

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
جامعة سعد دحلب البليدة (1)  
Université SAAD DAHLEB-Blida 1



Faculté de Technologie  
Département de Génie des Procédés  
Mémoire de fin d'études  
MASTER Académique en Génie des procédés  
Option : Génie des polymères

## Thème

**Formulation et étude de stabilité d'un gel Hydratant à base  
d'un biopolymères d'origine des algues marines**

Présenté par :

Soutenu le : 09 /07/2023

Melle MIDEGUE MEROUA

Melle AOULA SELMA

Devant le jury :

Mme CHEURFA. Z

MCB/USDB1

Promotrice

Mr BOUTOUMI

PROF/USDB1

Président

Mme CHIKH

MAA/USDB1

Examinatrice

Année universitaire : 2022/2023

## *Remerciements*

*Nous tenons d'abord à remercier le bon dieu Allah, notre créateur le plus puissant de nous avoir donné la force, la volonté et le courage, et de nous avoir guidés vers le chemin du savoir afin d'accomplir*

*Ce modeste de travail.*

*Nos profonds remerciements à notre promotrice Dr. Mme Cheurfa, Z, pour son encouragement, ses conseils son aide tout au long de ce travail.*

*Nous tenons également à remercier les membres de jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant de siéger à notre soutenance.*

*Nos sincères remerciements s'adressent au chef d'option Mr Fettaka*

*Nos remerciements vont également à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail*

*Enfin, nos remerciements vont à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail*

*Selma et Meroua*

*MERCI*

## **Dédicaces**

*J'ai l'insigne honneur de dédicacer l'œuvre de mon mémoire*

*Aux personnes qui mon sont chères ;*

***A Mon très cher papa FAROUK      A Ma très chère maman***

*Pour l'amour qu'ils m'ont toujours donné, leurs encouragements et toute l'aide qu'ils m'ont apportée durant mes études. Aucun mot, aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération, et mon Amour éternel pour les sacrifices qu'ils ont consentis pour mon instruction et mon bien-être. Trouvez ici, chère mère et cher père, dans ce modeste travail, le fruit de tant de dévouements et de sacrifices ainsi que l'expression de ma gratitude et de mon profond amour.*

*Puisse Dieu leur accorder santé, bonheur, prospérité et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive*

***A Mes très chères frères, OUSSAMA, RIDHA, CHOUAIB***

***A Ma très chère sœur DALLEL et son mari,***

*Pour ses soutiens moral et leur conseil précieux, Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours, que dieu vous protège pour moi.*

***A Mon petit prince, mon neveu ADEM***

***A Mes copines, RAYANE, SAFIA, NOURELHOUDA, HAFIDA***

*Vous êtes pour moi des sœurs et des amies sur qui je peux compter. En témoignage de l'amitié qui nous unit et des souvenirs de tous les moments que nous avons passés ensemble,*

***Ma chère binôme SELMA et sa famille, je vous souhaite tous le bonheur et la joie***

***Tous les membres de la famille MIDEGUE petites et grandes***

***A notre promotion de master en génie des polymères promo (2022 /2023)***

**MEROUA**

## Dédicaces

*J'ai l'insigne honneur de dédicacer l'œuvre de mon mémoire  
Aux personnes qui mon sont chères ;*

### *Mes chers parents*

*Pour l'amour qu'ils m'ont toujours donné, leurs encouragements et toute l'aide qu'ils m'ont apportée durant mes études. Aucun mot, aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération, et mon Amour éternel pour les sacrifices qu'ils ont consentis pour mon instruction et mon bien-être. Trouvez ici, chère mère et cher père, dans ce modeste travail, le fruit de tant de dévouements et de sacrifices ainsi que l'expression de ma gratitude et de mon profond amour.*

*Puisse Dieu leur accorder santé, bonheur, prospérité et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive*

*A Mes très chères frères, Mustapha, Oussama.*

*A Ma très chère sœur Halima,*

*Pour ses soutiens moral et leur conseil précieux, Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours, que dieu vous protège pour moi.*

*A Ma copines et mes cousines , Dounia ,Rania et feriel*

*Vous êtes pour moi des sœurs et des amies sur qui je peux compter. En témoignage de l'amitié qui nous unit et des souvenirs de tous les moments que nous avons passés ensemble,*

*Ma chère binôme Meroua et sa famille, je vous souhaite tous le bonheur et la joie*

*Tous les membres de la famille petite et grande*

*A notre promotion de master en génie des polymères promo (2022 /2023)*

**SELMA**

# Sommaire

Chapitre 01.....	13
Partie bibliographique .....	13
1.1 Introduction .....	14
1.2 Historique :.....	14
1.3 Structure des alginates : .....	15
1.4 Propriétés des alginates :.....	16
1.5 Formation des gels :.....	17
1.6 Procédé d'extraction de l'alginate :.....	17
1.7 Les caractéristiques rhéologiques des alginates :.....	19
1.8 Applications des alginates :.....	19
1.8. 1. Application médicale et pharmaceutiques : .....	19
1.8.2 Application alimentaire :.....	20
1.8.3 . Application en cosmétiques :.....	20
2. Les algues :.....	22
2.1 Définition des algues :.....	22
2.2 Classification des algues :.....	22
2.3 Facteurs de répartition des algues.....	24
2.4 Les algues brunes.....	24
Chapitre 2.....	26
Partie expérimentale .....	26
Matériels et méthodes.....	26
L'objective de travail.....	27
2.1 Extraction des alginates à partir des algues brunes : .....	27
2.2 Préparation de la matière première .....	28
Le rendement :.....	29
2. 4 Matériel non biologique.....	30
2.5.3 Les additives.....	31

2.6 Appareils physicochimiques : .....	33
2.8 Méthodes .....	34
Chapitre 3.....	42
Partie expérimentales.....	42
Résultat et discussions.....	42
3.2 Résultats et analyses.....	43
L'analyse spectroscopie d'infra rouge .....	43
3.3 Test de précipitation par le chlorure de calcium $\text{CaCl}_2$ : .....	44
3.4 Testes physio-chimiques .....	45
3.4.5 Etude de la rhéologie .....	48
Conclusion.....	54

## Résumé

Dans ce travail, sont présentés et discutés, les résultats de l'extraction, calcul de rendement, de la caractérisation physico-chimiques et la caractérisation spectroscopique par infrarouge et du comportement rhéologique de l'alginate de sodium extrait à partir des algues brunes recueillie des cotes de la ville de Bousmail. Par la suite une étude comparative à été réalisée sur la formulation de deux gels de visages préparés à partir des alginates de sodium extraite des algues brune et l'alginate de sodium commercial. L'analyse par spectroscopie infrarouge montre que le spectre de l'alginate naturel présente une forte similarité avec l'alginate commercial. Les tests rhéologiques effectués indiquent que les gels obtenus présentent généralement un comportement Newtonien avec une dépendance linéaire. La viscosité ( $\eta$ ) augmente en fonction de la concentration en alginate de sodium.

**Mots clés :** Algues brunes, alginate de sodium, Rhéologie

## ملخص

تم في هذا العمل عرض ومناقشة نتائج الاستخراج وحساب المردود والتوصيف الفيزيائي والكيميائي والتوصيف الطيفي بالأشعة تحت الحمراء والسلوك الريولوجي لأجينات الصوديوم المستخرجة من الطحالب البنية التي تم جمعها من أبعاد مدينة بوسماعيل. بعد ذلك تم إجراء دراسة مقارنة على تركيبة جلين للوجه محضرين من أجنات الصوديوم المستخرجة من الأعشاب البحرية البنية وأجنات الصوديوم التجارية. يُظهر التحليل بواسطة التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء أن طيف الأجنات الطبيعية له تشابه قوي مع الجينات التجارية. تشير الاختبارات الريولوجية التي تم إجراؤها إلى أن المواد الهلامية التي تم الحصول عليها تُظهر عليها بشكل عام سلوكاً نيوتن مع اعتماد خطي ، تزداد اللزوجة ( $\eta$ ) بتركيز أجنات الصوديوم.

**الكلمات المفتاحية:** الطحالب البنية، أجنات الصوديوم، الريولوجيا



## **Abstract**

In this work, are presented and discussed, the results of the extraction, yield calculation, physico-chemical characterization and spectroscopic characterization by infrared and the rheological behavior of sodium alginate extracted from brown algae collected from dimensions of the city of Bousmail. Subsequently, a comparative study was carried out on the formulation of two face gels prepared from sodium alginates extracted from brown seaweed and commercial sodium alginate. Analysis by infrared spectroscopy shows that the spectrum of natural alginate has a strong similarity with commercial alginate. The rheological tests carried out indicate that the gels obtained generally exhibit Newtonian behavior with a linear dependence. The viscosity ( $\eta$ ) increases with the concentration of sodium alginate.

**Key words:** Brown algae, sodium alginate, rheology

# *Introduction Générale*

## **Introduction**

Les algues sont consommées en Asie depuis l'aube de l'humanité'. En Occident, cette consommation directe d'algues est plus marginale et plus récente. Les algues sont des organismes vivants chlorophylliens photosynthétiques que l'on trouve dans les milieux aquatiques [1]. On distingue deux grandes catégories d'algues: les microalgues (unicellulaires) et les macro-algues (multicellulaires). L'aquaculture des algues s'est massivement développée pour faire face à une demande de plus en plus importante, à laquelle la cueillette ne pouvait plus répondre. Ils constituent aujourd'hui un enjeu majeur de développement économique. Les 15 milliards de tonnes de produits fabriqués dans le monde, représentent un marché total annuel de 6 milliards de dollars. Les principales substances extraites sont les polysaccharides, désignés sous le nom de phycocolloïdes comme les agars, les carraghénanes et les alginates. Ce travail est centré sur les alginates [2].

L'alginate fait partie de la famille des polysaccharides produits par les algues brunes et bactéries. L'acide alginique a été découvert, extrait, et fait breveter la première fois par le chimiste anglais E.C. Stanford [3]. Ce polysaccharide a été identifié comme composant structural des algues brunes marines, où il constitue jusqu' à 40 % de la matière sèche et se produit principalement dans le mucilage intercellulaire et la cellule d'algues murent comme mélange insoluble de calcium, de magnésium, du potassium, et des sels de sodium [4]

Dans la présence de travail nous avons essayé de préparer et de caractériser deux formulations de gel de visage, à partir d'un polymère naturel alginate de sodium extrait à partir des algues brunes recueilli des coté de la ville de Bousmail, et de l'alginate de sodium commercial

La première partie de ce manuscrit est réservée à une étude bibliographique sur les algues brunes dont les alginates de sodium sont extraits et sur leurs intérêts et leurs différentes applications et surtout cosmétologique

Dans la deuxième partie, nous avons décrit la technique d'extraction des alginates à partir des algues brunes, ainsi que les modes opératoires et le matériel utilisé lors des différentes caractérisations physico-chimiques

La troisième partie, nous présentons les résultats obtenus ainsi que leurs discussions. Et nous terminons par une conclusion générale qui résume les résultats essentiels obtenus lors du travail expérimental

# *Chapitre 01*

## *Partie bibliographique*

### *Sur les alginates et les algues*

### **1.1 Introduction :**

Les algues sont une source importante de polysaccharides présentant des structures moléculaires variées et ayant des propriétés originales.

La majorité des algues appartiennent à l'un des trois groupes : Chlorophycées (algues vertes), Rhodophycées (algues rouges) et Phéophycées (algues brunes). Seules les deux dernières familles sont exploitées de façon industrielle.

