



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences la Nature et de la Vie et des
sciences de la Terre et de l'Univers
Département des sciences de la nature et de la vie
Filière : Sciences biologiques

Référence / 2025

MÉMOIRE DE

Spécialité : Biochimie Appliquée

Le : 2025

Présenté et soutenu par :
Guellai Fatma Zahra Hafayed Hadjira

Le : 02 juin 2025

Développement d'une enrobage alimentaire à base de polymères végétaux et phénoliques de *Bunium incrassatum*

Jury :

Dr.	GUELLATI Cherifa	Grade	Université de Biskra	Président
Dr.	DEGHIMA Amirouche	MAB	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	SAIDI Asma	Grade	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2024/2025

Remerciements

Tout d'abord, nous remercions « ALLAH » Tout-Puissant de nous avoir accordé le succès et de nous avoir donné la volonté et la patience de continuer et d'offrir le meilleur de nous-mêmes.

A Monsieur DEGHIMA AMIROUCHE,
Merci pour votre dévouement et pour vos précieux conseils et votre assistance. Nous vous sommes reconnaissants de votre patience et de votre précieuse coopération. Nous espérons que vous trouverez dans ce travail toute la reconnaissance et la gratitude que nous vous portons.

Nous tenons à remercier les membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre étude et pour le temps qu'ils nous ont consacré.

Nos remerciements s'adressent aussi aux personnels du laboratoire de biochimie de à l'Université MOHAMED KHIDER BISKRA, d'avoir mis à notre disposition le matériel et les moyens nécessaires à la réalisation de ce travail.

Trouvez ici l'expression de nos sincères remerciements et soyez assurée de notre profonde gratitude.

Dédicaces

Avant tout, nous remercions « ALLAH » le tout puissant, de nous avoir ouvert les portes du savoir et qui sans lui ce travail ne serait jamais réalisé.

Je dédie ce mémoire ;

À mon plus grand supporter et encourageur, à la personne la plus chère à mes yeux, mon frère Ziad, que ALLAH ait pitié de toi et t'accorde une place dans ses cieux spacieux.

À mes parents et frères Idris et Antar
À ma amie, collègue et amour Guellai Fatma Zahra
À mes amis.

Hafayed Hadjira

Dédicaces

Avant tout, je remercie « ALLAH » de m'avoir donné la force, la patience et la guidance nécessaires pour arriver jusqu'ici. Sans Sa grâce, rien de tout cela n'aurait été possible.

À mes parents,
merci pour votre soutien inconditionnel, vos sacrifices et votre amour sans limite. Vous êtes le pilier de ma vie, et je vous suis infiniment reconnaissante pour tout ce que vous avez fait pour moi.

À mon frère et à mes sœurs,
merci d'avoir toujours été là pour moi, de m'avoir encouragée, entourée et soutenue dans les moments difficiles comme dans les plus beaux. Votre présence et votre affection ont rendu ce chemin plus doux et plus fort.

À ma chère amie,
merci du fond du cœur pour avoir été mon plus grand soutien tout au long de ce chemin. Ton amitié précieuse, ta bienveillance et ta présence constante m'ont énormément apporté.
Je te suis également reconnaissante pour ta coopération sincère et ton implication durant la réalisation de ce mémoire. Ce travail porte aussi une part de toi, et je ne l'oublierai jamais

Guellai Fatma Zahra

Table des matières

Remerciement.....	
Liste des figures.....	I
Liste des abréviations.....	II
Introduction.....	1-2

Première partie Synthèse bibliographique

Chapitre II Biofilms comestibles et leurs enjeux

I.1. Définition et principes de base.....	3
I.2. Avantages et limites des films comestibles.....	3-4
I.3. Classification selon la nature des polymères.....	4
I.3.1 Films polysaccharidiques.....	4
I.3.2 Films de protéines.....	4
I.3.3 Films lipidiques.....	4-5
I.4. Applications dans l'agroalimentaire et la conservation des aliments.....	5

Chapitre II Bunium incrassatum : potentiel biopolymère et bioactif

II.1. Présentation botanique et intérêt ethnobotanique.....	5
II.2. Composition chimique des tubercules et des graines.....	6
II.3. Caractéristiques des polysaccharides.....	6
II.4. Potentiel filmogène des polysaccharides,.....	6-7

Chapitre III Valorisation des déchets d'hydrodistillation des graines

III.1. Déchets générés après hydrodistillation : nature et quantité.....	10
III.2. Profil des polyphénols résiduels.....	10-11
III.3. Intérêt des extraits pour leurs propriétés antioxydantes et antimicrobiennes.....	11

Deuxième partie expérimentale

Chapitre IV Matériel et méthodes

IV.1. Matériel	11
IV.1.1. Matériel végétal	11
IV.1.2. Matériel chimique.....	11
IV.2. Méthodes.....	11
IV.2.1. Préparations des extraits.....	11
IV.2.1.1. Résidus solides d' hydrodistillation.....	11
IV.2.2. Extraction par macération.....	12
IV.2.3. Extraction des polysaccharides.....	12
IV.2.4. Extraction des protéines.....	12-13
IV.2.5. Dosage des polyphénols totaux.....	13
IV.2.6. Dosage des flavonoïdes.....	13-14
IV.2.7. Test de capacité antioxydante totale (TAC).....	14
IV.2.8. Test de pouvoir réducteur.....	14
IV.2.9. Evaluation du potentiel antiradicalaire (test DPPH).....	14
IV.2.10. Application de la biofilm alimentaire.....	15
IV.2.10.1. Formulation des enrobages comestibles.....	15
IV.2.10.2. Prétraitement des échantillons.....	16

Chapitre V Résultats et Discussion

V.1. Rendements des extraits.....	18-20
V.2. Dosage des polyphénols totaux.....	20-23
V.3. Dosage des flavonoïdes Totaux.....	23-25
V.4. Capacité antioxydante total (TAC).....	25-26
V.5. Pouvoir réducteur.....	26-28
V.6. Activité antiradicalaire contre le DPPH.....	28-29
V.7. Application de la biofilm alimentaire.....	30
V.7.1. Effet de l'enrobage sur le mûrissement des fruits et la prolongation de leur durée de conservation.....	30-34
Conclusion.....	36
Références.....	38-42

Liste des figures

Figure 1. Fleurs et tubercules de <i>Bunium incrassatum</i> « Talghouda » (Chentouh et al., 2018)	5
Figure 2. Matériel végétal constitué des racines de <i>Bunium incrassatum</i> utilisé dans l'extraction des polysaccharides	12
Figure 3. Matériel végétal constitué des graines de <i>Bunium incrassatum</i> utilisé dans l'extraction des protéines	13
Figure 4. Aspect de biofilm comestible préparé à une concentration de 4% de résidu liquide	15
Figure 5. Histogramme du rendement de l'extraction de <i>Bunium incrassatum</i> (%)	18
Figure 6. Droite d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux	21
Figure 7. Teneur des extraits en polyphénol totaux en $\mu\text{g EAG} / \text{mg d'extract}$	21
Figure 8. Courbe d'étalonnage de quercétine pour le dosage des flavonoïdes	23
Figure 9. Teneur des extraits en flavonoïdes totaux en $\mu\text{g EQ} / \text{mg d'extract}$	24
Figure 10. Droite d'étalonnage de l'acide ascorbique pour la capacité antioxydante totale	25
Figure 11. Capacité antioxydante total des extraits des graines de <i>Bunium incrassatum</i>	25
Figure 12. Droite d'étalonnage d'acide ascorbique	27
Figure 13. Pouvoir réducteur des extraits des graines de <i>Bunium incrassatum</i>	27
Figure 14. Droite d'étalonnage de l'acide ascorbique pour le teste de piégeage du radical libre DPPH	28
Figure 15. Activité anti-DPPH des graines de <i>Bunium incrassatum</i>	29
Figure 16. Aspect des bananes enrobés et non enrobés en fonction du temps de stockage	30
Figure 17. Aspect des bananes enrobés et non enrobés en fonction du temps de stockage	30
Figure 18. Aspect des tomates enrobés et non enrobés en fonction du temps de stockage	31

Liste des abréviations

R (%) : Rendement d'extraction exprimé en pourcentage.

M0 : Masse initiale de la matière végétale (en grammes).

M1 : Masse de la boîte vide (en grammes).

M2 : Masse de la boîte contenant l'extrait (en grammes).

BI : *Bunium incrassatum*.

RSB : Extrait hydro-éthanolique de résidus solide BI

RLB : Résidu liquide de BI

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

TAC : Capacité antioxydants totaux.

EAG : Equivalant d'acide gallique.

EQ : Equivalent Quercetine.

EAA : Equivalent d'acide ascorbique

Introduction

Le gaspillage alimentaire se produit entre la production et la distribution, principalement au niveau du consommateur final, ainsi que dans les secteurs de la vente au détail et de la restauration. Une solution pour diminuer le gaspillage alimentaire consiste à établir avec précision la durée de conservation des aliments emballés, c'est-à-dire, la capacité du produit à être conservé un niveau de qualité satisfaisante pour le consommateur, qui dépend de la nature même du produit emballé (*Falguera et al.*, 2011).

Bien que les technologies d'emballage traditionnelles puissent préserver les aliments, elles ne peuvent pas éviter efficacement leur détérioration, laquelle est due à divers processus, y compris l'oxydation causée principalement par l'oxygène de l'air, notamment lorsqu'il interagit avec certaines vitamines sensibles à l'oxydation, telles que les A, C et E. Ces réactions peuvent altérer les propriétés organoleptiques, favoriser la multiplication des micro-organismes responsables de la détérioration sanitaire, et provoquer des réactions enzymatiques susceptibles d'influencer la couleur et la valeur nutritive (*Falguera et al.*, 2011).

Une solution consiste à utiliser un emballage fabriqué à partir de matériaux bioactifs contenant des agents antioxydants et antimicrobiens naturels. Ce type d'emballage représente donc une méthode alternative pour freiner la détérioration des denrées alimentaires. Ces solutions ont suscité un grand intérêt dans l'industrie de l'emballage en raison de leurs effets bénéfiques sur la qualité et la sécurité des aliments, ainsi que leur capacité à prolonger la durée de conservation des aliments emballés (*Shahidi et Zhong*, 2010).

Les systèmes d'emballage actif renferment des composants actifs dotés de propriétés antioxydantes et antimicrobiennes pour éviter l'oxydation des aliments et la prolifération microbienne. De manière courante, des substances bioactives sont intégrées dans une matrice polymère afin de créer des films d'emballage à propriétés antioxydantes et antimicrobiennes. L'intégration de composés bioactifs dans les films biodégradables est essentielle dans la technologie d'emballage actif, proposant des solutions novatrices pour conserver la qualité et le goût des aliments (*Dobrucka et al.*, 2025).

À l'heure actuelle, les matériaux d'emballage comestibles intègrent trois biopolymères naturels : des polysaccharides, des protéines et des lipides, parmi lesquels on retrouve les polysaccharides. On obtient généralement les huiles essentielles à partir de matières végétales en utilisant la distillation par eau et/ou par vapeur. La production moyenne d'huile essentielle provenant de plantes aromatiques distillées est moins de 5% (p/p), ce qui entraîne une grande quantité de résidus, à la fois liquides et solides, lors du processus industriel (*Sánchez-Vioque et al.*, 2013).

Ces déchets peuvent poser des problèmes environnementaux s'ils ne sont pas bien gérés, mais ils représentent aussi un apport majeur de composés bioactifs notamment des antioxydants, polyphénols et flavonoïdes . L'Algérie figure parmi les pays dotés d'une grande diversité de plantes médicinales qui pourraient être exploitées à diverses fins (Samira et Lilia, 2025). *Bunium incrassatum* (Boiss) communément nommé 'Talghouda', est une espèce endémique d'une partie du nord de l'Algérie qui fait partie de la famille des *Apiaceae* (Sánchez-Vioque et al., 2013; Toul et al., 2022).

C'est dans cette optique ce travail vise à explorer le potentiel des résidus issus de l'hydrodistillation des graines de *Bunium incrassatum* pour la fabrication de biofilms comestibles riches en polysaccharides, et d'évaluer leur efficacité en tant qu'agents de conservation naturels, notamment par leur application sur les fruits, grâce à leurs propriétés antioxydantes et antimicrobiennes.

Le travail est structuré en deux parties principales :

1. Une partie bibliographique couvrant les biofilms comestibles et leurs enjeux, Le potentiel biopolymère et bioactif de *Bunium incrassatum* et la valorisation des déchets d'hydrodistillation des graines.
2. Partie expérimentale : Cette partie décrit les matériaux et méthodes utilisés et les résultats obtenus.

Première partie

Synthèse bibliographique

Chapitre I

Biofilms comestibles et leurs enjeux

I.1. Définition et principes de base

Les films comestibles sont des substances fines, adaptables et écologiques, créées à partir de biopolymères naturels comme les polysaccharides, les protéines et les lipides. Que ce soit en étant directement appliqués sur les produits alimentaires ou en servant d'emballages indépendants, ils constituent une barrière semi-perméable qui favorise un échange maîtrisé des gaz tels que l'oxygène, tout en jouant le rôle de protection sélective contre l'humidité, l'oxygène, les parfums et la lumière (*Guilbert et al.*, 1996).

Leur épaisseur est généralement une épaisseur de moins de 0,3 mm, ce qui leur donne une excellente transparence et facilite l'examen visuel des produits. Ils ne se contentent pas de protéger : ils participent aussi à la solidité du produit, à garder son aspect intact et à prolonger sa durée de vie (*Matloob et al.*, 2023 ; *Sachdeva, et al.*, 2021 ; *Tharanathan*, 2003).

Le concept fondamental est basé sur le pouvoir des biopolymères à créer une matrice structurée, stable et uniforme, qui peut envelopper la surface de l'aliment de façon sécuritaire, comestible et fonctionnelle, tout en préservant les caractéristiques sensorielles du produit (*Krochta et De Mulder-Johnston*, 1997).

