

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



# **Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : Pharmacie Industrielle**

Intitulé du mémoire

## **Valorisation des bioressources marines dans des formulations pharmaceutiques**

**Présenté par :**

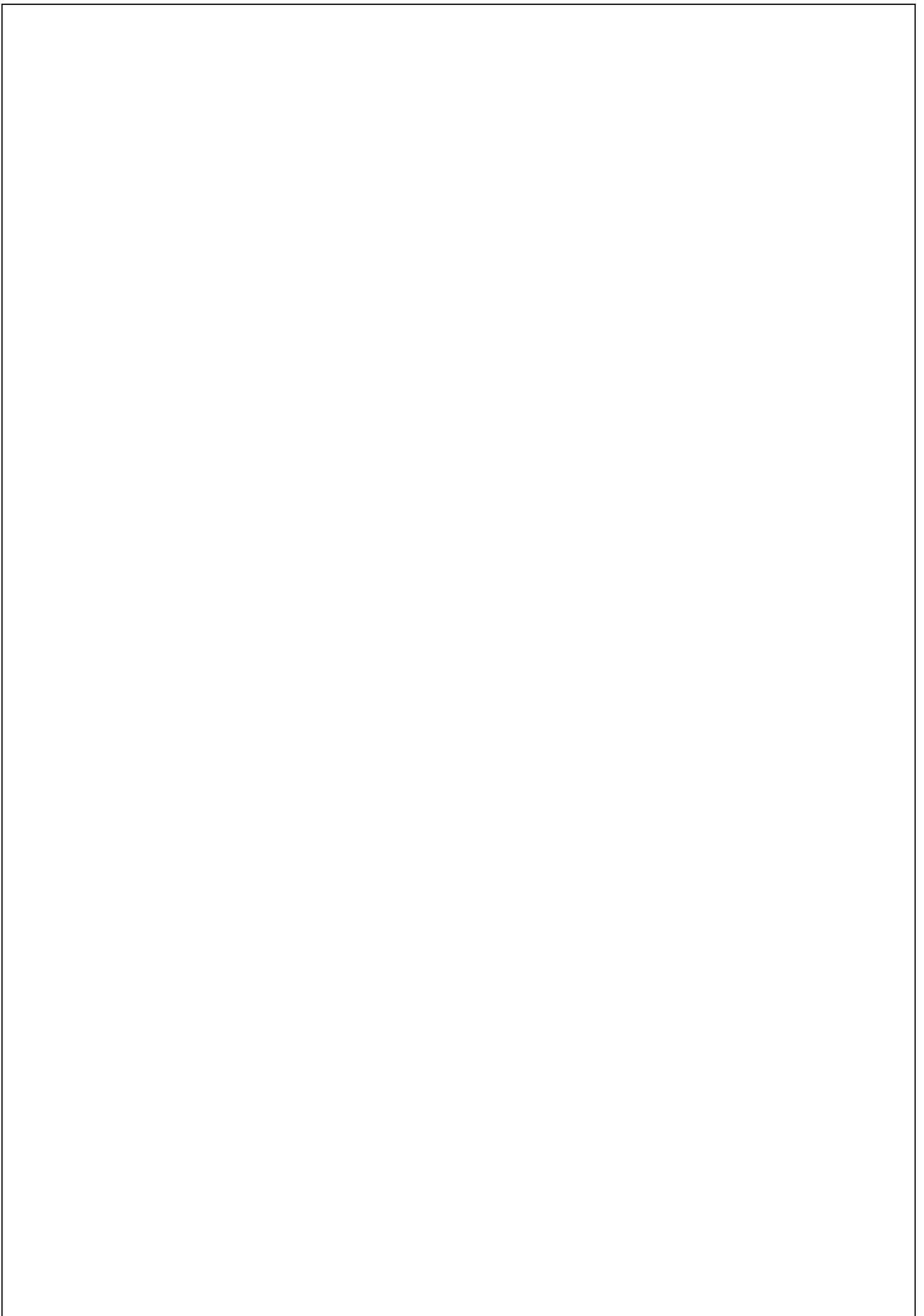
**BERROUANE Hasna Fatma Zohra**

**BOUAISSI Lydia Narimen**

**Encadré par :**

Pr. Amel HADJ-ZIANE  
Pr. Lynda BOUTEKRABT

**Année universitaire 2022/2023**



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



# **Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : Pharmacie Industrielle**

Intitulé du mémoire

## **Valorisation des bioressources marines dans des formulations pharmaceutiques**

**Présenté par :**

**BERROUANE Hasna Fatma Zohra**

**BOUAISSI Lydia Narimen**

**Encadré par :**

Pr. Amel HADJ-ZIANE  
Pr. Lynda BOUTEKRABT

**Année universitaire 2022/2023**

# *Introduction générale*

# *CHAPITRE I*

---

## *Généralités sur les algues*

# *CHAPITRE II*

---

## *Les émulsifs*

# *CHAPITRE III*

---

## *Matériel et méthodes*

# *CHAPITRE IV*

---

## *Résultats et discussions*

# *Conclusion générale*

*Références  
bibliographiques*

# SOMMAIRE

**DEDICACES**

**REMERCIEMENTS**

**RESUME**

**TABLE DES MATIERE**

**LISTES DES FIGURES**

**LISTES DES TABLEAUX**

**LISTES DES ABREVIATIONS**

**INTRODUCTION GENERALE ..... 01**

## **Partie N°01 Recherche bibliographique**

**CHAPITRE I Généralités sur les algues ..... 03**

I-1 Historiques des algues..... 03

I-2 Définition des algues marines ..... 03

I-3 Habitat et écologie des algues..... 04

I-4 Production mondiale des algues ..... 04

I-5 Reproduction des algues..... 05

I-6 Les deux grands groupes d'algues ..... 05

I-6-1 Les micro-algues..... 05

I-6-2 Les macro-algues..... 06

I-7 Classification des algues marines ..... 06

I-7-1 Les algues vertes (Chlorophycées)..... 07

I-7-2 Les algues rouges (Rhodophycées)..... 09

I-7-3 Les algues brunes (Phéophycées)..... 09

I-7-4 Les algues bleues..... 12

I-8 Composition des algues marines..... 13

I-8-1 Protéines..... 13

I-8-2 lipides..... 13

I-8-3 Glucides..... 13

I-8-4 Riche en minéraux et oligo-éléments..... 13

I-8-5 Vitamines..... 14

I-8-6 Polysaccharides..... 14

I-9 L'intérêt des algues..... 14

I-9-1 Pharmaceutiques..... 14

I-9-2 Cosmétiques.....	14
I-9-3 Agriculture et élevage.....	15
I-9-4 Alimentation.....	15
I-9-5 Santé.....	16
I-10 Facteurs influençant la répartition des algues.....	16
I-11 Utilisation actuelle des algues en Algérie.....	16
I-11-1 Agriculture.....	16
I-11-2 Alimentation animale.....	17
I-11-3 Industrie.....	17
I-12 Synthèse générale des travaux de recherche sur les macro-algues en Algérie.....	17
<b>CHAPITRE II Les émulgels.....</b>	<b>19</b>
II-1 Les gels .....	19
II-2 Classification des gels.....	18
II-2-1 Gel physique.....	20
II-2-2 Les gels chimiques.....	20
II-3 Les émulsions .....	21
II-4 Les différents types d'émulsion .....	21
II-4-1 Mécanismes de déstabilisation des émulsions.....	22
II-4-2 La stabilisation des émulsions.....	24
II-5 Les tensio-actifs.....	25
II-6 Les émulgels .....	26
II-6-1 La formulation des émulgels.....	26
II-6-2 Les avantages et les inconvénients des émulgels .....	27
<b>Partie N°02 Partie expérimentale</b>	
<b>CHAPITRE III Matériels et méthodes .....</b>	<b>29</b>
III-1 Objectifs .....	29
III-2 Matériel .....	29
III-2-1 Appareillage.....	29
III-3 Méthodes.....	31
III-3-1 Matières premières utilisés.....	31
III-4 Récolte et identification .....	37
III-5 Traitement .....	39
III-6 L'extraction des algues brunes .....	39

III-7 L'extraction d'algue verte .....	41
III-8 La formulation .....	41
III-8-1 Préparation de gel .....	41
III-8-2 Préparation de l'émulsion .....	42
III-8-3 Incorporation de l'émulsion dans le gel de base .....	42
III-9 Les 4 formulations.....	43
III-10 Caractérisation de l'alginate .....	44
III-10-1 Test de solubilité.....	44
III-10-2 La spectroscopie infrarouge à transformée (FTIR).....	44
III-10-3 La spectroscopie UV-Visible.....	45
III-10-4 Taille des particules.....	45
III-10-5 Détermination du rendement.....	45
III-11 Caractérisation de la formulation.....	46
III-11-1 Mesure de pH.....	46
III-11-2 Détermination du sens d'émulsion.....	47
III-11-3 Test d'étalement.....	47
III-11-4 Le potentiel Zeta .....	47
III-11-5 Etude du comportement rhéologique.....	48
III-11-6 Evaluation de l'activité antibactérienne.....	49
<b>CHAPITRE V Résultats et discussions .....</b>	<b>53</b>
V-1 Objectifs .....	53
V-2 Caractérisation de l'alginate.....	53
V-2-1 Aspect macroscopique.....	53
V-2-2 Solubilité de la poudre d'alginate.....	54
V-2-3 Taille des particules.....	54
V-2-4 Détermination de rendement.....	55
V-2-5 La spectroscopie UV-Visible.....	56
V-2-6 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	56
V-3 Caractérisation des formulation.....	60
V-3-1 L'aspect macroscopique.....	60
V-3-2 Détermination de Ph.....	60
V-3-3 Test d'étalement.....	61
V-3-4 Détermination du sens des émulsions.....	62

V-3-5 Détermination du potentiel zêta.....	63
V-3-6 Etude du comportement rhéologique.....	65
V-4 Activité antibactérienne.....	69
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>75</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	



## *Dédicaces*

*J'ai le plaisir de dédier ce modeste travail :*

*A ceux qui donnent sans recevoir, se brûlent pour que leur fille voie la lumière du savoir, à ceux qui ont été toujours la source d'inspiration et de courage, à ceux qui tous les mots du monde ne suffisent pas pour leurs montrer mon amour ; à mes très chers parents, les prunelles de mes yeux.*

*A mes chers frères : Hichem et sa femme Roufeida ainsi que Abdelilah.*

*A ma chère sœur : Wassila ainsi que son marie Abdennour et mes petites nièces chahd et khadija.*

*A toute ma famille maternelle merci énormément pour leurs encouragements.*

*A mes deux copines qui sont toujours à côté de moi Nacima et ma binôme Lydia.*

*A tous ceux qui ont dit que je ne pouvais pas, je l'ai fait de mon mieux et au fond de mon cœur.*

*BERROUANE Hasna*





## *Dédicaces*

*J'ai le plaisir de dédier ce modeste travail :*

*A mes très chers parents, aucune dédicace ne saurait témoigner de mon Affection et de ma reconnaissance éternelle pour tous les efforts et les sacrifices que vous n'avez jamais cessé de consentir pour mon éducation, mes études et mon bien être. A travers ce modeste travail, j'espère que vous trouverez l'expression de mon Amour infini.*

*A mes chers frères : Rayan et Riyad.*

*A mes chères sœurs : Anaïs, Sirine ainsi que ma grande sœur Affaf son marie Djamel, mes petites nièces Eline et Razane et mon neveu Racim.*

*A l'ensemble de ma famille....*

*A mes deux copines qui sont toujours à côté de moi Hanane et ma binôme Hasna.*

*A tous ceux qui ont dit que je ne pouvais pas, je l'ai fait de mon mieux et au fond de mon cœur.*

*BOUAISSI Lydía*



## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1 :</b> La zonation des algues .....	4
<b>Figure 2 :</b> Quelques exemples de microalgues <i>Haematococcus</i> , <i>Staurastrum</i> et <i>Spirulina</i> ...	6
<b>Figure 3 :</b> Diverses espèces de macro-algues .....	6
<b>Figure 4 :</b> <i>Caulerpa racemosa</i> .....	7
<b>Figure 5 :</b> <i>Ulva lactuca</i> .....	7
<b>Figure 6 :</b> <i>Lomentaria articulatala</i> .....	9
<b>Figure 7 :</b> <i>Corallina elongata</i> .....	9
<b>Figure 8 :</b> <i>Cystoseira stricta</i> .....	10
<b>Figure 9 :</b> <i>Cystoseira spinosa</i> .....	10
<b>Figure 10 :</b> Structure de l'alginate .....	11
<b>Figure 11 :</b> Structure de laminarine .....	11
<b>Figure 12 :</b> Structure de fucoïdane .....	12
<b>Figure 13 :</b> <i>Peyssonnelia capensis</i> .....	13
<b>Figure 14 :</b> Distribution des algues selon l'intensité lumineuse .....	17
<b>Figure 15 :</b> Classification des gels .....	19
<b>Figure 16 :</b> Les différents types d'émulsion. a. émulsion direct, B. émulsion inverse, C. Émulsions a phase eau continue et D. émulsions Janus .....	22
<b>Figure 17 :</b> Les différents mécanismes de déstabilisation des émulsion simples .....	22
<b>Figure 18 :</b> Représentation schématique d'un émulsifiant .....	25
<b>Figure 19 :</b> Schéma général de formulation des émulgels .....	27
<b>Figure 20 :</b> Alginate pure.....	31
<b>Figure 21 :</b> Localisation géographique du site de l'échantillonnage .....	37

<b>Figure 22 :</b> La plage de Ain Tagourait (le site de prélèvement) .....	37
<b>Figure 23 :</b> <i>Ulva Lactuca</i> .....	38
<b>Figure 24 :</b> <i>Dictyota</i> .....	38
<b>Figure 25 :</b> <i>Cystoseira Elegans</i> . ....	38
<b>Figure 26 :</b> <i>Cystoseira Compressa</i> .....	38
<b>Figure 27 :</b> Séchage des 3 algues brunes.....	39
<b>Figure 28 :</b> Séchage de l'algue verte.....	39
<b>Figure 29 :</b> Schémas représente l'extraction des 3 espèces des algues brunes.....	40
<b>Figure 30 :</b> L'extraction d'algue verte ( <i>Ulva lactuca</i> ) .....	41
<b>Figure 31 :</b> Préparation de gel.....	42
<b>Figure 32 :</b> Phase huileuse.....	42
<b>Figure 33 :</b> Incorporation de l'émulsion dans le gel de base.....	43
<b>Figure 34 :</b> Diffusion dynamique de la lumière (DLS).....	47
<b>Figure 35 :</b> Le rhéomètre utilisé (photo originale) .....	48
<b>Figure 36 :</b> Aspect microscopique de la souche <i>Escherichia coli</i> .....	48
<b>Figure 37 :</b> Aspect microscopique de la souche <i>Pseudomonas aeruginosa</i> .....	49
<b>Figure 38 :</b> Aspect microscopique de la souche <i>Staphylococcus aureus</i> .....	49
<b>Figure 39 :</b> Aspect microscopique de la souche <i>Bacillus cereus</i> .....	50
<b>Figure 40 :</b> Solutions prêtes pour incubation.....	51
<b>Figure 41 :</b> Formulations prêtes pour incubation.....	51
<b>Figure 42 :</b> Les poudres d'alginate.....	52
<b>Figure 43 :</b> La solubilité de l'alginate dans les différents.....	53
<b>Figure 44 :</b> Spectre IR de l'alginate de sodium.....	56

<b>Figure 45</b> : Spectre IR de l'alginate extrait de <i>Dictyota</i> .....	56
<b>Figure 46</b> : Spectre IR de l'alginate extrait de <i>Cystoseira compressa</i> .....	57
<b>Figure 47</b> : Spectre IR de l'alginate extrait de <i>Cystoseira elegans</i> .....	57
<b>Figure 48</b> : Aspect macroscopique des émulsions formulés (EM1-EM4).....	59
<b>Figure 49</b> : Test d'étalement EM1( <i>Dictyota</i> ).....	60
<b>Figure 50</b> : Test d'étalement EM2 (Référence).....	60
<b>Figure 51</b> : Test d'étalement EM3 ( <i>Cystoseira elegans</i> ) .....	60
<b>Figure 52</b> : Test d'étalement EM4 ( <i>Cystoseira compressa</i> ) .....	61
<b>Figure 53</b> : Le sens avant la diffusion.....	62
<b>Figure 54</b> : Le sens après la diffusion.....	62
<b>Figure 55</b> : La courbe de viscoélasticité d'alginate de référence (G' et G'' en fonction de déformation) .....	64
<b>Figure 56</b> : La courbe de viscoélasticité de <i>Dictyota</i> (G' et G'' en fonction de déformation).64	
<b>Figure 57</b> : La courbe de viscoélasticité de <i>Cystoseira compressa</i> (G' et G'' en fonction de déformation) .....	65
<b>Figure 58</b> : La courbe de viscoélasticité de <i>Cystoseira elegans</i> (G' et G'' en fonction de déformation) .....	66
<b>Figure 59</b> : La superposition des 4 courbes des émulsions de viscoélasticité (G' en fonction de déformation) .....	66
<b>Figure 60</b> : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour les 4 formulations.....	67
<b>Figures 61</b> : Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre <i>Escherichia coli</i> .....	69
<b>Figures 62</b> : Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre <i>Pseudomonas aeruginosa</i> .....	69

<b>Figures 63</b> : Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre <i>Staphylococcus aureus</i> .....	70
<b>Figures 64</b> : Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre <i>Bacillus cereus</i> .....	70
<b>Figures 65</b> : Zone d'inhibition des émulsions contre <i>Escherichia coli</i> .....	71
<b>Figures 66</b> : Zone d'inhibition des émulsions contre <i>Staphylococcus aureus</i> .....	71
<b>Figures 67</b> : Zone d'inhibition des émulsions contre <i>Bacillus cereus</i> .....	71

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau III.1</b> : Liste du principal matériel.....	30
<b>Tableau III.2</b> : Les propriétés physico-chimiques de l'alginate.....	31
<b>Tableau III.3</b> : Les propriétés physico-chimiques de Carbopol.....	32
<b>Tableau III.4</b> : Les propriétés physico-chimiques de Carbonate de calcium.....	32
<b>Tableau III.5</b> : Les propriétés physico-chimiques de Glycérine.....	33
<b>Tableau III.6</b> : Les propriétés physico-chimiques de tween 80.....	34
<b>Tableau III.7</b> : Les propriétés physico-chimiques de Span 80.....	34
<b>Tableau III.8</b> : Les propriétés physico-chimiques d'huile d'olive.....	35
<b>Tableau III.9</b> : Les propriétés physico-chimiques de l'eau distillée.....	35
<b>Tableau III.10</b> : Les propriétés physique de fragrance.....	36
<b>Tableau III.11</b> : Les propriétés physico-chimiques d'acide chlorhydrique.....	36
<b>Tableau III.12</b> : Les propriétés physico-chimiques de carbonate de sodium.....	37
<b>Tableau III.13</b> : Les 4 formulations de l'émulgel.....	43
<b>Tableau V.1</b> : Les solubilités de l'alginate dans les différents solvants.....	53
<b>Tableau V.2</b> : Comparaison des teneurs en alginates des espèces étudiées par rapport aux principales alginophytes dans l'Algérie et le monde.....	54
<b>Tableau V.3</b> : L'identification des pics de FTIR d'alginate de sodium.....	55
<b>Tableau V.4</b> : Les résultats de pH pour les 4 formulations.....	60
<b>Tableau V.5</b> : Les résultats du test d'étalement exprimés en unité de surface.....	61
<b>Tableau V.6</b> : Potentiel zêta des 4 formulations.....	63
<b>Tableau V.7</b> : Evaluation de l'activité antibactérienne des extraits et des formulations...	68

## LISTES DES ABREVIATIONS

**BGA** : Blue -green algae

**PM** : Poids moléculaire

**pH** : Potentiel Hydrogène

**TEA** : Triéthanolamine

**TA** : Tensioactif

**FTIR** : La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

**UV-Vis** : La spectroscopie Ultraviolet-Visible

**A** : L'absorbance

**DLS** : Diffusion dynamique de la lumière

**MH** : Muller-Hinton

**$\lambda$  max** : Longueur d'onde optimale

**EM** : Emulgel

**PZ** : Potentiel zêta

# *Remerciements*

*Tout d'abord, nous remercions Allah pour la patience, la volonté, la force et la santé qu'il nous a donné afin de réaliser ce travail.*

*Nos chaleureux remerciements s'adressent à notre promotrice Pr. Hadj ziane Amel. Nous lui exprimons toute notre reconnaissance pour son encadrement, ses conseils, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer et sans qui, ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.*

*Nous remercions les membres du jury qui ont accepté d'évaluer notre travail.*

*Nous remercions aussi nos parents, pour leur soutien moral, leur disponibilité, leur compréhension et surtout leurs encouragements quotidiens : « Un grand merci ».*

*Que Pr Boutekrabt Lynda, Directrice de l'ENSSMAL trouve l'expression de notre profonde gratitude pour nous avoir accueilli au sein de l'école pour la réalisation de l'identification des espèces. Merci énormément aussi au Pr Lourguioui.*

*Merci également à Mme Laribi et Mme Rebiha pour leur aide précieuse et les orientations qu'elles n'ont cessé de prodiguer pour la réalisation de ce travail.*

*Nous remercions sincèrement notre doctorante Bouchekhou Zahra pour son soutien et ses encouragements en tout temps : « Un grand merci Zahra ».*

*Enfin, nous remercions toute personne qui a, à des degrés divers, contribué sur le plan intellectuel, technique, moral à l'achèvement de ce travail.*

## ملخص

يتمثل عملنا في تمييز بعض أنواع النباتات البحرية عن طريق استخراج ألجينات الصوديوم، وهي مادة خام تستخدم على نطاق واسع في صناعة الأدوية. كشفت دراسة تحديد الهوية عن ثلاثة أنواع هي سيستوسيرا إlijانس، سيستوسيرا كومبريسا، ديكتيوتا وهي طحالب بحرية بنية من الساحل الجزائري أظهرت الألجينات المستخرجة عن طريق النقع خصائص فيزيائية وكيميائية وطيفية مشابهة للألجينات التجارية، من بين أمور أخرى الذوبان، الانتشار، اللون، أقصى امتصاص في الأشعة فوق البنفسجية والمجموعات الوظيفية بواسطة فتيير

أدت صياغة المستحلبات لإدارة الجلد على أساس مادتين خامتين، الجينات والهيدرات المستخرجة من طحالب أولفا لاكتوكا الخضراء، إلى ظهور منتجات مماثلة إما مع الجينات المستخرجة أو التجارية. كشفت الدراسة الريولوجية عن سلوك نيوتوني، وملمس واستقرار لمدة شهر واحد تؤكد قياسات إمكانات زيتا. أثبتت الجينات نشاطا مضادا للبكتيريا على سلالات معينة، مما يعطي التركيبات طابعا مطهرا، مما يشير إلى أنها عنصر نشط وسواغ

## الكلمات المفتاحية

ألجينات، طحالب بنية، سيستوسيرا إlijانس، سيستوسيرا كومبريسا، ديكتيوتا، طحالب خضراء، أولفا لاكتوكا، هيدرولات، إمولجيل، مضاد للجراثيم

## Abstract

Our work involves the valorization of a number of marine plant species through the extraction of sodium alginate, a raw material widely used in the pharmaceutical industry. The identification study revealed three species, namely *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa* and *Dictyota*, which are brown marine algae from the Algerian coast. Alginates extracted by maceration showed similar physico-chemical and spectroscopic characteristics to commercial alginate, including solubility, spreadability, color, UV absorption maxima and functional groups by FTIR.