Les alginates sont extraits des algues brunes ; ils peuvent être également produits par voie bactérienne[5]

Les alginates existent sous forme de sels de calcium insolubles dans l'algue. Après un prétraitement acide qui sert à déplacer le calcium, le polymère est extrait par une solution alcaline.

La soude conduit au sel de sodium de l'alginate qui est très soluble dans l'eau. On précipite ensuite le polymère par un alcool après filtration de l'extrait aqueux.

### **1.2 Historique :**

Les premières expériences sur l'extraction des alginates à partir d'algue brune, ont été réalisées par le chimiste anglais E. C. Stanford à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle. En 1883, il découvrit une substance aux nombreuses et intéressantes propriétés, qu'il appela « algine ». Son brevet, explique que l'alginate peut être obtenu en immergeant les algues dans de l'eau ou dans un acide dilué, puis extrait avec du carbonate de sodium et précipité à l'aide d'une solution acide [6]

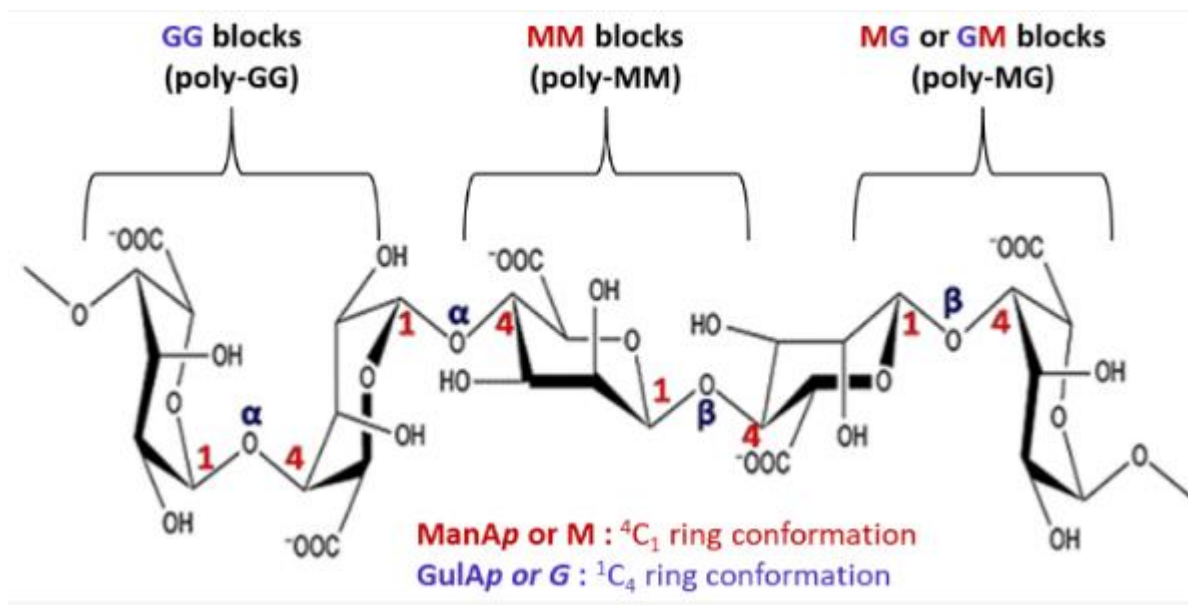
Dès les années 1980 se met en place une filière de production en France, assortie d'une réglementation. Aujourd'hui 16 macro-algues et microalgues alimentaires sont autorisées à la vente sur le territoire français (Tableau 1)[7]

**Tableau 1.** Liste des macroalgues et microalgues alimentaires autorisées à la vente en France

<i>Nom scientifique</i>	<i>Nom commun</i>
<b>Algues brunes</b>	
- <i>Ascophyllum nodosum</i> (1990)	
- <i>Fucus vesiculosus</i> (1990)	
- <i>Himantalia elongata</i> (1990)	Spaghetti de mer, haricot de mer
- <i>Undaria pinnatifida</i> (1990)	Wakamé
- <i>Laminaria digitata</i> (1997)	Kombu
- <i>Laminaria saccharina</i> (1997)	Kombu royal
<b>Algues rouges</b>	
- <i>Palmaria palmata</i> (1990)	Dulse
- <i>Porphyra umbilicalis</i> (1990)	Nori
- <i>Chondrus crispus</i> (1990)	Pioca, lichen
- <i>Gracilaria verrucosa</i> (1990)	Ogonori
- <i>Lithothamnium calcareum</i> (1996)	Mäerl
<b>Algues vertes</b>	
- <i>Ulva</i> sp. (1990)	Laitue de mer
- <i>Enteromorpha</i> sp. (1990)	Aonori
<b>Microalgues</b>	
- <i>Spirulina</i> sp. (1990)	
- <i>Ondontella aurita</i> (2002)	
- <i>Chlorella</i>	

### 1.3 Structure des alginates :

Les alginates sont des polysaccharides anioniques naturels appartenant à la famille des copolymères linéaires (sans ramifications) présents dans la matrice des parois cellulaires des algues brunes [8]. La structure principale des alginates est composée de deux unités monomères : l'acide d-mannuronique lié en  $\beta$ -(1,4) (ManAp ou M) avec une conformation cyclique  $4C_1$  et l'acide l-gulonique lié en  $\alpha$ -(1,4) (GulAp ou G) avec une conformation en anneau  $1C_4$ . [9, 10]



**Figure 1.1:** Structures chimiques des alginate

L'alginate est l'un des polymères les plus largement utilisés pour la fabrication d'hydrogel en raison de sa bonne aptitude au traitement avec réticulation ionique, de sa durabilité environnementale, de sa biocompatibilité (faible toxicité) et de sa biodégradabilité contrôlable. [11]

#### 1.4 Propriétés des alginate :

Les alginate sont largement utilisés en raison de leurs propriétés rhéologiques [12, 13], ainsi que de leur biocompatibilité, de leur biodégradabilité et de leur absence de toxicité [14, 15]. La proportion des trois types de blocs MM, GG et MG détermine les propriétés physiques des alginate - les alginate à G élevé ont des propriétés gélifiantes plus élevées, tandis que ceux à M élevé ont une viscosité plus élevée [16, 17]. L'évaluation du rapport M/G est également fondamentale - pour les alginate avec un rapport M/G élevé, les alginate fournissent des gels élastiques, tandis que pour les alginate avec un rapport M/G faible, ils génèrent des gels cassants [15, 17].

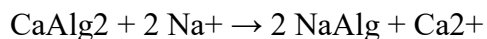


### 1.5 Formation des gels :

L'alginate est capable de former des gels indépendamment des changements de température. La formation de gels d'alginate peut être réalisée par deux méthodes de liaison ionique avec des cations (gels ioniques) ou de dépôt acide (gels acides) [10]. Les alginates en solution donnent des liquides pseudo plastiques (comportement rhéofluidifiant). Il a également été observé qu'à concentration et température constantes, les propriétés épaississantes de plusieurs alginates de différentes sources algales, quelle que soit leur origine, ne sont corrélées qu'à leur masse moléculaire. La formation de gels d'alginate est un processus très complexe et dépend de facteurs tels que le type d'alginate utilisé (par exemple, le rapport M/G).[18]

### 1.6 Procédé d'extraction de l'alginate :

Dans les algues brunes, les alginates sont présents sous forme de sels insolubles (Principalement de calcium). Le principe de l'extraction est de convertir ces sels insolubles en Sels de sodium soluble. L'algue pourrait être traitée par une solution alcaline, le processus étant alors un échange d'ions [17].



En industrie, il existe deux protocoles classiquement utilisés pour extraire les alginates, la méthode dite directe et la méthode dite indirecte, qui reprennent toutes les deux le Principe du prétraitement acide suivi d'une extraction alcaline. C'est le mode de précipitation Utilisé ensuite qui différencie la méthode directe de la méthode indirecte. Le choix de l'une ou L'autre est lié à l'espèce d'algue traitée [18]

- **Préparation de la matière première :**

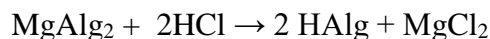
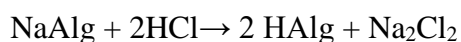
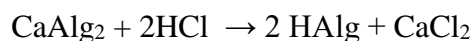
Il existe différents modes de conservation des algues fraîches : le formol, la congélation, le séchage. C'est généralement le formol qui est utilisé, car il présente plusieurs avantages : il est peu coûteux, il provoque une dépigmentation des algues (amélioration de la blancheur du produit final) et une libération des phénols. Les algues sont plongées dans un bain de formol à environ 1% puis stockées. Avant utilisation, les algues sont rincées, puis découpées en fragments de 20 à 30 cm de longueur pour faciliter le transport par pompage. Si les thalles ont été conservés séchés, il faut les réhydrater.

- **Formation de l'alginate de sodium :**

L'alginate se trouve dans les cellules de l'algue sous forme de sels de sodium, calcium et magnésium. Les alginates de calcium et magnésium étant insolubles, les étapes de lixiviation et de carbonatation décrites ci-après permettent de les transformer en sel de sodium soluble dans l'eau.

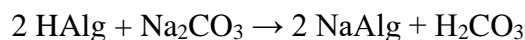
- **Lixiviation (ou acidification) :**

Les algues sont immergées dans une solution d'acide hydrochlorique à environ 0,5N pendant plusieurs heures. Les sels d'alginates insolubles situés dans les cellules de l'algue passent sous forme d'acide alginique insoluble et les ions calcium, sodium et magnésium sont libérés sous forme de sulfates avec les eaux de rinçage. Deux à trois rinçages à l'eau douce sont nécessaires.



- **Carbonatation :**

Les algues sont immergées dans une solution de carbonate de sodium à environ 4 %. L'acide alginique insoluble présent dans les cellules de l'algue réagit avec le carbonate de sodium pour donner de l'alginate de sodium soluble, qui passe en phase aqueuse. Au terme de cette opération, on obtient un « jus de carbonatation » : la matière algale est décomposée sous forme de particules en suspension dans la solution d'alginate de sodium.



- **Flottation et filtration :**

Il s'agit de séparer la solution d'alginate de sodium des particules de matière algale en suspension. Théoriquement, la séparation pourrait se faire par simple filtration. En fait, les particules de cellulose et autres composés insolubles sont si fins et si mucilagineux qu'ils colmatent rapidement les filtres. Dans l'industrie, on utilise le plus couramment l'émulsification (injection d'air dans le jus de carbonatation dilué) puis la flottation.

## 1.7 Les caractéristiques rhéologiques des alginates :

La caractéristique rhéologique est un paramètre important pour l'application des polysaccharides (y compris les alginates) dans l'industrie [19] et est considérée en termes de :

- A. Viscosité intrinsèque (viscosimétrie capillaire). La viscosité intrinsèque est directement liée au poids moléculaire moyen – plus la viscosité est élevée, plus le poids moléculaire est élevé [12]. Ce paramètre dépend également de la technique d'extraction - par exemple, pour l'alginate de sodium obtenu par extraction discontinue, il était de 0,3 L/g, alors que pour l'extraction par extrusion réactive, il était de 0,8 L/g [12]. De plus, le blanchiment des algues avant l'extraction peut diminuer la viscosité intrinsèque de l'alginate [20]
- B. Forces de gel de l'alginate (cylindres de gel). Cette technique est utilisée pour les caractéristiques du gel en présence d'ions calcium [20]. Le blanchiment des algues avant le processus d'extraction peut favoriser la formation de gel même si le poids moléculaire est diminué [20].
- C. Rhéologie oscillatoire (cinétique de gélification des hydrocolloïdes - rhéomètre).