I.2. Avantages et limites des films comestibles

Tous les films et revêtements comestibles favorisent la conservation de la composition des produits alimentaires ce qui est essentiel pour les producteurs, les commerçants et les consommateurs (*Liyanaathirana et al.*, 2023 ; *Suput et al.*, 2015).

Les films et pellicules comestibles offrent plusieurs bénéfices qui les positionnent comme une option d'avenir face aux emballages plastiques traditionnels. Leurs caractéristiques majeures incluent la biodégradabilité, la possibilité de les consommer et leur capacité à faire office de barrière sélective contre l'humidité, l'oxygène, les arômes et la lumière. Cela contribue à prolonger la conservation des aliments (*Díaz-Montes et Castro-Muñoz*, 2021 ; *Rossi-Márquez et al.*, 2023).

Ils peuvent aussi être enrichis de composés bioactifs (antimicrobiens, antioxydants, nutraceutiques), offrant une valeur fonctionnelle additionnelle (*Abugoch et al.*, 2022). De plus, il est possible que certains films contribuent à rehausser les qualités sensorielles des produits emballés, en préservant leur texture ferme, leur parfum et leur aspect visuel (*Shukla et al.*, 2019).

Ces systèmes ont quelques contraintes techniques. Leur performance peut être restreinte dans les milieux humides, notamment pour les films composés de polysaccharides ou de protéines, du fait de leur sensibilité à l'humidité. Par ailleurs, la stabilité thermique et la solidité mécanique de certains films pourraient être moindres comparées aux emballages synthétiques (*Šuput et al.*, 2015). La fabrication en masse de ces matériaux reste parfois onéreuse et requiert l'amélioration des formulations afin de rivaliser avec la performance des emballages plastiques classiques (*Raghav et al.*, 2016).

I.3. Classification selon la nature des polymères

I.3.1 Films polysaccharidiques

Films polysaccharidiques contenant de l'amidon, de l'alginate, des éthers de cellulose, du chitosane, de la carraghénane ou de la pectine sont appelés et présentent diverses caractéristiques telles que l'adhérence, la dureté, le croustillant, la compacité et la capacité d'épaississement. Ces films, grâce à la composition de leurs chaînes polymères, possèdent une perméabilité exceptionnelle aux gaz qui génère les atmosphères modifiées désirées.

I.3.2 Films de protéines

Ces films peuvent être produits à partir de matières premières d'origine animale ou végétale. Compte tenu de leur valeur biologique, de leur biodégradabilité et de leur exceptionnelle capacité à former une pellicule, les biopolymères sont l'option privilégiée pour les films et les formulations de revêtement. La formation, la capacité de déformation et la stabilité thermique des protéines jouent un rôle crucial dans l'élaboration de films. Les films et revêtements comestibles contenant des protéines ont des désavantages significatifs, en particulier l'absence d'éléments empêchant la vapeur d'eau (*Matloob et al.*, 2023).

On distingue plusieurs catégories de protéines, notamment les protéines végétales issues du maïs, du blé et du soja, entre autres, ainsi que les protéines animales comme le collagène, la kératine, la caséine et la gélatine (*Mihalca et al.*, 2021).

I.3.3 Films lipidiques

Les lipides hydrophobes sont des molécules biologiques de petite taille, qui ne se dissolvent pas dans l'eau. Du fait de leur caractère hydrophobe, les films et revêtements comestibles lipidiques présentent une grande fragilité et une densité supérieure. Ils offrent une protection remarquable contre le passage de l'humidité. Les cires, la paraffine et l'acétoglycéride sont parmi les matériaux employés dans la production de films et de

revêtements. Le principal défaut des films de revêtements comestibles lipidiques réside dans les contraintes concernant l'aspect et la perception du produit final (*Matloob et al.*, 2023).

I.4. Applications dans l'agroalimentaire et la conservation des aliments

Un élément bioactif est une substance présente en quantités minimales dans un aliment et qui peut avoir un impact sur la santé suite à son ingestion. Différentes molécules bioactives, comme les flavonoïdes et les phytoestrogènes, ont été examinées dans le cadre d'études épidémiologiques. Ces substances sont connues pour leurs propriétés antioxydantes, antimutagènes, anti-inflammatoires, anticancéreuses, apoptotiques et anticholestérolémiques. Par conséquent, plusieurs études se sont particulièrement focalisées sur l'incorporation d'un large éventail de ces composés bioactifs dans des films alimentaires (*Sánchez-Vioque et al.*, 2013; *Chen et al.*, 2022).

La maturité des fruits et légumes ainsi que la croissance des moisissures et des microbes peuvent être retardées, préservant ainsi des propriétés spécifiques telles que la texture, la fraîcheur, la teneur en vitamine C et la qualité nutritionnelle, tout en conférant de nouvelles activités biologiques en fonction des types de solutés bioactifs incorporés dans les films et les enrobages comestibles (*Sánchez-Vioque et al.*, 2013; *Abdollahzadeh et al.*, 2021).

Chapitre II

***Bunium incrassatum* :**
potentiel biopolymère
et bioactif

II.1. Présentation botanique et intérêt ethnobotanique

Bunium incrassatum, également connu sous le nom de glande ou noix de terre (*Talghouda* en arabe), est une plante que l'on retrouve dans le tell de l'Algérie et du Maroc (*Adoui et al.*, 2022).

La plante *Bunium incrassatum* appartient à la famille des Apiacées. C'est une plante vivace herbacée annuelle, atteignant 40 à 60 cm de hauteur, sans poils, dotée d'une racine volumineuse, globuleuse et de forme irrégulière. La tige est droite, rayée et anguleuse à son sommet. Les feuilles se présentent sous forme de lanières et sont bitripennatiséquées. Les fleurs en Ombelles possèdent entre 7 et 14 rayons de couleur blanche inégale et des racines tubéreuses (*Bousetla et al.*, 2015 ; *Toul et al.*, 2022).



Figure 1. Fleurs et tubercules de *Bunium incrassatum* « Talghouda » (*Chentouh et al.*, 2018).

Les communautés locales ont l'habitude d'utiliser *Bunium incrassatum* pour ses propriétés médicinales et nutritives. Durant les périodes de pénurie, en particulier pendant la guerre d'indépendance Algérienne, ses racines tubéreuses étaient consommées. Elles étaient séchées, réduites en poudre et combinées à de la farine pour faire du pain, servant ainsi de nourriture de survie (*Toul et al.*, 2022). Sur le plan thérapeutique, les racines sont utilisées en médecine populaire pour soigner différentes maladies comme les problèmes de thyroïde, les douleurs inflammatoires, les troubles digestifs et les problèmes respiratoires (*Toul et al.*, 2022; *Amraoui et al.*, 2024).

II.2. Composition chimique des tubercules et des graines

Les tubercules renferment des composés ayant une activité biologique, tels que les coumarines qui possèdent des propriétés antioxydantes et antimicrobiennes, ainsi que du β -sitostérol, reconnu pour sa capacité à diminuer le taux de cholestérol. Ils renferment aussi du saccharose comme source d'énergie et de l'acide oléique, un acide gras mono-insaturé favorable à la santé des vaisseaux sanguins (*Bousetla et al.*, 2015).

Concernant les graines, elles renferment un taux considérable de composés phénoliques, dont des flavonoïdes tels que la catéchine, le kaempférol, la quercétine, l'hespérétine et la naringénine. Elles contiennent également un ensemble d'acides phénoliques comme les acides caféique, chlorogénique, férulique, gallique, ellagique et sinapique. On attribue à ces composés de fortes propriétés antioxydantes (*Toul et al.*, 2022).

II.3. Caractéristiques des polysaccharides

Pour l'élaboration de films alimentaires, les polysaccharides sont au cœur du processus en tant que polymères structuraux naturels facilement accessibles, biodégradables et sans danger. Grâce à leur structure moléculaire composée de longues chaînes de monosaccharides connectées par des liaisons glycosidiques, ils possèdent une capacité notable à produire des films transparents, uniformes et plutôt flexibles (*Falguera et al.*, 2011).

Un des critères recherchés est leur hydrophilie qui favorise une interaction efficace avec les molécules d'eau, aidant ainsi à la création de matrices continues. Cependant, cette caractéristique restreint leur efficacité en tant que barrière contre l'humidité, ce qui exige généralement l'intégration de plastifiants ou d'autres éléments hydrophobes pour optimiser leur rendement (*Tharanathan*, 2003). Dans ce contexte, les polysaccharides fréquemment employés comprennent l'amidon, la cellulose et ses dérivés (méthylcellulose, hydroxypropylméthylcellulose), les pectines, la gomme arabique ainsi que les polysaccharides marins tels que l'alginate et les carraghénanes (*Vargas et al.*, 2008). Ces biopolymères sont appréciés non seulement pour leurs propriétés mécaniques, mais aussi pour leur compatibilité avec des additifs bioactifs, ce qui permet la conception de films à fonction antimicrobienne ou antioxydante, adaptés à la conservation des denrées alimentaires périssables.

II.4. Potentiel filmogène des polysaccharides

Les polysaccharides ont un fort potentiel à former des films, ce qui les rend particulièrement appropriés pour la préparation de films et revêtements comestibles utilisés dans le secteur de l'agroalimentaire. La présence de groupements hydroxyyles (-OH) qui

favorisent les liaisons hydrogène entre les chaînes polymériques explique leur capacité à former des matrices continues et cohérentes, permettant ainsi la production de films homogènes, transparents et souples (*Tharanathan, 2003*).

Avec des propriétés de formation de film variées. Par exemple, l'amidon est apprécié pour sa disponibilité, son faible niveau de toxicité et sa faculté à produire des films souples, bien qu'ils soient sensibles à l'humidité. Les dérivés de la cellulose, comme la méthylcellulose ou l'hydroxypropyl méthylcellulose, présentent une résistance thermique supérieure et des caractéristiques mécaniques améliorées. On utilise des gommages d'origine végétale, telles que la gomme arabique et la gomme de guar, ainsi que des pectines pour fabriquer des films ayant une faible perméabilité aux gaz, qui sont appropriés pour la conservation de produits frais. Pour finir, les polysaccharides marins comme l'alginate et les carraghénanes favorisent la création de films ou de gels sous l'action d'ions spécifiques, en particulier des cations divalents (*Vargas et al., 2008*).

Toutefois, en dépit de leurs atouts, les films à base de polysaccharides ont souvent une perméabilité élevée à la vapeur d'eau, ce qui réduit leur performance en tant que barrières hydriques. Toutefois, il est possible de contourner cette restriction en intégrant des plastifiants ou des composés hydrophobes. De plus, leur aptitude à intégrer des agents actifs tels que les antimicrobiens, les antioxydants et les huiles essentielles représente un avantage essentiel pour l'élaboration de films fonctionnels ayant pour objectif d'étendre la conservation des produits alimentaires périssables (*Falguera et al., 2011*).

Chapitre III

Valorisation des déchets

d'hydrodistillation des

graines

III.1. Déchets générés après hydrodistillation : nature et quantité

L'hydrodistillation est un procédé couramment utilisé pour l'extraction des huiles essentielles à partir de plantes aromatiques et médicinales, notamment les graines. Si elle permet de récupérer les composés volatils d'intérêt, cette technique génère également d'importantes quantités de résidus solides et liquides. Ces sous-produits, souvent négligés, présentent pourtant un potentiel notable en raison de leur richesse en composés bioactifs (Napoli et al., 2022).

Dans le cas de *Juniperus phoenicea*, l'analyse des résidus issus d'hydrodistillation des feuilles et des baies a révélé la présence substantielle de cyclitols, notamment le D-pinitol, ainsi que autres composés tels que les catéchines, acide quinique, acide D-malic et acide communiqué. Ces composés ont été identifiés à la fois dans les eaux usées et les résidus solides, soulignant le potentiel de valorisation de ces déchets. (Menaceur et al., 2013).

De même, les résidus solides de *Rosa canina*, résultant d'hydrodistillation, sont riches en cellulose ($80,42 \pm 1,17$ %), avec des teneurs notables en hémicelluloses ($5,70 \pm 0,35$ %) et en lignine ($14,70 \pm 0,82$ %). Ces caractéristiques en font une source prometteuse pour extraction de microfibrilles cellulosiques, pouvant être utilisées dans divers domaines industriels (Bhiri et al., 2024).

Ces exemples illustrent que les déchets générés après hydrodistillation, loin d'être de simples sous-produits, constituent des matrices riches en composés d'intérêt. Leur valorisation pourrait contribuer à une approche plus durable et économique dans l'exploitation des ressources végétales.

III.2. Profil des polyphénols résiduels

Les polyphénols sont des composés naturels largement reconnus pour leurs propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes. Les résidus solides et les eaux usées provenant de l'hydrodistillation contiennent une variété de composés phénoliques. Par exemple, une étude a identifié 37 composés phénoliques dans les eaux usées issues de l'hydrodistillation de cinq plantes aromatiques de la famille des Lamiacées, incluant des acides phénoliques et des flavonoïdes (Napoli et al., 2022). Une autre recherche a mis en évidence que les résidus solides de *Rosmarinus tournefortii* contiennent des composés phénoliques tels que l'acide rosmarinique et la lutéoline (Ziani et al., 2023).

Un autre exemple est, une étude sur les résidus de *Rosmarinus officinalis* a identifié une teneur maximale en polyphénols de 24,14 équivalents acide gallique par gramme de matière

sèche, obtenue avec une solution éthanolique à 80 % à 70 °C pendant 60 minutes (*Vella et Laratta, 2023*).

III.3. Intérêt des extraits pour leurs propriétés antioxydantes et antimicrobiennes

Aujourd'hui, nous nous intéressons de plus en plus par les extraits issus des déchets d'hydrodistillation, non plus simplement comme résidus, mais comme véritables sources de composés fonctionnels. Il s'agit souvent de très riches résidus en polyphénols ; des molécules naturelles que l'on sait depuis longtemps par leur effet bienfaiteur, qui combat les radicaux libres à l'origine du stress oxydatif. Par exemple, dans l'espèce *Lepidium sativum*, montré une activité antioxydante élevée, mesurée par les tests DPPH et le pouvoir réducteur du fer (*Medini et al., 2018*). Mais ce n'est pas tout : ces extraits ont également démontré une véritable efficacité contre plusieurs microbes pathogènes, ce qui les rend prometteurs pour élaborer des alternatives naturelles aux conservateurs ou même à certains traitements antimicrobiens. Les polyphénols isolés à partir de déchets végétaux peuvent inhiber la croissance de bactéries comme *E.coli* ou *Staphylococcus aureus*, tout en protégeant les cellules humaines de l'oxydation (*Almeida et al., 2024*).

