

**RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA**  
**RECHERCHE SCIENTIFIQUE**  
**UNIVERSITÉ SAAD DAHLAB BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département Génie des Procédés**

**Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de master en génie des procédés**

**Spécialité : Génie Des procédés Des Polymères**



**Caractérisation et formulation d'un film extrait à  
partir d'un déchet de fruit sec**

**Présenté par :**

**Merazga Aymen**

**Bouaraba Rayane Anis**

**Bouacha Mohamed**

**Encadré par :**

**Dr. DJEDRI Safia**

**Dr. BELHADJI Lynda**

**ANNEE UNIVERSITAIRE 2024/2025**

## **REMERCIEMENTS**

*Tout d'abord nous remercions*

*DIEU le tous puissants*

*qui nous a donné le courage*

*et l'ambition pour réaliser ce travail.*

*Nos remerciements gracieusement nos promotrice  
docteur DJEDRI Safia et Co-promotrice, Dr. Belhadji Linda  
pour leur disponibilité, pour leur gentillesse, leur  
patience et leur encouragement en permanence pendant la  
réalisation de ce mémoire.*

*Grâce à leur suggestion et leur suivi continu, nous  
avons pu apprendre ce qui est la chose la plus importante pour  
une initiation d'un chercheur : la méthodologie de la  
recherche scientifique.*

*Elles ont stimulé la discussion scientifique et elles nous  
ont accompagnées dans la synthèse des résultats et dans la  
rédaction du document.*

*Nous exprimons toutes nos gratitude.*

*Nos remerciements s'adressent aux membres de Jury  
d'avoir bien accepté d'évaluer ce travail,  
et nous profitons pour leur exprimer toute nos  
considérations.*

*Nos sincères remerciements s'adressent à l'ensemble des  
ingénieurs et techniciens des laboratoires de département de  
Génie des Procédés et spécialement: Meriem, Fatiha, Tahar,  
Zahia et Nassima.*

### ***Dédicace***

*Tout d'abord je tiens à remercier le tout « puisant Allah » qui m'a donné le courage, la volonté et la force pour réaliser ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail :*

*-A mes chers parents, en témoignage de ma profonde affection et ma reconnaissance pour leur amour, soutien, confiance et pour l'éducation qui m'ont donnée, sans laquelle je n'aurais pas pu évoluer dans la vie.*

*-A mon frère Rayane.*

*-A mes sœurs Asma et Mayssa.*

*-A toute la famille MERAZGA, ARABI.*

*-A mon trinôme Rayane et Mohamed.*

*-A mes amies : Wail, Yacine, Rafik, Latif, Zino.*

*-A ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin et me souhaités toujours la réussite et le bonheur.*

*-A toute la promotion 2024-2025*

***Aymen***

### ***Dédicace***

*Tout d'abord je tiens à remercier le tout « puissant Allah » qui m'a donné le courage, la volonté et la force pour réaliser ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail :*

*--A mes chers parents, en témoignage de ma profonde affection et ma reconnaissance pour leur amour, soutien, confiance et pour l'éducation qui m'ont donnée, sans laquelle je n'aurais pas pu évoluer*

*-A mon frère Khalil.*

*-A ma sœur Meriem.*

*-A toute la famille BOUARABA et OUZZANI*

*-A mon trinôme Aymen et Mohamed.*

*-A mes amis : Wassim, Zaki, Sifou, Amine, Ikram.*

*-A ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin et me souhaités toujours la réussite et le bonheur.*

*-A toute la promotion 2024-2025*

***Rayane***

***Dédicace***

*Tout d'abord je tiens à remercier le tout « puissant Allah » qui m'a donné le courage, la volonté et la force pour réaliser ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail :*

*-A mes chers parents, en témoignage de ma profonde affection et ma reconnaissance pour leur amour, soutien, confiance et pour l'éducation qui m'ont donnée, sans laquelle je n'aurais pas pu évoluer*

*-A toute la famille BOUACHA et SARI*

*-A mon trinôme Aymen et Rayane.*

*-A ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin et me souhaités toujours la réussite et le bonheur.*

*-A toute la promotion 2024-2025*

***Mohamed***

## **ABSTRAIT**

Ce mémoire s'inscrit dans une démarche de valorisation de déchet issus des fruits secs, en vue de leur intégration dans la formulation de films biodégradables.

L'approche expérimentale a permis d'extraire un polysaccharide présentant un rendement de 22.56 %. Une caractérisation multifactorielle incluant FTIR, ATG, tests microbiologiques et analyses rhéologiques a démontré sa stabilité thermique, son comportement potentiellement antimicrobien et ses propriétés viscoélastiques optimales pour la formation de films. Ces résultats confirment le potentiel significatif de ce biomatériau pour le développement d'emballages durables, innovants et fonctionnels, en réponse aux impératifs écologiques actuels.

**Les mots clés :** Déchets, biopolymère, polysaccharides, films alimentaires.

## **ABSTRACT**

This thesis focuses on the valorization of waste from dried fruits, aiming to integrate it into the formulation of biodegradable films.

The experimental approach successfully extracted a polysaccharide with a yield of 22.56%. Multifactorial characterization, including FTIR, TGA, microbiological tests, and rheological analyses, demonstrated its thermal stability, potential antimicrobial behavior, and optimal viscoelastic properties for film formation. These results confirm the significant potential of this biomaterial for developing sustainable, innovative, and functional packaging, addressing current ecological imperatives.

**Keywords:** Waste, biopolymer, polysaccharides, food films.

## **ملخص**

يهدف هذا البحث إلى تجميع النفايات الناتجة عن الفواكه الجافة، بهدف دمجها في تركيب أفلام قابلة للتحلل الحيوي.

لقد أتاحت المنهجية التجريبية استخلاص عديد السكريات بإنتاجية بلغت 22.56%. وقد أظهر التوصيف متعدد العوامل، بما في ذلك مطيافية الأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه، والتحليل الحراري الوزني، والاختبارات الميكروبيولوجية، والتحليل الريولوجية، استقراره الحراري، وسلوكه المحتمل المضاد للميكروبات، وخصائصه المرنة اللزجة المثلّي لتشكيل الأغشية. تؤكد هذه النتائج الإمكانات الكبيرة لهذه المادة الحيوية لتطوير عبوات مستدامة، مبتكرة، وعملية، استجابة للمتطلبات البيئية الراهنة.

**الكلمات المفتاحية:** نفايات، بوليمر حيوي، متعدد السكريات، فيلم غذائي.

# TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE

<i>I</i>	<i>CHAPITRE I LES BIOPOLYMERES</i> .....	1
I.1	Généralité sur les biopolymères .....	4
I.2	Classification des biopolymères.....	4
I.2.1	Biopolymères issus de ressources fossiles.....	4
I.2.2	Biopolymères issus de ressources non fossiles.....	4
I.2.3	Biopolymères d'origine bactérienne .....	4
I.2.4	Biopolymères issus de la biomasse.....	5
I.3	Propriétés des biopolymères .....	5
I.3.1	Biodégradabilité.....	5
I.3.2	Biocompatibilité.....	6
I.3.3	Propriétés mécaniques .....	6
I.3.4	Thermosensibilité.....	6
I.4	Domaines d'application .....	6
I.4.1	Le domaine agricole (film de serre agricole).....	6
I.4.2	Le domaine d'emballage (film d'emballage alimentaire).....	7
I.4.3	Le domaine médical (gants chirurgicaux) .....	7
I.5	Les biofilms.....	8
I.5.1	Définition.....	8
I.6	Préparation des films à base de biopolymères .....	8
I.6.1	Mise en forme par voie sèche .....	8
I.6.2	Mise en forme par voie humide .....	9
<i>II</i>	<i>CHAPITRE II LES POLYSACCARIDES</i> .....	10

II.1	Généralités sur les polysaccharides.....	11
II.2	Types de polysaccharides.....	11
II.2.1	Polysaccharides cationiques.....	11
II.2.2	Polysaccharides neutres .....	12
II.2.3	Polysaccharides anioniques.....	13
II.3	Caractérisation des polysaccharides.....	14
II.3.1	Composition Monosaccharidique .....	15
II.3.2	Analyse de la Structure .....	15
II.4	Propriétés Physico-chimiques .....	15
II.4.1	Analyse des Liaisons Glycosidiques.....	16
II.4.2	Propriétés de Solubilité.....	16
II.4.3	Propriétés Fonctionnelles.....	16
II.5	Extraction des polysaccharides .....	16
II.5.1	Méthodes courantes d'extraction des polysaccharides.....	16
II.6	Propriétés fonctionnelles des polysaccharides .....	17
II.6.1	Propriétés d'écoulement .....	17
II.6.2	Gélification .....	17
II.7	Les applications des polysaccharides .....	18
II.7.1	Les applications pharmaceutiques .....	18
II.7.2	Applications industrielles .....	18
II.7.3	Les applications alimentaires.....	19
II.7.4	Films à base de polysaccharide.....	19
<i>III</i>	<i>CHAPITRE III Matériels et Méthodes.....</i>	<i>21</i>
III.1	Matériels .....	22
III.1.1	Matériel végétales .....	22
III.1.2	Produits chimiques utilisés.....	22
III.1.3	Equipements utilisés.....	22

III.2	Méthodes .....	23
III.2.1	Extraction du Polysaccharide.....	23
III.2.2	Préparation des films .....	25
III.2.3	Mode opératoire .....	26
III.3	Méthodes de caractérisation .....	27
III.3.1	Calcul de rendement .....	27
III.3.2	Test de solubilité.....	28
III.3.3	Test de spectroscopie infrarouge.....	28
III.3.4	Analyse thermogravimétrique (TGA).....	28
III.3.5	Test microbiologique .....	29
III.3.6	Test de rhéologie.....	30
IV	<i>CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSIONS</i> .....	31
IV.1	Extraction et composition générale des polysaccharides .....	34
IV.2	Caractérisation des films à base de PE/HEC .....	34
IV.3	Rendement d'extraction de PE .....	35
IV.4	Détermination de la solubilité.....	35
IV.5	Caractérisation par FTIR .....	36
IV.6	Analyse thermogravimétrique (ATG) .....	38
IV.6.1	Analyse thermogravimétrique de la poudre.....	38
IV.6.2	Analyse thermogravimétrique du film.....	39
IV.7	Analyse microbiologique.....	40
IV.8	Caractérisation rhéologique .....	41
IV.8.1	Test d'écoulement.....	41
IV.8.2	Test de viscoélastique .....	43
IV.9	Conclusion générale .....	46

REFERENCE

ANNEXES

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure I. 1:</b> classification des biopolymères. ....	5
<b>Figure II. 2:</b> structure chimique de chitosane [23]. ....	12
<b>Figure II. 3:</b> Structure chimique de l'amylose [24]. ....	12
<b>Figure II. 4:</b> Structure chimique de l'amylopectine. ....	13
<b>Figure II. 5:</b> Structure chimique de l'acide hyaluronique . ....	14
<b>Figure II. 6:</b> Structure chimique des alginates. ....	14
<b>Figure III. 7:</b> Aspect de la poudre des déchets des fruits secs. ....	22
<b>Figure III. 8:</b> Etapes d'extraction des polysaccharides. ....	24
<b>Figure III. 9:</b> Mise en séchage des films formulés dans les boites de pétries. ....	26
<b>Figure III. 10 :</b> Appareil d'analyse thermogravimétrique type TGA 5500. ....	29
<b>Figure III. 11:</b> Rhéomètre type Anton paar. ....	30
<b>Figure IV. 12:</b> Polysaccharide extrait. ....	34
<b>Figure IV 13:</b> Image visuelle d'un film de l'essai N°13. ....	35
<b>Figure IV. 14:</b> Test de solubilité (a) dans l'eau (b) dans acide acétique. ....	36
<b>Figure IV. 15:</b> La superposition de spectre FTIR du polysaccharide extrait. ....	37
<b>Figure IV. 16 :</b> Test de thermogravimétrique de la poudre (ATG). ....	38
<b>Figure IV. 17:</b> Analyse thermogravimétrique du film (ATG). ....	39
<b>Figure IV. 18:</b> Test microbiologique. ....	40
<b>Figure IV. 19:</b> L'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour différents gels à 20°C. ....	41
<b>Figure IV. 20:</b> Variation des deux modules de conservation $G'$ et de perte $G''$ d'un des gels du plan d'expériences en fonction de la déformation (%). ....	43

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau I. 1:</b> Propriétés spécifiques des biopolymères et les applications attendues [14]. .....	7
<b>Tableau III. 2:</b> Les Produits chimiques utilisés.....	22
<b>Tableau III. 3:</b> Rôle des réactifs intervenants dans la synthèse de films. ....	25
<b>Tableau III. 4:</b> Matrice d'optimisation des paramètres de formulation. ....	27
<b>Tableau IV. 5:</b> Test de solubilité du PE. ....	36
<b>Tableau IV. 6:</b> Résultat de la viscosité et des coefficients de corrélation des gels obtenus par le rhéomètre.....	42

## LISTE ABREVIATION

ADEME : Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie

PCL : polycaprolactone

PEC : carbonate de polyester

PLA : poly acide lactique

PHA : polyhydroxylalcanoate

PHB : polyhydroxybutyrate

PHV : polyhydroxyvalérate

PHBV: poly (hydroxybutyrate-co-hydroxyvalérate)

EPS : substances polymériques extracellulaires

CCM : Chromatographie sur couche mince

HPLC : Chromatographie liquide à haute performance

MS : Spectrométrie de masse

FTIR : Spectroscopie infrarouge

RMN : Résonance magnétique nucléaire

XRD : Diffraction des rayons X

DLS : Diffusion de la lumière dynamique

SEC : chromatographie d'exclusion de taille

ATG : L'analyse thermogravimétrique

XLD : Xylose Lysine Deoxycholate

$\eta$  : la viscosité

$\gamma$  ( $s^{-1}$ ) : vitesse de cisaillement

PE : polysaccharide extrait

HEC : hydroxyle éthyle cellulose

$G'$  : module de stockage

$G''$  : module de perte

LVR : Courbe viscoélastique linéaire

***INTRODUCTION***  
***GENERALE***

### INTRODUCTION GENERALE

Nous nous trouvant dans un monde où la technologie progresse de manière exponentielle. L'amélioration de notre vie quotidienne nécessite constamment davantage de ressources, tant en matière d'énergie que de matières premières.

La valorisation des déchets représente une approche plus économe et responsable qui vise à protéger l'environnement et la santé humaine [1]. Aujourd'hui, il est nécessaire d'optimiser l'exploitation des déchets pour en maximiser les bénéfices. L'évaluation n'est pas seulement utile, elle est également souhaitable. L'ensemble des activités humaines vise à générer des richesses en transformant un produit existant en un autre, en modifiant des matières premières pour produire de nouvelles [2]. Il est nécessaire d'avoir les connaissances et la maîtrise afin d'utiliser et transformer les déchets pour les convertir en matériaux, constituant une véritable matière première ou secondaire [3].