Un autre paramètre important en termes d'application dans le domaine alimentaire et biomédical est la pureté de l'alginate. Il peut être déterminé en mesurant le taux de composés phénoliques (réactif de Folin-Ciocalteu; spectroscopie de fluorescence ) et de protéines (méthode de Lowry) introduits dans l'alginate extrait [21]

## 1.8 Applications des alginates :

L'alginate possède plusieurs propriétés uniques, telles que la viscosité élevée dans les solutions aqueuses, la biocompatibilité, la biodégradabilité, l'antimicrobien et a donc été utilisé dans de nombreux domaines tels que les industries pharmaceutique, alimentaire, cosmétique et textile [22, 23].

### 1.8. 1. Application médicale et pharmaceutiques :

Les alginates sont largement utilisés dans les applications médicales comme échafaudages, encapsulation cellulaire, cicatrisation des plaies et pour la libération contrôlée de médicaments. La présence de composés bioactifs tels que les acides aminés, les flavonoïdes, les phénols, les

alcaloïdes et la structure même de l'alginate confèrent aux produits des propriétés antimicrobiennes, antioxydants, anticancéreuses et immunostimulantes. L'alginate peut être utilisé comme vecteur de médicament, en raison de sa fabrication sous une large gamme de formes telles que des nanoparticules, des films, des mousses ou des fibres [24].

### **1.8.2 Application alimentaire :**

En termes d'application alimentaire, l'alginate peut être utilisé comme revêtement comestible pour maintenir la saveur, augmenter la barrière à l'eau, prévenir la contamination microbienne, réduire l'oxydation des graisses et donc prolonger la durée de conservation des aliments[25].

L'alginate de sodium est considéré comme un régulateur glycémique pour réguler la prise alimentaire et l'appétit [23]. L'organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture et l'organisation mondiale de la santé ont certifié l'alginate comme l'un des additifs alimentaires les plus sûrs [23, 26].

L'alginate est également utilisé pour la fabrication de gelées ou de desserts en raison de ses propriétés colloïdales, qui peuvent former un polymère insoluble ou un hydrogel par réticulation avec des ions calcium dans une solution de  $\text{CaCl}_2$  .[27]

### **1.8.3 . Application en cosmétiques :**

Dans le cas des cosmétiques, les microparticules d'alginate ne sont pas encore très populaires, mais en tant que systèmes d'origine naturelle montrant en outre un effet hydratant et protecteur sur la peau, leur application ne cesse de croître. Actuellement, dans le cas des produits de soins de la peau, les AMP sont utilisés comme supports, à la fois pour protéger les composés actifs instables et pour augmenter l'efficacité des produits. De plus, les AMP sont utilisés pour enfermer des substances à odeur désagréable et, par conséquent, pour obtenir des produits avec peu ou pas d'odeur [28]. Les exemples d'applications cosmétiques de l'AMP sont présentés dans la figure suivante [28]:

**Tableau 1.2** Exemples de l'application des alginates en cosmétique .

Capsules Components	Concentration		Active Ingredients	Encapsulation Technique
	[%]	[M]		
sodium alginate	1-3	-	Astaxanthin	Extrusion
Tween 20	0.5; 2	-		
calcium chloride	2; 10	-		
sodium alginate	-	-	Lactic acid bacteria ( <i>Lactobacillus</i> )	Extrusion
calcium chloride	-	-		
sodium alginate solution	-	-	Turmeric oil	Emulsification
ethanol	-	-		
Tween 80	-	-		
calcium chloride	-	-		
sodium alginate	0.5-2.5	-	Vitamin E	Emulsification
pectin	5	-		
Tween 80	0.1	-		
calcium chloride	5	-		

Dans l'industrie cosmétique les alginates et les fucanes extraits de macroalgues sont connus pour leurs effets contre l'acné et le vieillissement. Ils sont ainsi retrouvés dans la composition de nombreux produits de soin pour la peau[29, 30] .

## **2. Les algues :**

### **2.1 Définition des algues :**

Les algues regroupent un ensemble de végétaux photosynthétiques très divers et dont l'appareil végétatif relativement simple est appelé « thalle », elles ont des formes, textures et des dimensions très variables. Certaines sont microscopiques (invisibles à l'œil nu comme les cyanobactéries) et d'autres macroscopiques mesurent plusieurs mètres de longueur (visible à l'œil nu, constitués d'algues vertes, brunes et rouges). Elles sont essentiellement aquatiques dans les eaux douces ou marines, et certaines vivent sur la neige ou la glace des régions polaires et des hautes montagnes. Elles comprennent 20 000 à 30 000 espèces dans le monde, soit 18% du règne végétal[31]

### **2.2 Classification des algues :**

On distingue deux grandes catégories d'algues selon leur taille et leur structure moléculaire. Les microalgues, (unicellulaires) et les macro-algues (multicellulaires).

#### **2.2.1 Les microalgues (Les cyanobactéries)**

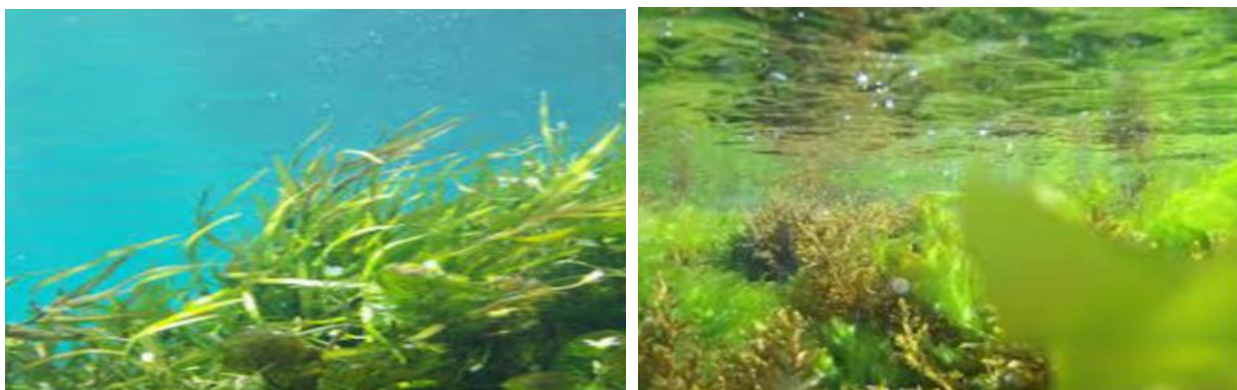
Sont des algues monocellulaires, procaryotes (qui n'ont pas de noyau), espèces non fixées, qui flottent ou nagent en pleine eau. Les cyanobactéries ou les algues bleues sont constitués des colonies de taille, de forme et de couleur très variables. En dépit de leur nom ancien d'algues bleues, elles sont rarement bleues mais plus souvent rouges, vertes avec des reflets bleutés, violets, bruns, jaunes ou orangés. La plupart d'entre elles ont une consistance gélatineuse voire gluante en raison des mucilages qu'elles sécrètent [2, 32]

La classification des algues se fait selon des caractéristiques spécifiques tels que les composantes de la paroi cellulaire, les pigments présents. En générale, les macro-algues regroupent trois groupes qui sont différenciées par rapport a la couleur leur pigments, et chaque groupe contient des centaines des espèces [32]

#### **2.2.2 Les macroalgues**

Sont des algues multicellulaires, essentiellement eucaryotes (elles contiennent un noyau avec de l'ADN), espèces fixées au fond de l'eau grâce à leurs racines. Allant de quelques centimètres à plusieurs mètres de longueur, elles contiennent de précieux éléments nutritifs, en particulier un grand nombre d'Oglio éléments, y compris l'iode qui est très important pour l'homme.

**2.2.3 Algues verts (cyanophycées) :** sont des algues microscopiques comme la spiruline. On en dénombre environ 15'000 espèces mais leur durée de vie n'est que de quelques semaines.



**Figure 1.2 :** Les algues vertes (Chlorophycées)

**2.2.4 Algues rouges (rhodophycées) :** sont des algues annuelles de 3'500 espèces, dont les plus consommées sont les algues dulse, nori ou carraghénanes.



**Figure 1.3 :** Les algues rouges (Rhodophycées)

**2.2.5 Algues brunes (phéophycées) :** sont des algues annuelles dont on dénombre 1500 espèces. Ce sont des algues qui peuvent atteindre 50 mètres de long et dont les plus connues sont les algues wakamé, kombu, aramé ou spaghetti de mer.





**Figure 1.4 :** Les algues brunes (Phéophycées)

### **2.3 Facteurs de répartition des algues**

Etant donné que les algues sont des organismes vivants photosynthétiques, vivants dans les milieux aquatiques et nécessitant d'être fixées à un substrat. Alors la répartition spatiale de ces espèces dépend fortement de la présence de la lumière, la salinité et la nature chimique du substrat[33]

- **Lumière**

Comme dit précédemment, les algues sont des organismes photosynthétiques, par conséquent la lumière est un paramètre indispensable à leur développement. Ce facteur intervient sur deux plans : sa quantité (intensité lumineuse), sa qualité (nature des radiations).

- **Salinité**

Le chlorure de sodium n'est qu'un des très nombreux sels composant l'eau de mer. D'autres éléments (sulfate, bicarbonate, sodium, magnésium, calcium, potassium, brome, fluor, etc.) entrent dans sa composition et vont entraîner des variations de nombreuses propriétés (densité, conductivité, pression osmotique, etc.)

- **Nature du substrat**

La nature chimique du substrat est a priori sans influence sur le développement de l'algue. Cependant, il joue un rôle fondamental par sa texture et son degré de cohésion, qui sont deux paramètres pouvant limiter la solidité de la fixation de l'algue [34]

### **2.4 Les algues brunes**

#### **2.4.1 Définition**



Les algues brunes ou les Cormophytes, ont une couleur brune qui est due à l'abondance des pigments bruns, la fucoxanthine, qui masque les chlorophylles a et c. On les retrouve sous une grande diversité morphologique, depuis les formes filamenteuses relativement simples aux organisations morphologiques complexe (tiges feuillées des végétaux supérieurs). Les algues brunes sont constituées d'un squelette polysaccharide, une matrice polysaccharide et d'un réseau de protéines [32]



Halopetris scoparia



Fucus serratus



Pylaiella littoralis



Laminaria digitata



Desmarestia ligulata

**Figure 1.5 :** Exemples d'algues brunes

# *Chapitre 2*

## *Partie expérimentale*

### *Matériels et méthodes*

### **L'objectif de travail**

L'objectif de ce travail est d'étudier la stabilité d'un gel visage à base d'un biopolymère marine (algues marines) par l'utilisation des additifs et des polymères gélifiants naturel et synthétiques, qui ayant le propriété de former un gel.

#### **2.1 Extraction des alginates à partir des algues brunes :**

les algues ont été récoltées au mois d'avril 2023 dans la région de Bou Ismail Tipaza (coordonées géographique :36° 38' 33" nord , 2°41' 24" est ) à 40.3 km au weste de la capitale (Alger),Algérie.



**Figure 2.1 : Algues brunes (photo personnelle , 2023 ).**

## 2.2 Préparation de la matière première

C'est généralement le formol qui est utilisé, car il présente plusieurs avantages : il est peu coûteux, il provoque une dépigmentation des algues (amélioration de la blancheur du produit final) et une libération des phénols.

