie*, 17 : 107-124.

Robertson, G. L. (2009). *Food packaging and shelf life: apractical guide*. CRC Press.

Robertson, G.L. (2013). *Food packaging: principles and practice*, 3rd édition.CRC press, Boca Raton.

Roduit, B., et al. (2005). Application of Finite Element Analysis (FEA) for the simulation of release of additives from multilayer polymeric packaging structures. *Food Additives and Contaminants*.2005, Vol. 22, 10, pp. 945-955.

Rosca, I.D. et Vergnaud, J.M. (2007). Problems of food protection by polymer packages. *Journal of Chemical Health and Safety*.2007, Vol. 14, 2, pp. 14-20.

S

- Safaralie A., Fatemi S. and Sefidkon F. (2008). Essential oil composition of valeriana officinalis L. roots cultivated in Iran Comparative analysis between supercritical CO₂ extraction & hydrodistillation. *Journal of chromatography A*. 1180:159.
- Sakordeme, (2014). Etude de mise en place d'une unité de production d'emballages biodégradable : Contribution à l'élimination des sacs plastiques non biodégradables, université Chikh Anta Diop de Dakar.
- Scheffer J.J.C. (1996) - Various methods for the isolation of essential oils. *Phyther. Res.*, 10:S6-S7.
- Shahidi F. (1997). Natural Antioxidants: chemistry, health effects and applications, Ed aocs mission statement. 174-197.
- Sharma S., Sangwan N. S., et Sangwan R. S. (2003). Developmental process of essential oil glandular trichome collapsing in menthol mint. *Current Science*. 84 (4-25), 544- 550.
- Silva M.A., Bierhalz A.C.K., Kieckbusch T.G. (2009). *Carbohydrate Polymers* 77 .736–742.
- Smidsrød, O, Whittington, S.G. (1969). Monte Carlo investigation of chemical in homogeneity in copolymers. *Macromolecules* 2: 42 – 44.
- Soares, N.F.F. et Hotchkiss, J.H. (1999). Comparative Effects of De-aeration and Package Permeability on Ascorbic Acid Loss in Refrigerated Orange Juice. *Packaging Technology and Science*.1999, Vol. 12, pp. 111-118.
- Soroka, W. (2010). Plastic applications, *Fundamentals of Packaging Technology*.4th ed. Institute of Packaging Professionals, Naperville, IL, pp. 281_314.
- Stokke, B.T., Smidsrød, O., Brant, D.A. (1993) Predicted influence of monomer sequence distribution and acetylation on the extension of naturally occurring alginates. *CarbohydrPolym*22: 57 – 66.
- Somaris E. Quintana, OlimpiaLlalla, Monica R. Garcia-Risco, Tiziana Fornari. (2021).Comparison between essential oils and supercritical extracts into chitosan based edible coatings on strawberry quality during cold storage. *The Journal of Supercritical Fluids* 171 .105198
- Song, S., Lee, J.A., Kiselev, I., Iyengar, V., Trapani, J.G., Tania, N. (2018) Mathematical Modeling and Analyses of Interspike-Intervals of Spontaneous Activity in Afferent Neurons of the Zebrafish Lateral Line. *Scientific Reports*. 8:14851.

Samaram, S., Mirhosseini, H., Tan, C.P., Ghazali, H.M., Bordbar, S., Serjouie, A. (2015). Optimisation of ultrasound-assisted extraction of oil from papaya seed by response surface methodology: Oil recovery, radical scavenging antioxidant activity, and oxidation stability. *Food Chem.* 172, 7–17. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.08.068>.

Shao, W., Liu, H., Liu, X., Wang, S., Wu, J., Zhang, R., Min, H., Huang, M. (2015). Development of silver sulfadiazine loaded bacterial cellulose/sodium alginate composite films with enhanced antibacterial property, *Carbohydr. Polym.* 132 .351–358.

Shojaee-Aliabadi, S., Mohammad, A., Mohammad, I., Hosseini, H., Mohammadi, A., Ghasemlou, M., Seyede Marzieh, H., Haghshenas, M., Khaksar, R. (2014). Characterization of nanobiocomposite kappa-carrageenan film with *Zataria multiflora* essential oil and nanoclay. *International Journal of Biological Macromolecules* 69, 282-289.

T

Techavises, N. et Hikida, Y. (2008). Development of a mathematical model for simulating gas and water vapor exchanges in modified atmosphere packaging with macroscopic perforations. *Journal of Food Engineering*.2008, Vol. 85, pp. 94–104

Toure,D.(2015).Etudeschimiqueetbiologiquedeshuilesessentiellesdequatreplantes aromatiques médicinales de Côte d'Ivoire. Thèse de Doctorat En Biologie Humaine. Université Félix Houphouët Boigny. Côte d'Ivoire.

Taleb-Toudert Karima. (2015). Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien). Evaluation de leurs effets sur la bruche du niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae).Thèse de Doctorat en Sciences biologiques. Université MOULOUD MAMMARI de Tizi-Ouzou .pp31.

U

ULLSTEN, N.H. et M.S., HEDENQVIST. 2003. A new test method based on head space analysis to determine permeability to oxygen and carbon dioxide of flexible packaging. *Polymer Testing*.2003, Vol. 22, pp. 291–295.