Deuxième partie

Partie expérimentale

Chapitre IV

Matériel et méthodes

IV.1. Matériel

IV.1.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est constitué de graines et de racines de *Bunium incrassatum*, récoltées au mois de juin 2020 dans la Wilaya de Bordj Bou Arreridj, Daïra de Bordj Ghedir. Après la récolte, les échantillons ont été séchés à l'ombre, à température ambiante, pendant plusieurs jours. Un tri minutieux a ensuite été effectué afin d'éliminer les impuretés et ne conserver que les parties saines et exploitables. Les graines et les racines ont ensuite été broyées séparément à l'aide d'un moulin à café propre, jusqu'à obtention de poudres fines, utilisées lors des différentes étapes d'extraction.

Des bananes et des tomates fraîches, au stade de maturité physiologique, présentant globalement la même couleur et le même aspect, sans dommages mécaniques externes, complètes et non infectées, ont été achetées sur le marché local pour cette étude.

IV.1.2. Matériel chimique

Éthanol, méthanol, hexane, NaOH, HCl, Folin-Ciocalteu 10%, sodium carbonate 7.5%, acide gallique, aluminum trichloride 2%, quercitine, DPPH 4%, hexacyanoferrate de potassium 1%, KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , TCA (10%), FeCl_3 (0,1 %), acide sulfurique, phosphate de sodium, molybdate d'ammonium, acide ascorbique, glycérol, tween 20, acide acétique.

IV.2. Méthodes

IV.2.1. Préparations des extraits

IV.2.1.1. Résidus solides d'hydrodistillation

Après l'hydro-distillation de 100 g de poudre de graines dans un ballon en verre contenant 1000 ml d'eau distillée, réalisée pendant 3 heures à l'aide d'un dispositif d'extraction de type clevenger, les résidus solides obtenus ont été filtrés puis séchés à l'étuve à 40 °C. Ils ont ensuite été conservés à température ambiante jusqu'à leur utilisation.

IV.2.1.2. Résidu Liquide

La solution résiduelle obtenue après l'hydrodistillation, au lieu d'être éliminée, a été récupérée. Cette solution a été filtrée, puis le filtrat a été réparti dans des boîtes pétries et séché à l'étuve à 40 °C. L'extrait brut obtenu a ensuite été conservé dans des flacons sombres à 4 °C, à l'abri de la lumière, jusqu'à son utilisation.

IV.2.2. Extraction par macération

Pour réaliser cette l'extraction nous avons suivi la méthode décrite par *Deghima* et al. (2022). 5g de résidus solides sont macérés pendant 24h dans 100 ml de mélange éthanol-eau distillé (50:50 V/V) sous agitation constante, à température ambiante et à l'obscurité. Après filtration, le filtrat a été séché à 40°C, ensuite conservés dans des flacons. On utiliser ce type d'extraction pour extraire le maximum de composés bioactifs.

IV.2.3. Extraction des polysaccharides

40 g de poudre de racines de *Bunium incrassatum* ont été dégraissés par macération dans 400 mL d'éthanol à 80 %, sous agitation constante pendant 1 heure, afin d'éliminer les composés phénoliques, les sucres libres et autres impuretés. Après filtration, le matériel végétal résiduel a été récupéré et séché à l'étuve à 40 °C. Cette méthode est inspirée de celle utilisée par *Dong et al.* (2020).

La poudre sèche ainsi obtenue a ensuite été suspendue dans 1600 mL d'eau distillée et portée à 100 °C sous agitation constante. L'extrait aqueux obtenu a été filtré, puis le filtrat a été placé dans des boîtes de Pétri et séché à l'étuve à 40 °C. Le polysaccharide sec obtenu a été conservé dans une boîte hermétique, à température ambiante, jusqu'à son utilisation.



Figure 2. Matériel végétal constitué des racines de *Bunium incrassatum* utilisé dans l'extraction des polysaccharides.

IV.2.4. Extraction des protéines

13 g de poudre de graines de *Bunium incrassatum* ont été dégraissés par macération dans 130 mL d'hexane, sous agitation constante pendant 2 heures. Cette opération a été répétée trois fois. Après filtration, le matériel végétal résiduel a été récupéré, puis séché à l'étuve à 40 °C.

La poudre sèche ainsi obtenue a été suspendue dans 500 mL d'une solution tamponnée à pH 10, sous agitation constante pendant 1 heure. Le mélange a ensuite été centrifugé à 1000 g pendant 15 minutes. Le surnageant obtenu a été placé dans des boîtes de Pétri, puis séché à l'étuve à 40 °C. La protéine sèche ainsi obtenue a été conservée dans une boîte hermétique, à température ambiante, jusqu'à son utilisation (Trigui *et al.*, 2021).

Figure 3. Matériel végétal constitué des graines de *Bunium incrassatum* utilisé dans l'extraction des protéines.

Les rendements sont calculés selon la formule suivante :

$$R (\%) = (M2 - M1) / M0 \times 100 \text{ Où :}$$

R (%) : Rendement d'extraction exprimé en pourcentage.

M0 : Masse initiale de la matière végétale (en gramme).

M1 : Masse de la boîte vide (en gramme).

M2 : Masse de la boîte contenant l'extrait (en gramme).

IV.2.5. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi, 1965), avec quelques modifications. Trois concentrations différentes de l'extrait (2, 1 et 0,5 mg/ml) ont été préparées. Un volume de 200 µl de chaque solution a été mélangé à 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu à 10 %. Après agitation vigoureuse et un repos de 3 minutes, 400 µl d'une solution de carbonate de sodium ont été ajoutés. Le mélange a ensuite été incubé pendant 2 heures à température ambiante, à l'abri de la lumière. L'absorbance a été mesurée à 765 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. La concentration en polyphénols totaux a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique et exprimée en µg équivalents acide gallique par mg d'extrait (µg EAG/mg).

IV.2.6. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes totaux a été déterminée selon la méthode colorimétrique au chlorure d'aluminium décrite par Chang *et al.* (2002), avec quelques modifications. Un volume de 0,5 ml d'extrait (aux concentrations de 2, 1 et 0,5 mg/ml) a été mélangé à 0,5 ml de chlorure d'aluminium à 2 %. Le mélange a été incubé pendant 15 minutes à l'obscurité, puis l'absorbance a été mesurée à 430 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. La concentration en

flavonoïdes totaux a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage préparée avec la quercétine et exprimée en μg équivalent quercétine par mg d'extrait ($\mu\text{g EQ/mg}$).

IV.2.7. Test de capacité antioxydante totale (TAC)

La capacité antioxydante totale (TAC) a été évaluée selon la méthode décrite par Habellah et al. (2016), avec quelques modifications. Un volume de 100 μl d'extrait (aux concentrations de 2, 1 et 0,5 mg/ml) a été ajouté à 1 ml d'un réactif contenant de l'acide sulfurique (0,6 M), du phosphate de sodium (28 mM) et du molybdate d'ammonium (4 mM). Le mélange a été incubé à 95 °C pendant 90 minutes. Après refroidissement, l'absorbance a été mesurée à 695 nm. La capacité antioxydante a été déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide ascorbique et exprimée en μg équivalent acide ascorbique par mg d'extrait ($\mu\text{g EAA/mg}$).

IV.2.8. Test de pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur des extraits a été évalué selon la méthode de réduction du Fe^{3+} en Fe^{2+} , décrite par Oyaizu (1986), avec quelques modifications. Un volume de 500 μL d'extrait (concentrations allant de 2 à 0,03125 mg/ml) a été mélangé à 500 μL de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 500 μL d'hexacyanoferrate de potassium [$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$] à 1 %. Le mélange a été incubé au bain-marie à 50 °C pendant 20 minutes. La réaction a ensuite été arrêtée par l'ajout de 500 μL d'acide trichloroacétique (TCA), suivi d'une centrifugation. Du surnageant (500 μL) a été prélevé, puis mélangé à 500 μL d'eau distillée et 200 μL de chlorure ferrique (FeCl_3). L'absorbance du mélange a été mesurée à 700 nm. Le pouvoir réducteur a été déterminé à l'aide d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide ascorbique, et exprimé en μg équivalent acide ascorbique par mg d'extrait ($\mu\text{g EAA/mg}$).

IV.2.9. Evaluation du potentiel antiradicalaire (test DPPH)

L'activité piègeuse des radicaux libres a été évaluée par le test DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle), selon la méthode de Garcia-Herreros et al. (2010), telle que décrite par Deghima et al. (2021). Un volume de 250 μL d'une solution de DPPH à 0,04 % a été ajouté à 750 μL d'extrait préparé à différentes concentrations (de 0,5 à 0,0009 mg/mL). Après une incubation à l'obscurité pendant 30 minutes, l'absorbance a été mesurée à 517 nm contre un blanc (DPPH sans extrait). Le pourcentage d'inhibition (PI) du radical DPPH a été calculé à l'aide de la formule suivante :

$\%I = ((A_0 - A_e) / A_0) \times 100$, où A_0 est l'absorbance du témoin et A_e celle de l'échantillon.

IV.2.10. Application de la biofilm alimentaire

IV.2.10. 1. Formulation des enrobages comestibles

Les biofilms ont été préparés selon une méthode commune : Sous agitation et à 95°C, 1g de polysaccharide séché a été dissous dans un volume connu d'hydrolat (ou eau distillée en fonction du cas). Une fois dissous, 2 ml de glycérol, 1 ml de tween 20 et 1 ml d'acide acétique ont été ajoutés successivement. Le mélange final a été complété jusqu'à 100 ml.

Le rôle des additifs dans la formulation du biofilm sont les suivantes :

Le glycérol agit comme un plastifiant en s'intercalant entre les chaînes de polysaccharides, perturbant les liaisons hydrogène intermoléculaires. Cela augmente la flexibilité et réduit la fragilité du film, améliorant ainsi sa résistance mécanique et son élasticité (*Tarique et al.*, 2021).

Le Tween 20 est un tensioactif non ionique qui améliore la mouillabilité et la dispersion homogène des composants dans la matrice du film. Il contribue à la stabilité mécanique du film sans compromettre son élasticité (*Deng et al.*, 2023).

L'acide acétique sert de régulateur de pH, ajustant le milieu pour favoriser la solubilité des polysaccharides et la stabilité du mélange (*Pham et al.*, 2024). De plus, il possède des propriétés antimicrobiennes, contribuant à la conservation du film en inhibant la croissance microbienne (*Rinaudo et al.*, 1999).

6 formulations distinctes de biofilm ont été préparées selon différentes conditions de composition (présence ou non d'hydrolat, d'extraits, et de protéines) :

Type 1 : avec eau distillée, et 1g de résidus liquide..

Type 2 : Avec eau distillée et 4g de résidus liquide ajouté au mélange.

Type 3 : dans ce cas, 0.5g de protéines ont été ajoutés à 0.5g de polysaccharides dissous, suivis de 4g de résidus liquide. Le tout a été dissous dans l'eau distillée.

Type 4 : avec eau distillée au lieu d'hydrolat, sans résidus liquides (Ce type a servi de contrôle négatif).

Type 5 : Avec hydrolat, sans résidus liquides, afin d'évaluer l'impact potentiel de résidus liquides sur les propriétés du biofilm (7 jours seulement).

Type 6 : Avec hydrolat et 1g de résidus liquide ajouté au mélange (7 jours seulement).

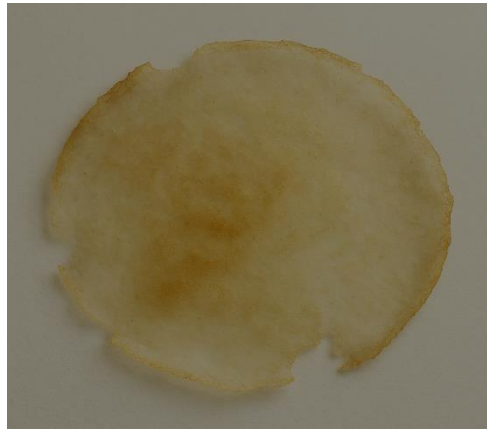


Figure 4. Aspect de biofilm comestible préparé à une concentration de 4% de résidu liquide

IV.2.10.2. Prétraitement des échantillons

Les bananes ont été réparties aléatoirement en 7 groupes de deux unités chacun, tandis que les tomates ont été divisées en 4 groupes de deux unités. Pour le groupe témoin, aucun traitement n'a été appliqué. En revanche, les autres groupes (6 groupes pour les bananes et 3 groupes pour les tomates) ont été enrobés à l'aide d'un pinceau avec les différents types de biofilms. Après le prétraitement, les tomates ont été conservées au réfrigérateur à 4 °C, mais les bananes ont été stockées à température ambiante pendant 14 jours. Tous les échantillons ont été photographiés quotidiennement de manière régulière afin de suivre leur évolution.