### 2.2.1 Conservation par formolation:

Dans le cas d'une conservation par le formole, une pré-formolation est réalisée sur place ; une solution d'eau de mer formolée à environ 2% est pulvérisée sur les algues pour éviter leur dégradation durant le transport. Une fois arrivé au lieu de stockage, les algues sont complètement immergées dans cette même solution.

### 2.2.2 Conservation par séchage :

Pour les essais sur les algues séchées, quelques algues ont été transportées non formolées mais hydratées avec de l'eau de mer pour éviter leur dégradation. Arrivées sur le lieu de stockage des algues ont été pendues et laissées à sécher pendant 2 jours.



**Figure 2.2** : séchage des Algues brunes( **photo personnelle,2023**)

L'algue a été rincée à l'eau distillée et séchée à 60 °C pendant 24 heures avant d'être conservée.

La biomasse est alors broyée et séparée par tamisage dynamique avec un moyen diamètre de 0,59 mm



**Figure 2.3** : séchage des Algues brunes( **photo personnelle,2023**)

La méthode décrite par McHugh11 a été utilisée pour extraire les alginates [26, 35]

- L'algue sèche a été trempée dans formaldéhyde 0,4% pendant 30 minutes.
- Rincé à l'eau et immergée dans une solution HCl ( $0,1 \text{ mol.l}^{-1}$ ) pendant 2 heures.
- Ensuite, rincée à nouveau dans de l'eau distillée avant extraction des alginates par une solution de carbonate de sodium à 2%.
- En présence de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en excès l'acide alginique est converti en un l'alginate de sodium, provoquant la dissolution du polymère.
- l'extraction de l'alginate a été effectuée à  $60^\circ\text{C}$  par trempage pendant 5 heures.
- L'échantillon a été filtré pour séparer les résidus d'algues et les alginates de sodium précipité avec de l'éthanol.

### **Le rendement :**

$$(\eta) = \frac{\text{la masse finale d'alginate}}{\text{la masse initial d'algue}} (100)$$

$$(\eta) = \frac{6}{79} (100)$$

$$(\eta) = 7,59 \%$$

## 2. 4 Matériel non biologique

### 2.4.1 Petites matérielle :

- Verrerie de laboratoire : fioles jaugées, entonnoirs, béchers, pipettes,
- Éprouvettes, flacons, erlenmeyers, pipettes graduées .....
- Papier filtre, mortier, tamis, Barreau magnétique,

### 2.4.2 Produits chimiques et matériaux utilisés :

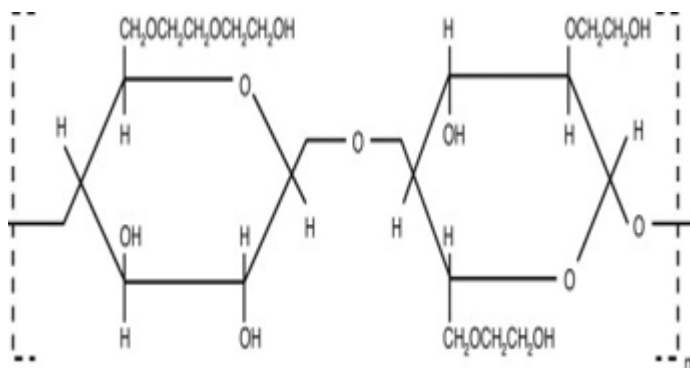
- Algues brunes.
- Acide chlorhydrique (HCL),  
Formule chimique : HCL,  $M=36,458\text{g/mol}$   
Aspect : liquide incolore.
- Formole :  
Formule chimique :  $(\text{CH}_2\text{O})$ , (méthanal), (formaldéhyde)  
Aspect : liquide incolore
- Carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) (sel de sodium), (Panreac),  
Formule chimique :  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $M=105,988\text{g/mol}$   
Aspect : cristaux blancs.
- Alginate de sodium commercial (Labosi) :  
(Alg-Na), rapport (M/G) = 1,56  
Aspect : poudre jaunâtre.  
Formule chimique  $(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6\text{Na})$ ,  $M= 270,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

## 2.5 Les agents de gélifiants utilisés pour formuler un gel :

Nous avons utilisé dans notre présente étude des polymères gélifiants (Agents gélifiants).

### 2.5.1 .1Hydroxyéthyl cellulose (HEC) :

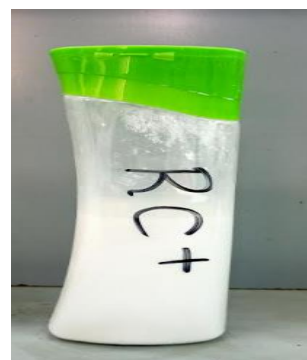
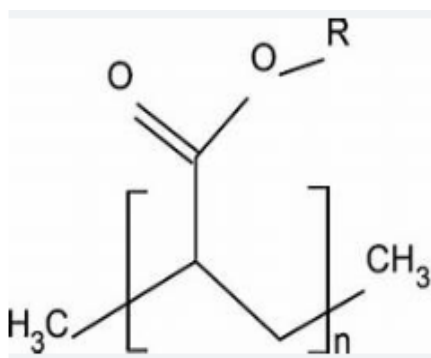
L'hydroxyéthyl cellulose une substance colloïde non ionique de la famille des éthers de la cellulose, elle peut être utilisée pour plusieurs fonction entre autres comme épaississant colloïdal dans la formulation



**Figure 2.6 :** A droite La poudre de HEC et à gauche la structure de Hydroxyéthyl cellulose

### 2.5.2 L'acide polyacrylique hautement réticulé (RC+) :

L'acide acrylique est utilisé pour la production du polymère poly (acide acrylique). La capacité de gonflement élevée du réseau de polyacide acrylique a permis d'utiliser ce polymère comme un matériau super-absorbant



**Figure 2.7 :** A droite La poudre de RC+ et à gauche la structure d'acide polyacrylique hautement réticulé

### 2.5.3 Les additives

- ❖ Eau distillée

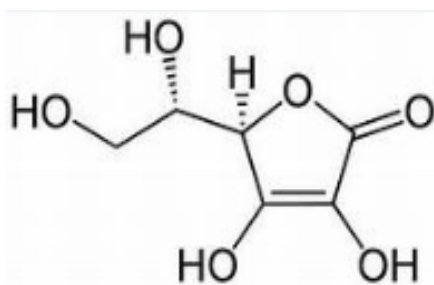


- ❖ **Huile d'amande douce** : L'huile d'amande douce est riche en vitamines, principalement en vitamine A, qui améliore l'élasticité de la peau ainsi qu'en vitamine E, qui accélère la réparation cellulaire.[36]

Protection et fortification de l'épiderme : Les bienfaits et vertus de l'huile d'amande douce sont également remarquables pour la fortification du film hydrolipidique, cette fine couche qui recouvre l'épiderme et protège la peau. Les oméga-6 renforcent cette barrière naturelle ainsi que la couche cornée qui est en contact direct avec l'air.

Contre le vieillissement cutané : autre propriété de l'huile d'amande douce: c'est un antioxydant puissant, qui lutte contre la prolifération des radicaux libres.[37]

- ❖ **La vitamine C** : est efficace contre les rides liées au vieillissement normal et contre les imperfections de la peau dues à des expositions répétées au soleil. La teneur de la peau en vitamine C diminue avec l'âge et avec les expositions solaires répétées. Les cosmétiques à base de vitamine C, à des concentrations d'au moins 5%, améliorent la structure de la peau. [38]



**Figure 2.8 La structure chimique de l'acide ascorbique**

- ❖ **Vitamine E** : la vitamine E aide à renforcer la barrière cutanée, améliorer l'hydratation, possède des propriétés antioxydant reconnues, agit sur hyperpigmentation protégée de l'exposition aux UV. [39]



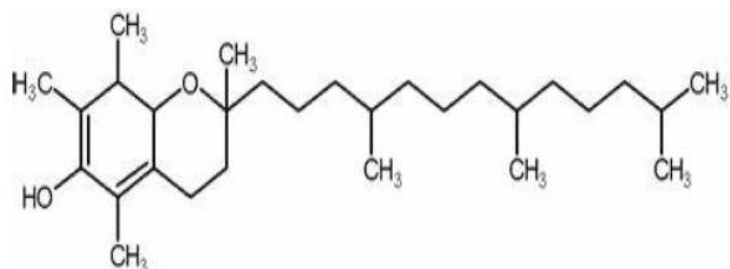


Figure 2.9 La structure chimique de alpha -- tocophérol

- ❖ **Conservateur KCG** : est utilisé afin d'éviter une contamination bactérienne et microbienne



Figure 2.10 : Les additives utilisées (photo personnelle ,2023)

## 2.6 Appareils physicochimiques :

### 2.6.1 La balance

La balance est un instrument de mesure qui sert à évaluer des masses par comparaison avec des poids.

### 2.6.2 Homogénéisateur cosmétique

Un homogénéisateur est un appareil qui permet d'homogénéiser un mélange

### **2.6.3 pH mètre**

PH-mètre est un appareil, souvent électronique, permet de mesure du pH d'une solution.

### **2. 6 .4 Les réfractomètres**

Les réfractomètres sont des instruments pour mesurer les substances dissoutes dans l'eau et certains huiles

### **2. 6. 5 Pycnomètre**

Un pycnomètre désigne in instrument de laboratoire utilisé pour mesurer, à une température déterminée, la masse volumique et la densité d'un produit liquide .

## **2.7 Matériels de spectrophotométrie infrarouge**

- La spectrophotométrie infrarouge
- Un mortier en Agathe
- La mole pour obtenir une pastille
- La presse à pastille
- Support d'analyses dans l'appareil d'IR

## **2.8 Méthodes :**

### **2.8.1 Extraction de l'alginate de sodium :**

#### **2.8.2 Carbonatation**

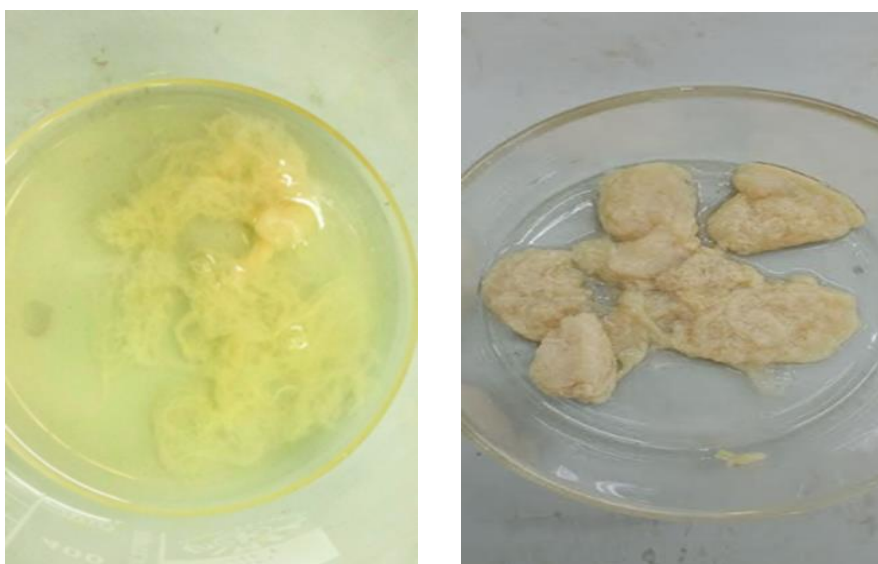
Dans cette étape, les algues ont été immergées dans une solution de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) à 4% sous agitation magnétique modérée pendant 5h. Après la carbonatation, le filtrat qui contient l'alginate est séparé par filtration des résidus d'algues et dilué deux fois avec de l'eau distillée pour faciliter l'extraction. Figure 2.11



**Figure 2.11:** Carbonatation (photo personnelle, 2023)

### 2.8.3 Précipitation de l'alginate de sodium :

Après la récupération, le filtrat a été immergé dans l'éthanol, les alginates de sodium ont été précipités.