The formulation of emulgels for cutaneous administration based on two raw materials, alginate and hydrolate extracted from *Ulva lactuca* green algae, gave rise to similar products with either extracted or commercial alginate. The rheological study revealed Newtonian behavior, texture and stability for one month, confirmed by zeta potential measurements. Alginates showed antibacterial activity on certain strains, giving the formulations an antiseptic character, suggesting that it is both active ingredient and excipient.

## Keywords

Alginate, brown algae, *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa*, *Dictyota*, green algae, *Ulva lactuca*, hydrolat, emulgel, antibacterial

## Résumé

Notre travail consiste en la valorisation de quelques espèces végétales marines par extraction de l'alginate de sodium, matière première très utilisée dans l'industrie pharmaceutique. L'étude d'identification a révélé trois espèces à savoir *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa*, *Dictyota* qui sont des algues marines brunes de la côte Algérienne. Les alginates extraits par macération ont présenté des caractéristiques physico-chimiques et spectroscopiques similaires à l'alginate commercial entre autres la solubilité, l'étalement, la

couleur, maximums d'absorption dans l'UV et les groupements fonctionnels par FTIR  
La formulation des émulsions pour administration cutanée à base de deux matières premières l'alginate et l'hydrolat extrait des algues vertes *Ulva lactuca* a donné lieu à des produits similaires soit avec l'alginate extrait ou celui commercial. L'étude rhéologique a révélé un comportement Newtonien, une texture et une stabilité durant un mois confirmée par les mesures du potentiel zêta. Les alginates ont prouvé une activité antibactérienne sur certaines souches, ce qui confère aux formulations un caractère antiseptique, ce qui suggère qu'il est à la fois principe actif et excipient.

### **Mots clés**

Alginate, algues brunes, *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa*, *Dictyota*, algues vertes, *Ulva lactuca*, hydrolat, émulsion, antibactérien

## Introduction générale

Notre pays jouit de richesses naturelles de diverses origines, animale, végétale et marine mais la plupart des industries importent leurs matières premières de l'étranger entre autres l'industrie pharmaceutique qui utilise à plus de 90% des matières premières qui proviennent de l'Inde, la Jordanie et d'autres pays du monde.

L'Algérie est un pays présentant une face maritime s'étalant sur 1200 Km, les mers et océans cachent en leurs seins des richesses végétales et animales.

Dans le souci de répondre aux exigences économiques du pays afin de réduire les importations, il est temps pour les chercheurs et scientifiques de fouiner dans la nature terrestre ou marine afin de découvrir des matières qui peuvent avoir des intérêts thérapeutiques en tant qu'excipients ou principes actifs.

- ❖ Dans cet axe précis s'inscrit notre problématique qui consiste en la valorisation des algues brunes et vertes comme matières premières dans l'industrie pharmaceutique.

L'alginate est le composé majoritaire des algues brunes, c'est un polysaccharide très indispensable pour plusieurs industries telles que l'alimentaire, cosmétique, pharmaceutique et autres pour ses propriétés physico-chimiques et thérapeutiques particulièrement son pouvoir gélifiant. Toutes les entreprises pharmaceutiques importent l'alginate qui est une matière première indispensable pour les formes semi-solides principalement.

En effet, la valorisation de la biomasse algale est considérée parmi les programmes internationaux les plus intéressants dans l'exploitation du milieu marin. En outre, elle est devenue une application de routine dans certains pays en tant que compléments alimentaires pour les animaux tels que l'algue verte *Ulva lactuca* qui s'avère très intéressante pour les ruminants [1,2]. Certains chercheurs ont affirmé qu'il s'agit d'un substrat de qualité moyenne pour les chèvres avec une haute teneur en protéines [3] et ont estimé que les algues *Laminaria digitata* et *Laminaria hyperborea* peuvent être utilisées comme source alternative dans l'alimentation des petits ruminants sous certaines conditions [4]. Ils ont même conclu que les algues *Ruppia maritima* et *Chaetomorpha linum*, peuvent être utilisées comme aliment de remplacement pour les agneaux, particulièrement en période de sécheresse [5] et ont suggéré l'incorporation de la Kelp à un certain seuil comme complément alimentaire non conventionnel.

Enfin les algues constituent aujourd'hui un enjeu majeur dans le développement économique. Les principales substances extraites sont les polysaccharides de la famille des agars, des carraghénanes et des alginates dont les propriétés physicochimiques, gélifiantes ou stabilisantes intéressent de nombreux secteurs industriels. Les domaines agroalimentaires, cosmétiques, pharmaceutiques ou textiles en ont valorisé près de 8 millions de tonnes en 2003 et ce chiffre ne cesse de croître jusqu'à nos jours.

Notre mémoire est composé de trois parties :

- Une recherche bibliographique résumée dans le premier chapitre qui se divise lui-même en deux parties comprenant des généralités sur les algues et plus distinctivement l'algue vertes et brune et le deuxième chapitre sur les émulsifs.
- Dans la deuxième partie, nous exposons le matériel et les méthodes utilisées.
- La troisième partie relate l'interprétation et la discussion des résultats obtenus

Enfin, ce mémoire sera achevé par une conclusion générale qui regroupe les résultats clés auxquels cette étude a pu aboutir avec des perspectives et recommandations pour la continuité dans cet axe fort intéressant.

## **I-1 Historique**

Selon les dernières données scientifiques, les algues ont été découvertes il y a plus de 3,5 milliards d'années depuis que la vie est apparue sur Terre, formant en fait même, l'un des premiers maillons de la chaîne alimentaire [6]. Des fragments retrouvés dans la tombe de Kiong-Ju en Corée du Sud Chrysobiontes de type Hizikia et Wakame, dans des restes de poussière fossile Datant de 10 000 ans, suggérant que ces plantes ont été utilisées pour la première fois comme nourriture. Les communautés asiatiques cultivaient des plantes marines depuis des milliers d'années [7].

Les Vikings emportaient toujours des algues lors de leurs folles épopées. Les guerriers celtes et romains utilisaient la dulse. On en retrouve dans les tombeaux des empereurs. Les Japonais les utilisent depuis au moins 10000 ans. Au XVIIe siècle la Hongrie et l'Autriche utilisaient l'algenbrott, sorte de pain aux algues pour lutter contre le goitre [8]. La reprise de l'industrie des algues se fait à la suite de découverte de l'iode dans ces végétaux par Courtois en 1912. Elle durera jusqu'en 1955. Durant toute la deuxième moitié du XXème siècle, l'industrie des algues a pour principaux débouchés les alginates et les carraghénanes [9]. Les algues ont constitué durant des siècles une source d'alimentation des populations côtières. Elles sont devenues récemment plus populaires en Europe, notamment grâce au développement de gastronomie japonaise [10].

## **I-2 Définition des algues marines**

Les algues sont des espèces végétales aquatiques primitives qui vivent naturellement dans nos plans d'eau. Ces organismes sont, contrairement aux plantes aquatiques, dépourvus de véritables feuilles, tiges et racines. La majorité des algues ne contiennent pas de corps et glissent entre les doigts lorsqu'on tente de les prendre [11]. Les algues sont des organismes photosynthétiques que l'on retrouve dans les milieux aquatiques d'eau douce ou marine, ainsi que dans de nombreux milieux terrestres. Elles comprennent 20 000 à 30 000 espèces dans le monde, soit 18% du règne végétal [12].

### I-3 Habitat et écologie des algues

Les algues sont des organismes végétaux qui s'accrochent souvent aux rochers ou à d'autres substrats durs dans les zones côtières. Elles sont très peu exigeantes, il leur suffit de la lumière et de l'eau pour se développer.

Les algues rouges et brunes se trouvent dans les milieux marins, tandis que les algues vertes se trouvent également dans les eaux douces (rivières et lacs) et même dans les rochers, les murs et l'écorce des arbres dans les endroits humides [13].

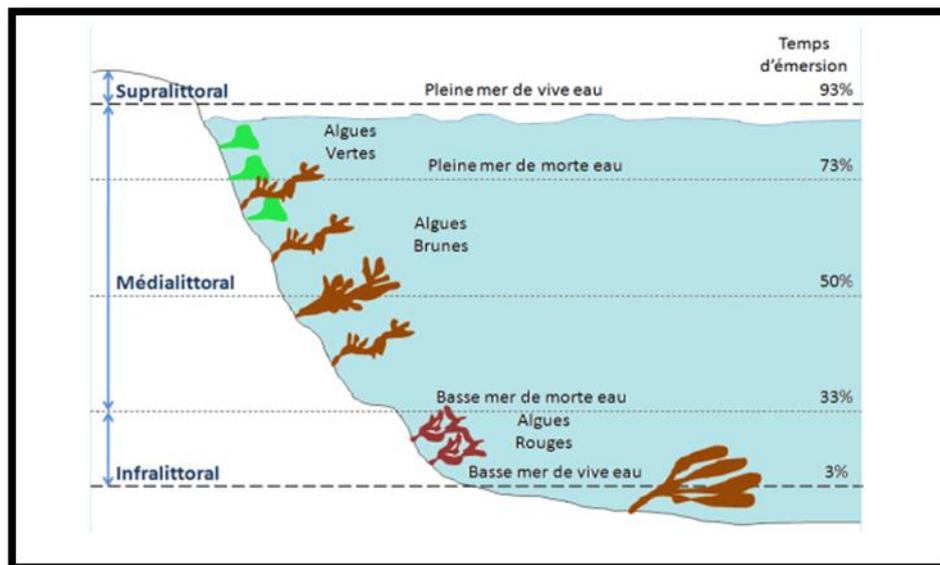


Figure 1 : Les différentes zones des algues [14]

### I-4 Production mondiale des algues

La production mondiale des algues est segmentée sur la base du type, de la source, de la forme, de l'application et de la région. En fonction du type, le marché des algues est divisé en *Spiruline*, *Chlorella*, *Astaxanthine*, *bêta-carotène* et *hydrocolloïdes*.

En fonction de la source, la production mondiale d'algues est classée en algues brunes, algues rouges et algues vertes. En fonction de la région, elles sont classées dans le monde entier en Amérique du Nord, l'Europe, l'Asie-Pacifique et la région LAMEA [15].

L'espace total utilisé pour la culture de *Porphyra* dans l'ensemble du Japon est estimé à environ 200 hectares. Chaque année, environ 4000-5000 tonnes d'algues (poids sec) sont produits et cela crée une hausse des revenus par rapport à d'autres produits marins, y

compris l'huile de poisson de revenus par rapport à d'autres produits marins comme le poisson et la baleine.

La culture des d'algues ressemble davantage à une plante cultivée, ce qui entraîne l'évolution d'une forte culture économique. Dans de nombreux pays, des usines sont établies pour transformer d'algues en aliments pour bétail appropriés [16]. La consommation de produits sains et de produits et de compléments alimentaires, due à l'évolution du mode de vie de la population, a changé la perspective des gens. Le taux de croissance annuel du marché des produits à base d'algues devrait augmenter de 4,2 % entre 2018 et 2025 en raison de la forte demande de produits naturels. Les acteurs du marché déploient des efforts proactifs pour formuler des produits comestibles à base d'algues afin de répondre à la demande de qualité, la texture et la demande nutritionnelle des consommateurs [15].

## **I-5 Reproduction des algues**

Dans de nombreux cas, la reproduction des algues se produit en multiplication végétative. C'est une forme de reproduction sexuée consistant en la division cellulaire isolée (dans le cas des algues bleues), soit en une fragmentation de thalle aboutissant à la formation de plusieurs organismes identiques. Il est généralement formé par des cellules spécialisées : spores. Les algues eucaryotes peuvent aussi se reproduire au cours de laquelle l'union de deux cellules reproductrices, ou gamètes, produit un œuf, ou zygote. La reproduction des algues se déroule ainsi selon une alternance de phases de reproduction asexuée assurée par les thalles (*sporophytes*), et de phases de reproduction sexuée, assurée par des thalles producteurs de gamètes (*gamétophytes*) [12].

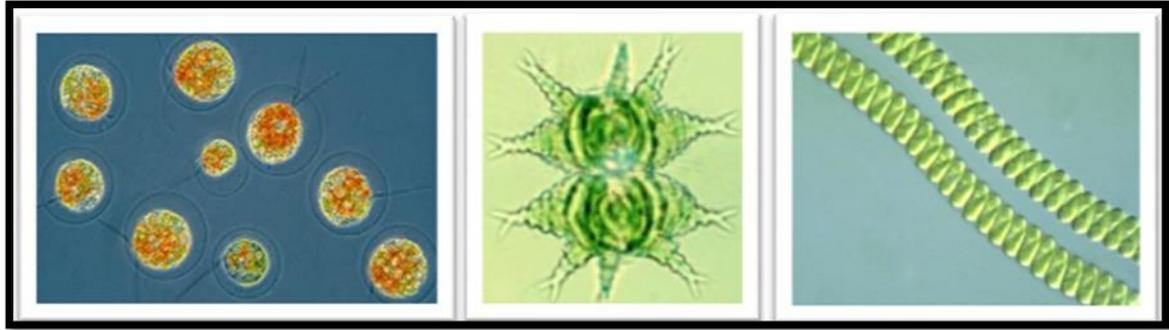
## **I-6 Les deux grands groupes d'algues**

Les algues se subdivisent en deux grands groupes à savoir : les micro-algues et les macro-algues.

### **I-6-1 Les micro-algues**

Les microalgues sont définies comme étant des organismes unicellulaires ou pluricellulaires, soit des eucaryotes ou des procaryotes. Elles sont regroupées dans la sous-classe des cyanobactéries. Cette famille contient 47 000 espèces. Ce sont des microorganismes aquatiques microscopiques [17], qui présentent une taille de l'ordre du micromètre. Elles se présentent sous différentes formes : sphériques (le plus souvent)

(*Haematococcus*), spirale (*Spirulina*) et même d'étoile (*Staurastrum*) [18]. Elles sont souvent connues sous la dénomination de « *phytoplankton* » [19].



**Figure 2** : Quelques exemples de microalgues *Haematococcus*, *Staurastrum* et *Spirulina* [20]

### **I-6-2 Les macro-algues**

En général, les macro-algues regroupent quatre groupes principaux que l'on retrouve sous différentes couleurs. Chaque groupe contient des catégories, qui elles-mêmes contiennent des centaines d'espèces [12].



**Figure 3** : Diverses espèces de macro-algues [21]

### **I-7 Classification des algues**

Il existe trois grandes classifications d'algues :

- Les chlorophycées sont des algues vertes qui contiennent les pigments chlorophylle a et b. (c'est-à-dire *Chlamydomonas*, *Spirogyra* et *Chara*).
- Les Phéophycées sont des algues brunes, elles sont principalement présentes en milieu marin. Elles contiennent des pigments tels que la chlorophylle A, C, les caroténoïdes et la xanthophylle (par exemple *Dictyota*, *Laminaria* et *Sargassum*).

- Les Rhodophycées sont des algues rouges qui contiennent un pigment rouge, la r-phycoérythrine (*Porphyra*, *Gracilaria* et *Gelidium*).
- Le quatrième type d'algues est l'algue bleu-vert (Cyanobactéries) BGA qui est parfois traitée comme une algue. On trouve souvent ce type d'algues dans les aquariums domestiques, où elles recouvrent toutes les surfaces en peu de temps ; elles sont appelées algues gluantes ou algues maculées [22].

### I-7-1 Les algues vertes : Chlorophycées

Comme leur nom l'indique, les chlorophycées sont en principe des algues de couleur verte, celle-ci étant due à la nature de l'équipement pigmentaire contenu dans leurs chloroplastes. Cette couleur verte est quelque fois masquée par la présence des pigments de type carotène. C'est ainsi que quelques chlorophycées présentent une couleur rouge. Sous l'effet d'une forte insolation, d'autres peuvent devenir jaunâtres [23].

Elles sont de formes très variées, uni-ou pluricellulaires. Leurs plastes sont colorés en vert par les chlorophylles a et b, auxquelles sont associés des carotènes et des xanthophylles. La photosynthèse permet la formation d'amidon, comme pour les plantes supérieures. La plupart des algues vertes vivent en eau douce ou en milieux marins, mais certaines espèces peuvent également se développer sur terre. Elles jouent un rôle important dans l'oxygénation des eaux, favorisant ainsi la vie animale [24]. Les algues vertes sont Constituées de :



Figure 4 : *Caulerpa racemosa* [23]



Figure 5 : *Ulva lactuca* [23]

### ➤ **Les lipides et acide gras**

Les lipides ne représentent que 1-5% de la matière sèche chez les algues. Ces dernières sont riches en acides gras polyinsaturés particulièrement les oméga 3 et oméga 6 qui jouent un rôle important dans la prévention des maladies cardio-vasculaires, l'arthrose et le diabète [25].

### ➤ **Les polysaccharides**

Les polysaccharides matriciels des algues vertes marines ont été considérés comme des hétéropolysaccharides ramifiés sulfatés. Ils ont été divisés en trois principaux groupes :

- ✓ Les xyloarabino galactanes sulfatés
- ✓ Les glucuronoxylorhamnanes sulfatés
- ✓ Les glucuronoxylorhamnogalactanes sulfatés et les rhamnogalactogalacturonanes (ulvales) [25].

### ➤ **Les vitamines et les minéraux**

Les algues sont très riches en minéraux essentiels et en oligo-éléments tels que le calcium, le sodium, le potassium et le magnésium. La plupart de ces minéraux sont très abondants dans les algues comparativement à leur teneur dans les autres aliments [26].

### ➤ **Les pigments et les composés photosynthétiques**

Sont des composés bioactifs qui sont capables de capter l'énergie solaire. La couleur des algues est due à la présence ou absence de pigments. La couleur verte est due aux pigments chlorophylliens représentés par quatre types de chlorophylles qui diffèrent par de légères modifications structurales [26].

### ➤ **L'eau**

Les algues sont généralement constituées à 90% d'eau, localisée dans la vacuole de la cellule, ainsi que dans le cytoplasme et la paroi cellulaire. Il a été rapporté qu'*Ulva rigida* (algues vertes) contiennent entre 76% et 83,56% d'eau. Cette valeur est variable en fonction des nutriments présents dans le milieu. Une diminution de la teneur en eau a été enregistrée en présence d'une source de carbone, alors que l'ajout de nitrate dans le milieu l'augmente considérablement [26].

### ➤ Les cendres

Les teneurs en cendres dans les algues sont plus élevées que dans les plantes terrestres. La teneur en cendre chez *Ulva rigida* (algue verte) change d'une étude à une autre et varie entre 11 et 35%. Ces valeurs montrent des différences significatives selon l'habitat et le milieu [26].