Chapitre V

Résultats et Discussion

V.1. Rendements des extraits

Nous avons étudié les rendements de résidu liquide des graines *Bunium incrassatum* et l'extrait de résidu solide. Les rendements d'extraction, exprimés en masse d'extrait par rapport à la masse initiale du matériel végétal, sont représentés dans le graphique ci-dessous :

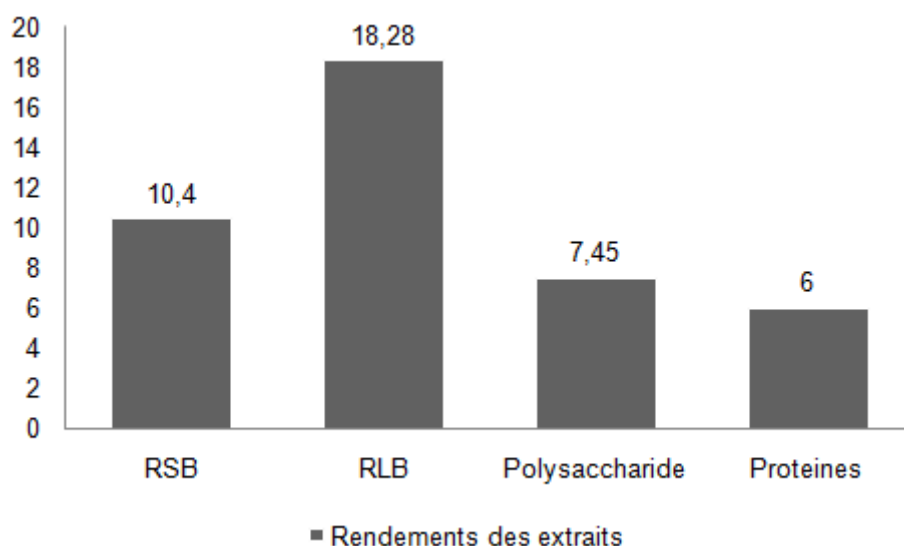


Figure 5. Histogramme du rendement de l'extraction de *Bunium incrassatum* (%)
RSB : Extrait hydro-éthanolique de résidus solide BI ; RLB : résidus liquide de BI.

Le résidu liquide issu directement du procédé d'hydrodistillation des graines de *Bunium incrassatum* a présenté le rendement d'extraction le plus élevé, avec une valeur de 18,28 %. Ce résultat montre que cette fraction contient encore une quantité importante de composés hydrosolubles, ce qui indique que l'hydrodistillation ne retire pas tous les composés présents dans la plante. En comparaison, l'extrait obtenu à partir du résidu solide, après une deuxième extraction avec un mélange hydro éthanolique, a montré un rendement plus faible de 10,4 %. Cette différence peut s'expliquer par la perte d'une partie des composés lors de la première extraction. L'extrait de polysaccharides a donné un rendement moyen de 7,45 %, indiquant une extraction ciblée de macromolécules spécifiques. Enfin, l'extrait protéique a montré le rendement le plus bas, avec une valeur de 6 %, probablement à cause de la faible quantité de protéines dans le matériel végétal ou d'une méthode d'extraction moins efficace. Ces résultats montrent que les rendements varient selon le type de composé et le traitement effectué sur la plante.

Le rendement de notre extrait de résidu liquide de *Bunium incrassatum* (18,28 %) est inférieur à celui obtenu par Bougandoura et Bendimerad (2013) sur *Satureja calamintha ssp.*

nepeta (22,19 %). En revanche, notre rendement dépasse celui rapporté par *Toul et al.* (2022) sur l'extrait hydroéthanolique des graines de *Bunium incrassatum* (3 %), *Sharififar et al.* (2010) sur *Bunium persicum* (1,3 %), et *Karouche et al.* (2020) sur *Bunium mauritanicum* (6,79 %). Ces comparaisons indiquent que, bien que notre extrait de résidu liquide soit issu de la phase aqueuse post-hydrodistillation, il présente un rendement supérieur à plusieurs extraits hydroéthanoliques précédemment publiés, attestant de la richesse en composés solubles de cette fraction.

L'extrait hydro éthanolique de résidu solide de *Bunium incrassatum* a montré un rendement de 10,4 %, ce qui confirme la présence d'une quantité non négligeable de composés d'intérêt dans cette fraction, récupérable après l'étape d'hydrodistillation. Ce rendement est comparable aux 10,6 % rapportés par *Sánchez-Vioque et al.* (2013) pour les résidus solides de *Cistus ladanifer* extraits à l'éthanol par Soxhlet, et aux 10,5 % obtenus pour les résidus de *Lavandula intermedia* extraits par extraction assistée par ultrasons (UAE) à l'éthanol. Notre rendement dépasse également celui obtenu par *Saha et al.* (2021) sur des résidus solides de citronnelle de Java (*Cymbopogon winterianus*) avec un extrait méthanolique à 50 % (9,50 %). Cependant, des rendements plus élevés ont été observés, notamment 13,64 % pour l'extrait éthanolique à 70 % de résidus solides d'*Eucalyptus camaldulensis* (*Sankara et al.*, 2020) et 20 % pour les feuilles fraîches de *Rosmarinus tournefortii* (*Ziani et al.*, 2023). Ces variations confirment que le rendement dépend largement de l'espèce végétale, de la partie utilisée, des conditions d'extraction et des solvants employés.

Concernant les extraits de polysaccharides et de protéines, notre rendement de 7,45 % pour les polysaccharides est cohérent avec les valeurs publiées dans la littérature. Par exemple, *Chen et al.* (2019) ont obtenu un rendement allant jusqu'à 9,94 % en utilisant l'extraction accélérée par solvant (ASE) sur les sous-produits de *Chimonobambusa quadrangularis*, tandis que *Chen et al.* (2020) ont rapporté un rendement maximal de 8,09 % pour des polysaccharides extraits de *Crataegus pinnatifida* à pH 5. Ces résultats soulignent l'efficacité de certaines méthodes modernes comme l'ASE, mais montrent aussi que notre méthode classique permet d'obtenir des rendements comparables dans un contexte de valorisation de résidus végétaux.

Le rendement protéique de 6 % obtenu dans notre étude est également comparable à celui observé dans d'autres travaux. Par exemple, *Juul et al.* (2021) ont obtenu un rendement protéique de 8,95 % à partir de *Ulva fenestrata* en utilisant la méthode de pH-shift, où les protéines ont été solubilisées à pH 8,5, tandis que *Prandi et al.* (2023) ont rapporté une teneur

en protéines de 2,3 % pour *Lentinula edodes* cultivé sur bois. Ces comparaisons indiquent que la quantité de protéines récupérables dépend largement de la nature de la matière végétale ainsi que des conditions d'extraction.

En résumé, les différences observées dans les rendements d'extraction entre notre étude et celles citées dans la littérature peuvent être attribuées à plusieurs facteurs : l'espèce végétale, l'organe utilisé, les conditions de séchage, la richesse spécifique en métabolites, la méthode d'extraction, ainsi que la nature et la polarité du solvant utilisé (*Daoudi et al.*, 2015). Par ailleurs, la région et la période de récolte influencent aussi significativement les rendements (*Keskes et al.*, 2014). Enfin, l'ajout d'eau aux solvants organiques augmente la polarité des mélanges, améliorant l'extraction des composés phénoliques et polysaccharidiques (*Do et al.*, 2014).

V.2. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux dans nos extraits de *Bunium incrassatum* a été déterminée à l'aide du réactif de Folin-Ciocalteu, en utilisant une courbe d'étalonnage élaborée avec différentes concentrations d'acide gallique comme standard.

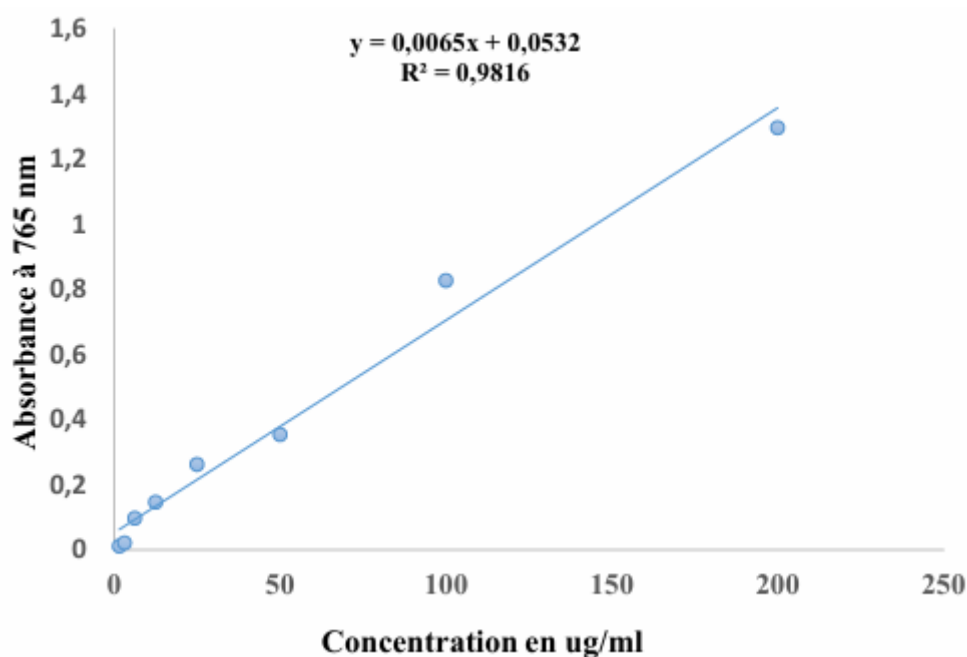


Figure 6. Droite d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux

La quantité de polyphénols totaux dans les extraits est exprimée en microgrammes équivalents d'acide gallique par milligramme d'extrait ($\mu\text{g EAG/mg d'extrait}$). Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure suivante :

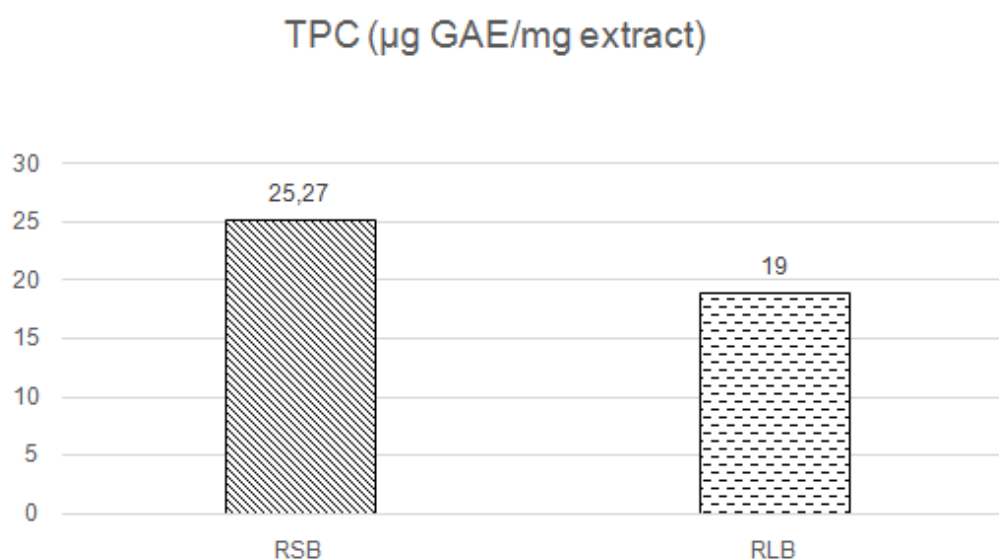


Figure 7. Teneur des extraits en polyphénol totaux en $\mu\text{g EAG / mg d'extrait}$.

RSB: Extrait hydro-éthanolique de résidus solide BI; RLB : résidus liquide de BI.

Les résultats obtenus dans notre étude révèlent que l'extrait hydro-éthanolique des résidus solides issus de l'hydrodistillation des graines de *Bunium incrassatum* présente une teneur en polyphénols totaux de $25,28 \pm 1,41$ µg EAG/mg d'extrait, tandis que l'extrait aqueux obtenu après hydrodistillation des graines de *Bunium incrassatum* affiche une teneur plus faible, de $19,2 \pm 2,82$ µg EAG/mg. Ces valeurs sont comparables à celles rapportées par *Karouche et al.* (2020), qui ont évalué la teneur en polyphénols totaux dans les tubercules de *Bunium mauritanicum* à $22,365 \pm 8,547$ µg EAG/mg d'extrait aqueux. Bien que notre étude ait porté sur une autre espèce (*B. incrassatum*) et une autre partie de la plante (les graines), les résultats sont relativement proches, suggérant une richesse comparable en composés phénoliques dans les genres apparentés. En revanche, les résultats de *Zengin et al.* (2019) montrent une teneur plus élevée de $35,94 \pm 1,89$ mg EAG/g d'extrait dans les parties aériennes de *Bunium pinnatifolium*, tandis que *Aiouaz et Bitam* (2022) ont rapporté une concentration de $37,37 \pm 0,46$ mg EAG/g pour les tubercules de *B. incrassatum*, ce qui souligne l'influence notable de la partie de la plante utilisée et de l'espèce.

L'utilisation d'un solvant hydro-éthanolique (50 %) dans notre étude semble avoir amélioré l'extraction des polyphénols à partir des résidus solides, ce qui concorde avec les travaux de *Ziani et al.* (2023), où les feuilles de *Rosmarinus tournefortii* traitées avec un solvant similaire ont permis d'obtenir une teneur remarquable de $120,58 \pm 0,57$ mg EAG/g. Cette efficacité peut être attribuée à la polarité intermédiaire du mélange eau-éthanol, qui favorise la solubilisation des composés phénoliques, en déstabilisant les parois cellulaires et en augmentant l'interface entre le solvant et le soluté (*Psarrou et al.*, 2020). De plus, selon *Nurzyńska-Wierdak* (2023), la variation du contenu phénolique peut être influencée par plusieurs facteurs, notamment la saison de récolte, le stade de maturité de la plante, les conditions climatiques, la localisation géographique, et les méthodes d'extraction utilisées.

D'autres études appuient la variabilité des résultats selon les espèces et les matrices végétales : *Houng et al.* (2023) ont constaté que les résidus d'écorce de *Citrus hystrix* présentaient une teneur en polyphénols variant entre 3 et 8 mg GAE/g d'extrait, bien inférieure à nos résultats, tandis que les extraits de résidus solides de *Mentha piperita* et *Cymbopogon citratus*, étudiés par *Sankara et al.* (2020), affichaient respectivement des teneurs de $47,12 \pm 3,69$ et $74,17 \pm 13,53$ mg GAE/g. De même, *Psarrou et al.* (2020) ont rapporté une teneur de 60 mg GAE/g pour les résidus solides de romarin, ce qui reste supérieur à la teneur obtenue dans notre extrait de résidus liquides, mais comparable à celle des résidus solides.