Les déchets secs, à l'image des coques de fruits secs, représentent une catégorie particulière de résidus qui suscite un intérêt considérable en matière de composants dégradables. Néanmoins, leur accumulation peut nuire à la biodiversité et entraîner d'importantes conséquences écologiques, mettant en évidence le besoin d'une gestion soigneuse et novatrice de ces déchets. L'exploitation durable des résidus de coquilles de fruits secs se profile comme une réponse prometteuse à ce problème. En transformant ces déchets en items utiles comme le compost, le charbon actif ou des polysaccharides [4].

Notre mission est de développer une approche novatrice pour la valorisation des résidus de coquilles de fruits secs en extrayant des polysaccharides. Plusieurs approches ont été mises en œuvre pour identifier celle qui offre le meilleur rendement et les propriétés physico-chimiques optimales. Les polysaccharides récupérés seront employés dans la production de films alimentaires.

La synthèse de notre travail est présentée dans un manuscrit, subdivisé en deux parties. Une partie théorique constitue de deux chapitres, le chapitre un, donne des détails sur les Biopolymères. Le deuxième chapitre les polysaccharides et les méthodes d'extractions.

La deuxième partie du manuscrit décrit le matériel et les méthodes utilisés durant notre travail, elle va être surtout consacrée à la discussion des résultats obtenus dans cette étude. Enfin, nous terminons ce travail par une conclusion générale dans laquelle nous résumons les principaux résultats auxquels nous avons aboutis ainsi que des recommandations pour le développement.

***CHAPITRE I LES  
BIOPOLYMERES***

## I.1 Généralité sur les biopolymères

Les biopolymères se définissent comme étant des bio macromolécules synthétisées par des organismes vivants. Et selon l'ADEME (Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie), les biopolymères sont des polymères naturels issus de ressources renouvelables de plantes, d'algues ou d'animaux. Les biopolymères peuvent aussi être obtenus par polymérisation de monomères naturels et par la fermentation des micro-organismes [5].

Il est très important de différencier un biopolymère ou polymère biosourcé qui est issu de ressources renouvelables et un polymère biodégradable qui peut être issue d'origine pétrochimique pouvant être biodégradé [6].

## I.2 Classification des biopolymères

Les biopolymères peuvent être classés en deux groupes suivant leur origine (naturelle ou synthétique) et en plusieurs sous-groupes suivant la méthode de synthèse ou le motif de répétition.

### I.2.1 Biopolymères issus de ressources fossiliaires

Ce sont des polymères dont les monomères sont issus de ressources fossiles [7]. Tels que la polycaprolactone (PCL), le carbonate de polyester (PEC) et d'autres polyesters aliphatiques et des copolyesters aliphatiques et aromatiques [8].

### I.2.2 Biopolymères issus de ressources non fossiliaires

Encore appelés polymères synthétiques ou chimio-synthétiques, ils sont obtenus par voie fermentaire, par polymérisation de monomères issus de produits agricoles. Le plus connu est le poly acide lactique (PLA) qui est obtenu par polymérisation des molécules d'acide lactique. Ils sont mêmes obtenus par la fermentation bactérienne des ressources renouvelables (l'amidon par exemple) [7].

### I.2.3 Biopolymères d'origine bactérienne

Ils sont issus de la fermentation microbienne. Parmi ces biopolymères, on peut citer le polyhydroxylalcanoate (PHA) qui est le plus couramment étudié, le polyhydroxybutyrate (PHB), le polyhydroxyvalérate (PHV) ou encore le poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalérate) (PHBV) [7].

### I.2.4 Biopolymères issus de la biomasse

Ce sont des matériaux extraits de la biomasse (végétaux, animaux et microorganismes). Les polysaccharides tels que l'amidon (manioc, maïs, pomme de terre, &), la cellulose, la lignine, le chitosane (chitine des crustacées) constituent la famille la plus importante. Une autre famille, constituée de protéines et de lipides issus des animaux (caséine, collagène, gélatine) et de plantes (colza, tournesol, soja, gluten, zéine), figure dans cette catégorie [7]. **Error! Reference source not found.**

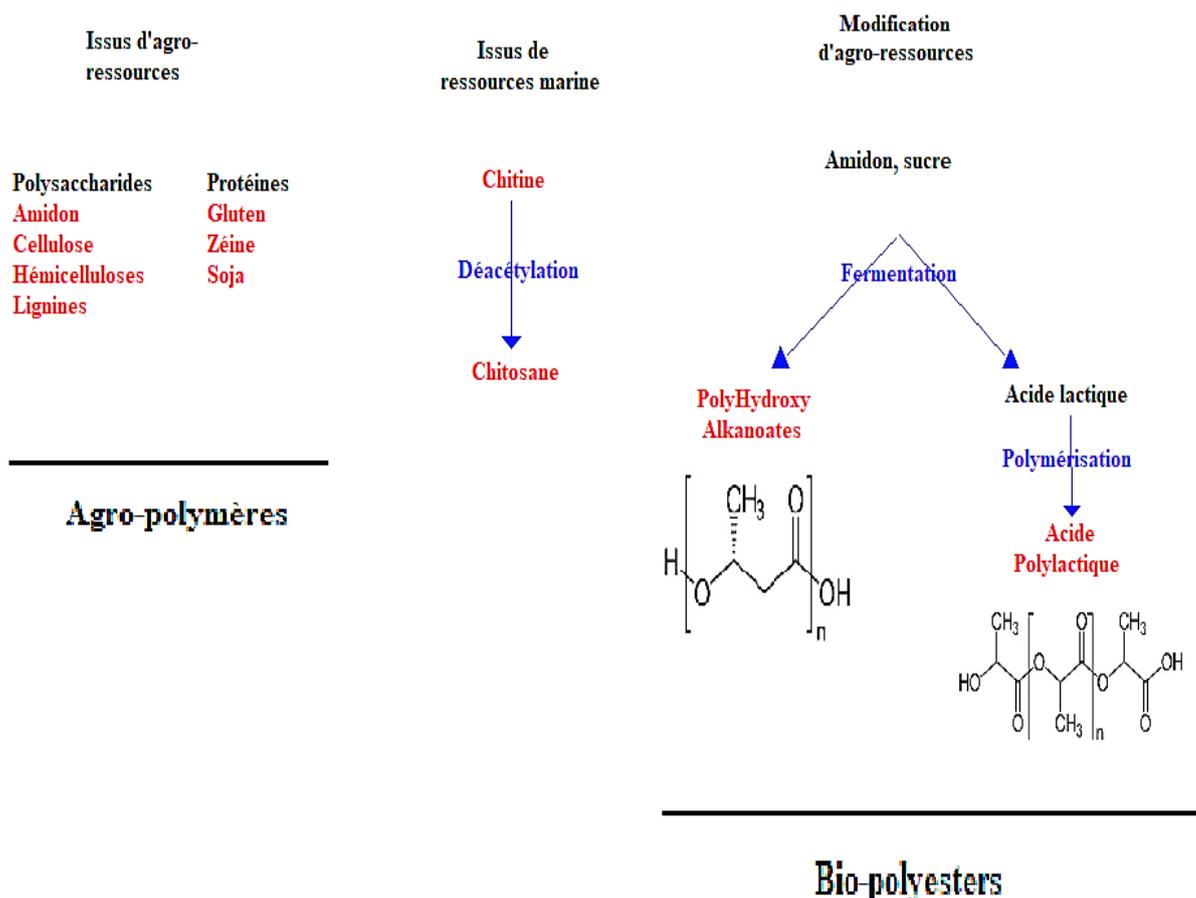


Figure I. 1: classification des biopolymères.

## I.3 Propriétés des biopolymères

### I.3.1 Biodégradabilité

La capacité d'un polymère à subir une dégradation chimique (rupture des liaisons covalentes dans la chaîne polymérique) sous l'action d'enzymes ou de micro-organismes, menant à la formation de molécules simples comme  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$ , ou biomasse [9].

### I.3.2 Biocompatibilité

Propriété d'un matériau de ne pas produire de réactions chimiques nocives dans un organisme vivant. Cela implique une faible cytotoxicité, une stabilité chimique dans les fluides biologiques, et une non-interaction négative avec les cellules ou tissus [10].

### I.3.3 Propriétés mécaniques

Elles dépendent de la structure moléculaire du polymère :

- **Rigidité** : liée à une forte cristallinité et à des liaisons intermoléculaires fortes.
- **Élasticité** : liée à la souplesse des chaînes et à la présence de liaisons faibles.
- **Ténacité** : influencée par la masse molaire et la répartition des groupes fonctionnels [11].

### I.3.4 Thermosensibilité

Capacité d'un polymère à modifier sa structure tridimensionnelle (conformation ou réticulation) en fonction de la température, en raison de la rupture ou formation de liaisons non covalentes (liaisons hydrogène, interactions hydrophobes) [12].

## I.4 Domaines d'application

Les biopolymères ont de plus en plus d'applications industrielles (Tableau I.1) dues à une tendance dans l'industrie à substituer les polymères dérivés du pétrole par des composés biodégradables. Bien que leur utilité et leurs performances soient plus limitées que celles des polymères conventionnels, les polymères biodégradables commencent à pénétrer avec succès certains de niche. Les facteurs clés de ce succès résident dans le fait que les procédés de transformation de ces nouveaux polymères sont semblables dans de nombreuses mises en œuvre aux procédés traditionnels. Par ailleurs, certains produits répondent déjà aux performances techniques attendues [13], ils y a trois grands domaines d'application des biopolymères émergent.

### I.4.1 Le domaine agricole (film de serre agricole)

Dans le domaine agricole, des films de paillage à base de biopolymères s'imposent progressivement. Leurs principales applications sont : la libération contrôlée de pesticides et de nutriments, le conditionnement des sols, la protection de graines et de plants. Des gains économiques et environnementaux évidents sont obtenus. La biodégradation rapide

in situ de ces films évite l'incinération habituelle des films de paillage en thermoplastiques traditionnels qui polluent l'environnement [15].

### I.4.2 Le domaine d'emballage (film d'emballage alimentaire)

Dans le domaine d'emballage, on a les emballages alimentaires et les emballages industriels. Pour les applications dans le domaine alimentaire, ce sont principalement les biopolymères d'origine biologique qui sont utilisés en raison de leur caractère comestible. Des biopolymères à base de polysaccharides sont aussi utilisés comme matériaux de revêtement de films d'emballage. Le domaine industriel est dominé par des produits de calage qui sont réalisés avec essentiellement de l'amidon extrudé qui se présentent sous forme de chips ou autres formes et qui sont destinés à l'absorption de choc [16].

### I.4.3 Le domaine médical (gants chirurgicaux)

Les premières applications des biopolymères ont été médicales d'autant plus que leurs coûts élevés de départ se justifient dans ces applications à haute valeur ajoutée. Des biopolymères ont été développés comme implants en chirurgie vasculaire et cardiovasculaire, comme matrice pour faire de la libération contrôlée de médicaments et comme fils chirurgicaux résorbables [17].

**Tableau I. 1:** Propriétés spécifiques des biopolymères et les applications attendues [14].

<b>Biopolymères</b>	<b>Propriétés particulières</b>	<b>Applications ciblées</b>
Polymères à base d'amidon	Antistatique, anticondensation, toucher naturel	Emballages et sacs
Polymères à base de Cellulose	Transparences, antistatiques	Emballages
Polymères à base de Protéine	Comestibles, perméabilité sélective aux gaz	Emballages alimentaires
Polymères à base d'huile	Siccativités	Peinture, vernis
Polymères de synthèse à base d'acide lactique	Anticondensations, brillances, antibactériens	Emballages, textiles
Polyesters bactériens(PHA)	Propriétés piézoélectriques, antioxydants, insolubilité dans l'eau	Médical, matériau ostéosynthétique, emballage rigide

### **I.5 Les biofilms**

#### **I.5.1 Définition**

Les biofilms ont été définis comme des agrégats de microorganismes où les cellules sont souvent incluses dans une matrice produite par elles-mêmes, constituée de substances polymériques extracellulaires (EPS), qui les maintiennent ensemble et/ou les attachent à une surface [18].

Le terme « agrégat » explique que la majorité des cellules des biofilms multicouches subissent un contact de cellule à cellule, que ce soit dans les biofilms attachés à la surface, où une seule couche est en contact direct avec le substrat, ou sous forme de flocons, qui sont des biofilms mobiles se formant en l'absence totale de substrat [18]. Il peut être défini comme une communauté de micro-organismes attachés et intégrés dans une surface. Dans une matrice riche en polymères extracellulaires, ce mode de vie sessile est l'inverse du mode de vie planctonique, dans lequel les bactéries sont dispersées et se déplacent librement dans un liquide [19].

### **I.6 Préparation des films à base de biopolymères**

Il existe deux voies de préparation sont couramment utilisées pour les films plastiques

#### **I.6.1 Mise en forme par voie sèche**

Les procédés de transformation utilisés sont les mêmes que ceux utilisés pour les polymères synthétiques. Parmi ces procédés on trouve : L'extrusion qui est un procédé de transformation en continu. Le matériau granulé est introduit dans un tube chauffé muni d'une vis sans fin. Le matériau ramolli et homogénéisé est poussé, comprimé puis passe à travers une filière à la sortie de laquelle la mise en forme est faite.

Le procédé par voie sèche requiert plus d'équipements que le procédé par voie humide et est l'approche utilisée dans les procédés industriels. Il conduit généralement à des films moins solubles car il permet la formation d'un réseau à fort enchevêtrement des chaînes polymériques [20].

Parmi les polysaccharides, l'amidon est très largement envisagé pour ce type d'utilisation.

Les paramètres à prendre en compte sont ceux classiquement considérés dans les différentes techniques de transformation des matières thermoplastiques : viscosité, température de transition vitreuse, température de fusion, température de dégradation.

### **I.6.2 Mise en forme par voie humide**

Les macromolécules et autres constituants sont solubilisés dans un même solvant (eau, éthanol ou autre solvant organique) qui est ensuite évaporé pour obtenir un film solide. La solution filmogène est parfois chauffée et son pH peut être ajusté pour améliorer les propriétés du film [20]. Pour former un réseau filmogène tridimensionnel effectif, les interactions entre chaînes de biopolymères sont critiques. Ces interactions dépendent du polymère utilisé et des composants associés, de la température de séchage et de la vitesse de séchage, de l'humidité, du pH et de la concentration en plastifiant.