### ➤ Les fibres

Les algues constituent des sources importantes de fibres (33 à 61 %) qui facilitent le transit intestinal. Leur structure est variée et originale différente des fibres des végétaux terrestres, la fraction de fibres solubles, constituée selon l'espèce d'*agar-agar*, de carraghénane, de xylane, d'alginate, de furane, de laminarine et d'Ulvan, offre un intérêt particulier lié à la nature chimique originale des monomères constitutifs [25].

## I-7-2 Les algues rouges : Rhodophycées

Les rhodophytes ou algues rouges forment un groupe très diversifié. Elles se définissent par un ensemble de caractères communs : caractères cytologiques (structure des plastes) et biochimiques tel que la présence de chlorophylle a seule, masquée par des pigments surnuméraires qui sont la phycoérythrine et la phycocyanine et la présence d'un amidon extraplastidial particulier appelé amidon floridéen ou rhodamylon [23].

Ces algues doivent leur couleur à la présence de plastes roses dans lesquels un pigment rouge, la phycoérythrine est associée à plusieurs autres pigments dont les chlorophylles. La plupart de ces algues rouges sont pluricellulaires et marines, vivent et se développent en grande profondeur, allant de simples filaments microscopiques à des lames épaisses pouvant atteindre 1 m de long, mais il existe quelques formes unicellulaires et quelques-unes vivent également en eau douce [25]. Elles se distinguent généralement par leur cycle de reproduction particulièrement complexe [24].



Figure 6 : *Lomentaria articulata* [23]



Figure 7 : *Corallina elongata* [23]

### I-7-3 Les algues brunes : Phéophycées

Les algues brunes sont à quelques rares exceptions des organismes purement marins et sont très largement distribuées à la surface du globe [23,24]. La couleur brune de ces algues résulte de la dominance du pigment xanthophylle, la fucoxanthine, qui masque les autres pigments chlorophylle a et c, ainsi que le bêta-carotène [24,28]. Toutes possèdent une structure pluricellulaire, mais leurs dimensions varient depuis les éléments microscopiques jusqu'aux très grands spécimens [24]. Les différents polysaccharides des algues brunes sont :



**Figure 8 :** *Cystoseira stricta* [23]



**Figure 9 :** *Cystoseira spinosa* [23]

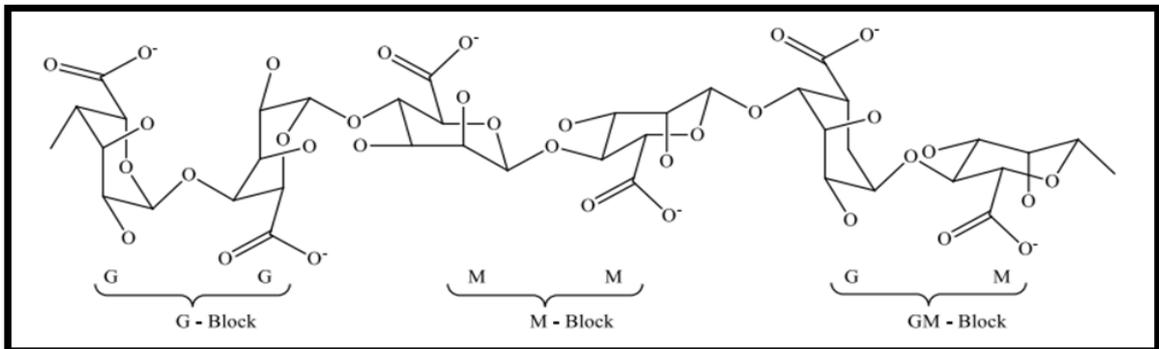
#### I-7-3-1 Alginates

Les alginates sont des hétéropolysaccharides linéaires composés d'acide  $\beta$ -D-manuronique (M) et d'acide  $\alpha$ -L-guluronique (G) (**Figure 10**). Ces deux monomères sont liés dans une configuration 1 $\rightarrow$ 4 et disposés en blocs homogènes MM, GG ou alternativement MG.

La proportion de ces trois types de blocs est responsable des propriétés physiques des alginates : les alginates à forte proportion de blocs M ont une viscosité plus élevée, tandis que les alginates à forte proportion de blocs G ont de meilleures propriétés gélifiantes.

Les alginates sont obtenus à partir des parois cellulaires de diverses algues brunes qui poussent dans les mers froides, telles que *Microcystis*, *Laminaria* et *Ascophyllum sp.* En outre, les alginates peuvent être présents sous forme d'acide alginique ou de son sel, qui représentent environ 40 % de la matière sèche de la biomasse des algues.

En raison de leurs propriétés, les alginates sont largement utilisés par l'industrie alimentaire comme stabilisateurs, émulsifiants ou épaississants, ainsi que par les industries cosmétique et pharmaceutique [29].



**Figure 10** : Structure de l'alginate [29]

### I-7-3-2 Laminarine

La laminarine est un polysaccharide linéaire hydrosoluble composé de  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 3) et de  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 6) glucanes dans un rapport 3 :1 (**Figure 11**). Le poids moléculaire (PM) de la laminarine est d'environ 5 kDa en fonction du degré de polymérisation. En outre, en fonction du type de sucre à l'extrémité réductrice, il existe des chaînes M avec des 1-O terminaux, il existe des chaînes M avec du D-mannitol terminal 1-O-substitué, et des chaînes G avec du glucose. La laminarine est principalement isolée à partir des espèces d'algues brunes *Laminaria* et *Alaria*. En fonction du type d'algue et la saison de récolte, ainsi que les conditions environnementales telles que la température de la mer, la salinité, les courants marins, la profondeur et la disponibilité de l'eau de mer, les courants marins, la profondeur et la disponibilité des nutriments, la laminarine représente environ 22 à 49 % de la matière sèche des algues.

En plus de contribuer à l'apport en fibres alimentaires, des études ont montré que la laminarine et les produits de son hydrolyse enzymatique sont des éléments essentiels de l'alimentation inhibent la production de cellules de mélanome et de cancer de la colonne. Et présentent également des effets anti-métastatiques, ce qui les rend potentiellement utiles dans le traitement du cancer [29].

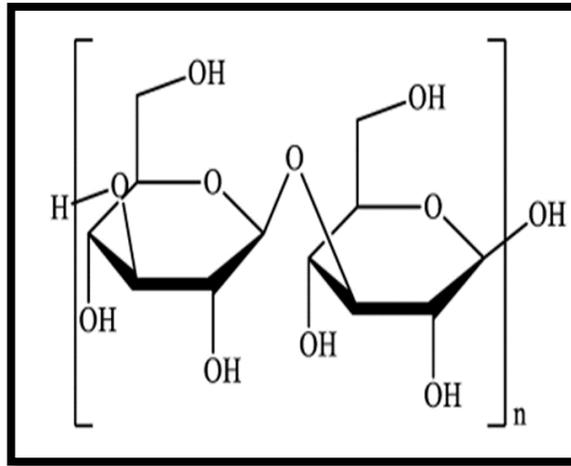


Figure 11 : Structure de laminarine [29]

### I-7-3-3 Fucoïdane

Le fucoïdane est un polysaccharide sulfaté présent dans le tissu fibrillaire de la paroi cellulaire et de l'espace intercellulaire des algues brunes. Il se compose principalement de fucose. Il contient également d'autres monosaccharides, dont le galactose, le glucose, le mannose, la xylose, le rhamnose et les acides uroniques, dont les teneurs varient en fonction des espèces d'algues et de leur composition. Dont les teneurs varient en fonction de l'espèce d'algue et de la saison. La masse molaire relative moyenne du fucoïdane varie de 7 kDa à 2300 kDa. Il représente des effets positifs tels qu'antioxydants, anti-inflammatoires et antitumoraux. Les activités biologiques du fucoïdane sont étroitement liées à ses propriétés physicochimiques telles que la masse molaire, les types et les ratios des monosaccharides constitutifs, les caractéristiques de la structure de l'organisme et les caractéristiques de la structure de l'organisme [29].

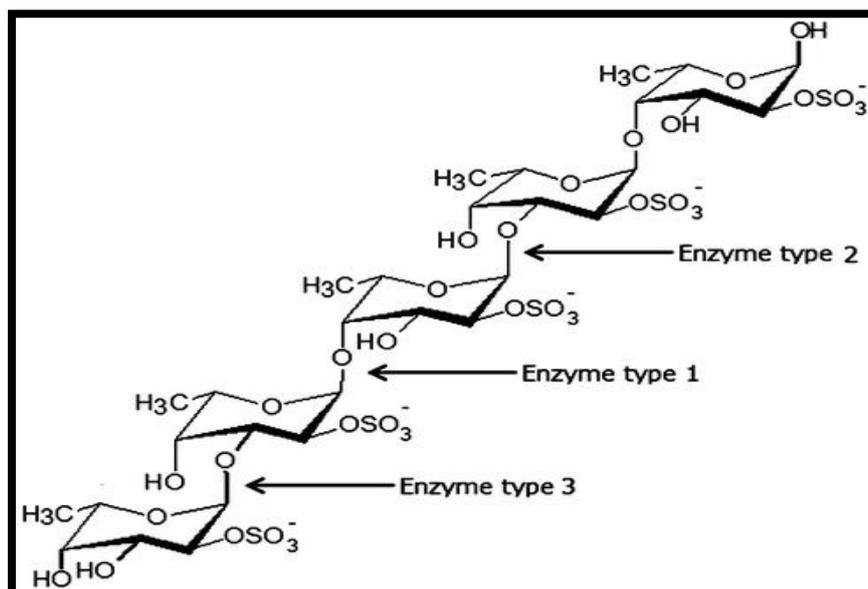


Figure 12 : Structure de fucoïdane [29]

#### **I-7-4 Les algues bleues : Cyanobactéries**

Les cyanobactéries ou les algues bleues sont constituées des colonies de taille, de forme et de couleur très variables. Comme les algues rouges, elles possèdent des pigments surnuméraires bleus (Phycocyanines) et rouges (Phycoérythrines) qui masquent la chlorophylle a. 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 [24].



**Figure 13 :** *Peyssonnelia capensis* [23]

#### **I-8 Composition des algues marines**

Les algues ont la propriété d'adsorber les micropolluants grâce à la concentration de polysaccharides présents dans leurs parois [30]. Les algues sont une source importante de fibres (33% à 61%) et ont une variété de structures primitives qui diffèrent de celles des plantes terrestres [31]. Généralement, les algues sont constituées à 80 % d'eau. Une fois séchées, elles n'en contiennent que 10 à 20 %, composées de 80 à 90 % de glucides, de protéines, de minéraux, de vitamines et d'une très faible quantité de matières grasses, soit environ 1 à 2 % [30].

**I-8-1 Protéines :** La teneur en protéines varie selon la variété, la saison et d'autres facteurs (environ 4 % à 44 %). Il s'agit d'espèces riches en protéines telles que certains types d'algues, *Enteromorpha*, *Ulva* et *Spirulina* [30].

**I-8-2 Lipide** : Les algues sont très faibles. La plupart des acides gras insaturés. Le principal acide gras est l'acide oléique [30].

**I-8-3 Glucides** : Les principaux sucres des algues sont le mannitol dans la classe des *Fucus* et le sorbitol dans la classe des Rhodophycées. Le mannitol se trouve sous forme de poudre blanche à la surface d'espèces telles que le varech. C'est un stimulant du foie avec un léger effet laxatif. Le sorbitol est un sucre très sucré utilisé dans l'alimentation, notamment chez les diabétiques [30].

**I-8-4 Riche en minéraux et oligo-éléments** : argon, aluminium, chlore, iode, phosphore, plomb, etc. [30].

**I-8-5 Vitamines** : On trouve des vitamines : B1, B2, B3, B6, C, E, F, K, et de la vitamine B12 (dont les algues sont les seules plantes qui en contiennent, car c'est une source animale de vitamine) [30].

**I-8-6 Polysaccharides** : Ce sont des glucides de type amidon et cellulose [30].

## **I-9 Intérêts des algues**

### **I-9-1 Pharmaceutique**

Les algues marines, une source importante de métabolites bioactifs, jouent un rôle clé dans le domaine du développement des médicaments au sein de l'industrie pharmaceutique. De nombreuses études ont été menées sur les composés bioactifs à base d'algues provenant d'*Arthrospira (Spirulina)*, de *Dunaliella salina*, de *Botryococcus braunii*, de *Chlorella vulgaris*, de *Nostoc* et de *H. pluvialis* et présentant une activité antimicrobienne, anticoagulante, antivirale, antifongique, anti enzymatique, anti-inflammatoire, antioxydante et antitumorale élevée [32-36]. Les algues ont produit des anticorps humains et des médicaments thérapeutiques humains tels que des facteurs de croissance endothéliaux vasculaires humains pour traiter les patients atteints d'emphysème pulmonaire. *Chlamydomonas reinhardtii*, l'algue verte modèle, produit de nombreuses protéines thérapeutiques pour l'Homme et les animaux, y compris des anticorps humains complets [37]. La production de composés bioactifs par les algues vertes est un atout pour la recherche pharmaceutique [38-42]. La biomasse de *Nostoc* est utilisée comme un complément alimentaire riche en protéines, lipides et acides gras. La valeur clinique de ces microalgues a été établie grâce à son application dans la guérison de la fistule et de certains types de cancer [43].

## **I-9-2 Cosmétiques**

Les sont les organismes potentiels jouant un rôle clé dans le courant recherche et développement, produisant de nouveaux actifs biochimiques composés [44]. Les extraits d'algues sont principalement utilisés sur le visage et la peau produits de soin, crème anti-âge, crème régénérante pour la peau, émoullient produits, produits anti-irritants, crème de protection solaire et soins capillaires produits [45]. Des extraits d'algues ont déjà été utilisés comme sources de cosméceutiques. Extractions de caroténoïdes et d'astaxanthine d'origine marine les espèces d'algues ont reçu plus d'attention à des fins cosméceutiques.

Les caroténoïdes et l'astaxanthine extraits d'algues marines ont été explorés à des fins cosméceutiques [46]. Extrait d'algues brunes (contenant fractions de fucoïdane) sont applicables en cosmétologie sous forme de fibroblastes activateurs de prolifération dans les traitements à visée esthétique, par exemple, dans les traitements antirides ou dans la prévention du vieillissement cutané sans contrefaçon de brevet [47]. L'extrait méthanoïque de *Corallina pilulifera* a montré une forte activité antioxydante et a montré un effet protecteur sur stress oxydatif induit par l'ultraviolet A du fibroblaste dermique humain cellule. Les résultats obtenus suggèrent que l'extrait de macro-algues peut être une source potentielle de composés anti-photo vieillissement naturels [48].

## **I-9-3 Agriculture et élevage**

Les extraits d'algues ont plusieurs applications dans le domaine de l'agriculture telles que comme engrais, biostimulants végétaux ou bio régulateurs de la croissance des plantes. Les régulateurs de croissance des plantes sont différents des engrais car ils modifient division cellulaire, élongation des racines et des pousses, floraison et autres métaboliques fonctions, alors que les engrais ne fournissent que les nutriments essentiels à la croissance des plantes [49]. La cytokinine est la croissance végétale la plus importante régulatrice dans les algues. Cependant, les oligo-éléments extraits des algues jouer un rôle majeur dans la nutrition et la physiologie, agissant comme enzyme activateurs [50].

Les extraits d'algues peuvent être potentiellement exploités comme additifs alimentaires [51]. En raison de leurs performances en matière de croissance et de réduction des pathogènes [52].

#### **I-9-4 Alimentation**

La demande mondiale d'aliments nutritionnels, outre les valeurs traditionnelles et nutritionnelles, mais aussi d'utiliser les aliments pour leurs valeurs fonctionnelles. Les algues marines contribuent à une alimentation équilibrée, en fournissant des fibres, des protéines, des minéraux, vitamines et des glucides à faible teneur en graisses [53]. Le trait marquant de là de la chlorelle est la présence de protéines et de vitamines riches (protéine unicellulaire). Elles contiennent des vitamines C, de la provitamine A, de la riboflavine, de la thiamine, de la pyridoxine, de la niacine, de l'acide pantothénique, de l'acide folique, et de l'acide p-aminobenzoïque. Elles possèdent tous les acides aminés essentiels qui conviennent aussi bien aux êtres humains qu'aux animaux [54].

#### **I-9-5 Santé**

Des extraits aqueux de *Gracilaria corticata* et de *Sargassum oligocystum* inhibent la prolifération cellulaire dans les lignées cellulaires de leucémie humaine. De même, des extraits à l'éthanol. Les glycoprotéines de *Laminaria Japonica* et le fucoïdane de *Sargassum*, *Ecklonia cava* et *Costaria costata* ont montré des effets anticancéreux sur les cellules cancéreuses du côlon humain. Les hétérofucanes extraits de sargasses présentent des propriétés antiprolifératives contre les cellules cancéreuses du col de l'utérus, prostate et foie. La BGA a également confirmé l'effet anticancéreux des glycoprotéines recombinantes extraites de la spiruline, en particulier la lectine de *Microcystis viridis* et la *cryptophyllum*. L'algue rouge *Laurencia viridis* est une source importante de métabolites secondaires dérivés du squalène. Trois triterpènes bromés dérivés du squalène, la déhydrothyroxine et l'isodéhydrothyroxine [54].

#### **I-10 Facteur influençant la répartition des algues**

Les algues sont associées à la présence de l'eau et peuvent donc s'installer dans tous les types d'habitats suffisamment humide et éclairé. On les trouve en eau douce, en mer, sur sol humide et même sous la neige. Les algues étant photosynthétiques, elles dépendent de la présence de la lumière. De plus, les algues doivent être fixées au substrat. Par conséquent, la texture, le degré de cohésion et la nature chimique du substrat ont une importance pour la répartition spatiale des espèces [55].

## I-11 Utilisation actuelle des algues en Algérie

### I-11-1 Agriculture

Les agriculteurs des régions de Cherchell et de Damous utilisent depuis longtemps les algues décomposées comme engrais vert pour modifier la texture du sol et améliorer la structure du sol sablonneuse généralement. Une autre utilisation à petite échelle est la protection des pommes de terre contre les algues. Les agriculteurs creusent des tranchées pour conserver les pommes de terre en les recouvrant d'algues avant de les mettre dans le sol. Il semble que le sel contenu dans les algues améliore la protection [57].

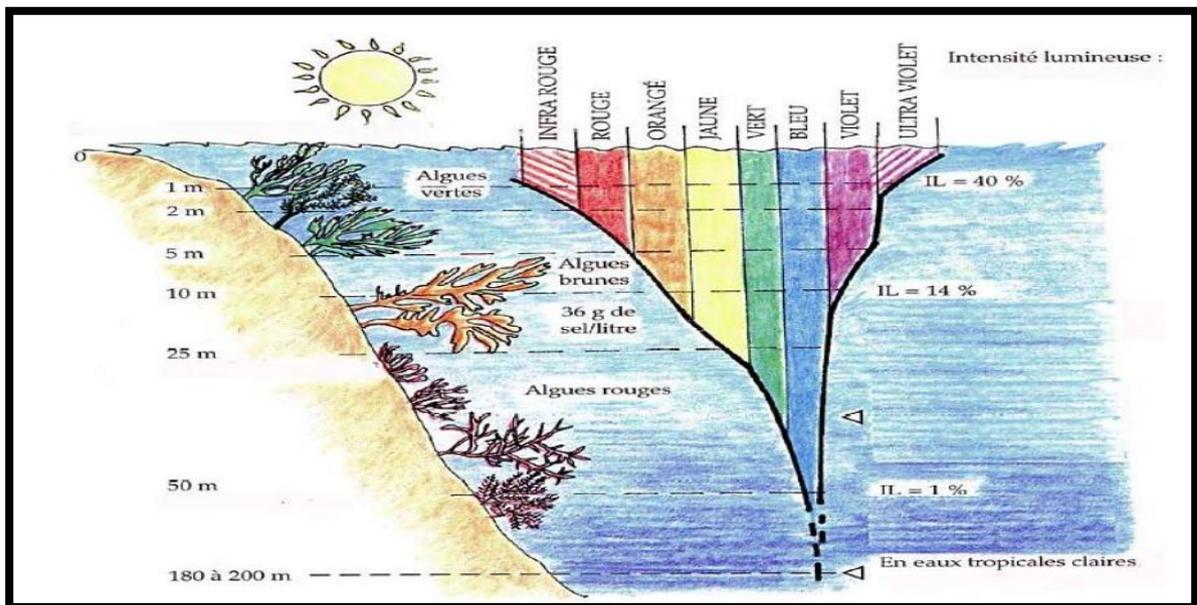


Figure 14 : Distribution des algues selon l'intensité lumineuse [56]

### I-11-2 Alimentation animale

Les algues n'ont été utilisées que récemment dans la production d'aliments pour animaux. Actuellement, seules deux espèces, *Ulva lactuca* et *U. rigida*, sont utilisées dans la fabrication d'aliments pour poissons. Ces deux-là ont été trouvés en abondance à : Anse de koali, plage d'El Djamila, Wilaya de Tipaza et plages de la Sghirette et du Rocher Noir, Wilaya de Boumerdès [57].