Enfin, notre étude confirme l'intérêt de valoriser les résidus post-distillation comme sources secondaires de composés phénoliques. L'extraction hydro-éthanolique appliquée aux résidus solides de *Bunium incrassatum* s'est révélée particulièrement efficace, avec une teneur en polyphénols totaux significativement plus élevée que celle du résidu liquide, démontrant ainsi le potentiel de réutilisation de ces sous-produits dans le domaine agroalimentaire et nutraceutique (España et al., 2017).

V.3. Dosage des flavonoïdes Totaux

Une courbe d'étalonnage de quercétine (5 à 50 µg/ml) a été utilisée pour la quantification des flavonoïdes totaux dans les différents extraits (Figure 8).

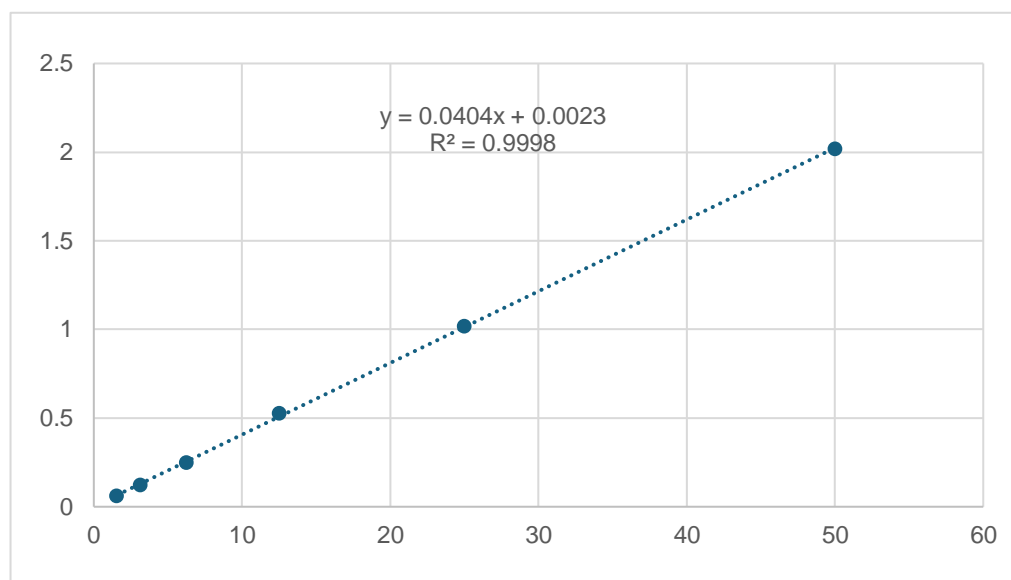


Figure 8. Courbe d'étalonnage de quercétine pour le dosage des flavonoïdes

La quantité de flavonoïdes a été exprimée en microgrammes d'équivalent quercétine par milligramme d'extrait (µg EQ/mg d'extrait). Les résultats obtenus durant notre étude ont présenté dans la figure correspondante :

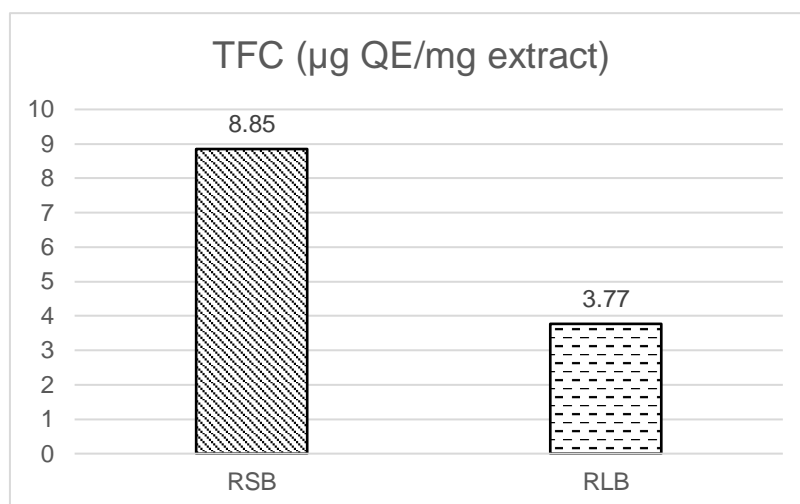


Figure 9. Teneur des extraits en flavonoïdes totaux en µg EQ /mg d'extrait.

RSB: Extrait hydro-éthanolique de résidus solide BI; RLB : résidu liquide de BI.

Les résultats présentés dans la figure précédente indiquent que l'extrait des résidus solides possède la teneur la plus élevée en flavonoïdes totaux, avec une concentration de $8,85 \pm 0,35$ µg EQ/mg d'extrait. Il est suivi par l'extrait des résidus liquides, dont la teneur en flavonoïdes totaux est de $3,77 \pm 0,17$ µg EQ/mg d'extrait.

Selon *Karouche et al.* (2020), le résidu liquide de *Bunium mauritanicum* présentait une teneur en flavonoïdes totaux de $0,83 \pm 0,16$ mg EQ/g d'extrait, ce qui est nettement inférieur à la teneur observée dans notre résidu liquide de *Bunium incrassatum* ($3,77 \pm 0,17$ µg EQ/mg).

Dans une autre étude, *Ziani et al.* (2023) ont travaillé sur *Rosmarinus tournefortii* de Noé et ont obtenu, pour l'extrait éthanolique à 50 % des résidus solides d'hydrodistillation, une teneur de $7,02 \pm 0,19$ µg EQ/mg, un résultat proche du nôtre ($8,85 \pm 0,35$ µg EQ/mg). À une concentration en éthanol plus élevée (80 %), leur teneur a atteint $21,38 \pm 0,23$ µg EQ/mg, confirmant ainsi l'impact du taux d'éthanol sur l'efficacité d'extraction des flavonoïdes, d'autant plus que l'éthanol et l'eau sont les solvants les plus fréquemment utilisés pour cette classe de composés. En effet, ils peuvent établir des liaisons hydrogène efficaces avec les groupes hydroxyle et carbonyle des flavonoïdes, facilitant ainsi leur solubilisation (*Gullon et al.*, 2017).

Par ailleurs, *Sankara et al.* (2020) ont obtenu des valeurs beaucoup plus élevées dans des extraits éthanoliques à 70 % préparés à partir des parties aériennes fraîches d'*Eucalyptus camaldulensis* ($185,19 \pm 16,93$ mg EQ/g) et de *Mentha piperita* ($190,99 \pm 14,58$ mg EQ/g). Ces écarts importants peuvent s'expliquer par des facteurs tels que la nature du matériel végétal

(feuilles fraîches vs graines), le type et la concentration du solvant, les conditions d'extraction, ainsi que les facteurs environnementaux et physiologiques.

V.4. Capacité antioxydante total (TAC)

La capacité antioxydante totale permet d'évaluer l'activité antioxydante globale des extraits phénoliques. Elle repose sur la réduction des ions molybdate Mo^{6+} en Mo^{5+} par les composés antioxydants présents dans l'extrait, entraînant la formation d'un complexe de couleur bleu-vert. Les résultats obtenus sont exprimés en microgrammes d'équivalent acide ascorbique par milligramme d'extrait ($\mu\text{g EAA/mg d'extrait}$). La courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique est présentée à la figure 10.

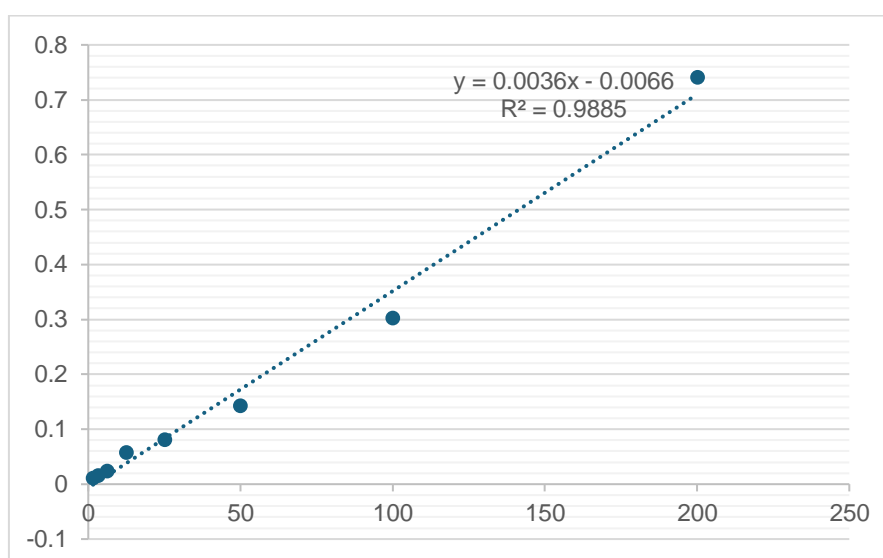


Figure 10. Droit d'étalonnage de l'acide ascorbique pour la capacité antioxydante totale.

Les résultats de capacité antioxydante totale sont affichés dans la figure 11.

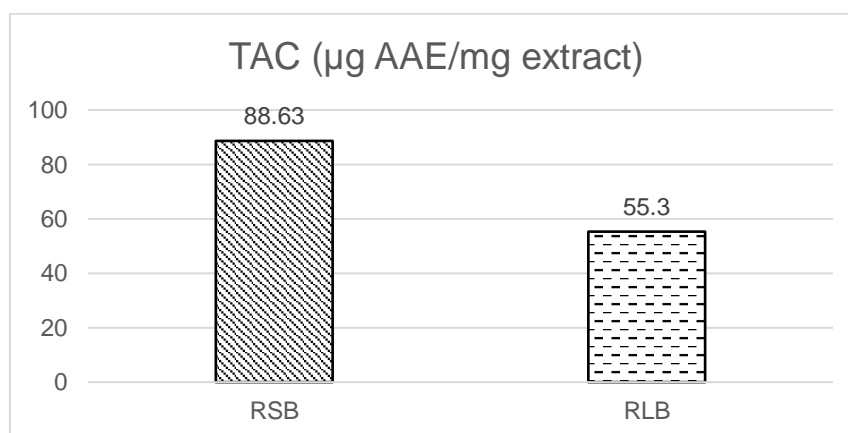


Figure 11. Capacité antioxydante total des extraits des graines de *Bunium incrassatum*

RSB : Extrait hydro-éthanolique de résidus solide BI; RLB : résidus liquide de BI.

Les résultats indiquent que l'extrait hydro-éthanolique de résidu solide des graines de *Bunium incrassatum* a la plus forte capacité antioxydante totale (TAC) avec 88,83 µg EAA/mg d'extrait, suivi par le résidu liquide avec une capacité antioxydante totale de 55,3 µg EAA/mg d'extrait.

D'après les résultats de *Djaghoubi et al.* (2024), l'extrait hydro-éthanolique du résidu solide de *Bunium incrassatum* présente une capacité antioxydante totale (TAC) de 79,19 µg EAA/mg d'extrait, tandis que celle du résidu liquide s'élève à 54,33 µg EAA/mg. En comparaison, nos résultats montrent une TAC légèrement plus élevée pour les deux types de résidus, avec une valeur de 88,83 µg EAA/mg pour l'extrait solide et de 55,3 µg EAA/mg pour l'extrait liquide. Cette différence pourrait être attribuée à des variations liées à la méthode d'extraction, aux conditions expérimentales, ou encore à la qualité du matériel végétal utilisé. Néanmoins, dans les deux études, l'extrait solide s'est révélé systématiquement plus riche en composés antioxydants que le résidu liquide, soulignant le potentiel valorisable des sous-produits solides issus de l'hydrodistillation.

V.5. Pouvoir réducteur

L'activité antioxydante des graines de *Bunium incrassatum* a été évaluée à l'aide d'un spectrophotomètre, en suivant la réduction du fer ferrique (Fe^{3+}), présent dans le complexe $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$, en fer ferreux (Fe^{2+}). Cette réaction est mise en évidence par un changement de couleur allant du jaune (Fe^{3+}) au bleu-vert caractéristique du fer ferreux (Fe^{2+}) (*Bougandoura et Bendimerad*, 2013). Comme illustré par la courbe de la figure 12, l'acide ascorbique a été utilisé comme standard de référence afin de comparer le pouvoir réducteur de nos extraits à celui d'un antioxydant connu. Les résultats sont exprimés en µg EAA/mg d'extrait est présentés dans la figure 13.

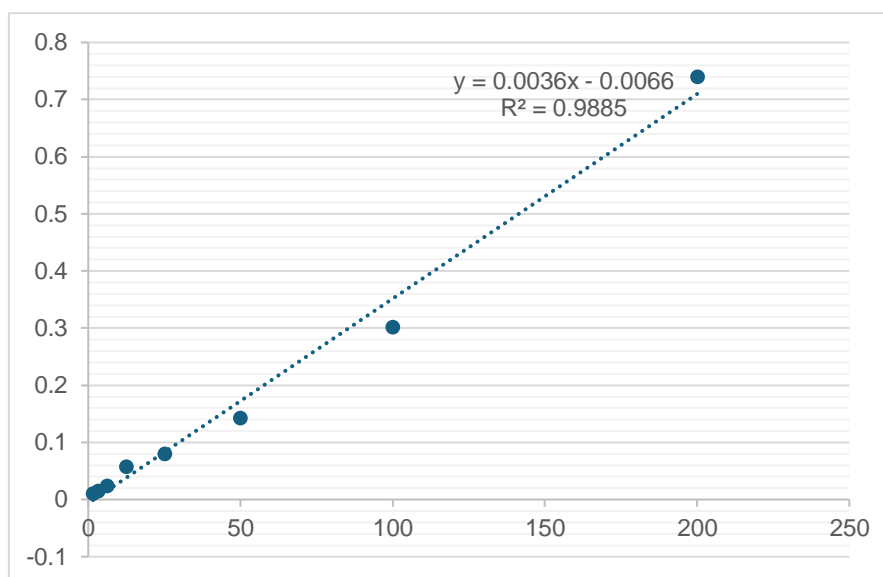


Figure 12. Droite d'étalonnage d'acide ascorbique.