**Figure 2.12 :** précipitation de l'alginate de sodium (photo personnelle, 2023)

### 2.8.4 Séchage d'alginate de sodium

Les alginates de sodium ont été séchés dans l'étuve pendant 4h à température 45 C°

## 2.9 Préparation des gels :

### 2.9.1 Préparation de gel à base de RC+ (avec KCG)

- Peser 1.5 g d'alginate de sodium
- Ajouter 48 g d'eau distillé
- Agiter la solution pendant 2h par agitateur magnétique
- Ajouter 1 g de RC+
- Agiter le mélange jusqu'à l'homogénéisation
- ajouter 0.02 g de KCG
- Agiter le mélange

### 2.9.2 Préparation de gel à base de RC+ (avec vitamine C)

- Peser 1.5 g d'alginate de sodium
- Ajouter 48 g d'eau distillé
- Agiter la solution pendant 2h par agitateur magnétique
- Ajouter 1 g de RC+
- Agiter le mélange jusqu'à l'homogénéisation
- Ajouter 0.02 g de vitamine C
- Agiter le mélange

### 2.9.3 Préparation de gel à base de HEC (avec KCG)

- Peser 1.5 g d'alginate de sodium
- Ajouter 48 g d'eau distillé
- Agiter la solution pendant 2h par agitateur magnétique
- Ajouter 1 g de HEC
- Agiter le mélange jusqu'à l'homogénéisation
- Ajouter 0.02 g de KCG
- Agiter le mélange
- Ajouter quelque goutte de vitamine E et l'huile d'amande douce

### 2.9.4 Préparation de gel à base de HEC (avec vitamine C)

- Peser 1.5 g d'alginate de sodium
- Ajouter 48 g d'eau distillé
- Agiter la solution pendant 2h par agitateur magnétique
- Ajouter 1 g de HEC
- Agiter le mélange jusqu'à l'homogénéisation
- Ajouter 0.02 g de vitamine C
- Agiter le mélange
- Ajouter quelque goutte de vitamine E et l'huile d'amande douce.

### 2.9.5 La mesure de pH mètre

#### Mode opératoire

Les produits et matières concernées : produits finis

- ❖ Allumer l'instrument par appui sur le bouton ON/OFF
- ❖ Plonger l'électrode sur environ 4 cm dans la solution à mesurer et remuez brièvement
- ❖ L'instrument affichera la bonne valeur de pH

### 2.9.6 Mesure de densité

Les produits et matière concernées, produit fini.

#### Mode opératoire

- ❖ Mettre la matière dans la température adéquate 20°C pour la mesure de la densité selon la fiche technique de la matière prélevée, en la mettant dans un bain marie à la même température.
- ❖ Laver et sécher le pycnomètre, puis le peser avec son bouchon à l'aide d'une balance de précisions à 0,0001g près, et déterminer son poids vide.
- ❖ Remplir le pycnomètre avec l'eau distillée, et déterminer la masse apparente de son contenu en eau.
- ❖ Vider, laver et sécher le pycnomètre, le remplir de nouveau avec le produit à examiner, et de la même manière on détermine la masse de son contenu en produit.

Calculer  $D = (m_3 - m_1) / (m_2 - m_1)$  sachant que :

D : densité

m1 : masse du pycnomètre (g).

m2 : masse de pycnomètre rempli d'eau distillée (g).

m3 : masse de pycnomètre rempli de produit (g).

### **2.9.7 Mesure de l'indice de réfraction :**

- ❖ Verser deux (2) gouttes d'échantillon sur la platine échantillon
- ❖ Lire le résultat.

## **2.10 Etude de la Rhéologie**

### **2.10.1 Le but de Rhéologie**

Le but de cette rhéologie est de caractériser le comportement rhéologique de gel en fonction d'un écoulement variable afin de distinguer à quel modèle rhéologique elle obéit.

### **2.10.2 Analyse rhéologique**

Deux solutions d'alginate de sodium allant de 1% l'une d'alginate de sodium commercial et l'autre de l'alginate de sodium extrait ont été préparées afin de déterminer la viscosité de l'alginate des espèces étudiées. L'analyse rhéologique a été réalisée avec un rhéomètre MCR 302 Anton-Par

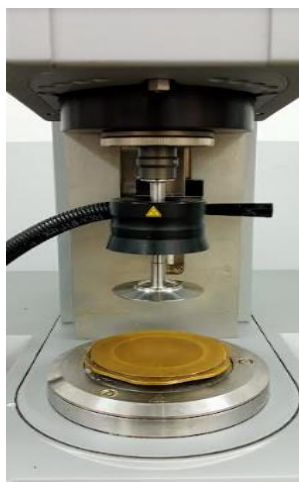
### **2.10.3 Le Rhéomètre :**

Est un appareil de laboratoire capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un fluide, il s'applique un cisaillement à l'échantillon. Figure.2.13



**Figure 2.13** : Le rhéomètre de type MCR 302 Anton-Paar  
(photo personnelle , 2023)

Nous avons utilisé un rhéomètre a plusieurs types de tete, chaque tete est spécifiques pour chaque produit. Dans notre présente étude, nous avons utilisé un cône -plan de diamètre de 60 m (ce cone spéciale pour les gels et les crèmes),Le rhéomètre utilisé et de type cone-plan de marque PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR300. La fiche suivante détaille le cône plan figure 2.19



**Figure 2.14** : la fiche détaillante decône -plan (photo personnelle , 2023)

#### 2.10.4 Le mode opératoire de la Rhéologie

Après la formulation de gel, il est important d'étudier son comportement rhéologique, le test a été effectué après avoir laissé le gel reposer pendant 24 heures au moins.

Les propriétés et les paramètres rhéologiques dépendant de la contrainte et la durée de l'application de celle-ci.

Pour les gels il y'a deux test qui nous intéresse à la rhéologie c'est :

- Test d'écoulement
- Test de viscoélasticité

### **2.10.5 Le Teste d'écoulement**

- Utilisé un cône – plan pour le cisaillement
- Faire une série de vérification pour les interfaces de rhéomètre, et vérifier l'air
- Initialiser le système de mesure

Choisir le système de mesure (la distance entre le cône plan et le rhéomètre est 0,121 et la température fixée à 20 °C)

- Prendre 3 ml d'échantillon pour cisailier par le rhéomètre
- Après la descende de cône plan, racler le reste d'échantillon (pour mesurer la viscosité d'échantillon)
- La configuration le mesure, imposer une rampe de vitesse de cisaillement (entre 0.001 à 6000 1/s)
- Calculer les Descartes

### **Les conditions de test d'écoulement**

- Une échelle logarithmique
- Temps de mesure
- Une rampe de vitesse
- Configuration de mesure

### **2.10.6 Teste de viscoélasticité :**

C'est un système pour colloïde (les macromolécules) un système stable, les notions de rhéologie on teste de viscoélasticité.

La rhéologie est contrôlée par :



- Le module élastique (au plateau ou au temps court)
- Le temps de relaxation de la contrainte, la viscosité est le produit des deux quantités
- L'analyse précise du (ou des) phénomène (s) passe par l'étude du module viscoélastique.

Ce test est pour les gels, pour voir le rapport entre  $G'$  et  $G''$ , la fiche suivante pour voir l'aspect de matière quand on fait un test viscoélasticité

## **2.11 Caractérisation des alginates :**

### **2.11.1 L'analyse par spectroscopie infrarouge FTIR:**

Les échantillons de l'alginate de sodium ont été séchés à 50°C pendant 3 h dans une étuve avant l'analyse. Les spectres infrarouges ont été enregistrés à température ambiante sur la plage de nombre d'onde 4000-600  $\text{cm}^{-1}$ .

### **Préparation de l'échantillon**

L'échantillon se prépare par un mélange homogéné d'environ de 50 mg de KBr et 1 mg de l'alginate de sodium, puis finement broyé et déposé dans un moule, puis soumis à une très forte pression (5 Pa) dans une presse hydraulique.

Il est ensuite extrait du moule sous forme d'une pastille (KBr+Alginate de sodium), les échantillons sont incorporés à un support de KBr pour absorber les rayons infrarouges.

### **Mode opératoire**

- Le porte-échantillon contenant la pastille KBr /produit est placé dans le compartiment de mesure de spectre sur le trajet de faisceau incident
- Le signal enregistré pour le détecteur de spectre prend en compte l'absorption du rayonnement IR par le produit à étudié
- Le spectre est enregistré en transmittance.

# *Chapitre 3*

*Partie expérimentales*

*Résultat et discussions*

### 3.1 Les gels obtenus (produit final) :



Figure 3.1 : Produit finale (photo personnelle, 2023)

### 3.2 Résultats et analyses

#### L'analyse spectroscopie d'infra rouge

Les spectres infrarouges ont été enregistrés à température ambiante sur la plage de nombre d'onde 4000-600  $\text{cm}^{-1}$ .

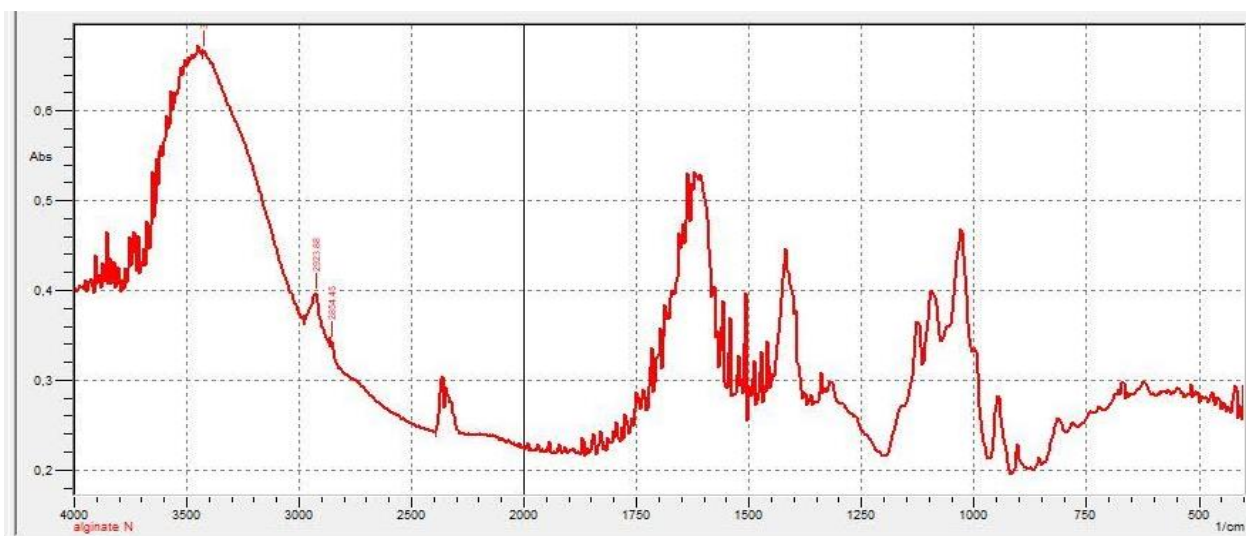
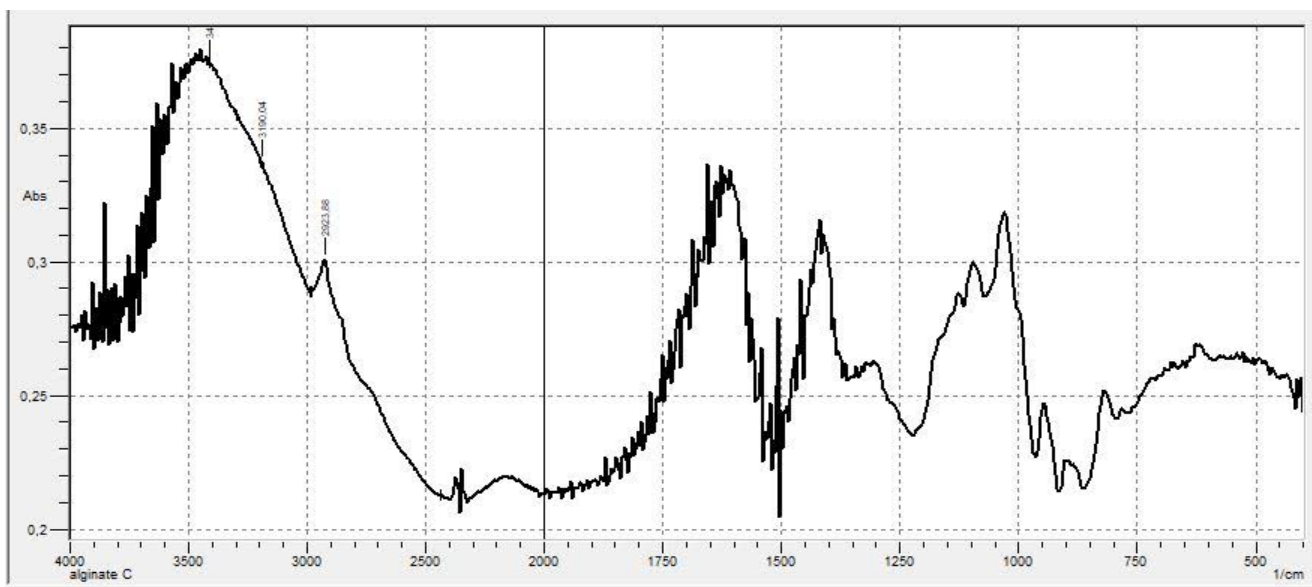