### **I-11-3 Industrie**

Actuellement, l'utilisation industrielle des algues n'existe pas, cependant, des extractions à petite échelle de colloïdes végétaux, en particulier d'alginate, ont été réalisées. Ils impliquent plusieurs espèces du genre *Cystosira* [57].

### **I-12 Synthèse des travaux de recherche sur les macroalgues en Algérie**

L'étude de la flore algale Algérienne a fait l'objet de plusieurs travaux. Dans les premières études datant de la fin du XIXe siècle, Perret-Boudouresque et Siridi [58]. Ont regroupé tous les taxons et stades algaux signalés sur toutes les côtes algériennes (d'ouest en est). Selon Séridi [59 - 60]. La flore algale d'Algérie est encore peu étudiée.

D'autres études à orientation écologique ont été menées par Ould Ahmed [61]. Dans la région d'Arzew (ouest d'Alger) et Kadari-Méziane [62]. Dans la baie de Bou-Ismaïl.

Certaines contributions à l'étude des propriétés chimiques se sont concentrées sur l'extraction et la purification de l'alginate de *Cystoseirasp*. Côte algérienne Benchabanne [63]. Et une nouvelle méthode analytique pour le dosage des stérols dans l'algue rouge *Asparagopsisarmata* développée par EL Hattab-Bouzidi [64]. Et les algues brunes côtières algériennes [65]. Une étude précédente d'El Hattab a examiné des extraits organiques de certaines algues méditerranéennes et atlantiques [66]. Ces recherches ont permis le développement de techniques d'extraction, de séparation et de caractérisation d'extraits lipidiques et de leurs dérivés. Lors des deux contributions de Siridi en 1990 et 2007, les recherches sur la dominance taxonomique des différents systèmes algaux sont restées insuffisantes pour obtenir des données sur la probabilité d'exploitation.

## II-1 Définition

Les gels sont des systèmes de dispersion monophasés ou biphasés thermodynamiquement stables composés de petites particules inorganiques ou de grosses suspensions molécules organiques interpénétrées formées par un liquide formant un réseau tridimensionnel (gel monophasé) [67]. Ils sont généralement transparents ou translucides. Les gels sont des réseaux tridimensionnels formés par de petites quantités (0,1 à 10 %), d'une substance dans laquelle l'eau ou un autre solvant est retenue. Ils peuvent ainsi être obtenus à l'aide de tensioactifs, d'émulsions, de suspensions ou de polymères. Les gels dont il est question dans cette étude sont des hydrogels. La consistance est due à des agents gélifiants qui appartiennent généralement aux polymères [68].

## II-2 Classification des gels

Il existe plusieurs classifications de gels selon :

- ✓ Leur origine, comme les gels naturels ou synthétique.
- ✓ Les matériaux contenus dans la matrice polymère, par exemple les hydrogels.
- ✓ Les types de liaison à la matrice polymère, comme les gels chimiques ou physiques

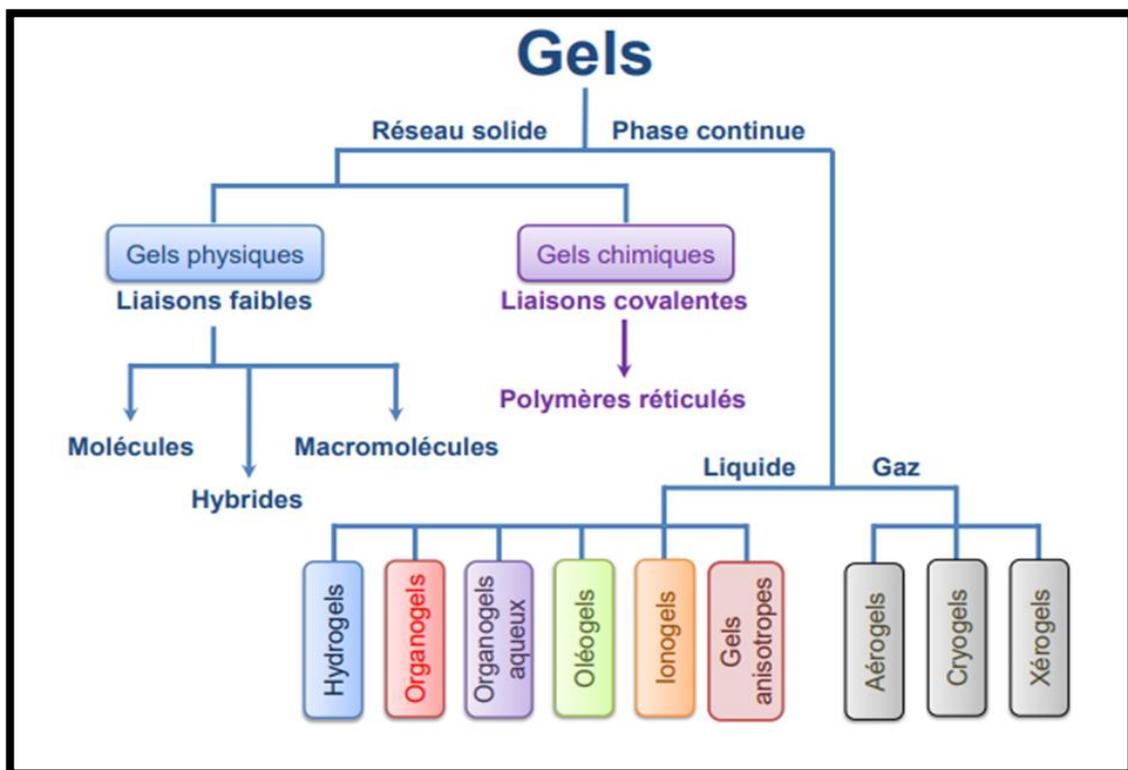


Figure 15 : Classification des gels [69]

## II-2-1 Gel physique

Tout processus physique qui favorise une association entre certains points des différentes chaînes d'un polymère peut conduire à un gel [70] [71]. Dans le cas des gels physiques, les connexions appelées nœuds de réticulation, ne sont pas permanentes. Ce caractère éphémère vient du fait que leur énergie est limitée et du même ordre de grandeur que l'agitation thermique. Nombre et "force" des nœuds. Par conséquent, la réticulation dépend directement de l'état thermodynamique et mécanique du gel, et induit également la réversibilité de la gélification, la rupture d'association et réforme continue [72] [73].

Les nœuds de liaison croisée peuvent être de différents types :

- Interactions de type « associées » : interactions Coulombiennes, dipôle/dipôle, Liaisons H.
- Interactions de type « transition de phase » : Interactions de type colloïdales, zones cristallines ou vitreuses, enchevêtrements.

L'organisation microscopique du matériau est donc souvent très complexe, et le caractère transitoire de la réticulation influence considérablement l'ensemble de ses propriétés en créant une nouvelle échelle de temps, reliée au « temps de vie » des associations. Par rapport au temps caractéristique du réseau, le système se comportera donc comme un solide aux temps courts, et, inversement, comme un liquide aux temps longs [73]. La nature fournit un grand nombre d'exemples de gels physiques, le plus connu étant celui d'une solution aqueuse de gélatine, les gels des molécules biologiques, tels que les protéines et certains polysaccharides. Une autre classe importante de gels comprend des polyamides, polyester, les polyuréthanes, et d'autres polymères poly condensés [74].

## II-2-2 Les gels chimiques

Les gels chimiques sont composés de chaînes polymères interconnectées, ils sont liés par des liaisons covalentes. Les nœuds de réseau croisé ont des propriétés permanentes indépendantes des facteurs extérieurs (température, pH, concentration, déformation mécanique...). Il existe deux principales méthodes de préparation des gels.

- ✓ Par une polymérisation multifonctionnelle, cette méthode de synthèse du gel chimique est basée sur unité multifonction à condensation. L'exemple typique est la réaction de condensation entre un trialcool et le diisocyanate où la réaction

conduit à des chaînes réticulées, chaque trialcool devient un point de réticulation quand ces trois groupes fonctionnels réagissent [71].

- ✓ En une polymérisation suivie d'une réticulation des chaînes polymères après leur formation, cette approche de synthèse des gels chimiques est la polymérisation additive. Par exemple si un radical libre réagit avec un monomère vinyle, il agit sur sa double liaison pour générer une chaîne linéaire. S'il existe dans la solution un dérivé di-vinyle,  $\text{CH}_2 = \text{CH-R} - \text{CH} = \text{CH}_2$ , les deux doubles liaisons participeront à la construction de deux chaînes distinctes et - R - deviendra un pont de réticulation dans la structure [71] [72]. Du fait de l'existence de ces liaisons covalentes entre chaînes, les matériaux formés sont insolubles quel que soit le solvant, mais, selon leur compatibilité avec ce solvant, ils peuvent l'absorber en plus ou moins grande quantité [75, 76]. et leur taux d'hydratation ou de gonflement dépendra fortement de la densité de leur réticulation [73].

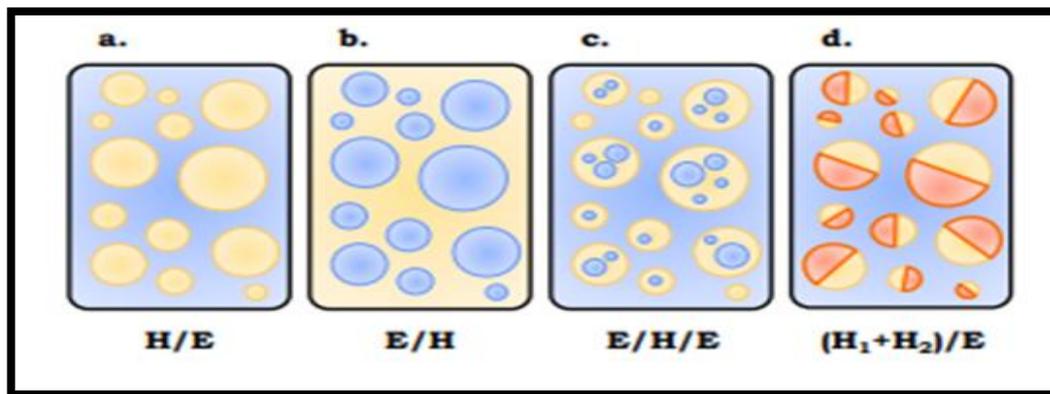
### II-3 Les émulsions

Une émulsion est une dispersion d'un liquide dans un autre, les deux liquides étant non miscibles entre eux, le plus souvent de l'eau et de l'huile. La dispersion d'une phase dans une autre nécessite la création d'interfaces coûteuses en énergie. Pour que l'état dispersé demeure dans le temps, il faut ajouter au système un émulsifiant qui va s'adsorber à l'interface eau – huile, abaisser la tension interfaciale et permettre ainsi de limiter cinétiquement la séparation de phase [77].

### II-4 Les différents types d'émulsion

En fonction de la nature de la phase dispersée, nous distinguons plusieurs types d'émulsion (Figure 1) :

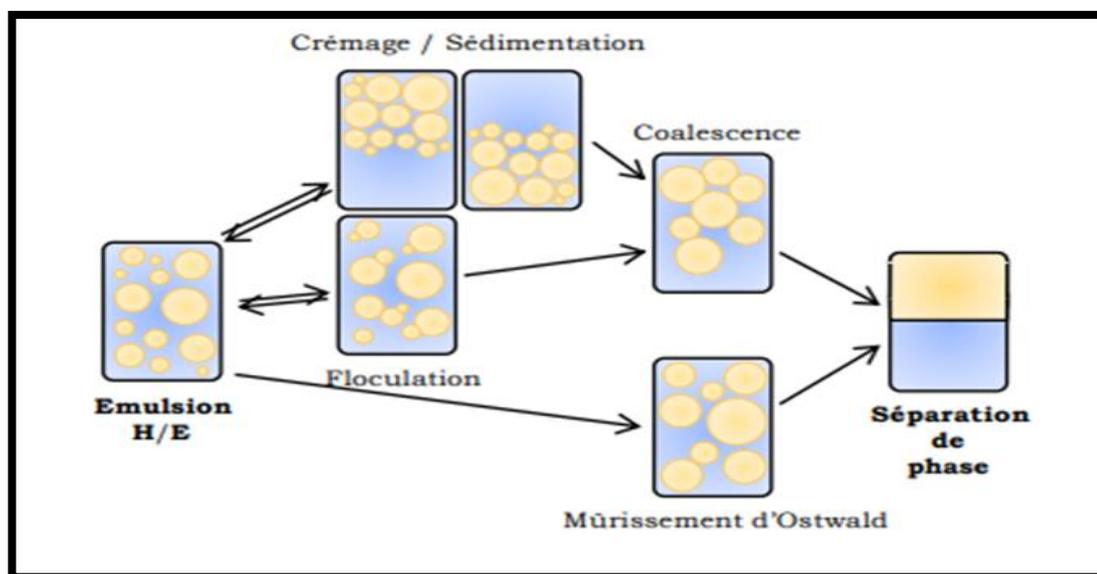
- ✓ Les émulsions directes « huile – dans – eau » (H/E) (2-a).
- ✓ Les émulsions inverses « eau – dans – huile » (E/H) (2-b).
- ✓ Les émulsions multiples (E/H/E) ou (H/E/H), qui sont des émulsions dont la phase dispersée est elle-même une émulsion [78]. (2-c).
- ✓ Les émulsions Janus ((H1 + H2) /E), qui sont des émulsions formées à partir d'au moins trois phases. Le plus souvent, elles sont composées de deux huiles immiscibles dispersées dans l'eau sous la forme d'une émulsion directe pour laquelle chaque goutte contient les deux types d'huile [69,70]. (2-d).



**Figure 16 :** Les différents types d'émulsions. a. émulsion directe, B. émulsion inverse, C. émulsions à phase eau continue et D. émulsions Janus [77]

### II-4-1 Mécanismes de déstabilisation des émulsions

Les émulsions étant des systèmes hors équilibre, plusieurs mécanismes peuvent entraîner leur déstabilisation et mener à une modification de leur morphologie ou à une séparation de phase macroscopique [79, 80].



**Figure 17 :** Les différents mécanismes de déstabilisation des émulsions simples [77]

### **II-4-1-1 Crémage et précipitation**

Le crémage de l'émulsion est un phénomène d'instabilité qui correspond au déplacement vertical des particules de la phase dispersée sous l'influence de la gravité. Dans le cas des émulsions, cela le mouvement est généralement vers le haut (crème elle-même). Quand les particules de la phase dispersée s'agrègent au fond, le phénomène est connu sous le nom de précipitations [81].

### **II-4-1-2 Flocculation et coalescence**

#### **a. La flocculation**

C'est une forme d'instabilité qui correspond à la formation, au sein de l'émulsion d'agrégats constitués par l'association d'un nombre plus au moins grand de particules de la phase dispersée [82]. Au cours de la flocculation, les particules s'assemblent donc sous forme de flocons mais chacune d'entre elles ne conserve son individualité

#### **b. La coalescence**

Forme d'instabilité qui correspond à la fusion complète de plusieurs globules préalablement flocculés qui finissent par perdre leur individualité pour donner un seul et même globule. Contrairement au crémage et à la flocculation, la coalescence est une forme d'instabilité toujours irréversible. A la limite, le phénomène de coalescence se traduit par la séparation complète de deux phases (l'émulsion se sépare en deux couches) [83].

### **II-4-1-3 Murissement d'Ostwald ou diffusion**

Le mûrissement d'Ostwald correspond au transfert des gouttes les plus petites vers les plus grosses. Ce phénomène est causé par la différence de pression de Laplace existant entre gouttes de différentes tailles, la pression étant plus importante dans les petites gouttes qui se vident au profit des plus grosses [84].

### **II-4-1-4 Inversion de phase**

L'inversion de phase est un phénomène qui se traduit par un changement du sens de l'émulsion, c'est-à-dire la transformation d'une émulsion E/H en une H /E ou inversement. Elle peut être induite par :

- La proportion de phase dispersée.

- La température. L'inversion de phase est aussi liée à d'autres facteurs tels que, la nature de la phase huileuse, la nature et la concentration des sels existant [84].

## **II-4-2 La stabilisation des émulsions**

Une émulsion est un mélange homogène de deux liquides ou phases peu ou pas miscibles. Ce mélange correspond à une dispersion de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. On distingue donc une phase dispersée et une phase continue. On peut trouver quatre types de stabilisation : rhéologique, stérique, électrostatique et électro stérique [85].

### **II-4-2-1 Stabilisation rhéologique**

Il s'agit de l'incorporation d'additifs qui permettent d'augmenter la viscosité de la phase continue, tels que les polymères viscosifiants ou certains tensioactifs, de manière à ce que les gouttes dispersées soient moins mobiles et que la probabilité de choc diminue [85].

### **II-4-2-2 Stabilisation stérique**

Cette méthode de stabilisation consiste à ajouter des macromolécules de type non-ionique, qui s'adsorbent à l'interface des gouttelettes, tels que les polymères amphiphiles. Ces couches macromoléculaires agissent en créant une barrière physique qui augmente la distance entre les gouttes. Ce phénomène peut être interprété de deux manières :

- La première théorie est due à un effet entropique, parce que les chaînes adsorbées se compriment, en réduisant leur volume, ce qui entraîne une réduction de l'entropie et provoque la répulsion désirée.
- La deuxième porte sur une répulsion osmotique basée sur l'interpénétration des couches adsorbées. Il y a une augmentation de la concentration en segments polymères dans la région de recouvrement et une réduction de l'entropie configurationnelle. En conséquence, la pression osmotique dans cette région augmente, ce qui tend à séparer les gouttes entre elles. Ce type de stabilisation peut aussi se produire par l'ajout de particules solides comme le talc ou la nacre micronisée [85].

### **II-4-2-3 La stabilisation électrostatique**

En milieu aqueux, les particules acquièrent des charges en surface, en fonction de la structure des particules, de la présence de groupements ionisables et/ou de l'adsorption

sélective des ions présents dans le milieu. Une charge de surface apparaît alors, positive ou négative selon le pH du milieu. Les ions de charge opposée à la particule (contre-ions) se concentreront autour de sa surface, tandis que les ions de même charge (Co-ions) seront repoussés vers l'extérieur. Loin de la surface, la concentration des ions positifs et négatifs est la même, induisant un milieu électriquement neutre [85].

#### II-4-2-4 Stabilisation électro stérique

Il s'agit d'une combinaison des deux effets expliqués antérieurement, provoquée par des macromolécules présentant des groupements ioniques distribués dans la chaîne principale ou dans les ramifications. Ces molécules apportent un effet stérique (stabilisation à courte portée) et un effet électrostatique (stabilisation à longue portée) à la particule [85].

#### II-5 Les tensio-actifs

Pour que l'émulsion soit persistante (c'est-à-dire que l'état dispersé demeure lorsque l'agitation mécanique cesse), il est nécessaire d'utiliser un agent émulsionnant ou émulsifiant. Bien qu'il puisse aussi faciliter le phénomène de dispersion en abaissant la tension inter faciale, le rôle de l'agent émulsifiant est surtout de stabiliser le système dispersé en inhibant les phénomènes de dégradation.

Le tensioactif est indispensable lors du procédé d'émulsification, non seulement par son rôle de stabilisant mais aussi par le type de dispersion H/E ou E/H qu'il favorise [86]. Les émulsifiants, surfactants, molécules tensioactives, sont des molécules composées de deux pôles, l'un hydrophile, l'autre hydrophobe et sont souvent représentés comme sur la (Figure 18) [87].

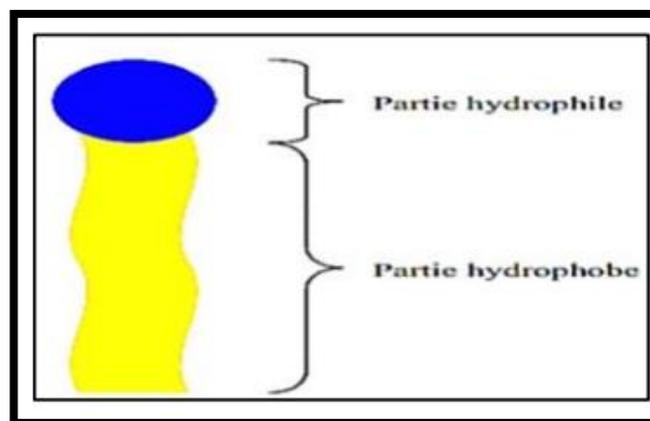


Figure 18 : Représentation schématique d'un émulsifiant [87]

## II-6 Les émulgels

Les émulsions E/H et H/E sont largement utilisées vu leurs propriétés thérapeutiques et comme véhicule pour libérer divers médicaments dans la peau. Elles possèdent un certain degré d'élégance et peuvent être lavées facilement. Elles ont également une grande capacité pour pénétrer dans la peau. De plus, le galéniste peut contrôler la viscosité, l'apparence, et le degré de gras des émulsions cosmétiques ou dermatologiques. Les émulsions H/E sont les plus utilisées dans le domaine pharmaceutique car elles sont plus faciles à laver, tandis que, les émulsions E/H sont utilisées plus largement pour le traitement des peaux sèches et pour les applications émoullientes [88].