Pour former des films minces, le « casting » ou coulage est l'une des méthodes les plus utilisées. Elle consiste à étaler sur un support une solution ou un gel de polymère.

L'épaisseur du film est déterminée par la concentration en polymère et par l'épaisseur initiale de la solution ou du gel qui est généralement ajusté par une barre d'étalement. Elle permet de produire de manière simple et peu coûteuse, à l'échelle du laboratoire, des films dont la mise en œuvre et les propriétés sont assimilables à ceux produits par d'autres méthodes de voie humide, telles que le moulage par trempage ou le « spraying ».

Dans le spraying, une solution de polymères est pulvérisée sous forme de fines gouttelettes sur une surface et permet d'obtenir des films très fins. Dans le moulage par trempage, le moule est trempé dans la solution de la matière gélifiée à mettre en forme et se recouvre d'une couche homogène de gel de polymère. La durée du trempage détermine l'épaisseur du film.

***CHAPITRE II LES  
POLYSACCARIDES***

### II.1 Généralités sur les polysaccharides

Les molécules biologiques les plus répandues sont les glucides, également appelés saccharides. Ils sont généralement définis par leur formule chimique  $(CH_2O)_n$ , d'où le terme 'hydrates de carbone' ou 'carbohydrates'. On appelle les éléments fondamentaux des glucides les monosaccharides ou oses. Il s'agit de polyhydroxyaldéhydes ou de polyhydroxycétones qui comportent entre 3 et 7 atomes de carbone [21], les polysaccharides, également appelés polyholosides, polyosides ou glycanes, sont caractérisés par un degré de polymérisation supérieur à 10. Ces polymères peuvent se présenter sous forme linéaire ou ramifiée, ayant un poids moléculaire pouvant atteindre des dizaines de milliers, voire des millions.

On peut extraire les polysaccharides de diverses sources telles que les algues, les végétaux, les bactéries, les champignons, les insectes, les crustacés et même les animaux. On peut classer les polysaccharides. On peut catégoriser les polysaccharides en fonction de leur architecture, leur capacité à se dissoudre, leurs origines, leurs fonctions biologiques ainsi que leurs usages [21].

### II.2 Types de polysaccharides

#### II.2.1 Polysaccharides cationiques

##### II.2.1.1 Chitosane

Le chitosane est un bio polymère cationique produit commercialement par désacétylation de la chitine extraite de l'exosquelette des crustacés. Ce polymère présente de bonnes propriétés filmogènes et une activité inhibitrice de la croissance de plusieurs moisissures [22].

Le chitosane est un copolymère linéaire flexible de 2-acétamido-2-déoxy- $\beta$ -D-glucopyranose et 2-amino-2-déoxy- $\beta$ -D-glucopyranose liés en  $\beta$  (1-4). Cette macromolécule est obtenue par N déacétylation d'un des polymères naturels les plus abondants, la chitine, extraite des carapaces de crustacés tels que les crabes et les crevettes. La figure 2 représente le motif du chitosane [23].

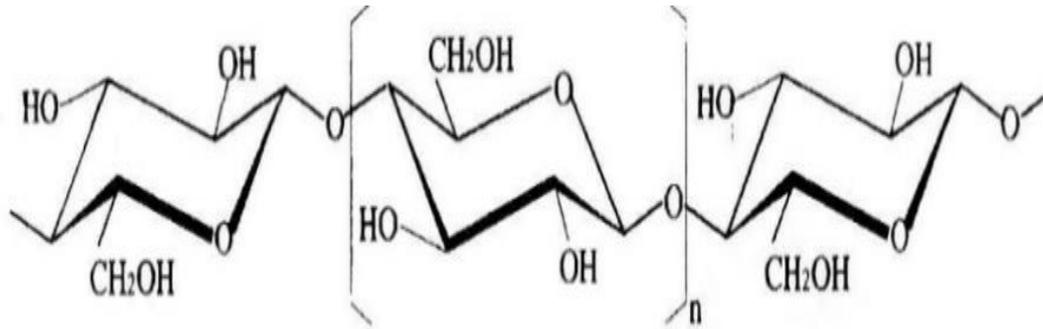


Figure II. 2: structure chimique de chitosane [23].

## II.2.2 Polysaccharides neutres

### II.2.2.1 Amidon

L'amidon est le composé glucidique bio synthétisé et la source principale d'énergie pour l'homme et pour les animaux. Il constitue une partie significative du poids dans diverses matières premières agricoles, comme les céréales (30-80% de leur contenu sec), les légumineuses (25-50% de leur contenu sec) et les tubercules (60-90% de leur contenu sec). L'amidon, grâce à son coût modique, est un matériau économiquement attrayant. L'amidon est composé d'amylose, qui est un assemblage d'unités de glucose liées par des liaisons  $\alpha$ -(1→4) (Figure I.3), ayant souvent une structure linéaire et hélicoïdale, et d'amylopectine, qui est hautement ramifiée. Il intègre un segment linéaire composée d'unités de glucose reliées par des liaisons  $\alpha$ -(1→4), ainsi que de ramifications impliquant des liaisons  $\alpha$ -(1→6) tous les 25 unités glucose en moyenne (Figure II.3) [24].

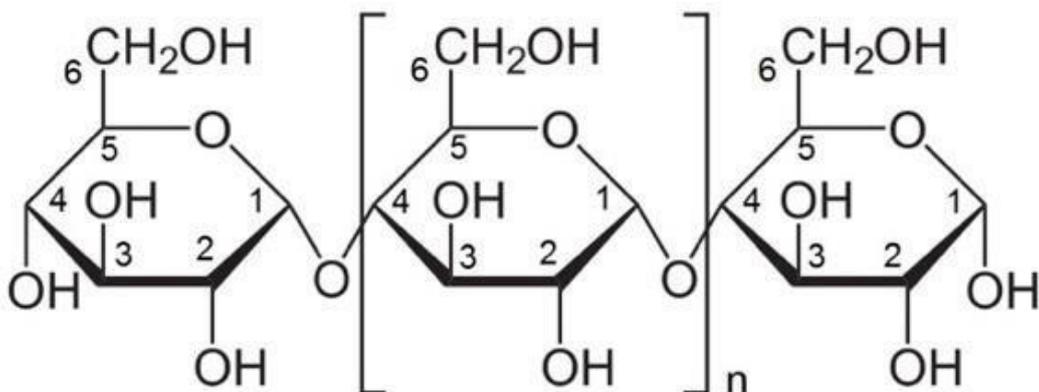
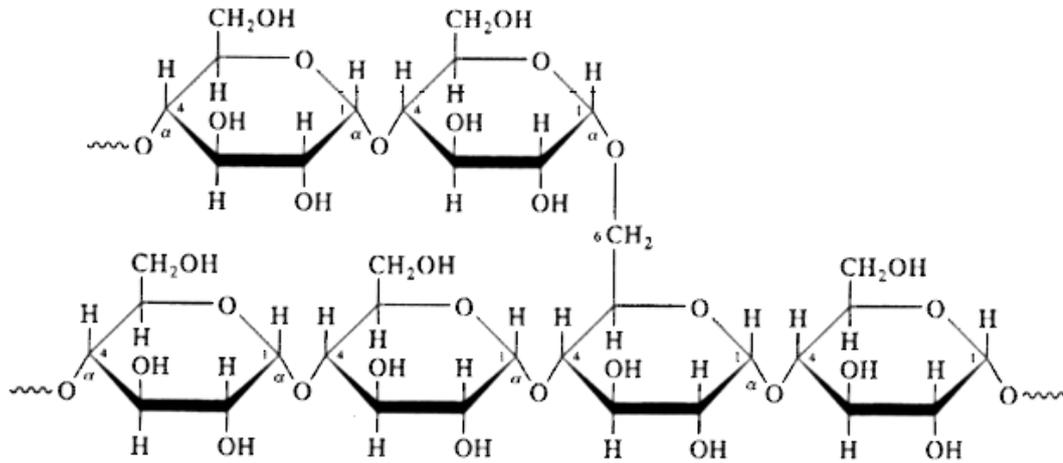


Figure II. 3: Structure chimique de l'amylose [24].



**Figure II. 4:** Structure chimique de l'amylopectine.

L'amylose et l'amylopectine ne sont que deux des nombreux polysaccharides pouvant former des structures hélicoïdales. L'amylose est hydrosoluble dans l'eau bouillante alors que l'amylopectine ne l'est pas. La principale propriété lorsque l'amidon est conditionné sous forme de film est sa faible perméabilité et sa dégradation aisée en présence de micro-organismes. Un traitement chimique permet de rendre l'amidon résistant au cisaillement thermomécanique, car la stabilité de ce polymère sous contrainte n'est pas très élevée. À partir de 150°C, les liaisons glucosyle commencent à se rompre et à environ 250°C, les grains d'amidon collapent endothermiquement. À faible température, un phénomène connu sous le nom de rétrogradation est observé pouvant conduire à la précipitation sous 10°C. Ce sont ces dernières caractéristiques qui sont utilisées pour la fabrication de films [25].

### II.2.3 Polysaccharides anioniques

#### II.2.3.1 Acide hyaluronique ou hyaluronate

L'acide hyaluronique est un polysaccharide linéaire composé d'un enchaînement d'unités disaccharides composées d'acide glucuronique et de N-acétyl-glucosamine reliées par une liaison  $\beta$  -1,4 (figure II.5). C'est l'un des principaux composants de la matrice extracellulaire et du liquide synovial des articulations. L'immuno-neutralité de cet acide fait de lui un excellent matériau de construction des biomatériaux employés dans la médecine des tissus et dans les systèmes de libération des médicaments [26].

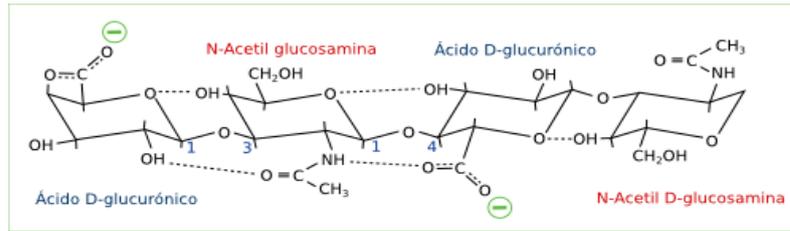


Figure II. 5: Structure chimique de l'acide hyaluronique .

### II.2.3.2 Les Alginate

L'alginate est un polymère linéaire de structure hétérogène dérivée d'une source marine naturelle, il est aussi biodégradable et non toxique [27]. Il existe dans les algues brunes comme polysaccharide le plus abondant, comportant jusqu'à 40% de la matière sèche.

L'alginate est produit presque uniquement par les algues brunes des espèces Laminaria, Macrocystis, Fucus, Phaeophyceae, Ascophyllum, Ecklonie, Durvillia, Cystoseira et Turbinaria. Cependant, certaines bactéries telles qu'Azotobacter Vinelandii et plusieurs espèces de Pseudomonas sont susceptibles de produire l'alginate par des processus de fermentation microbienne suivis d'une polymérisation [28].

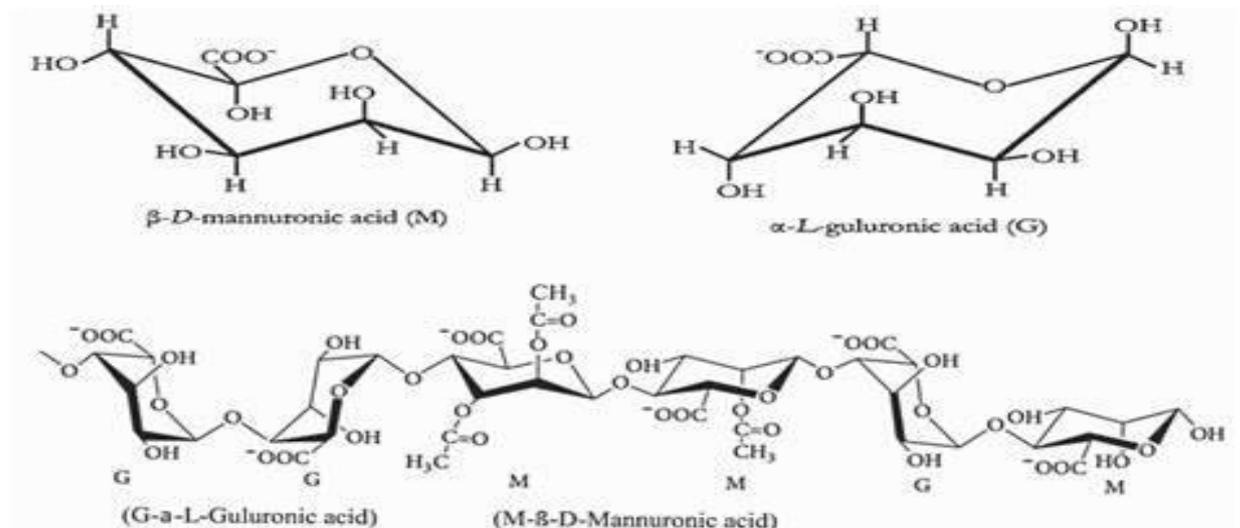


Figure II. 6: Structure chimique des alginates.

## II.3 Caractérisation des polysaccharides

En général, la plupart des polysaccharides naturels sont des biopolymères précieux en raison de leur large gamme d'activités biologiques. Les polysaccharides sont particulièrement distingués pour leurs propriétés antioxydants et anticancéreuses. Néanmoins, diverses recherches sur la nature des polysaccharides ont abouti à la

conclusion que ces fonctions sont intimement liées aux propriétés structurales.

D'après, les propriétés physiques et structurales des polysaccharides sont habituellement définies par :

### II.3.1 Composition Monosaccharidique

La composition en monosaccharides d'un polysaccharide est généralement déterminée par des méthodes chromatographiques après hydrolyse. Ces méthodes incluent :

- **Chromatographie sur couche mince (CCM)** : Une technique de séparation des monosaccharides [29].
- **Chromatographie liquide à haute performance (HPLC)** : Permet d'analyser la composition en monosaccharides avec une précision accrue [30].
- **Spectrométrie de masse (MS)** : Utilisée pour analyser les produits d'hydrolyse et déterminer la composition en sucres.

### II.3.2 Analyse de la Structure

Les structures des polysaccharides peuvent être analysées par plusieurs techniques avancées :

- **Spectroscopie infrarouge (FTIR)** : Permet d'identifier les groupes fonctionnels et les liaisons glycosidiques.
- **Résonance magnétique nucléaire (RMN)** : Offre des informations détaillées sur la connectivité des unités monosaccharidiques et la configuration des liaisons glycosidiques [31].
- **Diffraction des rayons X (XRD)** : Utilisée pour déterminer la cristallinité et l'organisation des polysaccharides [32].