V

Veillet, S., Tomao, V., et Chemat, F. (2010). Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. *Food Chemistry*, 123(3), 905–911.

- Vicent, R. (2008). Synthèse et caractérisation de billes d'alginate magnétiques
- Vincent, E. (2010). Les alginates et leurs applications en pharmacie et en ingénierie application a la construction d'un biomatériau, thèse de doctorat d'université henripoincare - Nancy 1.
- Vicente.G, Garcia-Risco, M.R., Fornari, T. Reglero, G. (2012). Supercritical fractionation of rosemary extracts to improve the antioxidant activity, Chem. Eng. Technol. 35. 176–182, <https://doi.org/10.1002/ceat.201100367>

W

- Wichtel M. and Anton R. (1999). Plantes thérapeutiques : tradition, pratiques officinales, science et thérapeutiques. Ed. Tec et Doc.
- Wang, J., Yuan, X., Jin, Z., Tian, Y., et Song, H. (2007). Free radical and reactive oxygen species scavenging activities of peanut skins extract. Food Chemistry, 104, pp: 242-250.

Y

- Yahyaoui, M. (2020). Application des huiles essentielles dans le domaine des emballages alimentaire, Thèse de doctorat de l'université du pays Basque.
- Yam, K. L., Takhistov, P. T., et Miltz, J. (2005). Intelligent packaging: concepts and applications. Journal of food science, 70(1), R1-R10.

ANNEXES

Les milieux de culture

OGA

Ingrédients en grammes pour un litre d'eau purifiée

Extrait de levure	5,00
Glucose.....	20,00
Agar.....	12,00

Ce milieu peut être ajusté et/ou supplémenté en fonction des critères de performances imposés.

EMB

Formule en g/L d'eau distillée :

Peptone	10
Lactose	10
Eosine	0,4
Bleu de méthylène.....	0,065
Hydrogénophosphate de potassium.....	2
Agar.....	15

Chapman

Ingrédients en grammes par litre d'eau distillée ou déminéralisée.

Peptones	10,00
Extrait de viande de bœuf.....	1,00
D-mannitol	10,00
Chlorure de sodium	75,00
Rouge de phénol.....	0,025
Agar.....	15,00

Gélose Muller

Ingrédients en grammes par litre d'eau purifiée

Peptone	17,50
Extrait de viande.....	2,00
Amidon.....	1,50
Agar.....	17,00

Ce milieu peut être ajusté et/ou supplémenté en fonction des critères de performances imposés

Résumé

L'objectif de ce travail est développé un nouveau matériau à base d'alginate de sodium et d'extrait des feuilles d'eucalyptus globulus en vue d'une application dans le domaine des emballages alimentaires. Deux procédés d'extraction ont été utilisés à savoir l'hydrodistillation et l'ultrason. Des films d'alginate pur et alginates chargés des huiles essentielles d'eucalyptus à différents taux 3,5 et 7% ont été préparés en solution, puis caractérisés en évaluant le rendement d'extraction, la structure chimique par IR, la solubilité et le gonflement, et enfin la partie microbiologique par les tests anti-oxydante et bactérien. Les différents résultats ont révélé des taux de rendement de 1,23% et 1,68% pour les méthodes hydrodistillation ultrason respectivement. L'analyse IRTF confirme la structure de l'HE d'eucalyptus pour les deux méthodes. Le degré de gonflement augmente avec la concentration de l'HE. La solubilité diminue avec HE-Us et augmente avec l'HE-Hy. Une concentration de 0,5444 mg/ml d'HE est nécessaire pour inhiber 50% du DPPH et le taux d'inhibition augmente avec la concentration de l'extrait d'eucalyptus pour les deux méthodes (HY et Us). L'HE d'eucalyptus extrait par ultrasons présente un effet positif contre la souche de *Staphylococcus aureus*.

Mot clés : Alginate de sodium, extraction, eucalyptus globulus, huile essentielle, activité antioxydante, activité antibactérienne.

Abstract

The aim of this work is to develop a new material based on sodium alginate and eucalyptus globulus leaf extract for use in food packaging. Two extraction processes were used: hydrodistillation and ultrasound. Pure alginate films and alginates loaded with eucalyptus essential oils at different rates (3.5 and 7%) were prepared in solution, and then characterized by evaluating extraction yield, chemical structure by IR, solubility and swelling, and finally the microbiological part by anti-oxidant and bacterial tests. The various results revealed yields of 1.23% and 1.68% for the hydrodistillation-ultrasonic methods respectively. FTIR analysis confirmed the structure of eucalyptus EO for both methods. The degree of swelling increases with HE concentration. Solubility decreases with HE-Us and increases with HE-Hy. A concentration of 0.5444 mg/ml HE is required to inhibit 50% of DPPH, and the rate of inhibition increases with the concentration of eucalyptus extract for both methods (HY and Us). Ultrasound-extracted eucalyptus HE shows a positive effect against the *Staphylococcus aureus* strain.

Key words: Sodium alginate, extraction, eucalyptus globulus, essential oil, antioxidant activity, antibacterial activity.