Les émulgels sont des émulsions, du type H/E ou E/H, qui sont gélifiées par mélange avec un agent gélifiant. Ils sont plus acceptés par le patient car ils possèdent les avantages des émulsions et des gels mentionnés précédemment. Par conséquent, ils ont été récemment utilisés comme véhicule pour libérer les différents principes actifs dans la peau [89] [90].

### II-6-1 La formulation des émulgels

La préparation de l'émulgel comprend trois étapes :

- La première consiste à préparer des émulsions de type O/W ou W/O dans lesquelles le médicament est inclus. Émulsions de type H/E ou E/H dans lesquelles le médicament est inclus, puis la base du gel est formulée
- Ensuite, dans la deuxième étape, la base du gel est formulée
- Et enfin, dans la troisième étape, l'émulsion est ajoutée à la base du gel par agitation continue afin de produire un gel. L'émulsion est ajoutée au gel de base par agitation continue pour produire un émulgel [91].

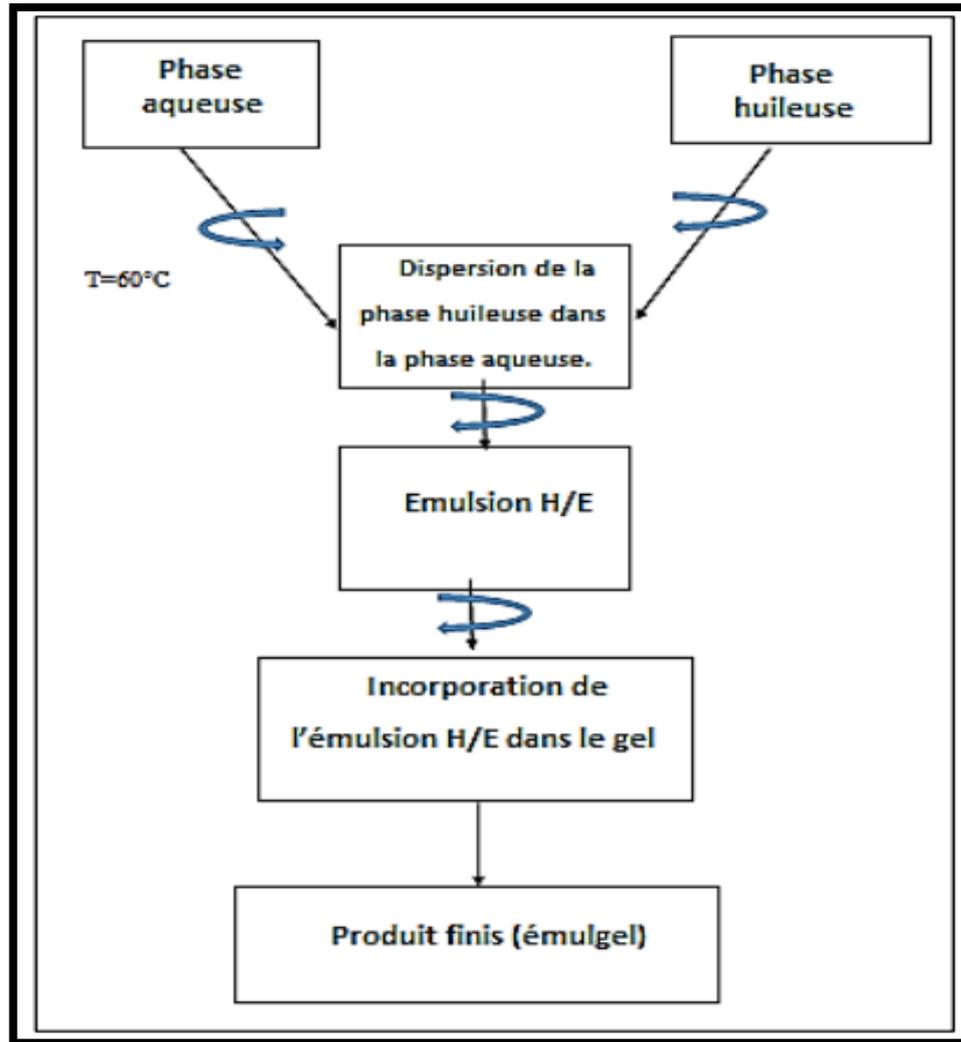


Figure 19 : Schéma général de formulation des émulsifs [91]

## II-6-2 Les avantages et les inconvénients des émulsifs

### a) Les avantages

- Meilleure acceptabilité par le patient.
- Fournir une administration ciblée des médicaments.
- Il améliore la biodisponibilité et même les faibles doses peuvent être efficaces par rapport à d'autres préparations semi solides conventionnelles.
- Formulation stable en diminuant la tension interfaciale de surface, ce qui entraîne une augmentation de la viscosité de l'eau. De surface, ce qui entraîne une augmentation de la viscosité de la phase aqueuse. Plus stable que les préparations transdermiques qui sont comparativement moins stables, les poudres sont

hygroscopiques, Les crèmes présentent une inversion ou une rupture de phase et les pommades présentent une rancidité due à la présence d'huile.

- Fournir l'effet contrôlé qui renforce l'effet prolongé du médicament avec une demi-vie courte.
- Préparation facile et économique.
- La capacité de chargement du médicament est meilleure que d'autres comme les niosomes et les liposomes.
- La pénétration dans la peau est améliorée par la nature à la fois hydrophile et hydrophobe [92,94].

#### **b) Les inconvénients**

- Mauvaise absorption des macromolécules.
- Piégeage de bulles lors de la formulation
- Les médicaments hydrophobes sont le meilleur choix pour de tels systèmes d'administration. [95,97].

### **III-1 Objectifs**

Ce travail a été réalisé aux laboratoires de Génie Chimique du département de Génie des procédés de la faculté de Technologie de l'université de Blida 1. Dans ce chapitre, nous présenterons le matériel, les matières premières et les protocoles expérimentaux utilisés dans les différentes étapes du projet et les méthodes de caractérisations.

L'objectif principal de ce travail est la formulation d'un émulgel pour application cutanée à base de deux matières premières extraites à partir des algues ; il s'agit de l'alginate extrait des algues brunes et l'hydrolat produit de macération des algues vertes. Les deux substances ont été incorporées dans la formulation en vue d'améliorer non seulement les propriétés physico-chimiques telles que la solubilité et la texture mais aussi pour lui conférer des caractéristiques organoleptiques appréciées par le patient.

Les effets de la combinaison de toutes les molécules ont été mis en évidence par des tests in-vivo sur des bactéries (*Escherichia coli*, *pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus*) par la détermination de l'activité antimicrobienne.

Les étapes de l'étude ont été réparties comme suit :

- ✓ Identification des espèces et du genre des algues récoltées
- ✓ Extraction des trois matières premières des algues brunes
- ✓ Extraction des matières actives des algues vertes *Ulva lactuca* pour but d'obtenir un hydrolat.
- ✓ Caractérisations les extraits obtenus par différentes méthodes physico-chimiques.
- ✓ Formulation des émulgels et étude de la stabilité physico-chimique en fonction du temps de conservation et étude de leurs comportements rhéologiques.
- ✓ Evaluation de l'activité antimicrobienne.

### **III-2 Matériel**

#### **III-2-1 Appareillage**

Les équipements utilisés au cours de notre travail pratique sont résumés dans le tableau III.1 ci-dessous :

**Tableau III.1 : Liste du principal matériel utilisé**

<b>Matériel</b>	<b>Marque</b>	<b>Utilité</b>
<b>Balance électronique</b>	KERN ALS 220-4N	Pesée des matières premières.
<b>Agitateur magnétique</b>	VELP scientifica	La dissolution de la matière première.
<b>Agitateur à hélice</b>	IKA® RW 16 basic	Agiter et force le liquide vers les parois et le fond du réservoir.
<b>Homogénéisateur</b>	ULTRA TURRAX	L'Homogénéisation et la dispersion de la phase organique dans la phase aqueuse.
<b>Etuve</b>	Memmert	Chauffer à température régulée des éléments par pression atmosphérique ou pression sous-vide.
<b>pH-mètre</b>	HANNA INSTRUMENT HI 2210	Mesurer le pH d'une solution.
<b>Spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)</b>	SHIMADZU FTIR-8900	L'analyse qualitative du produit.
<b>Spectrophotomètre UV visible</b>	HITACHI, U-5100	Analyse qualitative et quantitative du PA.
<b>DLS</b>	HORIBA SCIENTIFIC NANO PARTICA, NANO PARTICLE ANALYZER SZ-100	Mesure de la taille et du potentiel zêta des particules.
<b>Rhéomètre</b>	ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302	Evaluation des paramètres rhéologiques de la formulation.
<b>Tamis superposé</b>	Retsch AS-200	L'analyse granulométrique des particules micrométriques

### III-3 Méthodes

#### III-3-1 Matières premières utilisées

##### III-3-1-1 Principe actif

L'alginate utilisé au cours de la partie expérimentale est de grade pharmaceutique ayant les propriétés regroupées sur le tableau ci-dessous. Il se présente sous forme de variant du blanc au brun jaunâtre.



Figure 20 : Alginate pure

Tableau III.2 : Les propriétés physico-chimiques de l'alginate [98].

Les propriétés	Les spécifications
Aspect	Poudre de couleur blanc au brun jaunâtre,
Propriétés physique et chimique	<b>Formule moléculaire :</b> $(C_6H_7NaO_6)_n$ <b>Masse moléculaire :</b> $198,1059 \pm 0,0071$ g/mol <b>Température de fusion :</b> $>300$ °C <b>Absorption maximale dans l'UV :</b> 232 nm <b>Solubilité :</b> soluble dans l'eau
Rôle	Principe actif et gélifiant

##### III-3-1-2 Les excipients

Les excipients ont été utilisés dans le but d'améliorer les propriétés physico-chimiques et organoleptiques de la formulation. Ils sont énumérés ci-après :

➤ **Carbopol**

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques physico-chimiques du Carbopol, c'est un agent émulsifiant, stabilisant, de mise en suspension, épaississant et gélifiant et est utilisé dans de nombreuses industries.

**Tableau III.3 : Les propriétés physico-chimiques du Carbopol [98].**

Les propriétés	Les spécifications
<b>Aspect</b>	Poudre blanche avec légère odeur
<b>Propriétés physiques et Chimiques</b>	<b>Formule moléculaire :</b> $(C_3H_4NaO_2)_n$ <b>Masse moléculaire :</b> 162.5 g/mol <b>Solubilité :</b> soluble dans l'eau
<b>Rôle</b>	Épaississant

➤ **Carbonate de calcium**

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques physico-chimiques du carbonate de calcium.

**Tableau III.4 : Les propriétés physico-chimiques de Carbonate de calcium [98].**

Les propriétés	Les spécifications
<b>Aspect</b>	Cristaux incolores ou poudre blanche inodore et sans goût.
<b>Propriétés physique et chimique</b>	<b>Formule moléculaire :</b> $CaCO_3$ <b>Masse moléculaire :</b> 100,0869 g/mol <b>Température de fusion :</b> 825 °C <b>Absorption maximale dans l'UV :</b> 240 nm <b>Solubilité :</b> soluble dans l'eau
<b>Rôle</b>	Épaississant et abrasif doux

➤ **Glycérine**

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques physico-chimiques de la glycérine.

**Tableau III.5 : Les propriétés physico-chimiques de Glycérine [98].**

<b>Les propriétés</b>	<b>Les spécifications</b>
<b>Aspect</b>	Liquide incolore, visqueux et inodore
<b>Propriétés physique et chimique</b>	<b>Formule moléculaire :</b> $C_3H_8O_3$ <b>Masse moléculaire :</b> 92,09382 g/mol <b>Température de fusion :</b> 18,2 °C <b>Absorption maximale dans l'UV :</b> 240 nm <b>Solubilité :</b> Miscible avec l'eau , l'alcool. Soluble d'acétate d'éthyle, éther di éthylique. Insoluble dans le benzène, le chloroforme, les huiles, $CCl_4$ , $CS_2$ , l'éther de pétrole.
<b>Rôle</b>	Agent de contrôle de la viscosité et agent de contrôle de la peau.

➤ **Le tween 80 (polysorbate80)**

Le tween 80 ou polysorbate 80 est un émulsifiant /solubilisant utilisé le plus souvent pour disperser les huiles dans de l'eau. Le tableau ci-dessous représente les propriétés physique et chimique de tween 80

**Tableau III.6 : Les propriétés physico-chimiques de tween 80 [98].**

Les propriétés	Les spécifications
<b>Aspect</b>	Liquide jaune claire (visqueuse), Inodore
<b>Propriétés physique et chimiques</b>	<p><b>Masse molaire :</b> 1 310 g/mol</p> <p><b>Formule :</b> C<sub>64</sub>H<sub>124</sub>O<sub>26</sub></p> <p><b>Solubilité :</b> soluble dans Ethanol, Huile de coton, Huile de maïs, Acétate d'éthyle, Méthanol, Toluène</p> <p><b>T° d'ébullition :</b> &gt;100C°</p> <p><b>Ph :</b> neutre</p>
<b>Rôle</b>	Neutralisation et une meilleure homogénéisation de certaines préparations.

➤ **Span 80**

Le Span 80 est un agent mouillant, de couplage et agent dispersant dans divers produits. Le tableau suivant représente les propriétés physiques et chimiques du Span 80

**Tableau III.7 : Les propriétés physico-chimiques de Span 80 [98].**

Les propriétés	Les spécifications
<b>Aspect</b>	Liquide jaune (Visqueux)
<b>Propriétés physique et chimiques</b>	<p><b>Masse molaire :</b> 428.60 g/mol</p> <p><b>Formule :</b> C<sub>24</sub>H<sub>44</sub>O<sub>6</sub></p> <p><b>Solubilité :</b> Pratiquement insoluble mais dispersible dans l'eau, soluble dans les huiles grasses produisant une solution trouble, miscible à l'alcool</p> <p><b>T° d'ébullition :</b> 463,43°C</p> <p><b>La densité :</b> 0,986 g /ml à 25 °C</p>
<b>Rôle</b>	Emulsifiant

➤ **Huile d'olive**

On a utilisé l'huile d'olive comme phase huileuse ayant les propriétés résumées dans le tableau suivant :

**Tableau III.8** : Les propriétés physico-chimiques d'huile d'olive

<b>Les propriétés</b>	<b>Les spécifications</b>
<b>Aspect</b>	Liquide vert intense jusqu'au doré
<b>Propriétés physique et chimiques</b>	<b>Masse molaire</b> : 282 g/mol <b>Formule</b> : $C_{18}H_{34}O_2$ <b>T° d'ébullition</b> : 300 C° <b>T° de fusion</b> : -3 C° <b>La densité</b> : 0.916 g/ cm <sup>3</sup>
<b>Rôle</b>	Hydrant, apaise les irritations, nourrissant, conservateur...

➤ **Cosgard (conservateur)**

Il est composé uniquement d'alcool benzylique, d'acide déhydroacétique et d'eau c'est un conservateur antibactérien et antifongique à large spectre, assure la conservation de notre formulation.

➤ **Fragrance d'aloë Vera (Arome)**

Il est utilisé comme aromatisant dont quelques propriétés sont résumées dans ce tableau suivant III.9 :

**Tableau III.9** : Les propriétés physique de fragrance

<b>Aspect</b>	Liquide
<b>Couleur</b>	Incolore à jaune pâle
<b>Senteur</b>	Florale, boisée, musc

➤ **L'eau distillée**

Nous avons utilisé l'eau distillée de notre laboratoire comme solvant et le tableau III.10 regroupe les principales caractéristiques

**Tableau III.10 :** Les propriétés physico-chimiques de l'eau distillée

<b>Les propriétés</b>	<b>Les spécifications</b>
<b>Aspect</b>	Liquide incolore Inodore
<b>Propriétés physique et chimiques</b>	<b>Masse molaire :</b> 18 g /mol <b>Formule :</b> H <sub>2</sub> O <b>T° d'ébullition :</b> 100C° <b>T° de fusion :</b> 0C° <b>La densité :</b> 1g/ cm <sup>3</sup>
<b>Rôle</b>	Solvant

➤ **Acide chlorhydrique**

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques physico-chimiques l'acide chlorhydrique, il est utilisé pour l'extraction des algues brunes.

**Tableau III.11:** Les propriétés physico-chimiques d'acide chlorhydrique [98].

<b>Les propriétés</b>	<b>Les spécifications</b>
<b>Aspect</b>	Poudre lâche blanche avec la légère odeur
<b>Propriétés physiques et Chimiques</b>	<b>Formule moléculaire :</b> HCl <b>Masse moléculaire :</b> 36,458 g/mol <b>Température de fusion :</b> -30 °C <b>Absorption maximale dans l'UV :</b> 470nm <b>Solubilité :</b> soluble dans l'eau
<b>Rôle</b>	Réactif en domaine pharmaceutique

### ➤ Carbonate de sodium

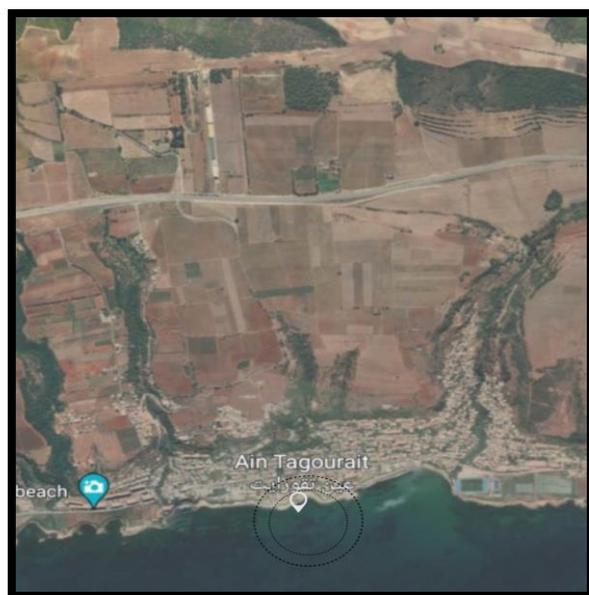
Le tableau III.12 résume les caractéristiques physico-chimiques du carbonate de sodium, il est utilisé pour l'extraction des algues brunes.

**Tableau III.12 :** Les propriétés physico-chimiques de carbonate de sodium [98].

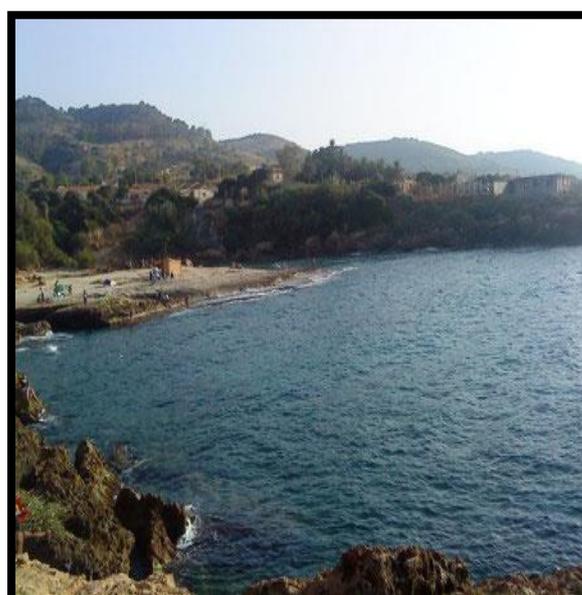
Les propriétés	Les spécifications
Aspect	De forme cristaux blancs et inodores
Propriétés physiques et Chimiques	<b>Formule moléculaire :</b> $\text{Na}_2\text{CO}_3$ <b>Masse moléculaire :</b> 105,9888 g/mol <b>Température de fusion :</b> 851 °C <b>Solubilité :</b> soluble dans l'eau
Rôle	Réactif en domaine pharmaceutique

### III-4 Récolte et identification

L'algue verte *Ulva lactuca* et les algues brunes *Dictyota* ; *Cystoseira elegans* ; *Cystoseira Compressa*, ont été récoltées dans la région de Tipaza, Ain Tagourait, en mars 2023. Elles ont été identifiées par des spécialistes au niveau de l'école supérieure des sciences maritimes ENSSMAL. Les figures ci-après illustrent le site d'échantillonnage.



**Figure 21 :** Localisation géographique du site de l'échantillonnage



**Figure 22 :** La plage de Ain Tagourait (le site de prélèvement)

Après identification des différentes espèces d'algues brunes et verte, celles-ci sont classées et présentés dans les figures suivantes :



**Figure 23 :** *Ulva Lactuca*.



**Figure 24 :** *Dictyota*.



**Figure 25 :** *Cystoseira Elegans*.



**Figure 26 :** *Cystoseira Compressa*.

### III-5 Traitement

Les algues récupérées ont été lavées avec l'eau de robinet, rincées avec l'eau distillée, et séchées à l'air libre pendant 1 mois à l'abri de la lumière et les rayons solaires.



Figure 27 : Séchage des 3 algues brunes.



Figure 28 : Séchage de l'algue verte.