## II.4 Propriétés Physico-chimiques

Les propriétés telles que la viscosité, le poids moléculaire, la solubilité, et les propriétés de gélification sont couramment étudiées :

- **Poids moléculaire** : Mesuré par diffusion de la lumière dynamique (DLS) ou chromatographie d'exclusion de taille (SEC).
- **Viscosité** : Les polysaccharides forment souvent des solutions visqueuses qui sont analysées pour étudier leurs interactions [33].
- **Propriétés de gélification** : Certains polysaccharides sont capables de former des

gels, comme l'agarose et la pectine [34].

### II.4.1 Analyse des Liaisons Glycosidiques

Les liaisons glycosidiques entre les unités monosaccharidiques d'un polysaccharide peuvent être identifiées par spectroscopie et spectrométrie.

- **Spectrométrie de masse** : Pour déterminer la configuration des liaisons glycosidiques ( $\alpha$  ou  $\beta$ ) [35].
- **Résonance magnétique nucléaire (RMN)** : Permet d'identifier les types de liaisons glycosidiques et leur orientation [36].

### II.4.2 Propriétés de Solubilité

Les polysaccharides peuvent être classés selon leur solubilité, ce qui affecte leurs applications dans les industries alimentaires, pharmaceutiques, et autres.

- **Solubilité dans l'eau** : Mesurée pour déterminer le comportement des polysaccharides dans des environnements aqueux [37].

### II.4.3 Propriétés Fonctionnelles

Les polysaccharides peuvent avoir des propriétés bioactives, telles que des effets immunostimulants, antioxydants, et anti tumoraux. Ces propriétés sont souvent étudiées par des tests biologiques [38].

## II.5 Extraction des polysaccharides

L'extraction des polysaccharides désigne le processus par lequel les polysaccharides, des molécules complexes composées de longues chaînes de sucres, sont isolés à partir de sources naturelles telles que les plantes, les algues, les champignons ou les bactéries. Ce processus implique plusieurs étapes clés, allant de la préparation du matériau de base à la purification finale des polysaccharides extraits [39].

### II.5.1 Méthodes courantes d'extraction des polysaccharides

- **Extraction aqueuse** : Cette méthode utilise l'eau chaude ou froide pour dissoudre les polysaccharides solubles, puis les isoler par précipitation avec des solvants comme l'éthanol.
- **Extraction alcaline** : Dans ce processus, une solution alcaline (comme de

l'hydroxyde de sodium) est utilisée pour extraire des polysaccharides particulièrement résistants ou non solubles dans l'eau [40].

- **Extraction enzymatique** : Elle fait appel à des enzymes spécifiques pour dégrader les structures cellulaires et libérer les polysaccharides [41].
- **Extraction par ultrasonication ou micro-ondes** : Ces méthodes utilisent des ondes sonores ou des micro-ondes pour faciliter la rupture des parois cellulaires et libérer les polysaccharides.

### II.6 Propriétés fonctionnelles des polysaccharides

Les polysaccharides possèdent plusieurs propriétés fonctionnelles exploitées dans le domaine industriel. Les propriétés d'écoulement (viscosité) et de gélification en sont deux d'une grande importance.

#### II.6.1 Propriétés d'écoulement

Les propriétés d'écoulement, ou la viscosité, se définissent comme la résistance à l'écoulement. C'est-à-dire que la viscosité est la résistance d'une solution à une force appliquée. Les propriétés d'écoulement des polysaccharides sont reconnues pour augmenter la viscosité des solutions à de faibles concentrations.

D'un point de vue rhéologique, ils sont largement utilisés comme agent texturant ou stabilisant dans l'industrie alimentaire, cosmétique, pharmaceutique. Les solutions de polysaccharides présentent souvent une élasticité élevée ainsi qu'un plateau newtonien de viscosité en écoulement à faible déformation, mais elles sont fortement rhéofluidifiantes à déformation plus élevée, c'est-à-dire que leur viscosité diminue sous l'effet de l'agitation.

L'impact des polysaccharides sur la viscosité dépend fortement de la capacité des macromolécules à s'exclure mutuellement d'un volume de la solution et il est donc fonction de la longueur de chaîne et de la conformation des macromolécules en solution.

#### II.6.2 Gélification

Les macromolécules se lient entre elles pour former un réseau tridimensionnel. Les forces de liaison créées déterminent les caractéristiques du gel (rigidité, réversibilité). Les zones de jonction sont le résultat d'un assemblage de portions régulières des macromolécules sous forme de spires ou de rubans plissés. Les portions irrégulières

interrompent ces zones de jonction et permettent ainsi la formation d'une structure tridimensionnelle. Le gel peut se former lorsque les forces d'agitation mécanique ou thermique sont inférieures aux forces de liaison [42].

### **II.7 Les applications des polysaccharides**

Les polysaccharides, comme les hémicelluloses et les pectines, constituent des ressources végétales cruciales. Ils trouvent leur application dans divers domaines tels que l'industrie pharmaceutique et agroalimentaire [43].

#### **II.7.1 Les applications pharmaceutiques**

La cellulose et les hémicelluloses sont des fibres insolubles qui selon [44], stimulent les fonctions normales du colon, et réduiraient ainsi le risque de cancer du côlon. Quant aux pectines, solubles dans l'eau, forment des suspensions visqueuses, ce qui ralentirait la vitesse d'absorption intestinale de nombreux nutriments, y compris des oses; elles abaisseraient dans certains cas le taux du cholestérol sanguin. La littérature est abondante à ce propos et témoigne de l'intérêt des polysaccharides dans ce domaine et, en particulier, les xylanes suscitent un intérêt croissant. Des propriétés antioxydants ont été rapportées sur des extraits de sauge et de coquilles d'amandes. Des activités antitussives et des effets anti-ulcéral rapportées sur des plantes médicinales. Les xylanes sulfatés, présentent, quant à eux, des propriétés anticoagulantes et anti VIH [42].

#### **II.7.2 Applications industrielles**

Les polysaccharides, en particulier les xylanes peuvent être utilisées comme substrats de base pour l'élaboration de films plastiques potentiellement biodégradables. Face à l'épuisement des ressources pétrolières, les scientifiques s'intéressent à la fabrication de ces nouveaux films d'origine végétale. De nombreuses études décrivent l'utilisation d'autres ressources naturelles ou de coproduits comme matière première pour la synthèse de plastiques. C'est le cas de la paille de blé, des polysaccharides d'algues rouges, de la cellulose ou encore des hémicelluloses. Ces derniers, dans le cas d'arabinoxylanes d'orge, peuvent former des films sans ajout de plastifiant. Les films alors obtenus par casting, sont rigides, assez cassants, hygroscopiques et amorphes [42].

### II.7.3 Les applications alimentaires

Les polysaccharides sont employés en tant que fibres alimentaires. Ils ne sont pas dégradés par les enzymes digestives humaines et permettent ainsi d'accélérer le transit intestinal. En outre, leur ingestion diminuerait de manière significative l'accumulation des lipides dans le foie et le taux de cholestérol sanguin [45]. Les hémicelluloses tous comme les pectines, sont utilisées comme additifs alimentaires, épaississants, émulsifiants, agents gélifiants, adhésifs et adsorbants. les pectines sont utilisées ces dernières années comme substitut de la graisse ou du sucre dans les aliments à faible teneur en calories [46].

### II.7.4 Films à base de polysaccharide

Ces dernières années, on rencontre fréquemment dans la littérature liée aux emballages des mots tels que « biodégradable », « biocompatible », « compostable », « durable », « vert » et « biopolymères ». Cela reflète les préoccupations de la société sur les problèmes environnementaux causés par les déchets solides non-biodégradables et l'épuisement des ressources naturelles.

Bien que les produits à base de polymères synthétiques issus de la pétrochimie aient été largement utilisés dans une variété de matériaux d'emballage, ils deviennent une source importante de déchets après leur utilisation en raison de leur faible biodégradabilité.

Avec la demande croissante des consommateurs pour des aliments de haute qualité et des préoccupations sur des ressources naturelles limitées et l'environnement, l'utilisation des ressources renouvelables pour produire des matériaux d'emballage biodégradables / comestibles qui peuvent maintenir la qualité des produits et réduire le problème d'élimination des déchets est largement explorée. Par conséquent, une variété de biopolymères renouvelables tels que les polysaccharides, les protéines, les lipides et leurs composites, issus de ressources végétales et animales ont été étudiés pour le développement des matériaux d'emballage comestibles / biodégradables pour remplacer leurs homologues non biodégradables issus de la pétrochimie [47]. Les matériaux d'emballage procurent une protection physique et créent de bonnes conditions physico-chimiques essentielles pour une durée de vie satisfaisante des produits.

Le système d'emballage, doté de propriétés barrières à l'eau et aux gaz et de propriétés mécaniques appropriées, empêche la détérioration du produit due à des facteurs

physicochimiques ou biologiques et maintient la qualité globale au cours du stockage et de la manutention.

Après leur durée de vie utile, il est souhaitable que les matériaux d'emballage se biodégradent dans un délai raisonnable sans causer de problèmes de déchets sur l'environnement. Dans ce sens, les matériaux d'emballage à base de biopolymères améliorent la qualité et prolongent la durée de vie du produit en réduisant au minimum la croissance microbienne dans celui-ci. Ils peuvent servir non seulement comme barrières à l'humidité, à la vapeur d'eau, aux gaz et aux solutés, mais aussi servir de vecteurs de certaines substances actives. En outre, les films biopolymères permettent l'incorporation d'une grande variété d'additifs tels que les antioxydants, les agents antifongiques, les agents antimicrobiens, les couleurs et d'autres nutriments [48].

Parmi les biopolymères naturels, l'amidon est considéré comme la matière première la plus prometteuse pour l'élaboration de nouveaux matériaux plus respectueux de l'environnement à cause de sa faible densité, de son caractère renouvelable et de sa biodégradabilité, de sa disponibilité à travers le monde sous différentes formes et à des faibles coûts.

Cependant, les propriétés mécaniques et barrières à la vapeur d'eau relativement pauvres des films biopolymères sont à l'origine d'une limitation majeure à leur utilisation industrielle. Les films à base de protéines et de polysaccharides possèdent en général de bonnes propriétés barrières à l'oxygène à faible humidité relative et ont de bonnes propriétés mécaniques, mais leurs propriétés barrières à la vapeur d'eau, aux gaz et aux solutés, mais aussi servir de vecteurs de certaines substances actives. En outre, les films biopolymères permettent l'incorporation d'une grande variété d'additifs tels que les antioxydants, les agents antifongiques, les agents antimicrobiens, les couleurs et d'autres nutriments [49].

# ***CHAPITRE III***

## ***Matériels et Méthodes***

Ce travail a été effectué dans le laboratoire de recherche d'Analyses Fonctionnelles des Procédés Chimiques de l'Université SAAD DHALAB de Blida 1. Il est consacré à l'extraction des polysaccharides hydrosolubles à partir de déchets. Une caractérisation du polymère extrait a été effectuée et la procédure de préparation pour l'élaboration de films dont la matrice à base de polysaccharide et les différents films obtenus sont soumis aux différents tests afin de déterminer leurs propriétés.

### III.1 Matériels

#### III.1.1 Matériel végétales

La matière végétale est composée de déchets de fruits secs qui nous ont été proposés par une unité industrielle. Voir la figure III.7.



Figure III. 7: Aspect de la poudre des déchets des fruits secs.

#### III.1.2 Produits chimiques utilisés

Lors de notre travail, on a utilisé un certain nombre de produits chimiques, les plus importants sont regroupés dans le tableau III.2.

Tableau III. 2: Les Produits chimiques utilisés.

Produits	Formule	Densité(g/cm <sup>3</sup> )	PM(g/mol)	Pureté(%)
Ethanol	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -OH	0.8051-0.8124	46.07	96
Glycérol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	1.261	92.094	100
Acide acétique	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	1.0492	60.052	100

#### III.1.3 Equipements utilisés

Le matériel utilisé dans le cadre de ce travail est dédié spécifiquement à l'extraction du polysaccharide et à la préparation des films. Également ce matériel a été utilisé pour les différentes étapes de caractérisation du produit extrait ainsi que

films fabriqués. Il est constitué de :