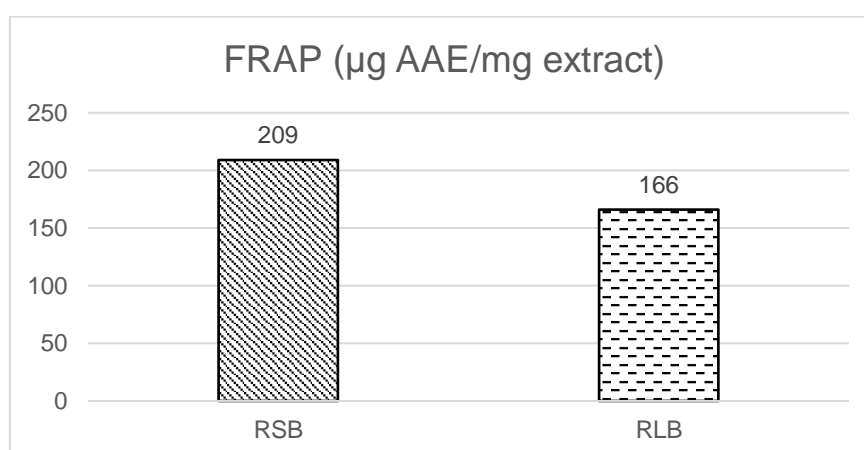


Figure 13. Pouvoir réducteur des extraits des graines de *Bunium incrassatum*

Les résultats obtenus montrent que l'extrait hydroéthanolique à 50 % des résidus solides de *Bunium incrassatum* présente une activité antioxydante élevée, avec une valeur de 209 μg EAA/mg d'extrait, ce qui reflète une bonne capacité de réduction des ions ferriques. Le résidu liquide a également montré une activité notable, avec une valeur de 166 μg EAA/mg d'extrait, bien qu'un peu inférieure. Ces deux extraits affichent des performances nettement supérieures à celles rapportées par *Djaghoubi et Zobiri* (2024), qui avaient obtenu respectivement 55 et 36 μg EAA/mg d'extrait. Cette différence peut s'expliquer par des conditions d'extraction plus optimisées ou par une variation dans la composition du matériel végétal utilisé. Ces résultats mettent en évidence le potentiel antioxydant prometteur des résidus de distillation.

Le pouvoir réducteur des extraits végétaux repose principalement sur la présence de composés capables de céder des électrons, neutralisant ainsi les radicaux libres en les convertissant en formes plus stables. Les polyphénols, en particulier, jouent un rôle central dans ce mécanisme. La capacité de ces molécules, notamment les composés phénoliques et flavonoïdes, à transférer des électrons constitue un bon indicateur de leur activité antioxydante (*Pokorny et al.*, 2000).

V.6. Activité antiradicalaire contre le DPPH

L'évaluation de l'activité antiradicalaire vis-à-vis du radical DPPH a été réalisée par spectrophotométrie, en utilisant l'acide ascorbique comme standard de référence à différentes concentrations.

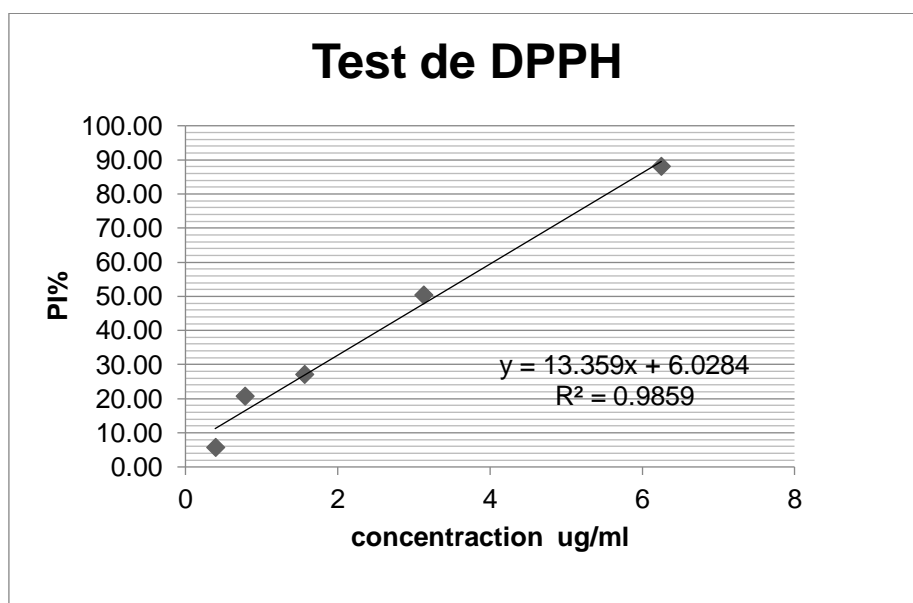


Figure 14. Droite d'étalonnage de l'acide ascorbique pour le teste de piégeage du radical libre DPPH.

Les résultats obtenus de l'activité antioxydante sont présentés dans la figure 14 et exprimés en microgramme équivalent d'acide ascorbique par milligramme d'extrait.

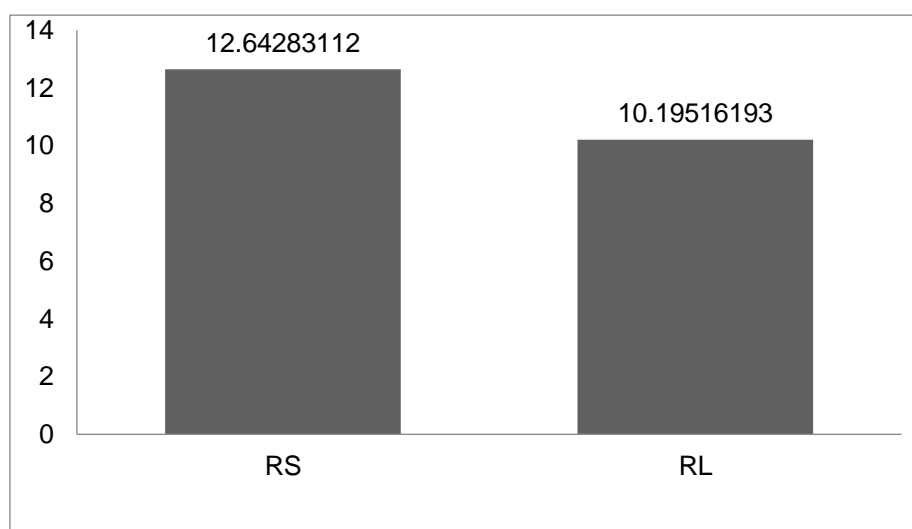


Figure 15. Activité anti-DPPH des graines de *Buniium incrassatum*
RS: extrait hydroéthanolique de résidu solide BI; RL: résidu liquide de BI.

Les résultats obtenus indiquent que l'extrait hydro-éthanolique du résidu solide présente la plus forte activité antioxydante, avec une valeur de 12,64 µg EAA/mg d'extrait, selon le test DPPH. Le résidu liquide de la même plante présente également une activité antioxydante significative, estimée à 10,19 µg EAA/mg d'extrait.

Ces résultats mettent en évidence le potentiel antioxydant des résidus liquides et solides de *Buniium incrassatum*, qui apparaissent comme des sources prometteuses de composés capables de neutraliser efficacement les radicaux libres.

Dans notre étude, les deux extraits issus des résidus de *Buniium incrassatum* ont montré une forte activité antioxydante à la concentration de 0,5 mg/ml. Le résidu liquide a atteint un taux d'inhibition de 91 %, tandis que l'extrait du résidu solide a montré une inhibition très proche, à 90 %. Ces valeurs élevées confirment le potentiel antioxydant de ces deux types de résidus. Par comparaison, *Djaghoubi et Zobiri (2024)* ont rapporté un taux d'inhibition de 56,45 % pour un extrait de résidu liquide de *Buniium incrassatum* à une concentration de 0,25 mg/ml. Bien que cette activité soit notable, nos résultats se distinguent par une efficacité antioxydante plus élevée. Cette différence pourrait être liée à la concentration utilisée, aux méthodes d'extraction, ou encore à la composition biochimique des échantillons. Cela montre que, même après les étapes de distillation, les résidus de la plante conservent une richesse en composés bioactifs, notamment les polyphénols, capables de neutraliser efficacement les radicaux libres. Ces résultats renforcent l'intérêt de valoriser les résidus végétaux comme sources naturelles d'antioxydants.

V.7. Application de la biofilm alimentaire

V.7.1. Effet de l'enrobage sur le mûrissement des fruits et la prolongation de leur durée de conservation

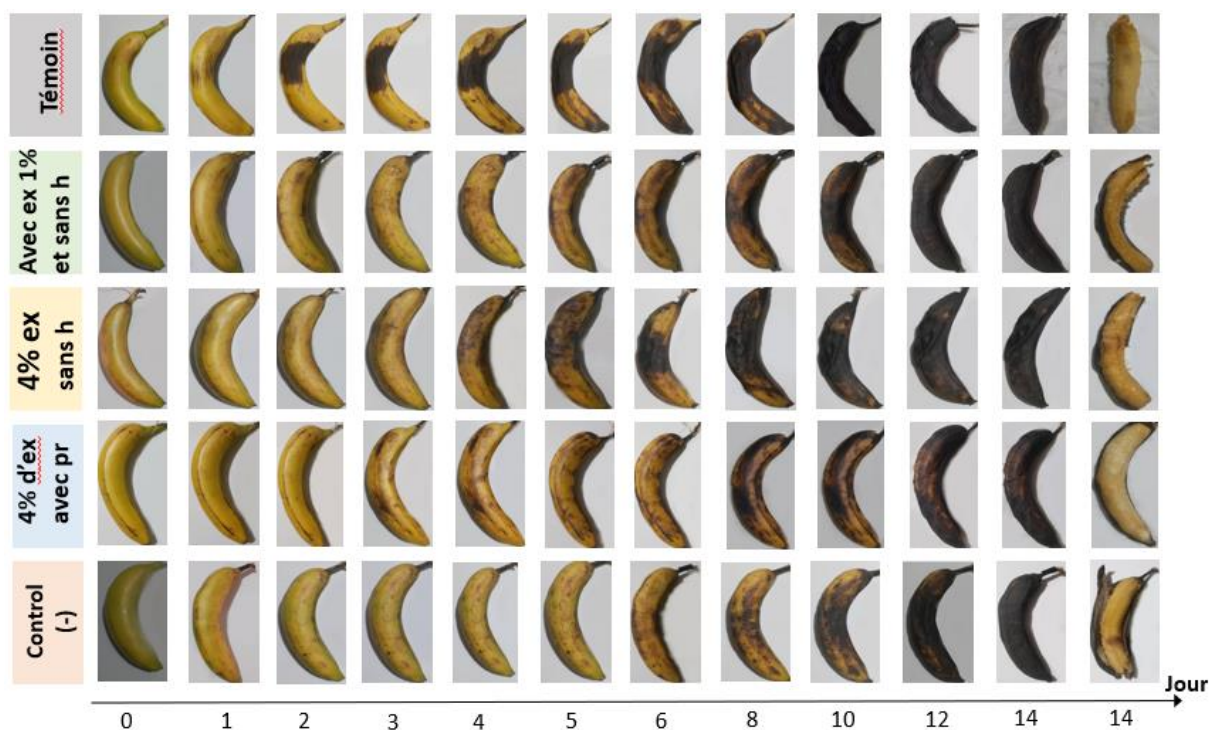


Figure 16. Aspect des bananes enrobées et non enrobées en fonction du temps de stockage.
ex: extrait, h: hydrolat, pr: protéine

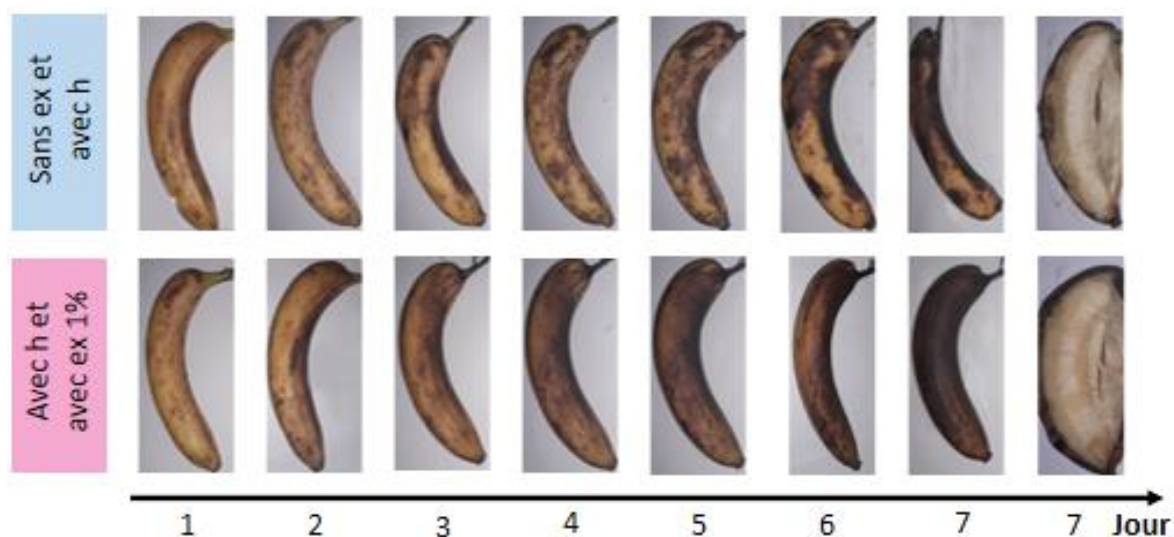


Figure 17. Aspect des bananes enrobées et non enrobées en fonction du temps de stockage.
ex : extrait, h: hydrolat