### III-6 L'extraction des algues brunes

L'extraction des polysaccharides a été réalisée à partir des algues brunes par le procédé de macération. Les algues utilisées sont celles identifiées *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa* et *Dictyota*.

Tout d'abord, les 3 espèces végétales ont été coupées en petits morceaux.

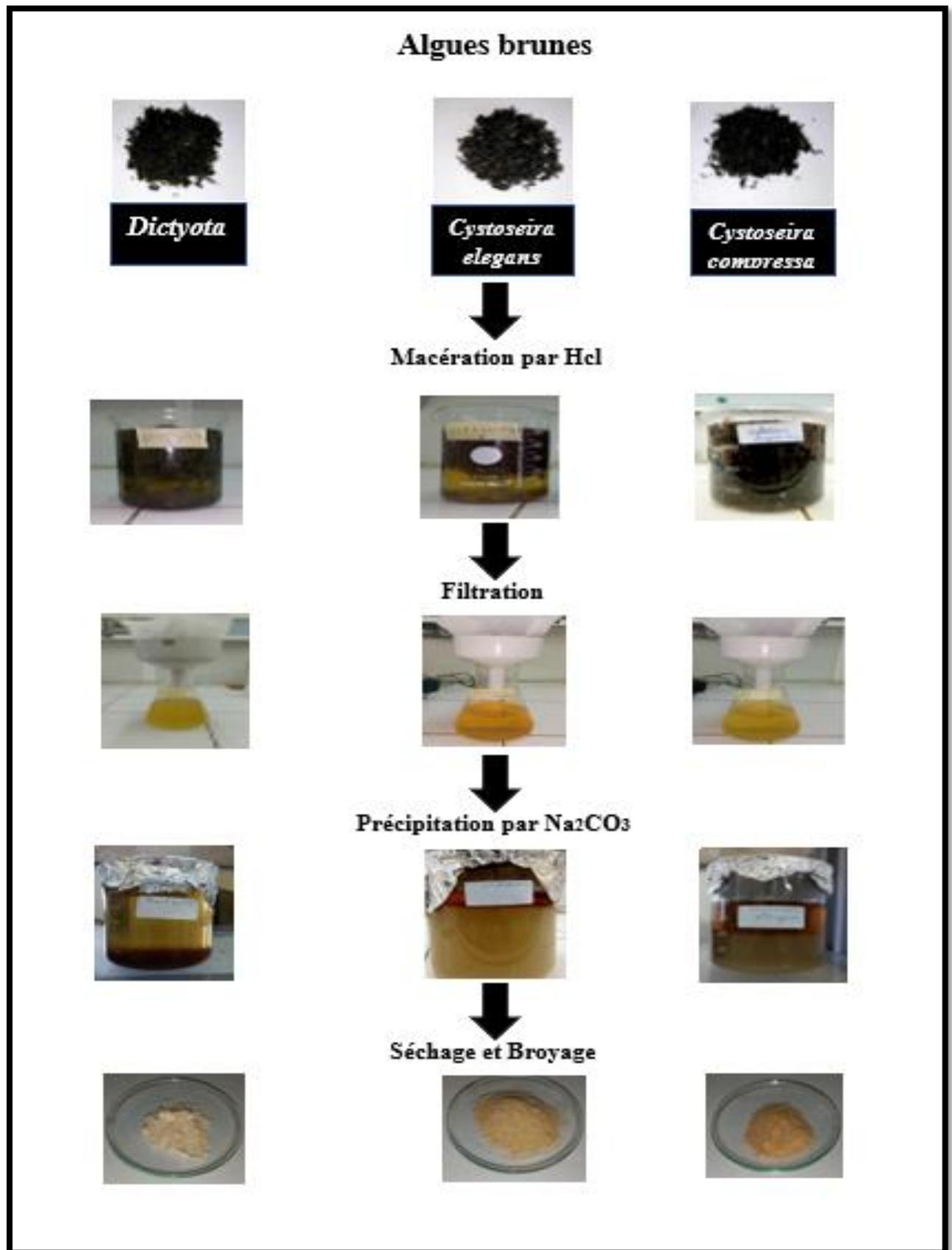
Peser 100 g de chaque espèce et laisser macérer dans une solution de 0.1M de HCL pendant 24 h. Après ce temps, filtrer et récupérer le filtrat.

L'étape suivante consiste en la préparation de la solution 1M de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dans une fiole et laisse sous agitation jusqu'à la dissolution complète. Cette dernière est rajoutée au filtrat, qu'on laisse interagir pendant 24h.

Après 24h, on obtient deux phases distinctes qu'on sépare en liquide et précipité.

A la fin de l'opération, on élimine toute trace de solvant pour obtenir le produit final sous forme de poudre.

Le schéma ci-dessous illustre les différentes étapes pour l'extraction des polysaccharides



**Figure 29** : Schémas de l'extraction des 3 polysaccharides des algues brunes

### III-7 Extraction des matières actives de l'algue verte (*Ulva lactuca*)

Les algues vertes ont été séchées et broyées. On pèse 100g de l'*Ulva lactuca*, on y ajoute de l'eau distillée et on laisse macérer pendant 24h. Après ce temps, on réalise une filtration sous vide et on récupère le filtrat (Hydrolat).

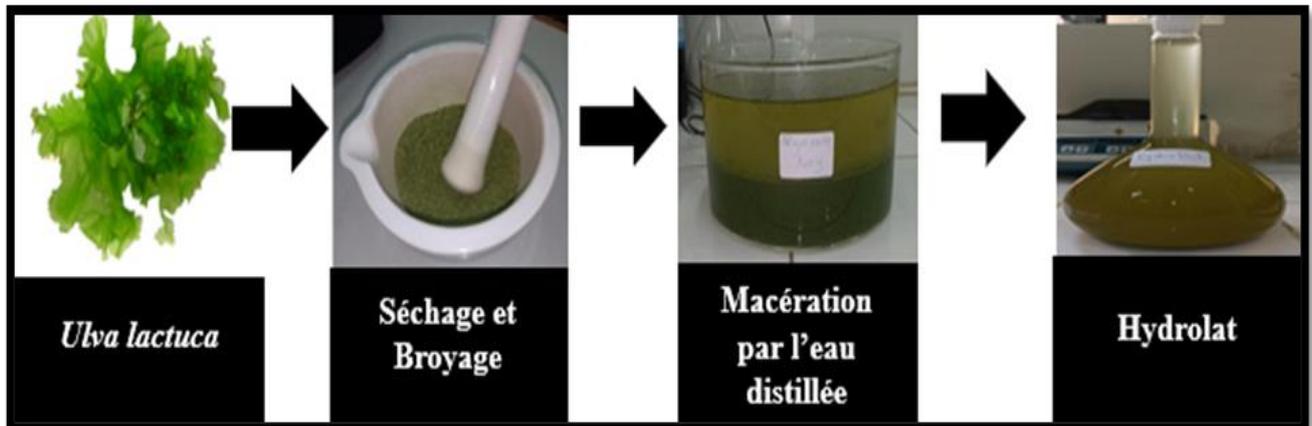


Figure 30 : Extraction à partir des algues vertes (*Ulva lactuca*)

### III-8 Formulation des gels

Afin de mettre en évidence l'efficacité de notre alginat extrait en tant qu'agent gélifiant, nous avons tenté de l'incorporer dans une forme semi solide et le comparer à un alginat commercial

#### III-8-1 Etape de préparation

L'alginat extrait des algues brunes a été dissoute dans un mélange d'hydrolat et d'eau distillée, ensuite ajoute le Carbonate de calcium [ $\text{CaCO}_3$ ] sous agitation.

Une quantité de Carbopol a été dissoute dans l'eau distillée sous agitation, ce dernier est rajouté à la préparation comme excipient afin d'améliorer la viscosité.

On met en contact les deux mélanges précédemment préparés et on agite vigoureusement. L'homogénéisation a été assurée par un ultraturax. Ensuite on ajuste le pH à une valeur comprise entre 6 et 6,5 à l'aide de la triéthanolamine (TEA) jusqu'à l'obtention d'un gel homogène sans agglomérats.



**Figure 31 : Préparation du gel**

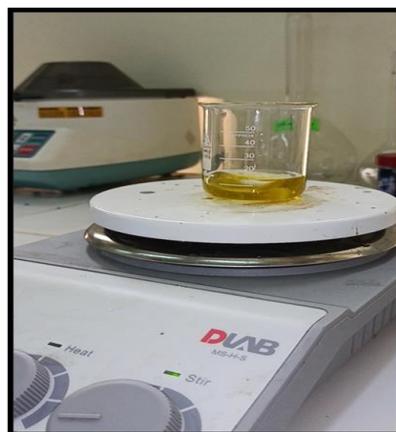
### **III-8-2 Préparation de l'émulsion**

#### **III-8-2-1 Préparation de la phase huileuse**

La phase huileuse de l'émulsion est préparée en dissolvant le tensioactif Span 80, dans l'huile d'olive.

#### **III-8-2-2 Préparation de la phase aqueuse**

La phase aqueuse est préparée en dissolvant l'émulsifiant Tween 80, dans de l'eau distillée.

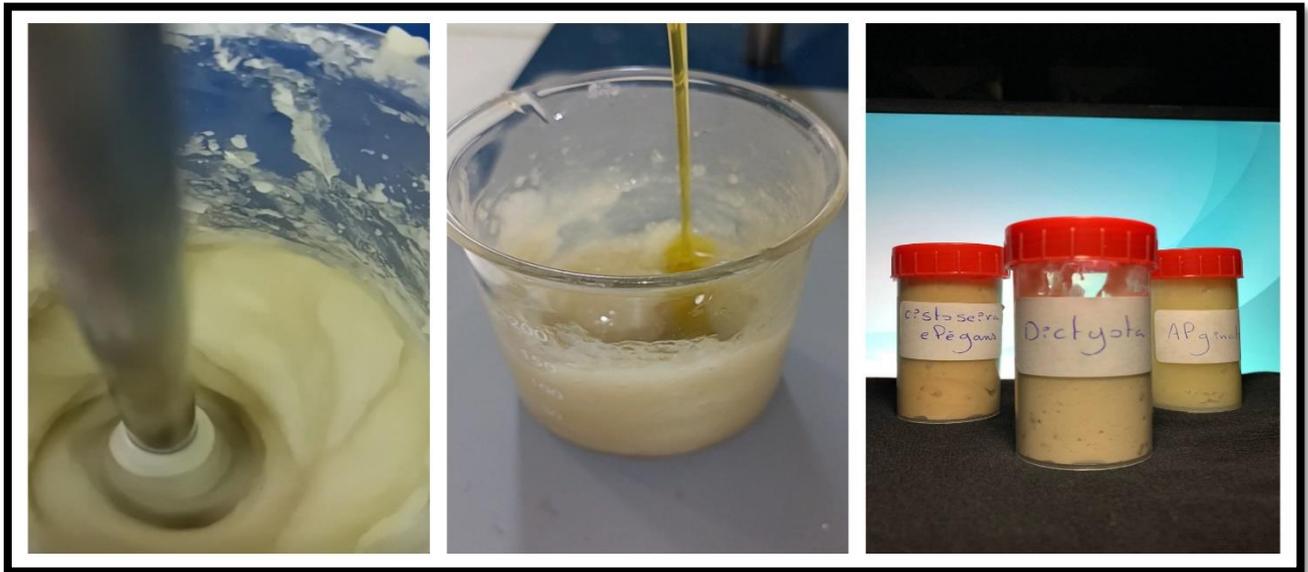


**Figure 32 : Phase huileuse**

### **III-8-3 Incorporation de l'émulsion dans le gel de base**

Dans cette étape, incorporer l'émulsion dans le gel préparé sous homogénéisation à l'aide de l'ultraturax et aussi un agitateur à hélice. Enfin on ajoute la glycérine, le

conservateur Cosgard et l'arôme fragrance Aloe Vera successivement afin d'obtenir la formulation finale.

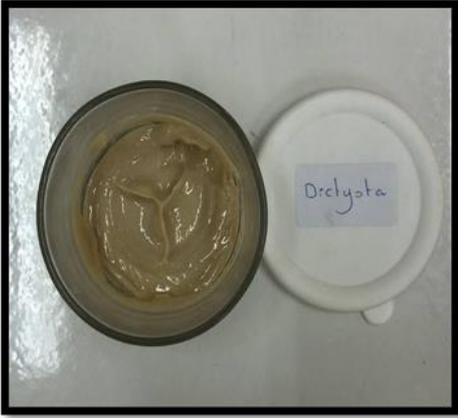


**Figure 33** : Incorporation de l'émulsion dans le gel de base.

Il est à noter que nous avons préparé 4 formulations différentes avec les quatre alginates dont 3 ont été extraits des algues brunes et le quatrième est un produit commercial pris comme référence afin de réaliser une étude comparative.

Le tableau ci-dessous regroupe les caractéristiques et les aspects des 4 formulations

**Tableau III.13 : Les 4 formulations de l'émulgel**

Formulation 1	Emulgel avec l'alginate de <i>Dictyota</i>	
Formulation 2	Emulgel avec l'alginate de <i>Cystoseira elegans</i>	
Formulation 3	Emulgel avec l'alginate de <i>Cystoseira Compressa</i>	
Formulation 4	Emulgel avec l'alginate de référence	

### **III-10 Caractérisation des alginates extraits des algues brunes**

Afin de mettre en évidence les caractéristiques des différents alginates extraits des 3 espèces d'algues brunes et de le comparer à un alginate commercial, nous avons réalisé quelques tests :

#### **III-10-1 Test de solubilité**

Afin d'estimer la solubilité de manière qualitative, on prépare une série de tubes à essai, dont chacun contient 10 mg d'alginate et 10 ml de solvant. Ce test a été effectué dans l'eau, l'éthanol, méthanol et l'acétone. Les tests ont été réalisés en même temps et dans les mêmes conditions opératoires.

#### **III-10-2 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)**

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique d'analyse basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection de certaines vibrations de déterminer les fonctions chimiques présentes dans le matériau. Lorsque l'énergie apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. Le domaine IR entre 4000 et 400  $\text{cm}^{-1}$  correspond au domaine d'énergie de vibrations des molécules.

L'appareillage utilisé dans notre étude est un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier de type SHIMADZU FTIR-8900. Les mesures ont été réalisées dans une gamme de nombres d'onde de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$ .

Les échantillons sont confectionnés sous forme de pastilles circulaires constituées de 3 mg de produit réparties dans 20 mg de bromure de potassium (KBr) utilisé comme support.

#### **III-10-3 La spectroscopie UV-Visible**

L'équipement utilisé pour la spectroscopie ultraviolet-visible est un spectrophotomètre du type HITACHI, U-5100 constitué par un système optique, susceptible de fournir un rayonnement monochromatique dans la région 100-300 nm, et par un dispositif approprié à la mesure de l'absorbance. Il mesure l'intensité de la lumière (I) passant à travers un échantillon et la compare à l'intensité de la lumière avant ce passage ( $I_0$ ). Le rapport  $I / I_0$  est appelé transmittance, et est habituellement exprimé comme un pourcentage.

L'absorbance, A, est exprimée à partir de la transmittance :

$$A = -\log(T) \quad (\text{III.1})$$

Par comparaison des spectres obtenus de l'alginate de référence et ceux extraits des algues, nous avons pu caractériser nos produits de manière qualitative. Les alginates ont été dissouts dans de l'eau distillée à une concentration de 0.05mg/ml.

#### **III-10-4 Tailles des particules**

La taille des particules d'alginate a été estimée. Pour se faire, nous avons procédé en premier lieu à un tamisage de l'alginate avec un tamiseur électrique de type RETSCH AS 200.

Pour l'analyse granulométrique, nous superpose un certain nombre de tamis dont la dimension des mailles décroît du tamis supérieur au tamis inférieur, puis on couvre le tamis supérieur avec un couvercle après avoir placé notre poudre de l'alginate.

Laisse agiter pendant un certain temps au bout duquel les particules se répartissent sur les différents tamis selon leur granulométrie.

#### **III-10-5 Détermination du rendement**

Les rendements d'extraction ont été calculés selon l'équation suivante :

$$\text{Rendement \%} = (\text{Malg} / \text{Ms}) * 100 \quad (\text{III.2})$$

**Malg** : masse sèche d'alginate obtenue.

**Ms** : masse sèche de la poudre végétale utilisée pour l'extraction.

### **III-11 Caractérisation de la formulation**

#### **III-11-1 Mesure du pH**

La mesure du pH a été réalisée au moyen d'un pH-mètre (HANNA Instruments PH2210). Le pH des émulgels doit être voisin du pH cutané (4,2- 7). Sa détermination est importante car les variations de pH nous renseignent sur les éventuelles incompatibilités entre les différents composants et sur la mauvaise conservation [99]. Les différentes formulations ont été solubilisées dans de l'eau distillée (0.5g dans 50ml)

### III-11-2 Détermination du sens d'émulsions

La méthode des colorants consiste à ajouter à un échantillon d'émulgel un colorant hydrosoluble (bleu de méthylène). Une diffusion rapide et homogène du colorant signifie que l'émulsion de base est de type huile dans eau [100].

Prend 1g de chaque formulation et ajoute quelques gouttes de bleu de méthylène et on observe la diffusion du colorant.

### III-11-3 Test d'étalement

La capacité d'étalement est définie comme étant la surface occupée par une quantité donnée d'échantillon soumise à une pression entre deux plaques en verre. L'étalement a été déterminé par le procédé décrit par Febrer et Clares-naveros [101].

Une prise d'essai de 0.7 g de l'émulsion a été placée au centre d'une plaque en verre sur laquelle une seconde plaque en verre a été placée, sans glissement des plaques. Une force a été générée sur la plaque supérieure en ajoutant un poids de 500 g. Après 1 min, le poids a été retiré et le diamètre de l'échantillon (d) a été mesuré. Les résultats ont été exprimés en termes de surface d'étalement selon l'équation (II.3) :

$$S = d^2 * \pi / 4 \quad \text{(III.3)}$$

### III-11-4 Le potentiel Zêta

La mesure du potentiel zeta a été réalisée au moyen d'un HORIBA SCIENTIFIC NANO PARTICA, NANO PARTICLE ANALYZER SZ-100 C'est un indicateur très important de la stabilité d'un système dispersé, négatif ou positif. Le potentiel zêta représente la charge électrique qu'une particule acquiert grâce au nuage d'ions qui l'entourent quand elle est en suspension ou en solution. En effet, lorsque celle-ci est en mouvement dans un liquide, elle s'entoure d'ions organisés en une « double couche électrique » :

- Une partie des ions s'accroche à la particule formant ainsi une couche d'ions adhérents dite couche dense.
- L'autre partie des ions forme une couche non liée dite diffuse.

Le « plan de cisaillement » délimite ces deux couches. C'est la différence de potentiel entre le milieu de dispersion et le potentiel au plan de cisaillement qui définit le potentiel

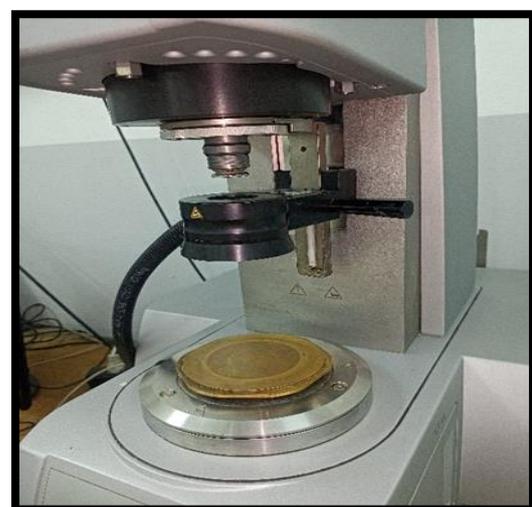
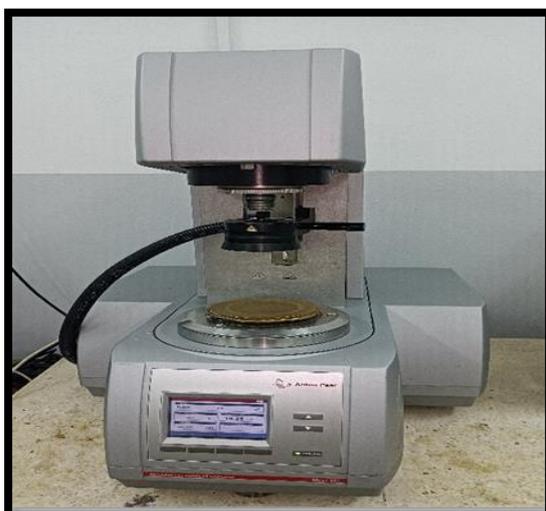
Zêta. Ce potentiel représente la mesure de l'intensité de répulsion ou d'attraction électrostatique entre particules. Le potentiel zêta des émulsions a été mesuré par DLS.