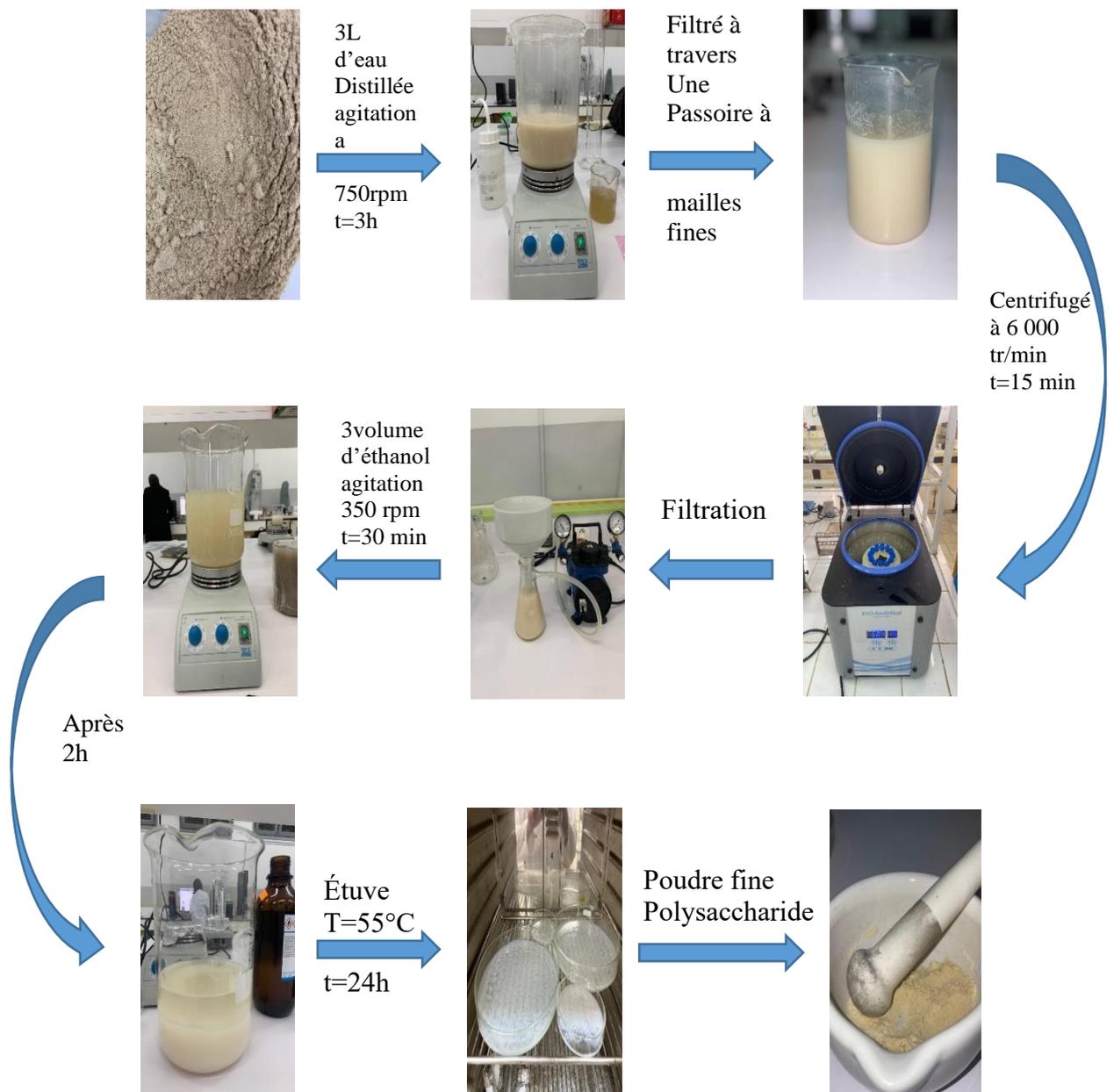
- Un agitateur (Heidolph RZR 2021) utilisé pour agiter la solution.
- Une Centrifugeuse, type *PrO-Analytical* utilisée pour séparer des éléments solides d'éléments liquides.
- Un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), SHIMADZU. Cette technique est employée pour l'identification des composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon. Ainsi la présence de pics correspondant à des liaisons montre l'existence de groupements fonctionnels. L'analyse a été effectuée au laboratoire d'analyse physicochimique du département de Génie des procédés de l'université de Blida 1.
- Un Diffractomètre de rayons X, cette analyse permet de caractériser la structure des matériaux, déterminer leur arrangement atomique, identifier les phases présentes, mesurer les tailles de grains, et évaluer les contraintes internes.
- Les mesures rhéologiques ont été effectuées au laboratoire de recherche d'Analyse Fonctionnelle des Procédés Chimiques du département génie des procédés de l'université de Blida-1, avec un rhéomètre de marque Anton Paar Modulat Compact Rhéomètre MCR 302, relié à un bain thermostaté et un logiciel Rhéoplus qui permet de faire rentrer les commandes et de traiter les données : Rhéomètre de marque Anton Paar MCR302. L'objectif de ce travail consiste à étudier l'effet de sel, de température et des forces de cisaillement pour plusieurs polymères. Ce qui permet de sélectionner ceux qui présentent les propriétés optimales. Ces derniers vont être sollicités afin d'améliorer le déplacement mais aussi pour stabiliser les émulsions en présence de tensioactif.

### III.2 Méthodes

#### III.2.1 Extraction du Polysaccharide

Cent cinquante grammes de poudre de déchets bio ont été mis dans 3 L d'eau distillée. Le mélange est homogénéisé sous agitation à 750 rpm pendant 3 heures à température ambiante à l'aide d'un agitateur (Heidolph RZR 2021) puis filtré à travers une passoire à mailles fines pour retirer les débris macroscopiques insolubles. Le filtrat obtenu est centrifugé à 6 000 tr/mn pendant 15 minutes à 20 °C à l'aide d'une centrifugeuse (PrO-Analytical). Après centrifugation, le surnageant est filtré sous vide à l'aide d'un Buchner muni de papier Wattman de porosité 20- 25 µm.

Les polysaccharides présents dans le filtrat sont précipités par 3 volumes d'éthanol 96 % sous agitation (350 rpm) pendant 30 minutes et récupérés par filtration sur verre fritté de porosité 2. Les polysaccharides obtenus sont ensuite séchés à 45°C pendant 24 h dans une étuve et broyés en poudre fine [40]. Un schéma général du procédé d'extraction réalisé est présenté dans la figure 8.



**Figure III. 8:** Etapes d'extraction des polysaccharides.

### III.2.2 Préparation des films

Pour la planification expérimentale des essais, nous avons eu recours aux plans d'expériences, qui permettent de réduire au maximum le nombre d'essais expérimentaux et d'assurer une meilleure qualité des résultats.

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt,  $Y$ , et des variables,  $X_i$ . Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques telles que les plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :  $Y=F(X_i)$  permettant de lier une réponse à différentes variables. Cette méthode permet d'obtenir un maximum d'informations avec le minimum d'expériences. Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la « réponse », c'est la grandeur d'intérêt.

La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables ou encore « facteur » [50]. Dans notre cas, le but est d'optimiser la formulation de film et d'étudier l'effet de variation des concentrations des paramètres de formulation sur les caractéristiques rhéologiques et la qualité des films.

Le rôle de chaque produit chimique intervenant dans la synthèse est représenté sur le tableau III.3.

**Tableau III. 3:** Rôle des réactifs intervenants dans la synthèse de films.

<b>Produit</b>	<b>Rôle</b>
<b>Polysaccharide</b>	Polymère de glucose qui constitue notre matière.
<b>Glycérine</b>	Plastifiant : rend le film plus souple, flexible et moins cassant. Réduit les interactions intermoléculaires entre chaînes de polysaccharides.
<b>Acide acétique</b>	Solvant acide : permet la solubilisation du polysaccharide, qui n'est pas soluble dans l'eau seule. Il ajuste aussi le pH de la solution.
<b>HEC</b>	améliore la stabilité des émulsions ou des dispersions.

### III.2.3 Mode opératoire

Les essais de la formulation ont été effectués à l'aide du logiciel Mode 6, ce logiciel nous permet d'avoir selon le nombre de variable et l'intervalle un nombre réduit d'essais. Une matrice de 17 essais a été obtenu (voir tableau 4) pour une quantité de HEC/Polysaccharide extraie (1.5g- 2g) dans 10 ml d'eau distillée, la solution est mise sous agitation à une température de 60 °C jusqu'à ce que le mélange devient homogène. L'acide acétique (0.5ml -1ml) et le glycérol (0.1 ml à 1 ml) sont ensuite ajoutés. Le mélange est étalé dans une boîte de pétri de 5cm de diamètre (voir figure III.9), l'épaisseur peut ainsi être définie comme étant le volume étalé sur la surface de boîte de pétrie.



**Figure III. 9:** Mise en séchage des films formulés dans les boites de pétries.

**Tableau III. 4:** Matrice d'optimisation des paramètres de formulation.

Essai	L'eau distillée (ml)	HEC (g)	Polysaccharide	Acide acétique (ml)	Glycérol (ml)
1	10	0,2	0,2	0,75	0,1
2	10	0,4	0,4	0,75	0,1
3	10	0,2	0,2	1	0,1
4	10	0,4	0,4	1	0,1
5	10	0,2	0,2	0,75	0,5
6	10	0,4	0,4	0,75	0,5
7	10	0,2	0,2	1	0,5
8	10	0,4	0,4	1	0,5
9	10	0,2	0,2	0,875	0,3
10	10	0,4	0,4	0,875	0,3
11	10	0,3	0,3	0,75	0,3
12	10	0,3	0,3	1	0,3
13	10	0,3	0,3	0,875	0,1
14	10	0,3	0,3	0,875	0,5
15	10	0,3	0,3	0,875	0,3
16	10	0,3	0,3	0,875	0,3
17	10	0,3	0,3	0,875	0,3

### III.3 Méthodes de caractérisation

#### III.3.1 Calcul de rendement

$$R(\%) = \frac{M_{\text{extrait}}}{M_{\text{échantillon}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots\text{III.1}$$

Le rendement est calculé selon la formule suivante :

**R** : rendement en polysaccharides bruts.

**M extrait** : masse de l'extrait en gramme.

**M échantillon** : masse de l'échantillon en gramme.

### III.3.2 Test de solubilité

La solubilité d'une substance dans l'eau et acide acétique représente sa concentration de saturation dans l'eau.

- **Mode opératoire**

On pèse environ 0,05 g de produit auquel on ajoute 50ml de l'eau distillée. Séparément, et on laisse sous agitation pendant 24 heures.

### III.3.3 Test de spectroscopie infrarouge

La technique d'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est un outil efficace permettant l'identification et la caractérisation des groupes fonctionnels contenus dans un échantillon. La FTIR, en quantifiant l'absorption de lumière infrarouge par les liaisons chimiques au sein d'une molécule, fournit des informations sur les structures moléculaires, analyse les interactions entre les éléments et suit les changements chimiques pendant différents processus. Cette méthode est fréquemment utilisée dans les secteurs de la chimie, de la biologie et des matériaux, fournissant des renseignements essentiels sur les caractéristiques et la composition des matières, qu'elles soient sous forme solide, liquide ou gazeuse. L'analyse FTIR, avec sa sensibilité et sa vitesse, se révèle être un instrument crucial pour les chercheurs cherchant à élargir leur compréhension des systèmes complexes [51].

Un spectromètre type **SHIMADZU** a été utilisé pour effectuer la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). On a recouru à cette technique pour évaluer les spectres FTIR du polysaccharides extrait. Les fréquences infrarouges utilisées étaient comprises entre 400 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ .

### III.3.4 Analyse thermogravimétrique (TGA)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode d'analyse qui quantifie les changements de poids d'un échantillon en relation avec la température ou le temps. Cette technique s'avère particulièrement bénéfique pour analyser la stabilité thermique et les caractéristiques de décomposition des matériaux. L'ATG, en observant les variations du poids lors de l'échauffement ou du refroidissement d'un échantillon, offre des données cruciales concernant les mécanismes d'évaporation, de déshydratation et de décomposition thermique. L'ATG, employée dans des secteurs variés comme la chimie,

les sciences des matériaux et la pétrochimie, joue un rôle clé dans la caractérisation de polymères, de composites et de biomatériaux. Elle fournit des informations essentielles sur leur comportement thermique et leur composition [52].

Les essais sont effectués à l'aide d'un équipement type **TGA550**. L'argon est employé comme gaz de purge à un débit de 100 mL/min. Le polysaccharide séché est disposé dans un récipient en Platine et chauffé de 25 à 900 °C à une vitesse de 1.5 °C/min.



**Figure III. 10** : Appareil d'analyse thermogravimétrique type TGA 5500.

### III.3.5 Test microbiologique

Le test microbiologique est une procédure analytique utilisée pour détecter, identifier, quantifier et étudier les micro-organismes (bactéries, levures, moisissures, virus, etc.) présents dans un échantillon biologique, environnemental, alimentaire ou pharmaceutique. Ces tests permettent d'évaluer la charge microbienne, la présence de pathogènes, la sensibilité aux antibiotiques, ou encore la stérilité d'un produit [53].

Des ensemencements ont été réalisés sur différents milieux sélectifs et différentiels, chacun ciblant une souche bactérienne potentiellement pathogène :

- **Gélose XLD (Xylose Lysine Deoxycholate)** : milieu sélectif pour la détection des **Salmonella**.
- **Gélose MacConkey** : milieu sélectif et différentiel pour les **entérobactéries lactose positives**, principalement **Escherichia coli**.
- **Gélose Cetrimide** : milieu sélectif pour **Pseudomonas aeruginosa**.
- **Gélose Chapman**: milieu sélectif pour les **Staphylococcus**., notamment **Staphylococcus aureus**.

### III.3.6 Test de rhéologie

Le test rhéologique est indispensable lors de l'étude du comportement d'un matériau, le rhéomètre utilisé est de type PhysicaRheolab MC1, relié à un thermostat où la température est fixée à 20 °C. Le rhéomètre est piloté par un microordinateur doté d'un logiciel Software Rhéosolve US 200. Un test d'écoulement des solutions est effectué permettant le tracé de la variation de la viscosité  $\eta$  (Pa. s) en fonction de la vitesse de cisaillement  $dy/dt(s^{-1})$  imposée par le rhéomètre, ainsi que le comportement viscoélastique des films.



**Figure III. 11:** Rhéomètre type Anton paar.

#### III.3.6.1 Test écoulement

Des courbes d'écoulement ont été déterminées en régime continu sous cisaillement variable, traduisant la viscosité dynamique (Pa. s) en fonction de la vitesse de cisaillement  $\gamma$  ( $s^{-1}$ ).

Pour l'obtention des courbes, on fait varier la vitesse de cisaillement par pas logarithmique de 0,001 à 1000  $s^{-1}$ , avec un nombre de point de mesure de 5 par décade, et un temps de mesure entre deux points successifs variant de 50 à 5s [54]. La déduction des valeurs de la viscosité ont été effectués selon les modèles de carreaux et de cross suivants les équations 1 et 2 respectivement.

Equation de carreau

$$y = \frac{y_0 - y_{inf}}{(1 + (ax)^2)^p} + y_{inf} \dots\dots\dots III.2$$

Equation de cross

$$y = \frac{y_0 + y_{inf}}{1 + ax^p} + y_{inf} \dots\dots\dots III.3$$

**III.3.6.2 Test viscoélasticité**

Les propriétés viscoélastiques des solutions ont été mesurées en mode dynamique par un test non destructif d'oscillations de faible amplitude. Un balayage croissant en déformation, de 0,1 à 1000 a été effectué à la fréquence de 1 Hz (mode logarithmique, 5points/décade). Cette mesure a permis d'obtenir les valeurs des modules G', G'' dans le domaine linéaire viscoélastique.

- G' : le module de conservation, il représente le caractère élastique de film, l'énergie emmagasinée dans le matériau.
- G'' : le module de perte, qui représente le caractère visqueux de film et correspond à l'énergie dissipée.

***CHAPITRE***  
***IV RESULTATS***  
***ET DISCUSSIONS***

### IV.1 Extraction et composition générale des polysaccharides

L'extraction des polysaccharides hydrosolubles à partir de déchets de fruits secs a été réalisée selon une méthode en plusieurs étapes successives. Dans un premier temps, les déchets ont été broyés mécaniquement afin de réduire leur taille, puis tamisés à l'aide d'un tamis de maille 0,25 mm pour obtenir une granulométrie homogène. La poudre obtenue a ensuite été suspendue dans de l'eau distillée sous agitation, dans le but de faciliter la solubilisation des composés polysaccharidiques.

Après agitation, la suspension a été filtrée à l'aide d'un tamis à mailles fines afin d'éliminer les résidus insolubles. Le filtrat obtenu a ensuite été soumis à une centrifugation, permettant une séparation plus efficace des phases solides et liquides. La phase surnageant, contenant les polysaccharides en solution, a été récupérée et précipitée par l'addition d'éthanol, en vue d'éliminer l'eau et d'isoler les composés d'intérêt.