Figure 3.2 : Spectre FTIR d'alginate Naturel

➤ Pour l'alginate commercial Absorbance



**Figure 3.3:** Spectre FTIR d'alginate commercial absorbance

**Discussions :**

L'analyse des alginates par spectroscopie infrarouge nous a permis de déterminer les groupes fonctionnels caractéristiques présents dans les alginates extraits d'algue brune étudiée par rapport au spectre IR de l'alginate commercial. Les résultats obtenus sont présentés dans les figures 3.2 et 3.3.

Les spectres IR d'alginate d'algue brune ainsi que celui de l'alginate commercial mettent en évidence la présence d'une bande très intense à  $1625\text{ cm}^{-1}$  relative à l'élongation asymétrique du carboxylate  $\text{COO}^-$ . La bande à  $1415\text{ cm}^{-1}$  est attribuée à une vibration de déformation C–OH

**3.3 Test de précipitation par le chlorure de calcium  $\text{CaCl}_2$  :**

Une quantité de solution de chlorure de calcium a été ajoutée à la solution d'alginate de sodium dissous dans l'éthanol, une précipitation sous forme du polymère alginate de calcium a été immédiatement observée du a la non solubilité de ce dernier en milieu polaire. Figure 3.4



**Figure 3.4 :** Alginate de calcium (photo personnelle,2023)

### 3.4 Testes physio-chimiques

#### 3.4.1 Mesure de pH

Les différents résultats des mesures de pH des gels formulées à base des polymères gélifiants (Alginate naturel, Alginate commercial, RC+, HEC) sont élucidés dans le tableau ci-dessous

**Tableau N°3.1 :** résultat des analyses physico-chimique du pH mètres des gels formulées à base des polymères gélifiants (Alginate naturel, Alginate commercial, RC+, HEC)

<b>PH des gels et produits :</b>	<b>Résultat de laboratoire</b>
<b>1% RC+</b>	<b>2.94</b>
<b>1% HEC</b>	<b>6.96</b>
<b>1 %Alginate extrait</b>	<b>7.41</b>
<b>1 %Alginate commercial</b>	<b>6.81</b>
<b>3% Alginate commercial</b>	<b>8.02</b>
<b>Gel Alginate naturel 3 %et HEC 2%</b>	<b>5.12</b>
<b>Gel Alginate commercial 3 %et HEC 3%</b>	<b>5,89</b>

<b>Gel Alginate commercial 3% HEC 2%</b>	<b>4,9</b>
<b>Gel Alginate naturel 3 %et HEC 2,5%</b>	<b>5</b>
<b>GEL Alg +HEC+ KCG</b>	<b>7,62</b>
<b>Gel RC+</b>	<b>4,28</b>

Les résultats et les analyses de PH des produits finales (gel à base de HEC, RC+) sont conformes aux normes présentes dans la littérature et au pharmacopée européenne utilisée par le producteur de produits cosmétiques.

### 3.4.2 Calcule de la densité

Nous avons calculé la densité des gels par l'utilisation de l'équation suivante :

D (alginate naturel) = pycnomètre rempli de produit – pycnomètre vide

$$D (\text{HEC } 2,5 \%) = \frac{\text{pycnomètre rempli de produit} - \text{pycnomètre vide}}{\text{pycnomètre rempli de l'eau} - \text{pycnomètre vide}}$$

$$D (\text{HEC } 2,5\%) = \frac{19,5 - 9,34}{19,2 - 9,34}$$

$$D (\text{HEC } 2,5\%) = 1,032 \text{ g/cm}^3$$

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau N° 3.2 :** Résultat d'analyse physico-chimiques de la densité des gels formulées à base des polymères (Alginate de sodium naturel, alginate de sodium commercial, HEC)

Densité de gel à base	Résultats de laboratoire g/cm <sup>3</sup>	Normes européennes
HEC (2%)	1,032	[0,99-1,050]
HEC (2,5%)	1,030	[0,99-1,050]
HEC (3%)	1,010	[0,99-1,050]

Les résultats des analyses de la densité des gels à base de HEC sont conformes aux normes des gels de visage cosmétologique,

### 3.4.3 Test de stabilité

Les produits finales (gels de visage a base d'Alginate naturel et, Alginate commercial et HEC) ne présente aucun déphasage ni changement dans l'aspect, la couleur et l'odeur, donc nous jugeons que les produits sont stables, ces paramètres sont d'une importance considérée vu la sensibilité de ces produits naturels aux différentes conditions de stockage et de conservation

### 3.4.4 Indice de réfraction

La valeur de réfraction mesurée des différents des gels des formulée à T=25°C sont proche de la valeur de l'indice de réfraction de l'eau qui est de 1,333 dans les conditions standard, et cela est dû à la grande quantité de l'eau présente dans la formulation des gels.

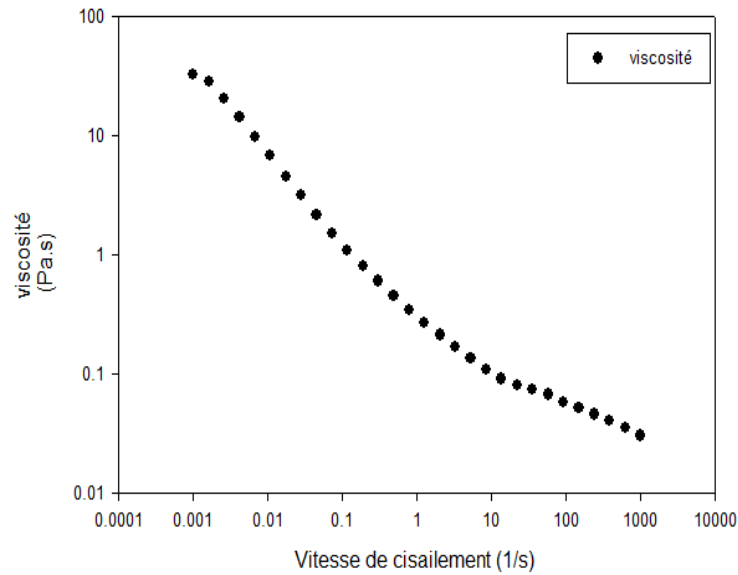
**Tableau 3.3 Indices de réfraction des gels à base d'alginate**

Indice de réfraction d'un gel à base	Résultats de laboratoire
Alg N / HEC 2%	1,338
Alg N/ HEC 2.5%	1,337
Alg C/ HEC 3%	1,339

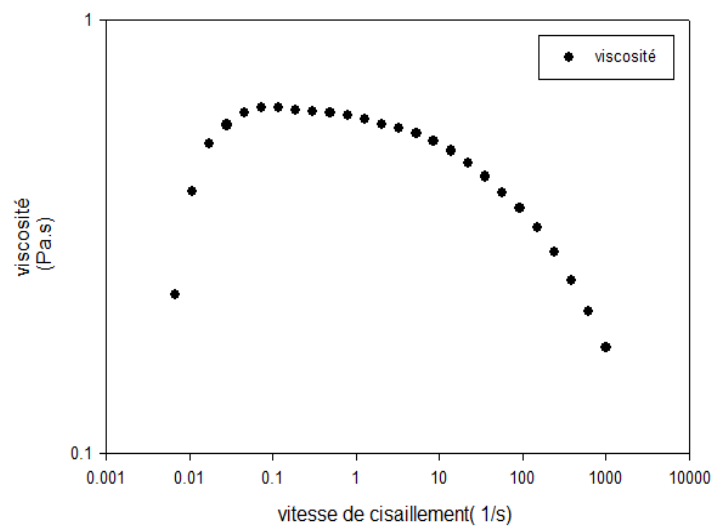
### 3.4.5 Etude de la rhéologie

L'étude rhéologique des différents polymères utilisés dans nos formulations donnent lieu à des courbes de test d'écoulement des gels de visage à base d'alginate naturel et commerciales formulés.

Les figures 3.5, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9 montrent que les préparations élaborées sont rhéofluidifiante, car la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente.