**Figure 34 :** Diffusion dynamique de la lumière (DLS)

### III-11-5 Etude du comportement rhéologique

Afin d'étudier le comportement rhéologique des formulations nous avons déterminé la viscosité en fonction du taux de cisaillement. Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un rhéomètre de la marque « MCR 302 Anton PAAR PHYSICA » qui fonctionne en régime continu et oscillatoire. L'appareil est équipé d'un logiciel qui permet le contrôle du rhéomètre, le traitement des données et leur utilisation. La géométrie utilisée est un cône plat de 60 mm, qui permet de détecter des viscosités les plus faibles aux plus élevées à une température de 20 °C. La figure ci-dessous montre la photo originale de rhéomètre utilisé.



**Figure 35 :** Le rhéomètre utilisé.

### III-11-6 Evaluation de l'activité antibactérienne

Les analyses microbiologiques ont été réalisées au niveau du Laboratoire de microbiologie de l'université de blida 1, selon la méthode de diffusion des trous. Le principe de l'activité antimicrobienne consiste à réaliser une culture microbienne sur un milieu de culture MH, Si ces derniers présentent une activité antimicrobienne, on observera une zone d'inhibition autour du trou due à la diffusion des échantillons [102].

#### III-11-6-1 Les souches utilisées

##### ➤ *Escherichia coli*

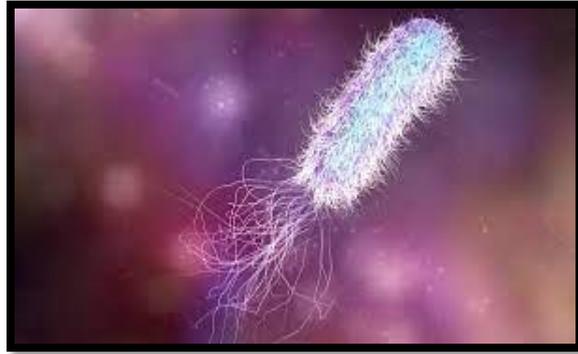
*Escherichia coli*, en abrégée *E. coli*, est une bactérie intestinale des organismes à sang chaud, Gram négatif, du genre *Escherichia*, en forme de bâtonnet. *E. coli* est une bactérie *aero-anaerobie* facultative, appartenant au groupe des *colibacilles*, très commune chez l'être humain [103].



**Figure 36 :** Aspect microscopique de la souche *Escherichia coli*.

##### ➤ *Pseudomonas aeruginosa*

*Pseudomonas aeruginosa*, autrement connu sous le nom de *bacille pyocyannique*, *bacille du pus bleu* ou *pyo*, est une bactérie du genre *Pseudomonas*. Les *bacilles* sont fins, droits et très mobiles grâce à un flagelle polaire : ciliature monotriche, dépourvus de spores et de capsules. Ils apparaissent la plupart du temps isolés ou en diplobacilles. Elle provoque des infections aiguës ou chroniques, parfois graves et mortelles. Elle sévit particulièrement en milieu hospitalier et expose les patients présentant un faible système immunitaire [104].



**Figure 37** : Aspect microscopique de la souche *Pseudomonas aeruginosa*

➤ *Staphylococcus aureus*

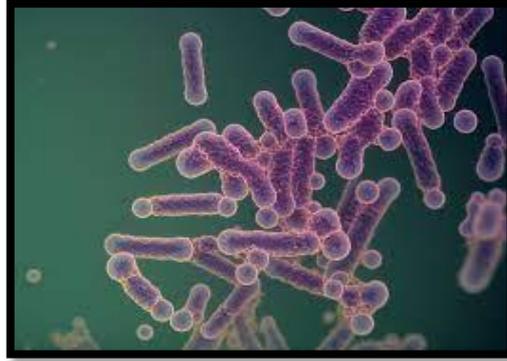
Le *staphylocoque* doré est l'espèce la plus pathogène du genre *Staphylococcus*. Elle est responsable d'intoxications alimentaires, d'infections localisées suppurées et, dans certains cas extrêmes, d'infections potentiellement mortelles. *S. aureus* se présente comme une coque en amas, Gram positif et catalase positif [105].



**Figure 38** : Aspect microscopique de la souche *Staphylococcus aureus*

➤ *Bacillus cereus*

*Bacillus cereus* est responsable de toxi-infections caractérisées par des symptômes diarrhéiques, ainsi que d'intoxications se traduisant par des symptômes émétiques. Il s'agit d'un bacille à coloration de Gram positive, sporulant et aéro-anaérobie facultatif [106].



**Figure 39** : Aspect microscopique de la souche *Bacillus cereus*

### **III-11-6-2 Préparation des solutions**

Nous avons solubilisé la poudre des extraits avec la solution référence dans l'eau distillée (0.4mg/5ml)

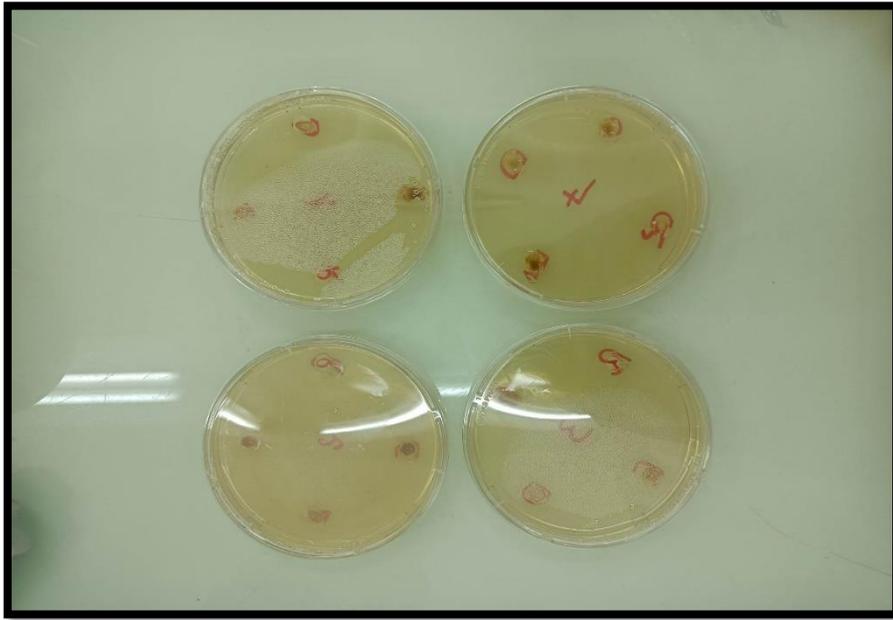
### **III-11-6-3 Préparation de la couche du milieu**

On fait fondre le milieu gélosé Muller-Hinton dans un bain-marie à 95°C et on verse aseptiquement dans les 8 boîtes de Pétri puis on laisse refroidir et on solidifie sur la paillasse.

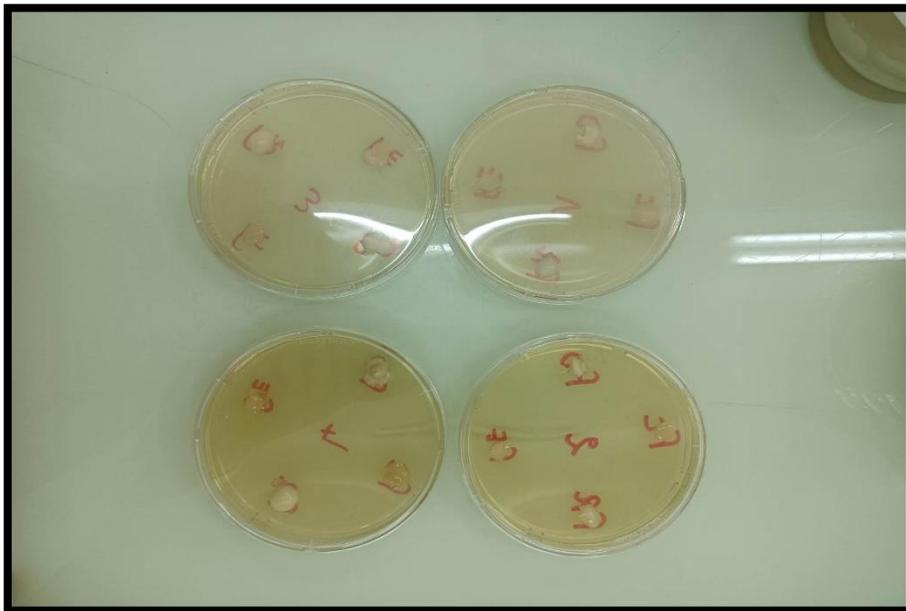
Après refroidissement on fait l'ensemencement de la couche bactériennes sur toute la surface des boîtes, puis on fait les 4 trous pour chaque boîte et on met 5-7gouttes de la solution dans les trous, sachant que chaque boîte à pétris contient 4 extraits et une bactérie.

Le même protocole pour les 4 formulations dans une boîtes à pétri avec une bactérie.

On laisse les boîtes pendant 30min et on les incube dans l'étuve pendant 24h à 30°C.



**Figure 40 :** Solutions prêtes pour incubation



**Figure 41 :** Formulations prêtes pour incubation

## V-1 Objectifs

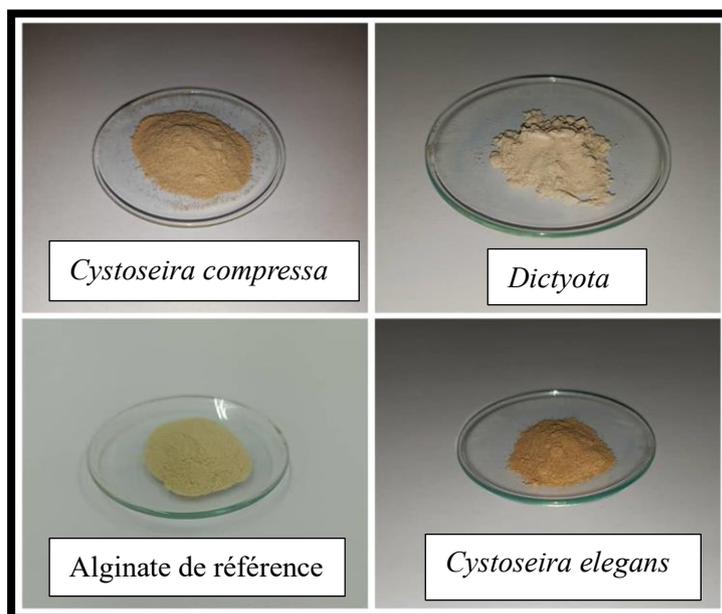
Dans ce chapitre seront présentés les principaux résultats expérimentaux obtenus avec Les interprétations. Ils seront structurés comme suit :

- Caractérisation de la matière première « Alginate de sodium »
- Formulation d'émulgels à base des alginates extraits des algues brunes et de l'hydrolat.
- Caractérisation des différentes formulations « émugel »
- Études de l'activité antimicrobienne des extraits d'alginate et les différentes formulations.

## V-2 Caractérisation de l'alginate

### V-2-1 Aspect macroscopique

Les alginates issus des espèces *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa*, *Dictyota* se présentent sous forme de poudre blanc crème à marron claire, pratiquement inodore comme illustrés sur la figure ci-dessous



**Figure 42** : Les poudres d'alginates

### V-2-2 Solubilité de la poudre d'alginate

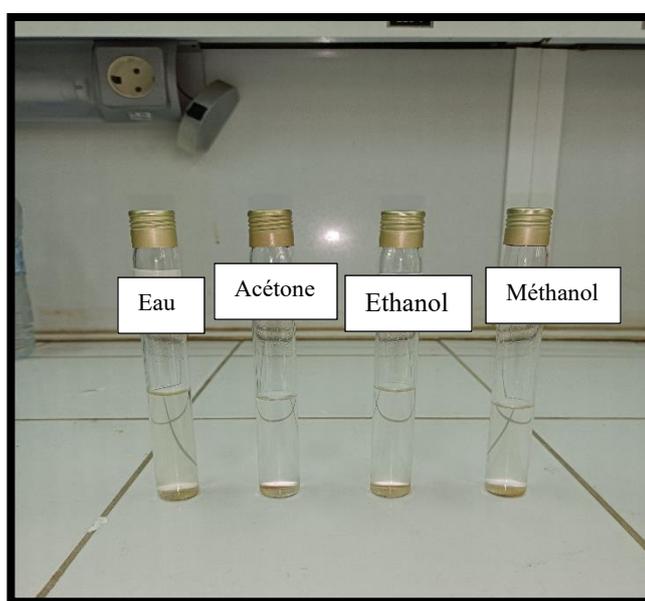
La solubilité de l'alginate des 3 algues brunes *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa*, *Dictyota* ainsi que l'alginate de sodium de référence dans les différents solvants a été examinée. Les résultats sont mentionnés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau V.1** : Les solubilités de l'alginate dans les différents solvants.

Solvants	Eau distillée	Acétone	Ethanol	Méthanol
Solubilité	+	-	-	-

Où : (+) soluble, (-) insoluble.

Les résultats sont valables pour les 4 types d'alginate obtenus et montrent qu'ils sont solubles dans l'eau distillée, insolubles dans les solvants organiques (acétone, éthanol, méthanol) comme illustré dans la figure ci-dessous.



**Figure 43** : La solubilité de l'alginate dans les différents solvants.

### V-2-3 Taille des particules

L'analyse granulométrique a révélé que le diamètre moyen des alginate *Cystoseira elegans*, *Cystoseira compressa*, *Dictyota* est de 100  $\mu\text{m}$ , ce qui concorde parfaitement avec la distribution granulométrique de l'alginate de référence (80  $\mu\text{m}$ )

#### V-2-4 Détermination du rendement

Les rendements obtenus sont comparables à ceux d'autres travaux antérieurs réalisés en Algérie et au monde, certains résultats sont mentionnés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau V.2 :** Comparaison des teneurs en alginates des espèces étudiées par rapport aux principales alginophytes dans l'Algérie et le monde

Espèces	Teneur en alginates (% poids sec)	Références
<i>Macrocystis pyrifera</i>	18-21	Pérez, 1997
<i>Laminaria japonica</i>	20-26	
<i>Ascophyllum nodosum</i>	15-20	
<i>Fucus serratus</i>	18-28	
<i>Ecklonia cava</i>	35-38	
<i>Lessonia trabeculata</i>	25.67	Chandia et al., 2001
<i>Saccharina longicuris</i>	20	Rioux, 2005
<i>Dictyopteris polyodioides</i>	21.92	Belattmania et al., 2015
<i>Dilophus ligulatus</i>	8.8	
<i>Halopteris scoparia</i>	4.16	
<i>Cystoseira barbata</i>	5.31	Benali et karli, 2006
<i>Sargassum vulgare</i>	6.10	
<i>Dictyota</i>	<b>6.37</b>	Notre présente étude
<i>Cystoseira compressa</i>	<b>15.38</b>	
<i>Cystoseira elegans</i>	<b>10.20</b>	

#### Discussion

Nos rendements sont proches de ceux obtenus pour les autres algues brunes étudiées en Algérie et au Maroc, mais les 2 espèces *Dictyota* et *Cystoseira elegans* sont inférieurs aux rendements obtenus dans d'autres travaux et sont compris dans l'intervalle [14-40%] [107]. Ceci pourrait être probablement dû comme aux pertes enregistrées lors de manipulation surtout lors des filtrations, ou bien on pourrait penser que ces espèces présentent tout simplement un faible taux en alginates.

### V-2-5 La spectroscopie UV-Visible

Un balayage dans le domaine UV-Vis a été effectué afin de déterminer la longueur d'onde optimale ( $\lambda_{\max}$ ), correspondant à l'absorption des extraits d'alginate pour la détermination de ( $\lambda_{\max}$ ). Les solutions des alginate ont été préparées à une concentration de 0,005 mg/25ml. Les résultats montrent des pics d'absorptions maximums définis à une longueur d'onde ( $\lambda_{\max}$ ) = 231.5 nm et ( $\lambda_{\max}$ ) de l'alginate de référence est de 232nm, ce qui correspond parfaitement avec les longueurs d'onde optimale des extraits.

### V-2-6 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

L'analyse des alginate par spectroscopie infrarouge (FTIR) nous a permis de déterminer les groupes fonctionnels caractéristiques des alginate extraits des trois algues brunes étudiées et comparées au spectre IR de l'alginate commercial.

Les résultats obtenus sont présentés dans les figures ci-dessous. Les principales bandes caractéristiques des alginate sont fournis dans le tableau V1. Les mesures ont été réalisées dans une gamme de nombres d'onde de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$

**Tableau V.3 :** l'identification des pics de FTIR d'alginate de sodium

Les groupements	Fréquences ( $\text{cm}^{-1}$ )
-OH	Entre 3247.90 et 3421.48
C-H	2927.74
COO- asymétriques	1616.24
C-OH et COO- symétriques	1415.65
C-O	1033.77

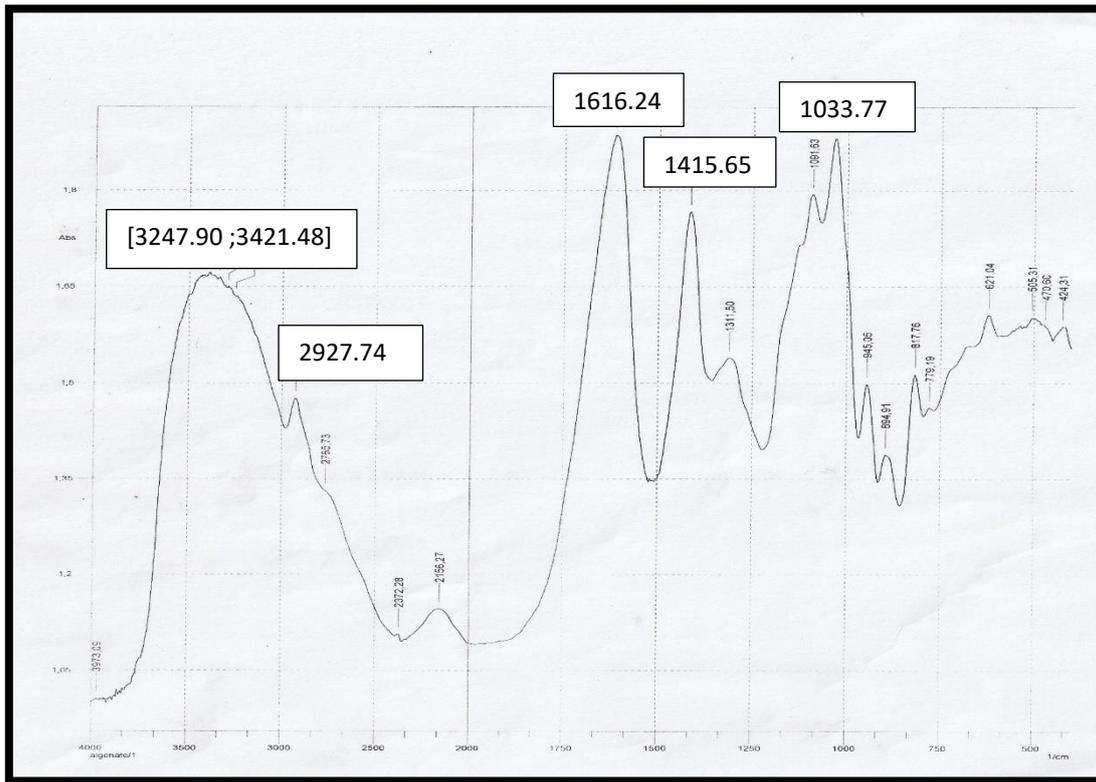


Figure 44 : Spectre IR de l'alginate de sodium.

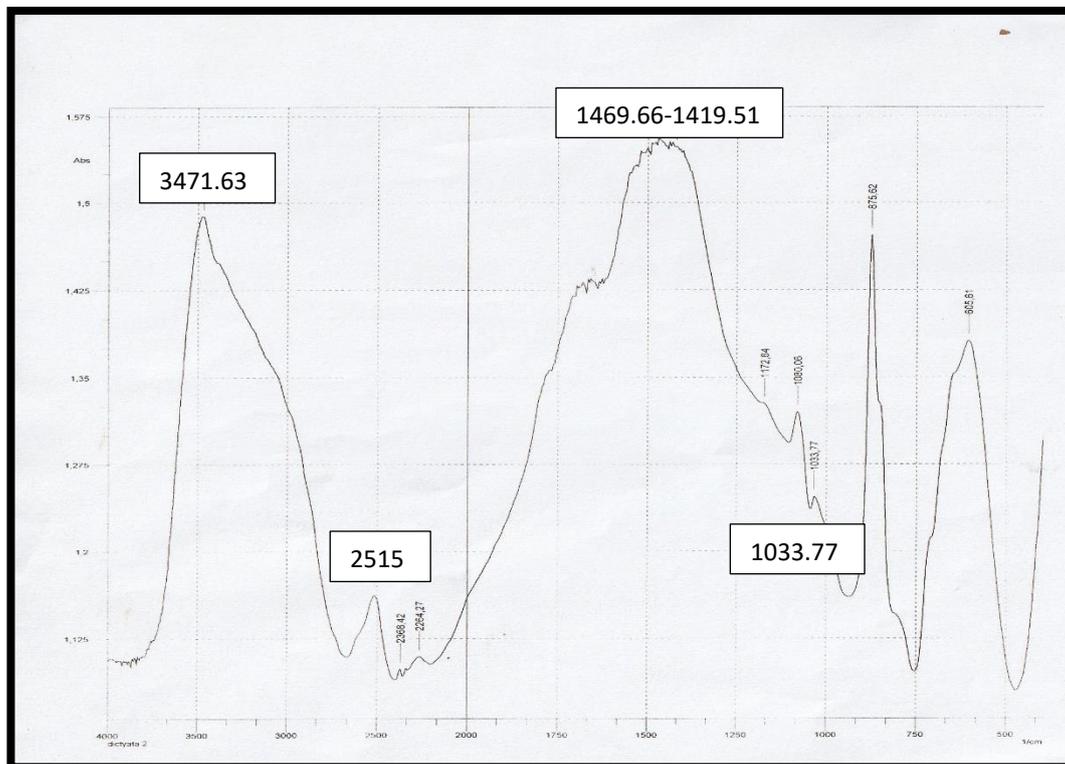


Figure 45 : Spectre IR de l'alginate extrait de *Dictyota*.