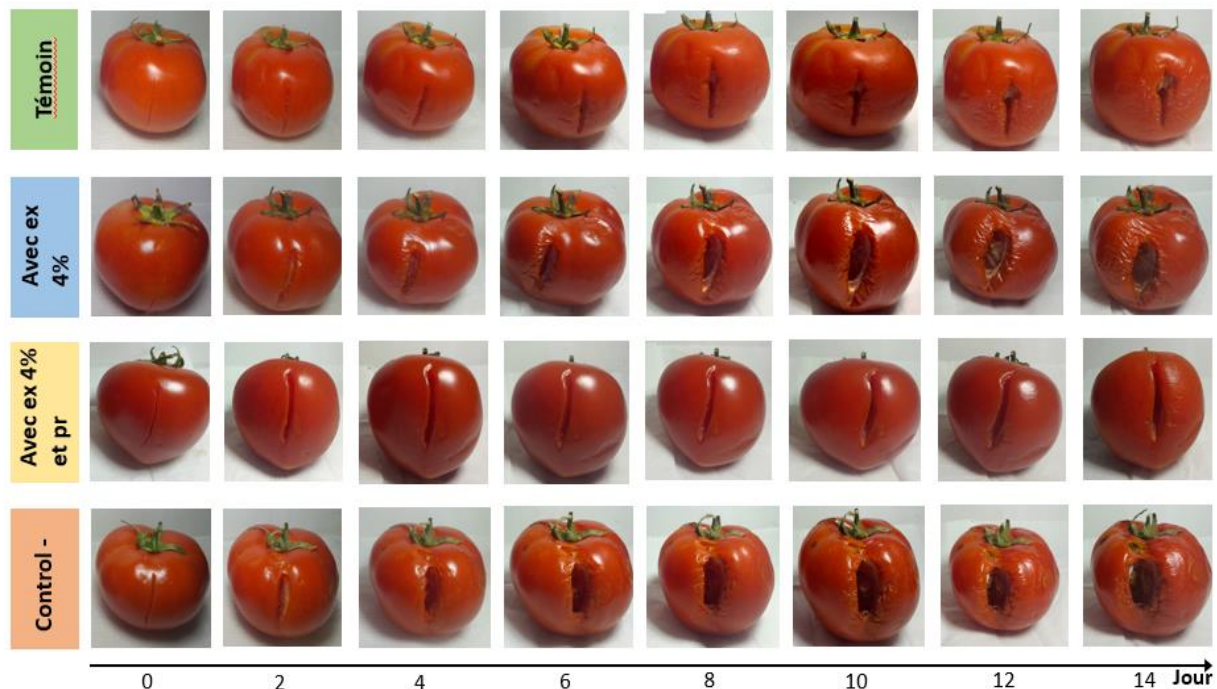


Figure 18. Aspect des tomates enrobées et non enrobées en fonction du temps de stockage.

ex: extrait, h: hydrolat, pr: protéine

Une évaluation sensorielle des fruits enrobés a été réalisée afin d’apprécier plusieurs critères de qualité visuelle et organoleptique. Les paramètres étudiés comprenaient l’aspect général, la couleur de la pulpe, la texture, la fermeté, la brillance, la saveur, la flaveur ainsi que l’acceptabilité globale. Cette analyse qualitative a permis de comparer les différents échantillons selon leur apparence et leur perception sensorielle, en mettant en évidence les formulations les plus appréciées.

Type 1 : Eau distillée + 1g de résidu liquide

À la fin des 14 jours, les bananes étaient complètement noircies et avaient perdu du poids. La quantité de résidu liquide (1g) s’est révélée insuffisante pour fournir une activité antioxydante et antimicrobienne efficace. De plus, en l’absence d’hydrolat ou de protéines, le biofilm manquait de compensations actives capables de ralentir la détérioration. Le film probablement trop fragile ou perméable n’a pas empêché la déshydratation du fruit, ni l’oxydation enzymatique. Cela met en évidence l’importance du dosage et de la composition synergique dans la formulation.

Type 2 : Eau distillée + 4g de résidu liquide

Ce biofilm a provoqué un brunissement visible dès le 4 jours, mais à la fin de la période d'observation de 14 jours, les bananes n'avaient pas perdu de poids et aucune croissance fongique n'a été observée. Pour la tomate, en revanche, les résultats ont été nettement moins satisfaisants : bien que recouverte du même biofilm, la tomate a montré une détérioration plus rapide que le témoin (non enrobée).

L'apparition rapide de la coloration brune pourrait s'expliquer par une oxydation de surface en raison de la nature hydrophile du polysaccharide, qui n'offre pas une barrière efficace à l'humidité ou à la vapeur d'eau. Toutefois, la préservation interne du fruit indique que le résidu liquide, riche en antioxydants (polyphénols et flavonoïdes), a réussi à limiter l'oxydation en profondeur et à inhiber la croissance microbienne. Ce résultat démontre que l'efficacité du biofilm ne se juge pas uniquement à l'apparence externe, et que les composés bioactifs intégrés ont bien joué leur rôle conservateur même sans hydrolat. Concernant la tomate, son épiderme très perméable, sa haute teneur en eau, et sa fragilité structurelle ont probablement rendu le biofilm inefficace, d'autant plus que celui-ci ne contenait ni protéines, ni hydrolat, limitant sa capacité à réguler l'humidité ou à bloquer la prolifération microbienne.

Type 3 : Eau distillée + 0,5g protéines + 0,5g polysaccharides + 4g de résidu liquide

Ce type a fourni les meilleurs résultats pour les bananes et les tomates. Les fruits n'ont montré aucune perte de poids, aucun brunissement significatif, et aucune croissance fongique n'a été observée, même après 14 jours.

Ce succès remarquable s'explique par la synergie entre les composants du film : Les protéines introduites améliorent la barrière contre l'oxygène et les lipides, tout en maintenant une bonne flexibilité mécanique. Les polysaccharides, bien que hydrophiles, apportent de la structure et une barrière à l'oxygène grâce à leurs nombreuses liaisons hydrogène. Le résidu liquide fournit une forte charge en antioxydants naturels, contribuant à ralentir les mécanismes de dégradation (oxydation, brunissement enzymatique, activité microbienne) (Sun et al., 2022).

Ce résultat confirme que l'intégration de protéines en synergie avec l'extrait végétal est indispensable pour une conservation efficace des tomates, fruit particulièrement sensible à l'humidité et à la dégradation enzymatique.

Type 4 : Eau distillée uniquement (Contrôle négatif)

Les bananes ont montré une forte perte de poids et une croissance microbienne visible. L'absence de tout extrait actif (ni hydrolat, ni résidu) rend ce film purement structurel, sans propriétés bioactives. Le polysaccharide seul ne constitue pas une barrière efficace à l'humidité ni aux micro-organismes. Ces résultats confirment que la simple structure d'un biofilm n'est pas suffisante pour prolonger la conservation des fruits. Il est nécessaire d'y intégrer des agents fonctionnels comme les polyphénols, flavonoïdes, ou protéines, pour obtenir une activité conservatrice réelle (Kumar et al., 2022).

Sur la tomate en particulier, ce biofilm a échoué à réguler l'humidité interne, ce qui a pu favoriser la macération et la prolifération bactérienne. Ce comportement met en lumière la vulnérabilité spécifique de la tomate, qui requiert une formulation renforcée en agents fonctionnels pour être efficacement protégée (Zekrehiwot et al., 2017).

Type 5 : Hydrolat sans résidu liquide (7 jours seulement)

Ce type, élaboré sans ajout de résidu liquide, a montré un aspect globalement satisfaisant après 7 jours. La surface de la banane présentait uniquement quelques taches de brunissement, et aucune perte de poids marquée n'a été observée.

L'absence de résidu liquide n'a pas significativement altéré la performance du film, ce qui peut s'expliquer par la composition de l'hydrolat lui-même, riche en composés phénoliques hydrosolubles issus de la distillation de *Bunium incrassatum*. Ces molécules antioxydantes auraient suffi à retarder l'oxydation et à limiter la prolifération microbienne.

Type 6 : Hydrolat + 1g de résidu liquide (7 jours seulement)

Ce type a été maintenu durant une période d'observation de 7 jours seulement en raison de contraintes de temps. Extérieurement, les bananes ont présenté un brunissement complet à la surface. Cependant, après épluchage, les fruits se sont révélés visuellement sains, et aucune perte de poids significative n'a été constatée.

Le brunissement superficiel pourrait être lié à une oxydation phénolique en surface, phénomène courant en présence d'oxygène. Toutefois, la préservation de la qualité interne du fruit suggère une bonne activité barrière du biofilm contre la respiration interne et les microorganismes, probablement grâce à la richesse en composés phénoliques antioxydants contenus à la fois dans le résidu liquide et dans l'hydrolat. Ce dernier, issu de l'hydrodistillation, constitue la phase aqueuse contenant de nombreux composés hydrosolubles bioactifs, notamment des polyphénols et des flavonoïdes.

Conclusion

Cette étude vise à valoriser les ressources naturelles locales, en particulier *Bunium incrassatum*, en exploitant ses composés bioactifs et biopolymères pour la création de films comestibles fonctionnels. La méthode utilisée a associé l'extraction de composés phénoliques à partir des résidus d'hydrodistillation, la détermination chimique des fractions extraites (polysaccharides, protéines), et la création et mise en œuvre expérimentale de biofilms alimentaires.

Les polysaccharides extraits se sont révélés dotés d'une bonne capacité filmogène ainsi que d'une teneur élevée en molécules bioactives présentant une activité antioxydante. Leur incorporation dans des formulations de biofilms a conduit à des structures homogènes, durables et adaptées aux exigences de la conservation des aliments.

Les tests effectués sur les fruits ont prouvé l'efficacité générale des biofilms fabriqués, capables de diminuer la déshydratation, de maintenir la dureté et de freiner l'oxydation. En particulier, la formulation riche en protéines a démontré des performances supérieures sur les matrices sensibles. Ces conclusions attestent de l'importance des approches visant à valoriser des plantes peu exploitées, et pavent la route pour de prochaines recherches destinées à optimiser les propriétés fonctionnelles des films.

Références

- Abdollahzadeh, E., Nematollahi, A., & Hosseini, H. (2021). Composition of antimicrobial edible films and methods for assessing their antimicrobial activity : A review. *Trends in Food Science & Technology*, 110, 291-303.
- Adoui, N., Bendif, H., Benabdallah, A., Souilah, N., Daoud, N., & Miara, M. D. (2022). *ETHNOMEDICINAL USES, PHYTOCHEMISTRY AND BIOLOGICAL ACTIVITIES OF TALGHOUDA (BUNUM FONTANESII BATT. AND RELATED SYNONYMS) : A REVIEW*. 18(1).
- Almeida, H. H. S., Fernandes, I. P., Amaral, J. S., Rodrigues, A. E., & Barreiro, M.-F. (2024). Unlocking the Potential of Hydrosols : Transforming Essential Oil Byproducts into Valuable Resources. *Molecules*, 29(19), 4660.
- Amraoui, N., Boutefaha, Z., Belattar, N., & Arrar, L. (2024). Analgesic and antiinflammatory activities of the aqueous root extract of Algerian *Bunium incrassatum*. *Archives of Biological Sciences*, 76(1), 15-25.
- Arvanitoyannis, I. S., & Dionisopoulou, N. (2014). Acrylamide : Formation, Occurrence in Food Products, Detection Methods, and Legislation. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 54(6), 708-733.
- Bhiri, F., Kallel, F., Bouallegue, A., Abidi, S., Bensidhom, G., Ellouz Chaabouni, S., & Trabelsi, A. B. H. (2024). Hydro-distilled wastes from *Rosa canina* : A new renewable bioresource for the extraction and characterization of cellulosic microfibers. *Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration*, 9(3), 1751-1763.
- Bousetla, A., Zellagui, A., Derouiche, K., & Rhouati, S. (2015). Chemical constituents of the roots of Algerian *Bunium incrassatum* and evaluation of its antimicrobial activity. *Arabian Journal of Chemistry*, 8(3), 313-316.
- Chang, C., Yang, M., Wen, H., & Chern, J. (2002). Estimation of total flavonoid content in propolis by two complementary colorimetric methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, 10(3), 178–182.
- Chen, H., Wang, J., Cheng, Y., Wang, C., Liu, H., Bian, H., Pan, Y., Sun, J., & Han, W. (2019). Application of Protein-Based Films and Coatings for Food Packaging : A Review. *Polymers*, 11(12), 2039.
- Cuq, B., Aymard, C., Cuq, J., & Guilbert, S. (1995). Edible Packaging Films Based on Fish Myofibrillar Proteins : Formulation and Functional Properties. *Journal of Food Science*, 60(6), 1369-1374.
- Deng, W., Zheng, H., Zhu, Z., Deng, Y., Shi, Y., Wang, D., & Zhong, Y. (2023). Effect of Surfactant Formula on the Film Forming Capacity, Wettability, and Preservation Properties of Electrically Sprayed Sodium Alginate Coats. *Foods*, 12(11), 2197.
- Dhanapal, A. (2012). *Edible films from Polysaccharides*. 3.