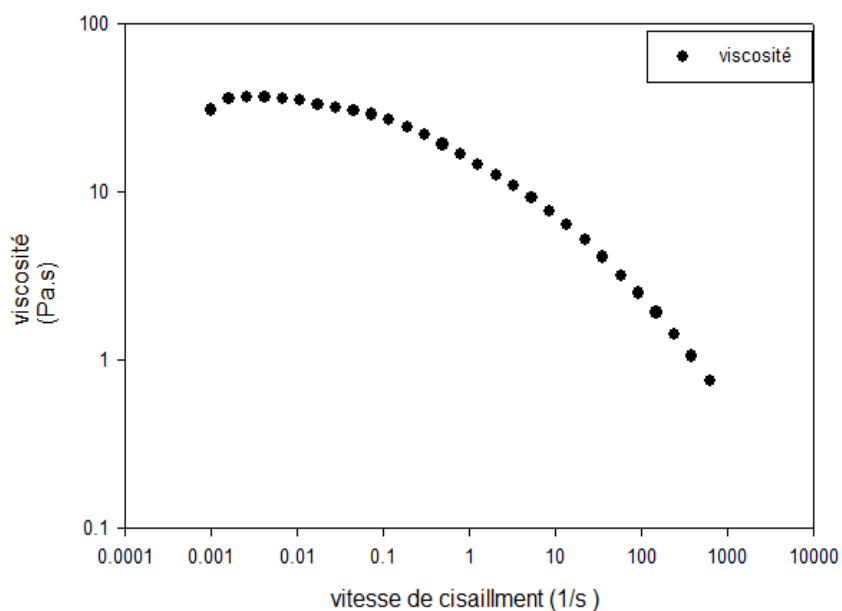


**Figure 3.5 :** courbe d'écoulement d'alginate extrait à 1%

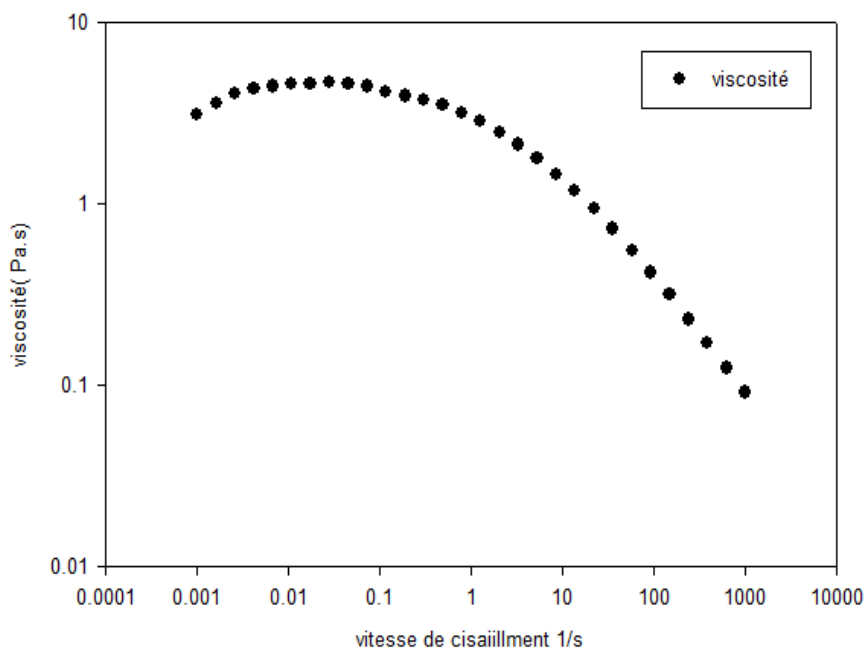


**Figure 3.6 :** courbe d'écoulement d'alginate commercial 1%





**Figure 3.7 :** Courbe d'écoulement de HEC 1%



2

**Figure 3.8 :** courbe d'écoulement de gel d'alginate naturel 3% (2 %HEC)

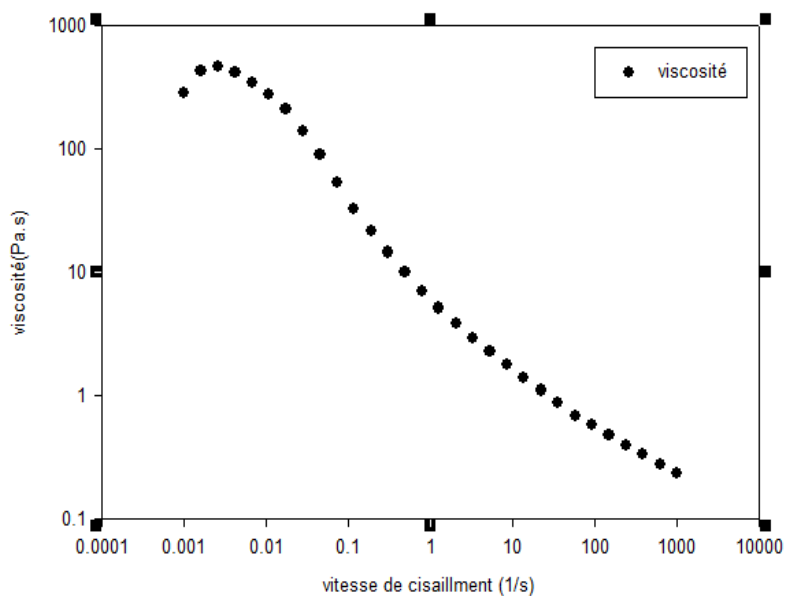


Figure 3.9 : courbe d'écoulement de gel RC+

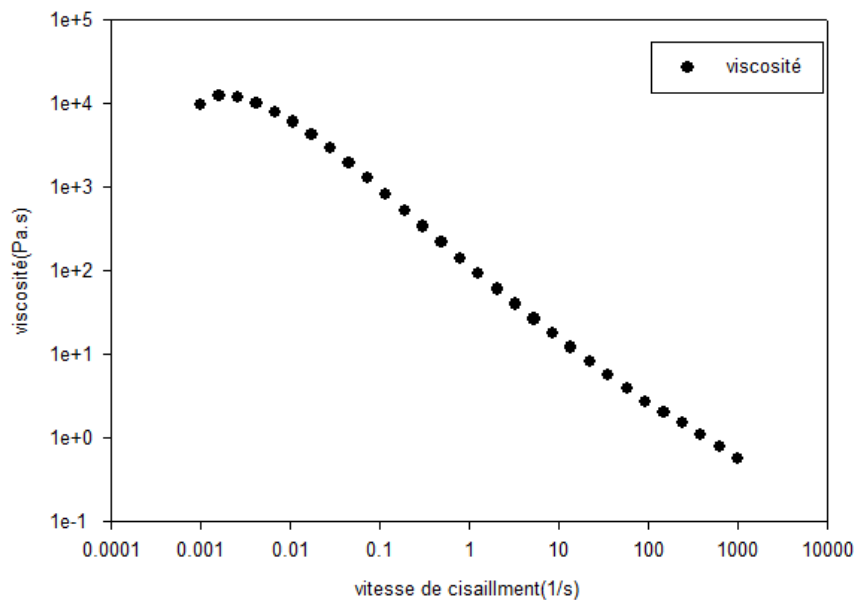


Figure 3.10: courbe de d'écoulement de gel référence

### Courbes de viscoélasticité des gels à base alginate :

L'étude de la viscoélasticité à base des polymères HEC et RC+ et polymères d'alginate de sodium naturel et commercial donne lieu aux courbes qui sont Éluclidés dans les figures 3.11, 3.12, 3.13, 3.14

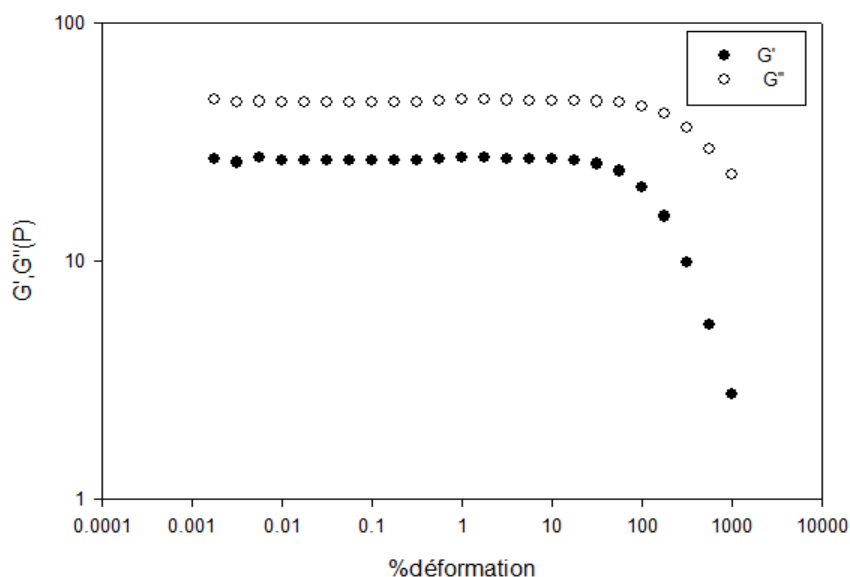
Lorsque  $G'$  est supérieur à  $G''$  dans la région (linéaire viscoélastique) c'est une zone de repos pour les polymères, ce qui veut dire que le gel considéré reste au repos dans cette gamme de déformation et se comporte comme une solide viscoélasticité

On note que :

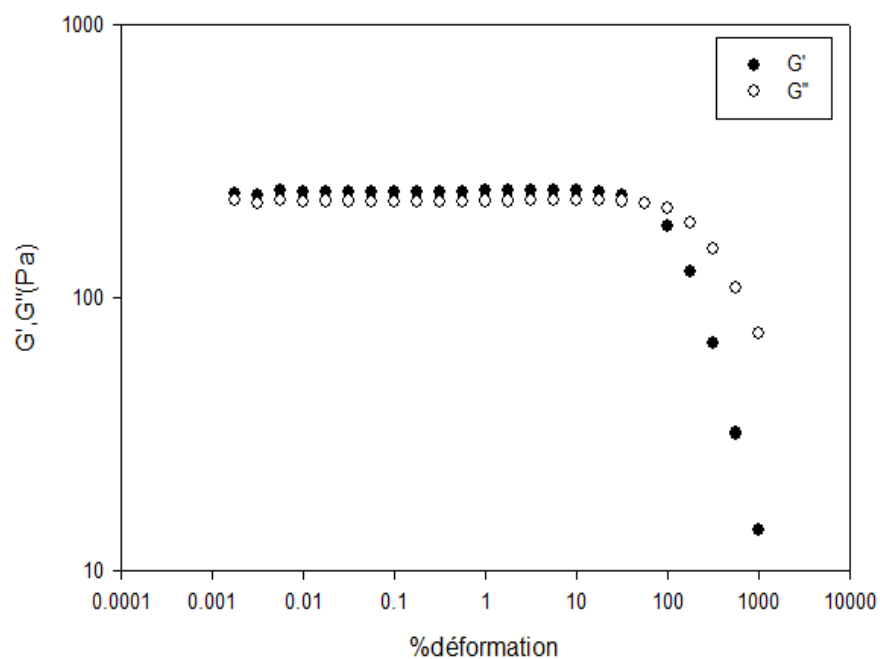
Avant la contrainte seuil le comportement est à dominance solide, c'est le modèle de kelvin-voit (réversible)

Après la contrainte seuil le comportement est à dominance liquide, c'est le modèle de Maxwell (irréversible).