Le précipité ainsi obtenu a été transféré dans des boîtes de Pétri et laissé à sécher à température 55°C. Une fois le séchage complet, le produit sec a été raclé à l'aide d'une spatule stérile, ce qui a permis d'obtenir une poudre fine de couleur beige, sans aucune odeur caractéristique (voir figure IV.12).

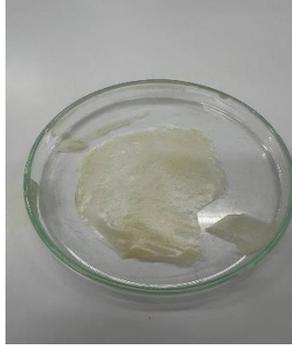


**Figure IV. 12:** Polysaccharide extrait.

### IV.2 Caractérisation des films à base de PE/HEC

Les films ont été élaborés grâce à un mélange de PE et HEC, en présence de glycérol, utilisé comme agent plastifiant, et d'acide acétique servant à ajuster le pH du mélange filmogène. La formulation des films a été réalisée selon une matrice expérimentale planifiée à l'aide du logiciel MODDE 6.0, qui a permis la conception d'un plan d'expérience statistique comprenant 17 essais distincts. Ce dispositif expérimental a été mis en place dans le but d'optimiser la formulation en évaluant l'effet de la variation

des concentrations des composants sur les propriétés mécaniques et structurales des films obtenus. (Voir figure IV.13, annexe).



**Figure IV 13:** Image visuelle d'un film de l'essai N°13.

### IV.3 Rendement d'extraction de PE

Après l'extraction des polysaccharides, on a remarqué que la quantité du produit a été réduite, Le rendement d'extraction calculer selon l'équation III.1 est de 22.56 %, un rendement assez appréciable. Ce rendement est jugé satisfaisant compte tenu de la nature de la matière première et des conditions opératoires appliquées.

Ce résultat est cohérent avec ceux rapportés dans la littérature pour des extractions similaires à partir de déchets végétaux. Par exemple, [55] ont obtenu un rendement de 20,3 % lors de l'extraction de polysaccharides à partir de résidus de pommes, tandis que [56] ont rapporté un rendement de 24,7 % à partir de pelures d'agrumes, en utilisant une méthode comparable de précipitation à l'éthanol.

La légère variation des rendements entre ces études peut être attribuée à plusieurs facteurs, notamment la composition biochimique du substrat, les conditions d'extraction (température, pH, temps d'agitation), ainsi que la méthode de purification utilisée. Néanmoins, ces résultats confirment que les déchets de fruits secs constituent une source viable et valorisable de polysaccharides hydrosolubles, pouvant être exploités dans des applications agroalimentaires ou biomédicales.

### IV.4 Détermination de la solubilité

L'intérêt porté à la solubilité du PE est justifié par la nécessité de dissoudre la substance extraite dans une phase aqueuse afin d'assurer une multitude d'application. La solubilité du PE préparée au laboratoire est présentée sur le tableau IV.5.

Tableau IV. 5: Test de solubilité du PE.

Solution	PE
Acide acétique	Soluble
Eau	Soluble

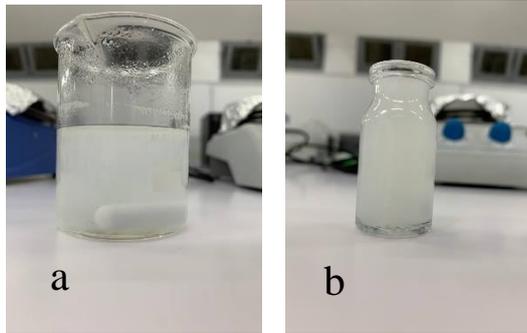
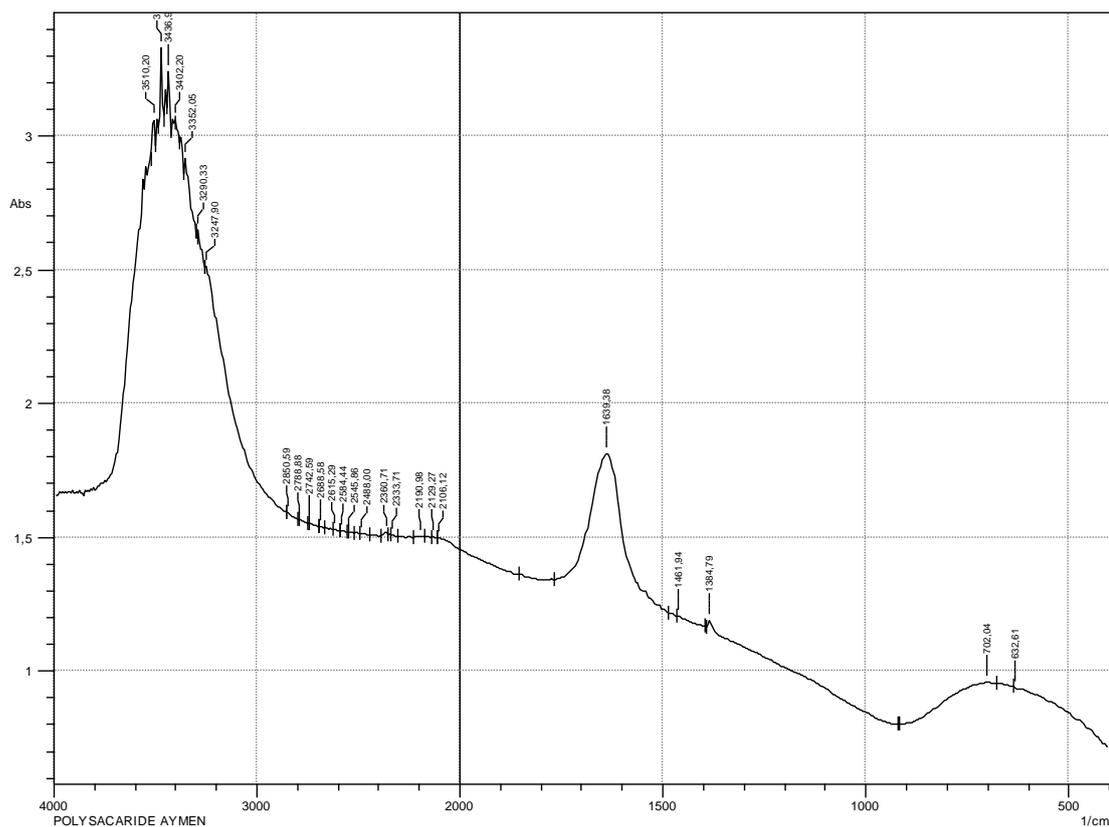


Figure IV. 14: Test de solubilité (a) dans l'eau (b) dans acide acétique.

#### IV.5 Caractérisation par FTIR

Afin d'avoir une idée sur la structure du polysaccharide extrait de coquille de fruits secs, une spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier a été réalisée à l'aide d'un spectromètre IRAffinity-1 dans la région de 400 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ . Les échantillons à analyser ont été préparés à l'aide du KBr en poudre sous forme de pastille.



**Figure IV. 15:** La superposition de spectre FTIR du polysaccharide extrait.

Le spectre obtenu présente plusieurs pics et bandes qui permettent d'identifier l'existence de liaisons et de groupements fonctionnels caractéristiques des polysaccharides. Les régions en questions sont :

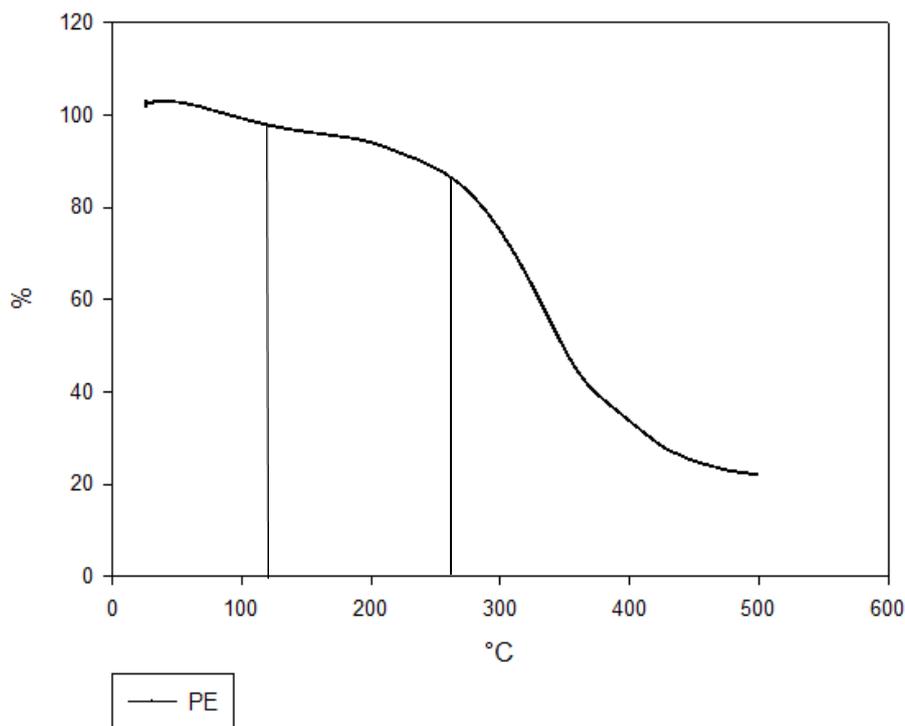
- Région 3600–3000  $\text{cm}^{-1}$  : Plusieurs pics d'absorption forts autour de 3400  $\text{cm}^{-1}$ , typiques des liaisons **O–H** (liaisons hydrogène), caractéristiques des groupes hydroxyles abondants dans les polysaccharides. Ce large pic est une signature classique des glucides hydrophiles.
- Environ 2900  $\text{cm}^{-1}$  : Pic modéré lié aux vibrations **C–H** d'élongation, suggérant la présence de chaînes aliphatiques (–CH, –CH<sub>2</sub>, etc.).
- Région 1700–1600  $\text{cm}^{-1}$  : Pic net autour de 1638  $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond souvent à des vibrations de type **C=O** (groupe carbonyle) ou liaison **C=C** dans des structures conjuguées. Dans les polysaccharides, cela peut indiquer la présence de groupes uroniques ou d'impuretés comme des protéines (liaison amide I).
- Région 1400–1200  $\text{cm}^{-1}$  : Présence de plusieurs pics : associés aux liaisons **C–H** (déformation) ou liaisons **C–O–H** (déformation plane).

- Région 1200–1000  $\text{cm}^{-1}$  : Très importante pour les polysaccharides : multiples pics indiquant des vibrations C–O–C (liaisons glycosidiques) et C–OH, caractéristiques des liaisons glycosidiques et alcooliques. C'est la « fingerprint région » des glucides.
- Les pics à 1631  $\text{cm}^{-1}$ , 1379  $\text{cm}^{-1}$  et 778  $\text{cm}^{-1}$  correspondent aux vibrations de stretching et de flexion de -OH, C-C, C-O et Si-O-Si [57], [58].

### IV.6 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée afin d'évaluer la stabilité thermique de la poudre/film étudiée. Le profil de dégradation thermique obtenu est présenté dans la figure 16, annexes. Il met en évidence plusieurs étapes distinctes de perte de masse, caractéristiques des biopolymères naturels de type polysaccharidique.

#### IV.6.1 Analyse thermogravimétrique de la poudre



**Figure IV. 16 :** Test de thermogravimétrique de la poudre (ATG).

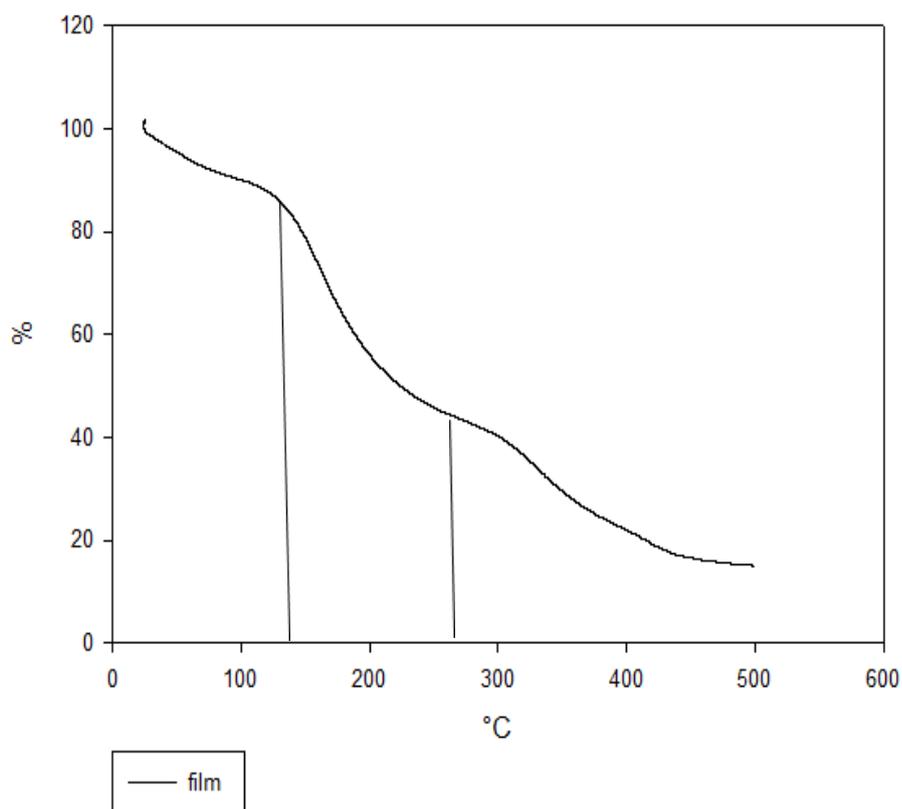
La première étape, observée entre 25 °C et 150 °C, est associée à la perte de l'eau physiquement adsorbée à la surface du matériau ainsi qu'à l'évacuation de l'humidité

résiduelle. Cette perte de masse représente généralement 5 à 10 % de la masse initiale, et est typique des matériaux hydrophiles comme les polysaccharides [59].

La seconde étape, la plus marquée, débute autour de 200 °C et se poursuit jusqu'à environ 350–400 °C. Elle correspond à la dégradation thermique des chaînes polysaccharidiques, impliquant la rupture des liaisons glycosidiques ainsi que la décomposition des groupes fonctionnels tels que les groupements hydroxyle (–OH). Cette phase est attribuée à la pyrolyse du squelette polymérique et reflète la stabilité thermique intrinsèque du polysaccharide [60].

Enfin, une troisième phase de dégradation peut être observée au-delà de 450 °C, indiquant la formation ou l'oxydation du résidu carboné.