- Díaz-Montes, E., & Castro-Muñoz, R. (2021). Edible Films and Coatings as Food-Quality Preservers : An Overview. *Foods*, 10(2), 249.
- Dobrucka, R., Długaszewska, J., Pawlik, M., & Szymański, M. (2025). Innovative active bio-based food packaging material with Cannabis sativa L. seeds extract as an agent to reduce food waste. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 245, 114313.
- Falguera, V., Quintero, J. P., Jiménez, A., Muñoz, J. A., & Ibarz, A. (2011a). Edible films and coatings : Structures, active functions and trends in their use. *Trends in Food Science & Technology*, 22(6), 292-303.
- Falguera, V., Quintero, J. P., Jiménez, A., Muñoz, J. A., & Ibarz, A. (2011b). Edible films and coatings : Structures, active functions and trends in their use. *Trends in Food Science & Technology*, 22(6), 292-303.
- Garcia-Herreros, C., Garcia-Iñiguez-de-Ciriano, M., Astiasarán, I., & Ansorena-Artieda, D. (2010). Antioxidant activity and phenolic content of water extracts of *Borago officinalis* L: Influence of plant part and cooking procedures.
- Gavarić, A., Pastor, K., Nastić, N., Vidović, S., Živanović, N., Simin, N., Duarte, A. R. C., & Vladić, J. (2023). Recovery of Polyphenols from Rosehip Seed Waste Using Natural Deep Eutectic Solvents and Ultrasonic Waves Simultaneously. *Foods*, 12(19), 3655.
- Guilbert, S., Gontard, N., & Gorris, L. G. M. (1996). Prolongation of the Shelf-life of Perishable Food Products using Biodegradable Films and Coatings. *LWT - Food Science and Technology*, 29(1-2), 10-17.
- Gullón, B., Lú-Chau, T. A., Moreira, M. T., Lema, J. M., & Eibes, G. (2017). Rutin : A review on extraction, identification and purification methods, biological activities and approaches to enhance its bioavailability. *Trends in Food Science & Technology*, 67, 220-235.
- Habellah, R. M., Karoune, S., Kechabar, M. S. A., & Bounab, H. (2016). Etude des composés phénoliques et des activités antioxydantes de l'*Acacia ehrenbergiana* de la région de Tindouf. *Journal Algérien des Régions Arides (JARA)* No, 13(1), 27-34.
- Khairunnisa, S., Junianto, J., Zahidah, Z., & Rostini, I. (2018). The effect of glycerol concentration as a plasticizer on edible films made from alginate towards its physical characteristic.
- Liyanapathirana, A., Dassanayake, R. S., Gamage, A., Karri, R. R., Manamperi, A., Evon, P., Jayakodi, Y., Madhujith, T., & Merah, O. (2023). Recent Developments in Edible Films and Coatings for Fruits and Vegetables. *Coatings*, 13(7), 1177.
- Matloob, A., Ayub, H., Mohsin, M., Ambreen, S., Khan, F. A., Oranab, S., Rahim, M. A., Khalid, W., Nayik, G. A., Ramniwas, S., & Ercisli, S. (2023). A Review on Edible Coatings and Films : Advances, Composition, Production Methods, and Safety Concerns. *ACS Omega*, 8(32), 28932-28944.

- Medini, F., Hamida, M. B., Atwi, A., & Ksouri, R. (2018). Effect of eco-extraction on polyphenols contents and antioxidant activity of *Lepidium sativum* seeds. 54.
- Menaceur, F., Benchabane, A., Hazzit, M., & Baaliouamer, A. (2013). Chemical Composition and Antioxidant Activity of Algerian *Juniperus phoenicea* L. Extracts. *Journal of Biologically Active Products from Nature*, 3(1), 87-96.
- Mihalca, V., Kerezsi, A. D., Weber, A., Gruber-Traub, C., Schmucker, J., Vodnar, D. C., Dulf, F. V., Socaci, S. A., Fărcaș, A., Mureșan, C. I., Suharoschi, R., & Pop, O. L. (2021). Protein-Based Films and Coatings for Food Industry Applications. *Polymers*, 13(5), 769.
- Napoli, E., Ruberto, G., Carrubba, A., Sarno, M., Muscarà, C., Speciale, A., Cristani, M., Cimino, F., & Saija, A. (2022). Phenolic Profiles, Antioxidant and Anti-Inflammatory Activities of Hydrodistillation Wastewaters from Five Lamiaceae Species. *Molecules*, 27(21), 7427.
- Nasir, M. J., Qadri, O. S., & Altaf, A. (2020). Edible and functional polysaccharide-based films and coatings: A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 164, 2555–2566.
- Olanbiwoninu, A. A., & Popoola, B. M. (2023). Biofilms and their impact on the food industry. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 30(2), 103523.
- Ou, S., Wang, Y., Tang, S., Huang, C., & Jackson, M. G. (2005). Role of ferulic acid in preparing edible films from soy protein isolate. *Journal of Food Engineering*, 70(2), 205-210.
- Oyaizu, M. (1986). Studies on products of browning reaction—Antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Japanese Journal of Nutrition*, 44(6), 307–315.
- Pham, B.-T. T., Lien, N.-H. T., Nguyen, D. V., & Nguyen, T. T. (2024). Effect of film-forming solution pH on the mechanical, barrier, and biological characteristics of chitosan/Piper betel L. leaf extract coating film for mango preservation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 279, 135385.
- Rinaudo, M., Pavlov, G., & Desbrières, J. (1999). Influence of acetic acid concentration on the solubilization of chitosan. *Polymer*, 40(25), 7029-7032.
- Rossi-Márquez, G., Dávalos-Saucedo, C. A., & Di Pierro, P. (2023). Edible Films and Coatings Applied in the Food Industry. *Coatings*, 13(4), 670.
- Saha, A., & Basak, B. B. (2020). Scope of value addition and utilization of residual biomass from medicinal and aromatic plants. *Industrial Crops and Products*, 145, 111979.
- Samira, B., & Lilia, D. (2025). Comparative analysis of phenolics, flavonoids, antioxidant, anti-inflammatory and antimicrobial potential of methanolic and aqueous extracts from *bunium incrassatum* tubers. *Brazilian Journal of Animal and Environmental Research*, 8(1), e77001.

- Sánchez-Vioque, R., Polissiou, M., Astraka, K., Mozos-Pascual, M. D. L., Tarantilis, P., Herraiz-Peñalver, D., & Santana-Méridas, O. (2013). Polyphenol composition and antioxidant and metal chelating activities of the solid residues from the essential oil industry. *Industrial Crops and Products*, 49, 150-159.
- Shahidi, F., & Zhong, Y. (2010). Lipid oxidation and improving the oxidative stability. *Chemical Society Reviews*, 39(11), 4067.
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144–158.
- Suput, D., Lazic, V., Popovic, S., & Hromis, N. (2015). Edible films and coatings : Sources, properties and application. *Food and Feed Research*, 42(1), 11-22.
- Tarique, J., Sapuan, S. M., & Khalina, A. (2021). Effect of glycerol plasticizer loading on the physical, mechanical, thermal, and barrier properties of arrowroot (*Maranta arundinacea*) starch biopolymers. *Scientific Reports*, 11(1), 13900.
- Tharanathan, R. N. (2003). Biodegradable films and composite coatings : Past, present and future. *Trends in Food Science & Technology*, 14(3), 71-78.
- Toul, F., Djendar, A., Seladji, M., & Berroukeche, F. (2022). Algerian Bunium incrassatum Seeds : Effects of Extraction Solvent Polarity on Phenolic Profile and Antioxidant Activity. *Journal of the Turkish Chemical Society Section A: Chemistry*, 9(2), 415-422.
- Trigui, I., Yaich, H., Zouari, A., Cheikh-Rouhou, S., Blecker, C., Attia, H., & Ayadi, M. A. (2021). Structure-function relationship of black cumin seeds protein isolates : Amino-acid profiling, surface characteristics, and thermal properties. *Food Structure*, 29, 100203.
- Vargas, M., Pastor, C., Chiralt, A., McClements, D. J., & González-Martínez, C. (2008). Recent Advances in Edible Coatings for Fresh and Minimally Processed Fruits. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48(6), 496-511.
- Weller, C. L., Gennadios, A., & Saraiva, R. A. (1998). Edible Bilayer Films from Zein and Grain Sorghum Wax or Carnauba Wax. *LWT - Food Science and Technology*, 31(3), 279-285.
- Zengin, G., Llorent-Martínez, E. J., Molina-García, L., Fernández-de Córdova, M. L., Aktumsek, A., Uysal, S., Rengasamy, K. R. R., Aumeeruddy, M. Z., Bahadori, M. B., & Mahomoodally, M. F. (2019). Chemical profile, antioxidant, and enzyme inhibitory properties of two *Scutellaria* species : *S. orientalis* L. and *S. salviifolia* Benth. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 71(2), 270-280.
- Zekrehiwot, A., Yetenayet, B. T., & Ali, M. (2017). Effects of edible coating materials and stages of maturity at harvest on storage life and quality of tomato (*Lycopersicon Esculentum* Mill.) fruits. *African Journal of Agricultural Research*, 12(8), 550-565.
- Zhao, Y., Li, B., Li, C., Xu, Y., Luo, Y., Liang, D., & Huang, C. (2021). Comprehensive Review of Polysaccharide-Based Materials in Edible Packaging : A Sustainable Approach. *Foods*, 10(8), 1845.

Ziani, I., Bouakline, H., Yahyaoui, M. I., Belbachir, Y., Fauconnier, M.-L., Asehrou, A., Tahani, A., Talhaoui, A., & El Bachiri, A. (2023). The effect of ethanol/water concentration on phenolic composition, antioxidant, and antimicrobial activities of *Rosmarinus tournefortii* de Noé hydrodistillation solid residues. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 17(2), 1602-1615.

Annex

ملخص

يهدف هذا العمل إلى تثمين الموارد الطبيعية المحلية، ولا سيما نبات الـتالغودة، من خلال استغلال المخلفات الناتجة عن عملية التقطير المائي. تم تطوير أغشية غذائية قابلة للتحلل الحيوي انطلاقاً من مركبات حيوية نشطة مستخلصة، تشمل البوليفينولات، عديدات السكاريد والبروتينات، بهدف إطالة مدة حفظ الفواكه. أظهرت التحاليل التجريبية نشاطاً مضاداً للأوكسدة ملحوظاً للمستخلصات، حيث بلغ إجمالي محتوى البوليفينولات 38.79 ± 0.16 ملغ مكافئ حمض الغاليك/غ من المخلفات الصلبة. كما بينت التجارب التطبيقية على الفواكه أن الأغشية الحيوية ساهمت في الحد من الأوكسدة والحفاظ على الصلابة، خاصة مع التركيبة المدعمة بالبروتين، التي قللت من فقد الكتلة بنسبة بلغت 40% في الطماطم بعد اليوم السادس. وعليه، تُعد هذه الأغشية حلاً ذا قيمة مزدوجة: من جهة، التقليل من الخسائر الغذائية الزراعية، ومن جهة أخرى، دعم اتجاهات التغليف المستدام والوظيفي.

الكلمات المفتاحية: الأغشية الحيوية الصالحة للأكل، التقطير المائي، عديد *Bunium incrassatum*، السكاريد، نشاط مضاد للأوكسدة، حفظ، التغليف المستدام.

Résumé

Ce travail vise à valoriser les ressources naturelles locales, en particulier le *Bunium incrassatum*, par l'utilisation de ses résidus issus de l'hydrodistillation. On a conçu des films alimentaires biodégradables à partir de composés bioactifs extraits (polyphénols, polysaccharides, protéines), afin d'étendre la durée de conservation des fruits.

Les tests expérimentaux ont démontré une activité antioxydante notable des extraits, avec un taux de polyphénols totaux atteignant $38,79 \pm 0,16$ mg EAG/g pour les résidus solides. L'analyse sur les fruits a démontré que les biofilms ont aidé à freiner l'oxydation et à préserver la dureté, surtout avec la formule enrichie en protéines, qui a diminué la perte de masse jusqu'à 40 % sur la tomate au sixième jour.

Ainsi, ces films présentent une double valeur : réduction des pertes agroalimentaires et promotion d'un emballage écologique et fonctionnel.

Mots-clés :

Bunium incrassatum, biofilms comestibles, hydrodistillation, polysaccharides, activité antioxydante, conservation, emballage biodégradable.

Abstract

This work aims to enhance local natural resources, particularly *Bunium incrassatum*, by utilizing its residues from hydrodistillation. Biodegradable food films were developed from extracted bioactive compounds (polyphenols, polysaccharides, proteins) to extend the shelf life of fruit.

Experimental tests demonstrated significant antioxidant activity of the extracts, with a total polyphenol content reaching 38.79 ± 0.16 mg EAG/g for solid residues. Analysis on the fruit showed that the biofilms helped slow oxidation and preserve hardness, especially with the protein-enriched formula, which reduced weight loss by up to 40% in tomatoes on day six.

Thus, these films offer a dual value: reducing agri-food losses and promoting environmentally friendly and functional packaging.

Keywords:

Bunium incrassatum, edible Biofilms, hydrodistillation, polysaccharides, antioxidant activity, shelf life, biodegradable packaging.



Déclaration de correction de mémoire de master 2025

Référence du mémoire N°: 15.3.5 / 2025	PV de soutenance N°: / 2025
Nom et prénom (en majuscule) de l'étudiant (e) : Hadjira, Guellai, Fatma Zkhan	L'élève (e) : أحيفة هجرية... قلا... جامعة الزهراء
La mention : حسن	Note (./20) : 15.3.5
L'intitulé de mémoire : Développement d'une emballage alimentaire à base de polymères végétaux et plastiques de Bismarck L. mercurialis	

Déclaration et décision de l'enseignant promoteur : تصريح وقرار الأستاذ المشرف :

Je soussigné (e),
(grade) à l'université
de avoir examiné intégralement ce
mémoire après les modifications apportées par l'étudiant.

J'atteste que :
le document a été corrigé et il est conforme au model de
forme du département SNV
toutes les corrections ont été faites strictement aux
commandations du jury.
d'autres anomalies ont été corrigées

تصريح :
أنا الممضي (ة) أسفله
(الرتبة)
جامعة
أصرح بأنني راجعت محتوى هذه المذكرة كليا مراجعة دقيقة
وهذا بعد التصحيحات التي أجراها الطالب بعد المناقشة، وعليه
أشهد بأن :
* المذكرة تتوافق بشكلها الحالي مع النموذج المعتمد لقسم علوم
الطبيعة والحياة.
* المذكرة صحيحة وفقا لكل توصيات لجنة المناقشة
* تم تدارك الكثير من الإختلالات المكتشفة بعد المناقشة

Décision :
Sur la base du contenu scientifique, de degré de conformité
de pourcentage des fautes linguistiques, Je décide que
ce mémoire doit être classé sous la catégorie

excellent	très bien	bien	ordinaire	acceptable
متماز	جيد جدا	حسن	عادي	مقبول
A	B	C	D	E
A+				

قرار :
اعتمادا على درجة مطابقتها للنموذج، على نسبة الأخطاء اللغوية
وعلى المحتوى العلمي أقرر أن تصنف هذه المذكرة في الدرجة
:



الأستاذ المشرف

48

التاريخ
2025 / 06 / 30