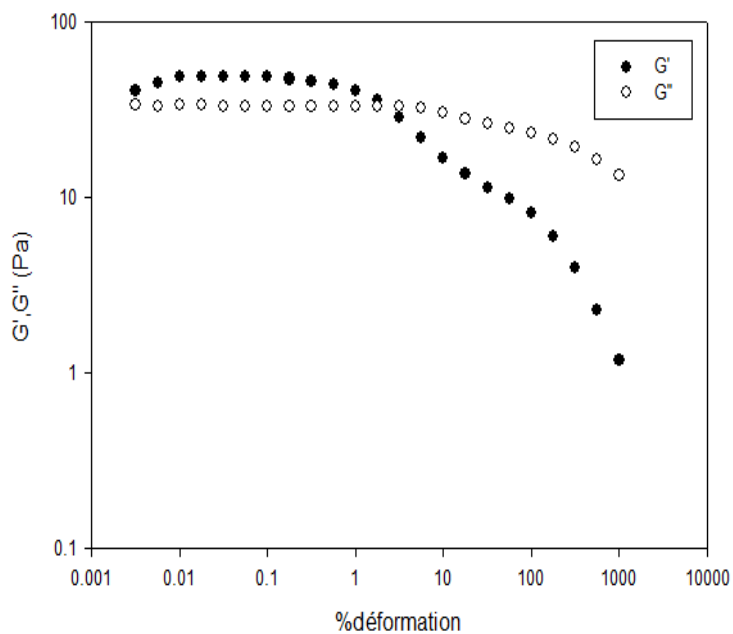
Au point gel  $G' = G''$  donc au point =55 Pa et taux= 5 Pa, de ce fait la meilleurs formulation de gel de visage est celle d'alginate naturel à 3% (2.5 % HEC)



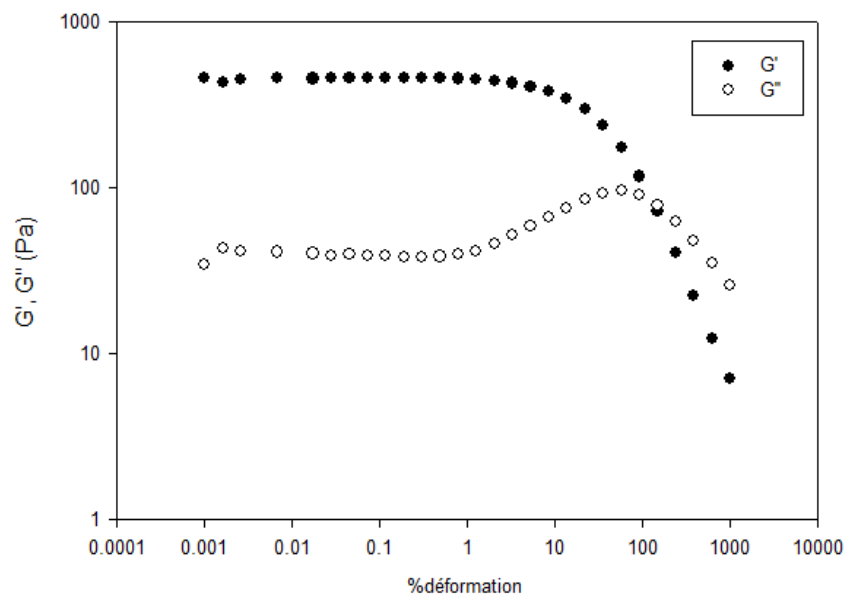
**Figure 3.11** : courbe de viscoélasticité de gel d'alginate naturel 3%( 2% HEC)



**Figure 3.12 :** courbe de viscoélasticité de gel d'alginate commercial 3% (3% HEC)



**Figure 3.13:** courbe de viscoélasticité de gel d'alginate naturel 3%( 2.5 % HEC)



**Figure 3.14 :** courbe de viscoélasticité de gel référence

# *Conclusion*

## Conclusion

Le présent travail vise à valoriser les formulations de deux gels de visage à usage cosmétique à base d'alginate de sodium naturel extrait des algues brunes recueilli des côtes de la ville de Bousmail et alginate de sodium commercial et deux autres polymères agents gélifiants HEC et RC<sup>+</sup>

Les résultats montrent que ces formulations obéissent aux normes réglementaires de mesures de pH, de viscosité de densité, d'indice de réfraction et le contrôle de stabilité.

L'étude rhéologique de nos formulations de gels donne lieu à des courbes de test d'écoulement qui montre que ces formulations sont rhéofluidifiant, car la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente.

L'étude de la viscoélasticité des formulations de gels élaborées montre que la meilleure formulation de gel de visage préparée est celle d'alginate naturel à 3% (2.5 % HEC).

Analyse spectroscopie d'infrarouge montre la présence des groupements fonctionnels caractéristiques de l'alginate de Sodium naturel et commercial utilisés dans nos formulations de gel de visage.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] V. Siracusa, P. Rocculi, S. Romani, M. J. T. i. f. s. Dalla Rosa, and technology, "Biodegradable polymers for food packaging: a review," vol. 19, no. 12, pp. 634-643, 2008.
- [2] P. Vauchel, "Optimisation de procédés innovants pour l'obtention de phycocolloïdes," Université de Nantes, 2007.
- [3] A. Hambleton Mercado, "Etude des transferts de petites molécules au travers des films comestibles encapsulant des substances actives (arômes)," Dijon, 2010.
- [4] B. H. Rehm, *Alginates: biology and applications*. Springer, 2009.
- [5] G. Skj, H. Grasdalen, and B. J. C. r. Larsen, "Monomer sequence and acetylation pattern in some bacterial alginates," vol. 154, no. 1, pp. 239-250, 1986.
- [6] E. C. C. S. U. P. Stanford, #US349,760.
- [7] H. Marfaing and Y. J. P. Lerat, "Les algues ont-elles une place en nutrition?," vol. 5, pp. 2-5, 2007.
- [8] A. Mohammed, A. Rivers, D. C. Stuckey, and K. J. C. P. Ward, "Alginate extraction from Sargassum seaweed in the Caribbean region: Optimization using response surface methodology," vol. 245, p. 116419, 2020.
- [9] R. Abka-Khajouei, L. Tounsi, N. Shahabi, A. K. Patel, S. Abdelkafi, and P. J. M. D. Michaud, "Structures, properties and applications of alginates," vol. 20, no. 6, p. 364, 2022.
- [10] S. H. Ching, N. Bansal, B. J. C. r. i. f. s. Bhandari, and nutrition, "Alginate gel particles—A review of production techniques and physical properties," vol. 57, no. 6, pp. 1133-1152, 2017.
- [11] D. Ji *et al.*, "Superstrong, superstiff, and conductive alginate hydrogels," vol. 13, no. 1, p. 3019, 2022.
- [12] P. Vauchel, A. Arhaliass, J. Legrand, R. Kaas, and R. J. J. o. p. Baron, "DECREASE IN DYNAMIC VISCOSITY AND AVERAGE MOLECULAR WEIGHT OF ALGINATE FROM LAMINARIA DIGITATA DURING ALKALINE EXTRACTION 1," vol. 44, no. 2, pp. 515-517, 2008.
- [13] P. Vauchel, R. Kaas, A. Arhaliass, R. Baron, J. J. F. Legrand, and b. technology, "A new process for extracting alginates from Laminaria digitata: reactive extrusion," vol. 1, pp. 297-300, 2008.
- [14] L. Youssouf *et al.*, "Ultrasound-assisted extraction and structural characterization by NMR of alginates and carrageenans from seaweeds," vol. 166, pp. 55-63, 2017.
- [15] C. J. A. Peteiro and t. b. applications, "Alginate production from marine macroalgae, with emphasis on kelp farming," pp. 27-66, 2018.
- [16] G. Hernandez-Carmona, Y. Freile-Pelegrín, and E. Hernández-Garibay, "Conventional and alternative technologies for the extraction of algal polysaccharides," in *Functional ingredients from algae for foods and nutraceuticals*: Elsevier, 2013, pp. 475-516.
- [17] M. Fertah, A. Belfkira, M. Taourirte, and F. J. A. J. o. C. Brouillette, "Extraction and characterization of sodium alginate from Moroccan Laminaria digitata brown seaweed," vol. 10, pp. S3707-S3714, 2017.
- [18] M. Moresi, M. Bruno, and E. J. J. o. f. e. Parente, "Viscoelastic properties of microbial alginate gels by oscillatory dynamic tests," vol. 64, no. 2, pp. 179-186, 2004.
- [19] T. A. Fenoradosoa *et al.*, "Extraction and characterization of an alginate from the brown seaweed Sargassum turbinarioides Grunow," vol. 22, pp. 131-137, 2010.
- [20] M. Beata Łabowska, I. Michalak, and J. J. O. C. Detyna, "Methods of extraction, physicochemical properties of alginates and their applications in biomedical field—a review," vol. 17, no. 1, pp. 738-762, 2019.



- [21] N. J. Borazjani, M. Tabarsa, S. You, and M. J. I. j. o. b. m. Rezaei, "Effects of extraction methods on molecular characteristics, antioxidant properties and immunomodulation of alginates from *Sargassum angustifolium*," vol. 101, pp. 703-711, 2017.
- [22] X. Huang, Y. Xiao, and M. J. C. p. Lang, "Micelles/sodium-alginate composite gel beads: A new matrix for oral drug delivery of indomethacin," vol. 87, no. 1, pp. 790-798, 2012.
- [23] S. Saji, A. Hebden, P. Goswami, and C. J. S. Du, "A brief review on the development of alginate extraction process and its sustainability," vol. 14, no. 9, p. 5181, 2022.
- [24] A. Barbu, B. Neamtu, M. Zăhan, G. M. Iancu, C. Bacila, and V. J. J. o. P. M. Mireșan, "Current trends in advanced alginate-based wound dressings for chronic wounds," vol. 11, no. 9, p. 890, 2021.
- [25] S. U. Kadam, B. K. Tiwari, S. O'Connell, C. P. J. S. S. O'Donnell, and Technology, "Effect of ultrasound pretreatment on the extraction kinetics of bioactives from brown seaweed (*Ascophyllum nodosum*)," vol. 50, no. 5, pp. 670-675, 2015.
- [26] D. J. J. P. McHugh and U. o. P. f. C. S. F. F. T. Pap, "Production, properties and uses of alginates," vol. 288, pp. 58-115, 1987.
- [27] A. Dobrinčić *et al.*, "Advanced technologies for the extraction of marine brown algal polysaccharides," vol. 18, no. 3, p. 168, 2020.
- [28] A. Łętocha, M. Miastkowska, and E. J. P. Sikora, "Preparation and characteristics of alginate microparticles for food, pharmaceutical and cosmetic applications," vol. 14, no. 18, p. 3834, 2022.
- [29] N. V. Thomas, et Se-Kwon Kim., "« Beneficial Effects of Marine Algal Compounds in Cosmeceuticals ». ," *Marine Drugs* 11 (1): 146. doi:10.3390/md11010146. , 2013.
- [30] K. J. . Kang, Byung-Hoon Min, Jun Haeng Lee, Eun Ran Kim, Chang Ohk Sung, Joo Young Cho, and e. J. J. K. Soo Won Seo, " Alginate Hydrogel as a Potential Alternative to Hyaluronic Acid as Submucosal Injection Material », " *Digestive Diseases and Sciences* 58 (6): 1491 - 96. doi:10.1007/s10620-012-2555-z 2013.
- [31] F. Ramade, *Eléments d'écologie: Ecologie fondamentale-4e édition*. Dunod, 2009.
- [32] S. Garon-Lardièrre, "Etude structurale des polysaccharides pariétaux de l'algue rouge *Asparagopsis armata* (Bonnemaisoniales)," Université de Bretagne Occidentale, 2004.
- [33] A. O, ""Chimie et pollutions des eaux souterraines," Edition Tec& Doc L " 2005.
- [34] J. Cabioc'h, J. Floc'h, A. Toquin, C. Boudouresque, A. Meinesz, and M. J. P. L. g. d. n. Verlaque, "Guide des algues des mers d'Europe (éd. Delachaux et Niestlé)," 2006.
- [35] S. J. Kleinübing, F. Gai, C. Bertagnolli, and M. G. C. d. J. M. R. Silva, "Extraction of alginate biopolymer present in marine alga *Sargassum filipendula* and bioadsorption of metallic ions," vol. 16, pp. 481-488, 2013.
- [36] Available: <https://www.akane-skincare.com/blog/-les-bienfaits-de-lhuile-damande-douce-n114>
- [37] <https://www.insphy.com/A-17537-proprietes-vertus-et-bienfaits-de-l-huile-d-amande-douce.aspx>
- [38]<https://www.medecine-anti-age.com/cremes-anti-age/soins-vitamine-c>
- [39] <https://www.nivea.fr/conseils/belle-peau/vitamine-e-bienfaits-peau>