### IV.6.2 Analyse thermogravimétrique du film



**Figure IV. 17:** Analyse thermogravimétrique du film (ATG).

- Première perte (30–150 °C) : Cette étape correspond à l'évaporation de l'eau libre et de l'humidité absorbée dans le réseau polymérique. La présence de groupements hydroxyles hydrophiles dans les deux composants (polysaccharides

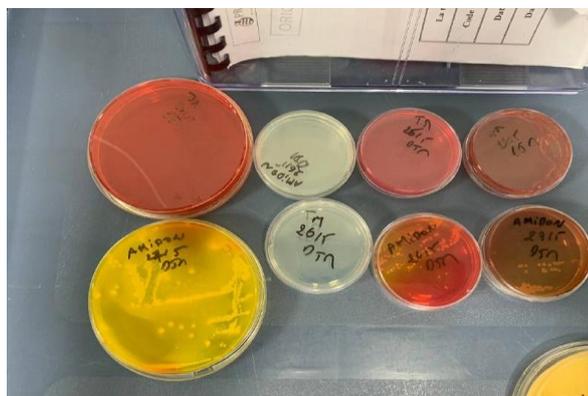
et HEC) favorise l'adsorption d'eau. Ce comportement est typique des matériaux hydrophiles à base de biopolymères [61], [62].

- Deuxième perte (150–300 °C) : Elle reflète la dégradation thermique des chaînes polysaccharidiques et de la HEC, notamment la rupture des liaisons glycosidiques et la dépolymérisation. Cette étape constitue la phase majeure de décomposition du film, affectant ses propriétés mécaniques et structurales [63].
- Troisième perte (300–500 °C) : Elle correspond à la décomposition des résidus carbonés et à la carbonisation des produits organiques plus stables. La masse résiduelle restante au-delà de 500 °C représente les résidus minéraux (cendres), souvent inférieurs à 10 %.

### IV.7 Analyse microbiologique

Dans le cadre de cette étude, des analyses microbiologiques ont été menées afin d'évaluer la qualité microbiologique de la poudre polysaccharidique obtenue. L'objectif principal était de détecter la présence éventuelle de microorganismes pathogènes spécifiques, selon les critères d'acceptabilité des matières premières destinées à notre application alimentaire.

Après incubation à 37 °C pendant 24 à 48 heures, aucune croissance bactérienne n'a été observée sur l'ensemble des milieux utilisés. L'absence de colonies caractéristiques (roses pour *E. coli*, noires ou rouges pour *Salmonella*, vert-bleu pour *Pseudomonas*, jaunes dorées pour *S. aureus*) voir figure IV.15, permet de conclure à une absence de contamination microbiologique dans la poudre polysaccharidique analysée.



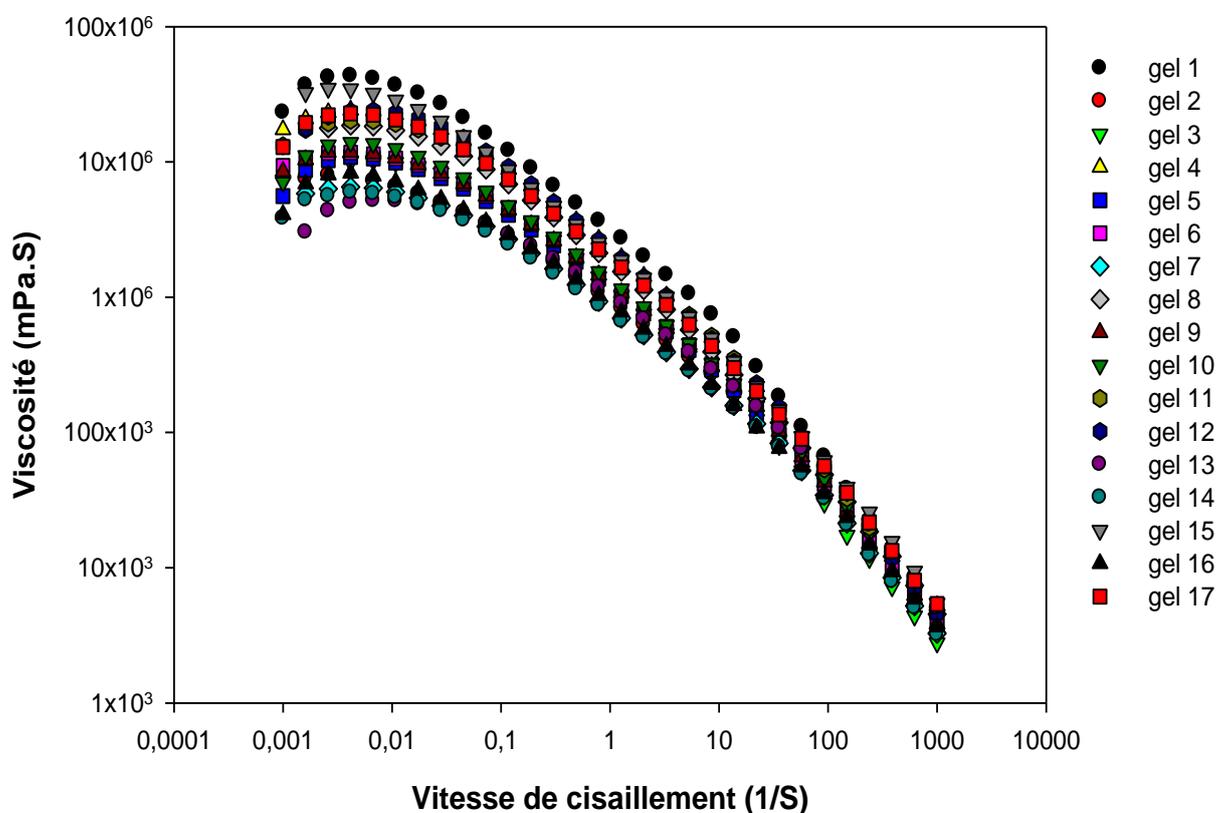
**Figure IV. 18:** Test microbiologique.

Ces résultats sont particulièrement importants, car ils témoignent d'une bonne qualité microbiologique de l'échantillon, conforme aux normes d'hygiène requises pour une utilisation dans les industries alimentaires ou pharmaceutiques. L'absence de micro-organismes pathogènes indique également que les conditions de production, de séchage et de conservation du polysaccharide ont été maîtrisées et respectueuses des bonnes pratiques de fabrication [64].

## IV.8 Caractérisation rhéologique

### IV.8.1 Test d'écoulement

L'analyse rhéologique du gel à base de polysaccharides a été réalisée afin d'évaluer son comportement viscoélastique et ses propriétés d'écoulement sous contrainte. Le graphe présenté montre les courbes de variation de la viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement. (Voir figure IV.19).



**Figure IV. 19:** L'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour différents gels à 20°C.

L'ensemble des courbes présente une diminution de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement, caractéristique d'un comportement intermédiaire rhéofluidifiantes ou écoulement. Ce comportement est typique des gels à base de biopolymères où les chaînes macromoléculaires s'alignent dans la direction de l'écoulement, réduisant ainsi la résistance interne au cisaillement [61], [65].

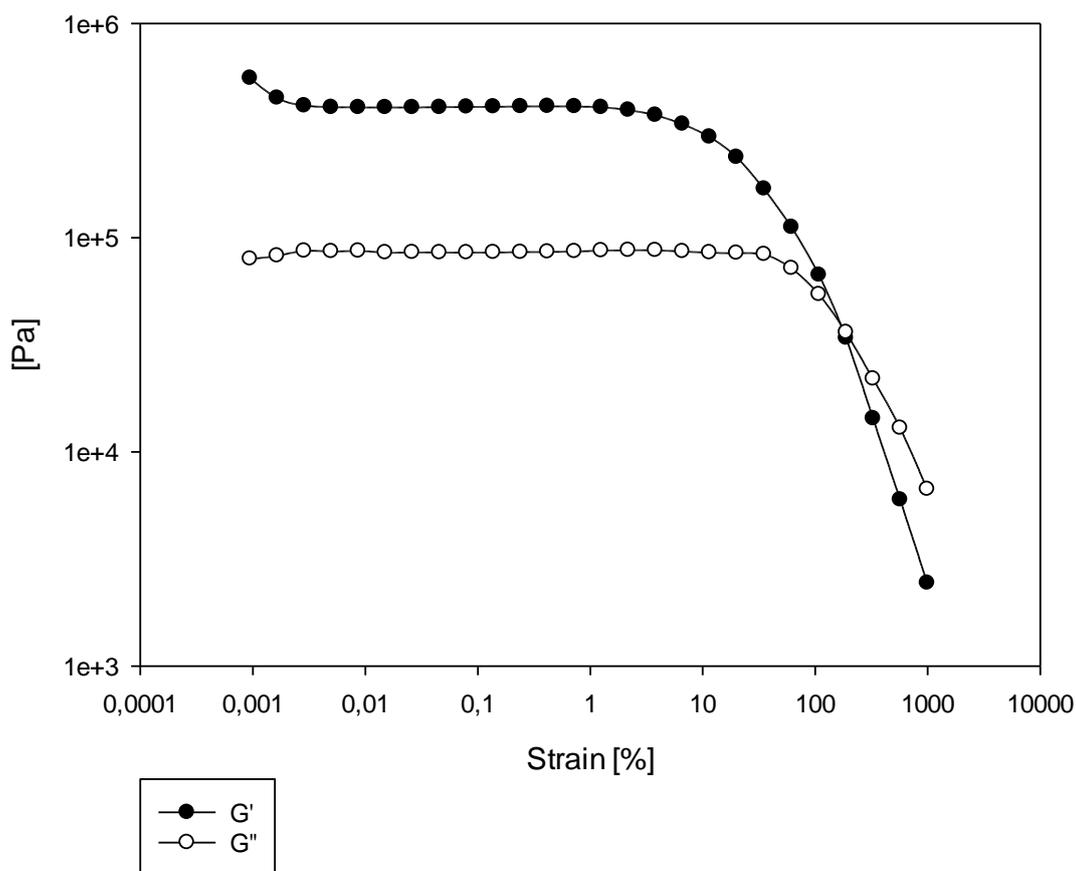
A partir des courbes de viscosité et à l'aide de modelé mathématique de carreaux et de cross, les valeurs de la viscosité des gels ont été déduit, ces viscosités sont présentées dans le tableau 6, viscosité élevé 30580 le meilleur film N°15.

**Tableau IV. 6:** Résultat de la viscosité et des coefficients de corrélation des gels obtenus par le rhéomètre.

<b>Gel</b>	<b>Viscosité (Pa.s)</b>	<b>R<sup>2</sup> (Modèle de Carreau)</b>	<b>R<sup>2</sup> (Modelé de cross)</b>
<b>1</b>	40352	0,9376	0,97453
<b>2</b>	7655,8	0,94573	0,97485
<b>3</b>	10196	0,97182	0,99211
<b>4</b>	22826	0,95939	0,97348
<b>5</b>	10932	0,95883	0,99041
<b>6</b>	11278	0,95939	0,98207
<b>7</b>	5603,5	0,96516	0,96516
<b>8</b>	18939	0,96541	0,99272
<b>9</b>	11723	0,9616	0,98898
<b>10</b>	13277	0,93034	0,93195
<b>11</b>	17929	0,8898	0,88001
<b>12</b>	19467	0,95781	0,98407
<b>13</b>	5044,5	0,95531	0,98569
<b>14</b>	5884	0,96437	0,9888
<b>15</b>	30580	0,97433	1
<b>16</b>	8413	0,95273	0,99057
<b>17</b>	23875	0,96863	0,99305

### IV.8.2 Test de viscoélastique

La caractérisation viscoélastique des films a été réalisée par un test de balayage d'amplitude (strain sweep), visant à déterminer le comportement mécanique du matériau sous différentes déformations. La figure 20 et les figures de l'annexes présente l'évolution du module de stockage ( $G'$ ) et du module de perte ( $G''$ ) en fonction du taux de déformation (% strain).



**Figure IV. 20:** Variation des deux modules de conservation  $G'$  et de perte  $G''$  d'un des gels du plan d'expériences en fonction de la déformation (%).

Dans la zone de faibles déformations (jusqu'à environ 10 %),  $G'$  est supérieur à  $G''$ , ce qui indique un comportement majoritairement élastique, caractéristique d'un gel structuré. Cette zone est appelée domaine viscoélastique linéaire (**LVR**), dans lequel la structure du matériau reste inchangé malgré les sollicitations mécaniques [66].

À partir d'un taux de déformation supérieur à 10 %, une diminution marquée des modules  $G'$  et  $G''$  est observée. Cette chute reflète la désorganisation du réseau polymérique, suggérant que la structure tridimensionnelle du gel commence à céder sous l'effet de la contrainte, entraînant une perte de rigidité ( $G'$ ) plus rapide que celle de la viscosité ( $G''$ ). Ce point est souvent appelé limite de résistance structurelle ou point de rupture du gel. Le film de l'essai N°7 présente un point de gel maximale de 67000 Pa expriment un comportement élastique plus prononcé.

***Conclusion***

***Générale***

### IV.9 Conclusion générale

Cette recherche s'est inscrite dans une perspective de développement durable en explorant la valorisation des déchets secs à travers leur utilisation dans la formulation de films alimentaires biodégradables.

Les analyses menées ont révélé un rendement d'extraction satisfaisant de l'ordre de 22.56%, accompagné d'une bonne solubilité du polysaccharide obtenu dans l'eau ainsi que dans l'acide acétique, témoignant de ses propriétés intéressantes pour une application dans la formulation de films biodégradables.

L'analyse FTIR met en évidence la présence de groupements fonctionnels caractéristiques des polysaccharides.

L'analyse thermogravimétrique a révélé une stabilité thermique cohérente avec la nature hydrophile et la structure polymérique des biopolymères étudiés. Les transitions thermiques observées traduisent une dégradation progressive bien définie, confirmant la qualité et la cohérence des matériaux développés.

Les analyses microbiologiques et fongiques ont démontré l'absence de toute contamination, aucune croissance bactérienne n'ayant été détectée après incubation. Ces résultats attestent de la pureté microbiologique de la poudre polysaccharidique et confirment sa conformité aux normes sanitaires en vigueur.

L'analyse rhéologique a révélé que nos gels de polysaccharides présentent un comportement rhéofluidifiant idéal, une caractéristique cruciale qui non seulement facilite la formation de films homogènes, mais assure également leur stabilité structurale sous contraintes. La viscosité élevée, notamment celle du film N°15 (30580), témoigne d'une aptitude remarquable à la transformation, ouvrant des perspectives prometteuses pour des applications innovantes.

Les essais réalisés ont montré que l'ajout de ces déchets améliore non seulement les propriétés mécaniques et rhéologiques des films. Cette double contribution environnementale et fonctionnelle illustre le potentiel de transformation de résidus

problématiques en solutions matérielles utiles, conciliant ainsi innovation, réduction des déchets et protection de l'environnement.

# *Reference*

- [1] M. J. & E. A. (. Baumann, Waste valorization: a sustainable approach to resource efficiency, In Sustainable Development Goals , 2018.
- [2] X. Z. Y. Z. L. L. L. & Z. Y. (. Zhao, Valorization of agricultural waste for biopolymer production, Journal of Environmental Management, 2021.
- [3] M. & S. A. J. D. (. Lopes, Extraction and purification of polysaccharides from agricultural waste for food and pharmaceutical applications., In Biopolymers for Food Design, 2018.
- [4] A. & S. S. Kumar, Production of biopolymers from industrial and agricultural wastewater: A review., Clean Technologies and Environmental Policy, 2017.
- [5] M. N, Préparation et étude du comportement de membranes biopolymères alginate de sodium/chitosane, l'université M'hamed Bougara-Boumerdes : memoire de magister, 2013.
- [6] B. Latifa, Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables, université d'oran 2: thèse de doctora, 2016.
- [7] P. C. Belibi, Élaboration et caractérisation des biofilms à base d'amidon, l'université de Yaoundé I et de l'université de HauteAlsace: Thèse doctorat, 2016.
- [8] I. Kahina, Étude des propriétés thermiques et de la morphologie des nanobiopolymères à base de poly acide lactique: effet de la composition et de la nature de la nanocharge, l'université Bretagne Sud: Thèse doctorat, 2015.
- [9] Y. C. B. P. U. C. U. & A. S. Tokiwa, Biodegradability of plastics., International Journal of Molecular Sciences, 2009.
- [10] B. D. Ratner, Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine ., Academic Press, 2004.
- [11] W. D. & R. D. G. Callister, Materials Science and Engineering: An Introduction, Wiley, 2013.

- [12] Y. & P. K. Qiu, Environment-sensitive hydrogels for drug delivery, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2001.
- [13] L. & P. E. Avérous, *Environmental Silicate Nano-Biocomposites.*, Springer, 2012.
- [14] H. B. e. al, Recent trends in global production and utilization of bioethanolfuel., *Applied Energy*, 2009.
- [15] I. & B. D. Kyrikou, Biodegradation of agricultural plastic films: A critical review., *Journal of Polymers and the Environment*, 2007.
- [16] V. R. P. R. S. & R. M. D. Siracusa, Biodegradable polymers for food packaging: A review., *Trends in Food Science & Technology*, 2008.
- [17] J. C. & T. A. J. Middleton, Synthetic biodegradable polymers as orthopedic devices. *Biomaterials*, 2000.
- [18] H.-C. W. J. S. U. S. P. R. S. A. & K. S. Flemming, Biofilms: An emergent form of bacterial life., *Nature Reviews Microbiology*, 2016.
- [19] L. C. J. W. & S. P. Hall-Stoodley, Bacterial biofilms: From the natural environment to infectious diseases., *Nature Reviews Microbiology*, 2004.
- [20] R. N. Tharanathan, Biodegradable films and composite coatings: Past, present and future, *Trends in Food Science & Technology*, 2003.
- [21] CHOUANA, Caractérisation structurale et activités biologiques des polysaccharides d'*Astragalus gombo bunge.*, 2017.
- [22] M. Rinaudo, Chitin and chitosan: Properties and applications., *Progress in Polymer Science*, 2006.
- [23] M. N. V. R. Kumar, A review of chitin and chitosan applications., *Reactive and Functional Polymers*, 2000.
- [24] R. F. K. J. & Q. X. Tester, Starch – composition, fine structure and architecture., *Journal of Cereal Science*, 2004.

- [25] J. J. G. T. H. d. W. D. & V. J. F. G. van Soest, Short-range structure in (partially) crystalline potato starch determined with attenuated total reflectance Fourier-transform IR spectroscopy, 1995.
- [26] J. B. L. B. P. & K. J. Nečas, Hyaluronic acid (hyaluronan): A review., 2008.
- [27] D. J, les phycocolloides, 2007.
- [28] Vicent.Rocher, Synthèse et caractérisation de billes d'alginate magnétiques pour l'élimination de polluants organiques dans les effluents par séparation magnétique, l'université Pierre et Marie Curie: these de doctorat, 2008.
- [29] P. & P. M. Fossati, Polysaccharides: Characterization and Extraction In, Handbook of Food Chemistry, 2006.
- [30] P. e. a. Müller, Characterization of polysaccharides using HPLC, 2010.
- [31] X. e. a. Du, Structural characterization of polysaccharides by NMR and X-ray diffraction., 2013.
- [32] F. e. a. Khodaiyan, Polysaccharides from fungi: Structure, extraction, and characterization, 2008.
- [33] L. e. a. Wang, Viscosity and gelling properties of polysaccharides: Applications in food scienc, 2019.
- [34] Hoag, S.Baker, J., Polysaccharides: Physical and chemical properties, 2005.
- [35] Zhang, S., et al, Characterization of glycosidic linkages in polysaccharides: Spectroscopic techniques, 2010.
- [36] Ding, Q., et al., Determination of glycosidic linkages in polysaccharides by NMR, 2014.
- [37] Krog, N., & Pedersen, J., Solubility properties of polysaccharides., 1984.
- [38] Zhang, D., et al., Bioactive polysaccharides from mushrooms and their pharmaceutical potential, 2017.

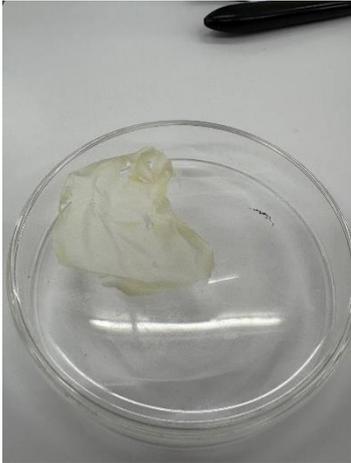
- [39] Zhao, L., et al., Polysaccharide Extraction and Its Applications, An Overview, 2021.
- [40] Duenas, M., et al, Polysaccharide Extraction from Plants: Methods and Applications, 2005.
- [41] Shao, P., et al, Extraction, Structure, and Biological Activities of Polysaccharides from Natural Sources: A Review, 2017.
- [42] Margham. R, *Éléments de la biochimie végétale*, Ed, Bahaeddine. Constantine.Algérie, 2009.
- [43] A. Kheloufi, *Analyse quantitative et qualitative des polysaccharides pariétaux Des tiges de Juncus Martinus*, Université Dr Moulay Taher-Saida. Algérie: Mémoire de biologie. Faculté des sciences de la nature et de la vie., 2016.
- [44] Garrett et Grisham, *biochimie*, livre, 2000.
- [45] Chanliaud, E., Saulnier, L. and Thibault, J.-F., Alkaline Extraction and Characterisation of Heteroxylans from Maize Bran., *Journal of Cereal Science*, 1995.
- [46] Thakur BR, Singh RK, Handa AK., *Chemistry and uses of pectin--a review.*, 1997.
- [47] V. Q. J. P. J. A. M. J. A. & I. A. Falguera, *Edible films and coatings: Structures, active functions and trends in their use*, *Trends in Food Science & Technology*, 2001.
- [48] V. R. P. R. S. & D. R. M. Siracusa, *Biodegradable polymers for food packaging: A review*, *Trends in Food Science & Technology*, 2008.
- [49] V. O. Emmanuel Purlis, *Food Research International*, 2009.
- [50] T. H. H.-F. S. J.-Y. Y. T. K. S.-P. N. R. G. M.-Y. Y.-J. Wan, Xie, *Probiotic fermentation modifies the structures of pectic polysaccharides from carrot pulp*, *Carbohydrate Polymers*, 2021.

- [51] Y. Mohammad Tabaeh Hayavi, Application of Surfactant-based enhanced oil recovery in carbonate Reservoirs: A critical review of the opportunities and challenges., *Chemical Physics Letters*, 2022.
- [52] M. Pope, Experimental Investigation of Polyethylene Oxide Polymer Solutions for Enhanced Oil Recovery in Low-Permeability Carbonate Rocks, 2022.
- [53] J. M. S. L. M. & W. C. J. Willey, *Prescott's Microbiology*, 2017.
- [54] R. Whorlow, *Rheological Techniques*, Chichester: Ellis Horwood, 1980.
- [55] M. C. S. W. C. P. C. K. & W. Q. Zhang, Antioxidant and immunomodulatory activities of polysaccharide from *Lentinus edodes*., *International Journal of Biological Macromolecules*, 2010.
- [56] L. W. Z. & W. X. Wang, Extraction and characterization of pectic polysaccharides from citrus peels., *Food Chemistry*, 2018.
- [57] J. A. W.-T. M.C. Otálora, Preparation, study and characterization of complex coacervates formed between gelatin and cactus mucilage extracted from cladodes of *Opuntia ficus-indica*, *LWT* 2019..
- [58] A.-T. Luis R. Camelo Caballero, Preparation and Physicochemical Characterization of Softgels Cross-Linked with Cactus Mucilage Extracted from Cladodes of *Opuntia Ficus-Indica*. *molecules*, 2019.
- [59] H. Y. R. C. H. L. D. H. & Z. C. Yang, Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis, 2005.
- [60] E. & W. K. Szymańska, Stability of chitosan—a challenge for pharmaceutical and biomedical applications, *Marine Drugs*, 2015.
- [61] J. W. G. A. W. C. L. & H. M. A. Rhim, Biodegradable films based on soy protein isolate and poly(vinyl alcohol): Effect of protein concentration., *Journal of Food Science*, 2006.

- [62] A. A. K. & M. K. (. Sionkowska, Biopolymeric films based on polysaccharides and proteins: Properties and applications., International Journal of Biological Macromolecules, , 2020.
- [63] X. & A. S. Tang, Recent advances in starch, polyvinyl alcohol based polymer blends and nanocomposites. Carbohydrate Polymers, 2008.
- [64] W. H. O. (WHO)., Quality Assurance of Pharmaceuticals: A Compendium of Guidelines and Related Materials, 1998.
- [65] J. A.-F. M. & A.-S. F. Ahmed, Rheological and thermal characterization of gelatin/chitosan-based films, Food Hydrocolloids, 2012.
- [66] T. G. Mezger, The Rheology Handbook: For Users of Rotational and Oscillatory Rheometers, 2020.
- [67] ç. aI, Color Formation In Wheat Starch Based Glucose Syrups And Use Of Activated Carbons For Sugar Decolorization, Université technique du Moyen-Orient., 2006.
- [68] k. S, préparation des copolymères hydrosolubles à base d'amidon, modification et contrôle des propriétés, Université Abou-bakr Belkaid- tlemcen., 2010.
- [69] Rhim, J. W., & Ng, P. K. W, Bio-based edible films and coatings., In Food Science and Technology, 2007.
- [70] SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURIER  
Document-technique-FTIR-pdf.
- [71] F. ... Benabdesslam, Etude de la spéciation chimique du plomb avec les phases d'hydratation formées dans des matrices cimentaires, Université Abderrahmane Mira de Bejaia: Mémoire de génie chimique, 2020.
- [72] F. Rouessac, Analyse chimique : Méthodes et techniques instrumentales, 2005.
- [73] F.-G. S.V. Vargas Solano, chemical composition of nopal mucilage at different maturity stages, Agrociencia, 2022.

[74] R. F. K. J. & Q. X. Tester, 2004.

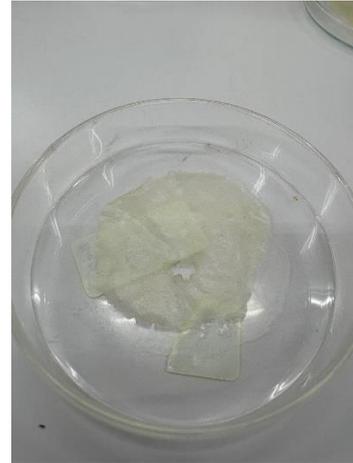
# *Annexes*



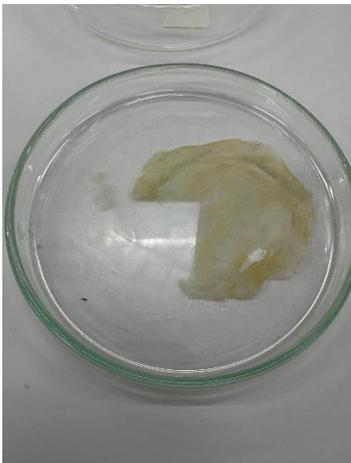
Matrice de mélange film 1



Matrice de mélange film 2



Matrice de mélange film 3



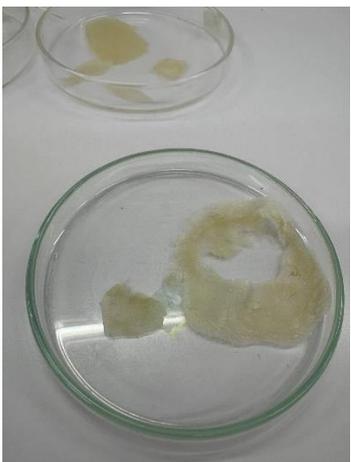
Matrice de mélange film 4



Matrice de mélange film 5



Matrice de mélange film 6



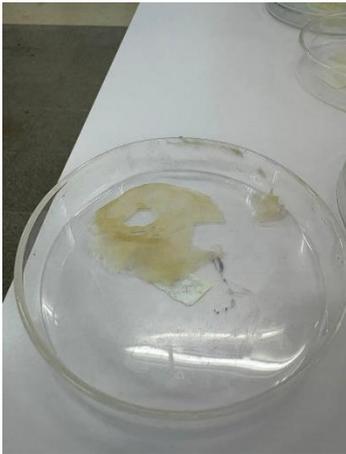
Matrice de mélange film 7



Matrice de mélange film 8



Matrice de mélange film 9



Matrice de mélange de film 10



Matrice de mélange de film 11



Matrice de mélange film

12



Matrice de mélange film 13

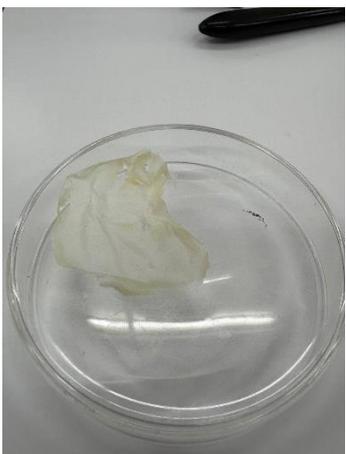


matrice de mélange film 14



Matrice de mélange film

15



Matrice de mélange film 17



Matrice de mélange film 16