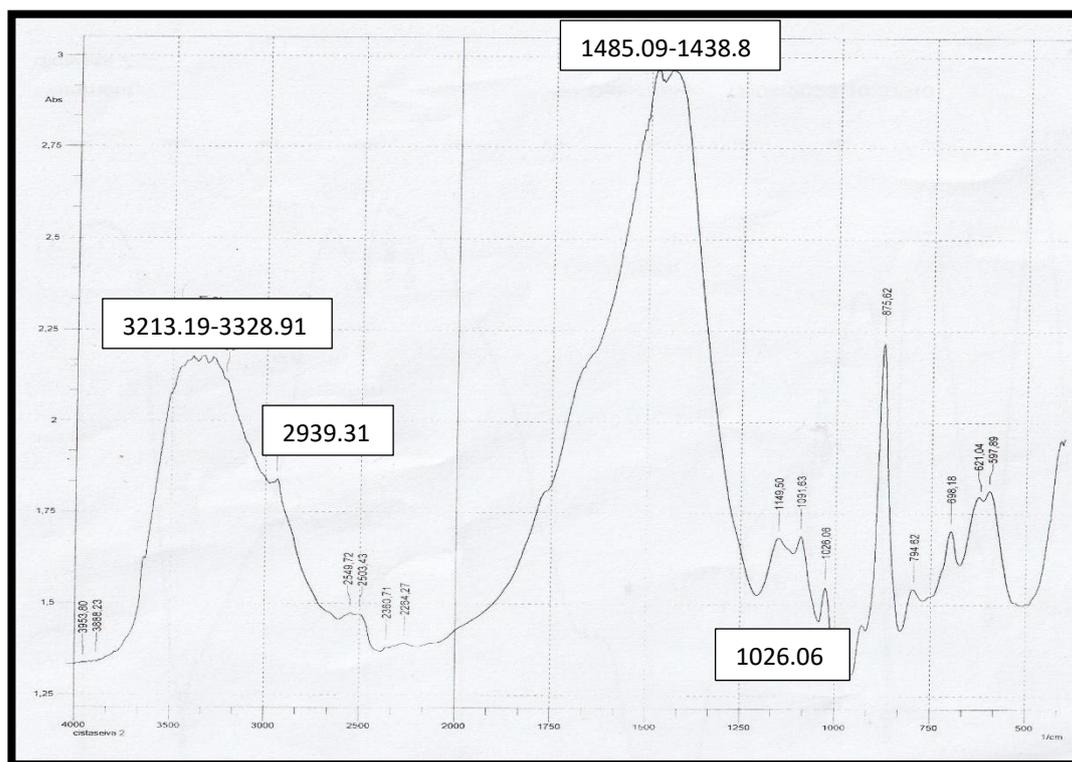


Figure 46 : Spectre IR de l'alginate extrait de *Cystoseira compressa*.

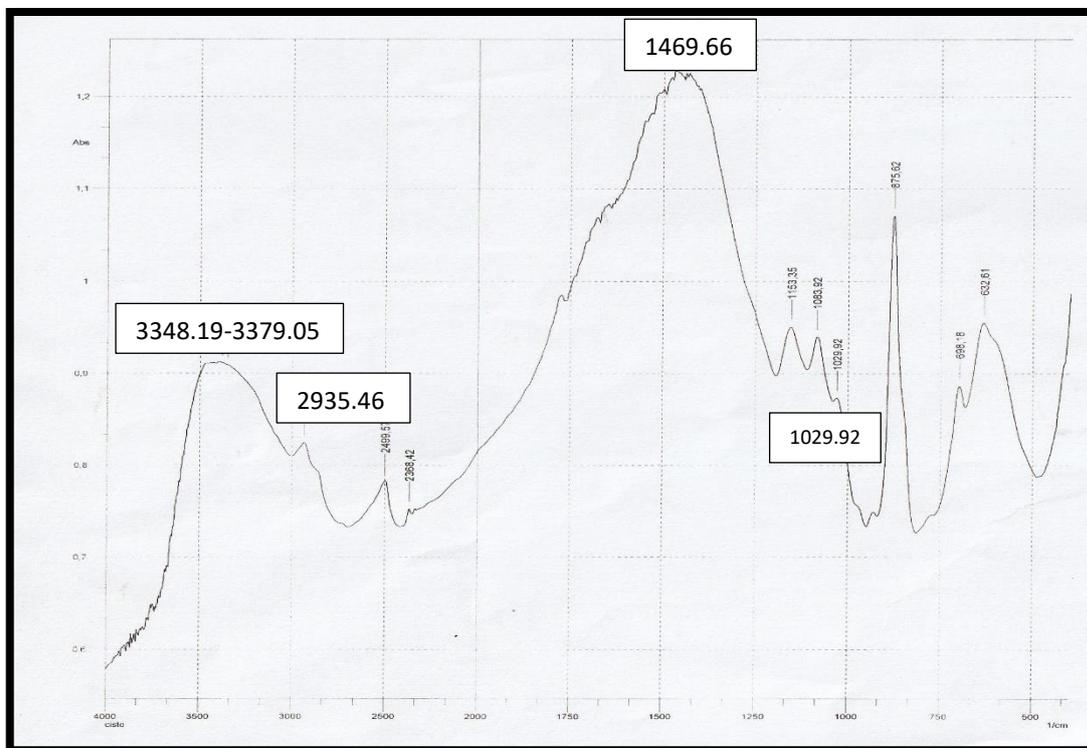


Figure 47 : Spectre IR de l'alginate extrait de *Cystoseira elegans*.

## Discussion

Les spectres IR de l'alginate de *Dictyota* ont permis de mettre en évidence la présence d'une bande d'absorption vers 3471.63 cm<sup>-1</sup> qui est attribuée au mode de vibration de valence de la liaison O-H des groupements hydroxyles caractéristiques des polysaccharides naturels et d'une bande très intense vers 2515 cm<sup>-1</sup> attribuée au mode de vibration de valence de la liaison C-H.

La bande entre 1469.66 et 1419.51 cm<sup>-1</sup> est attribuée à une vibration de déformation C–OH et à une vibration d'élongation symétrique du groupe (COO<sup>-</sup>). Ces biopolymères présentent aussi à 1033.77 cm<sup>-1</sup>, la bande la plus intense correspondant au groupement CO.

Les spectres IR de l'alginate de *Cystoseira compressa* mettent en évidence la présence d'une bande d'absorption entre 3213.19 et 3328.91 cm<sup>-1</sup> qui est attribuée au mode de vibration de valence de la liaison O-H des groupements hydroxyles caractéristiques des polysaccharides naturels et d'une bande très intense vers 2939.31 cm<sup>-1</sup> attribuée au mode de vibration de valence de la liaison C-H.

La bande entre 1485.09 et 1438.8 cm<sup>-1</sup> est attribuée à une vibration de déformation C–OH et à une vibration d'élongation symétrique du groupe (COO<sup>-</sup>). Ces biopolymères présentent aussi à 1026.06 cm<sup>-1</sup>, la bande la plus intense correspondant au groupement CO.

Les spectres IR de l'alginate de *Cystoseira elegans* mettent en évidence la présence d'une bande d'absorption entre 3348.19 et 3379.05 cm<sup>-1</sup> qui est attribuée au mode de vibration de valence de la liaison O-H des groupements hydroxyles caractéristiques des polysaccharides naturels et d'une bande très intense vers 2935.46 cm<sup>-1</sup> attribuée au mode de vibration de valence de la liaison C-H.

La bande à 1469.66 cm<sup>-1</sup> est attribuée à une vibration de déformation C–OH et à une vibration d'élongation symétrique du groupe (COO<sup>-</sup>). Ces biopolymères présentent aussi à 1029.92 cm<sup>-1</sup>, la bande la plus intense correspondant au groupement CO.

A la lumière de ces résultats trouvés, la structure des trois espèces *Dictyota* et *Cystoseira compressa* et *Cystoseira elegans* a été confirmée et identifiée et présente les mêmes groupements que l'alginate de sodium de référence.

## V-3 Caractérisation des formulations

### V-3-1 L'aspect macroscopique

Les émulgels préparés présentent tous un aspect crémeux, homogène et plus au moins visqueux avec une couleur marron foncé à beige.



**Figure 48 :** Aspect macroscopique des émulgels formulés

### V-3-2 Détermination du pH

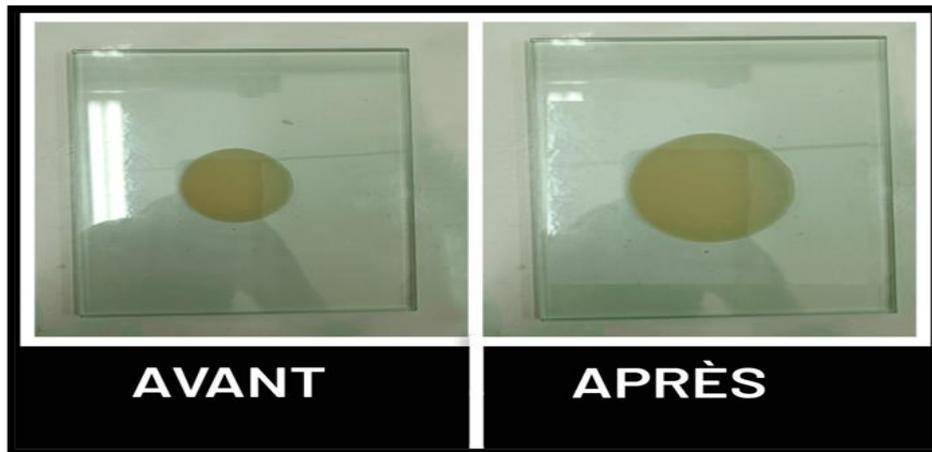
Le pH des émulgels formulés sont illustrés dans le tableau V.4. Les valeurs de pH des émulgels étudiés varient entre 6.1 et 6.8. La neutralité des valeurs de pH des émulsions étudiées indique que les formulations peuvent être préconisées pour des applications cutanées sans aucun risque d'irritation de la peau.

**Tableau V.4 :** Les résultats de pH pour les 4 formulations

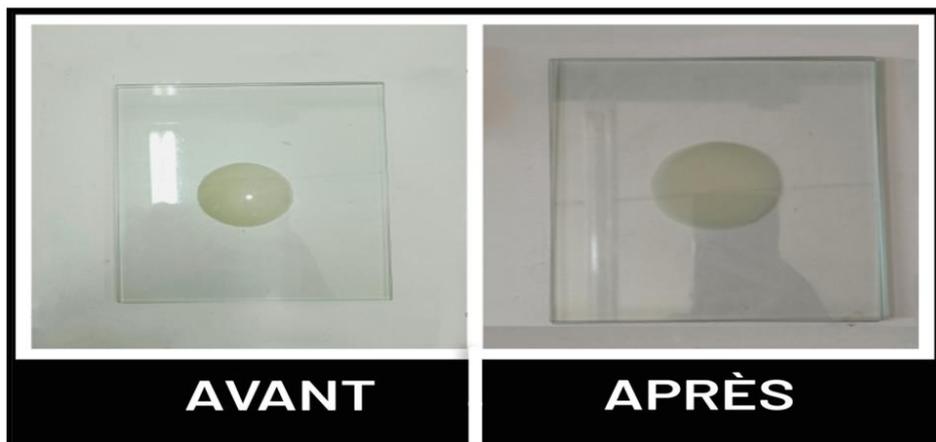
EM	EM1	EM2	EM3	EM4
	Référence	<i>Dictyota</i>	<i>Cystoseira elegans</i>	<i>Cystoseira compressa</i>
pH	6.3	6.8	6.1	6.5

### V-3-3 Test d'étalement

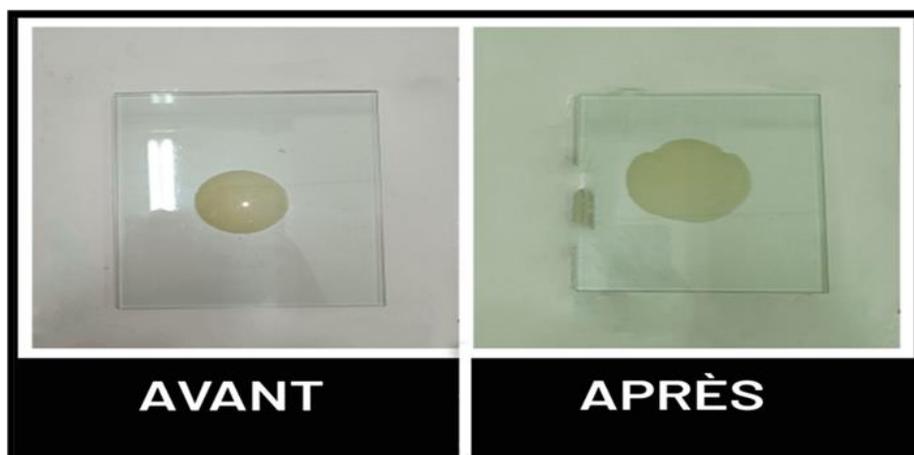
Les figures ci-dessous représentent les diamètres avant et après étalement



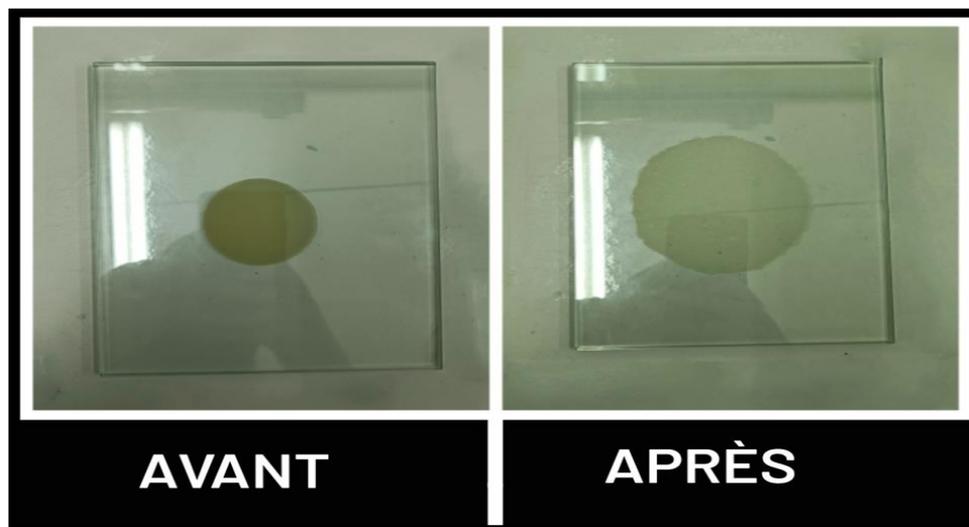
**Figure 49 :** Test d'étalement EM1( *Dictyota*)



**Figure 50 :** Test d'étalement EM2 (Référence)



**Figure 51 :** Test d'étalement EM3 (*Cystoseira elegans*)



**Figure 52 :** Test d'étalement EM4 (*Cystoseira compressa*)

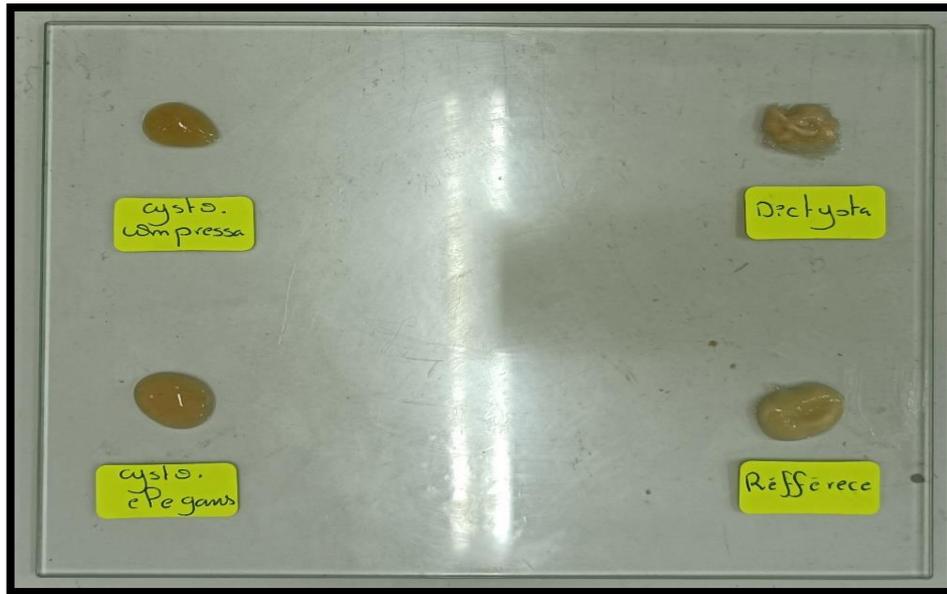
Ces résultats montrent que les émulsions présentent une bonne capacité à l'étalement, ce qui est un paramètre très important pour assurer une bonne adhésion et une meilleure libération du Principe actif lors de l'application des émulsions sur la peau.

**Tableau V.5 :** les résultats du test d'étalement exprimés en unité de surface.

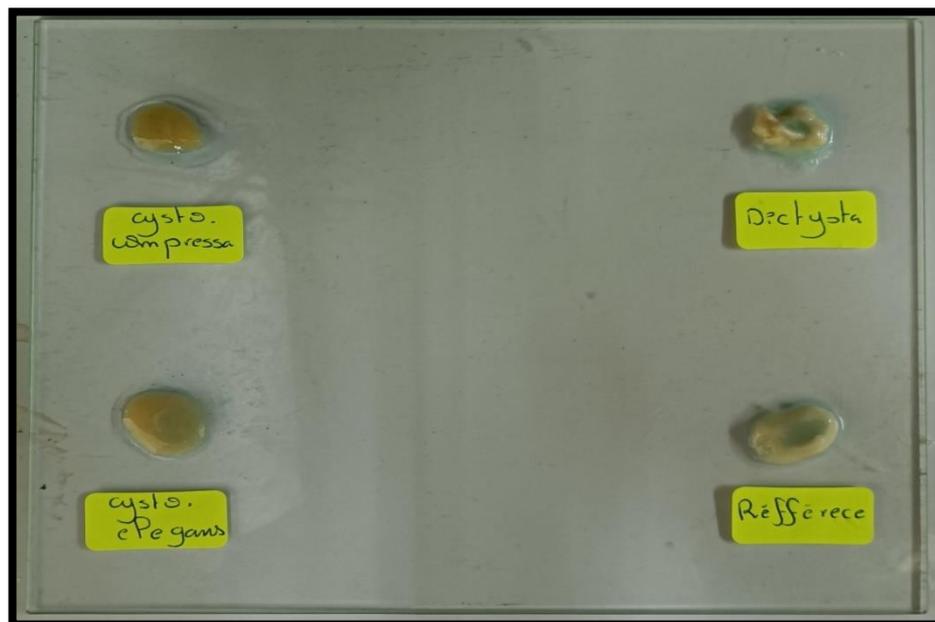
Formulations	Diamètre (cm)	Surface d'étalement (cm <sup>2</sup> )
<b>EM1</b> ( <i>Dictyota</i> )	6	28.26
<b>EM2</b> (Référence)	7	38.46
<b>EM3</b> ( <i>Cystoseira elegans</i> )	7.5	44.15
<b>EM4</b> ( <i>Cystoseira compressa</i> )	8.5	56.71

#### V-3-4 Détermination du sens des émulsions

Ces résultats obtenus ont bien indiqué que la phase continue est une phase aqueuse et la phase dispersée est une phase huileuse, cela confirme que les formulations sont à base émulsions de type H/E



**Figure 53 :** Le sens avant la diffusion



**Figure 54 :** Le sens de l'émulsion après la diffusion

### V-3-5 Détermination du potentiel zêta

Les valeurs du potentiel zêta des émulsions durant un mois de stockage sont regroupées dans le tableau suivant ci-dessous :

**Tableau V.6 : Potentiel zêta des 4 formulations**

<b>EM</b>	<b>Essai (mV)</b>	<b>Semaine 1</b>	<b>Semaine 2</b>	<b>Semaine 3</b>	<b>Semaine 4</b>	<b>Stabilité</b>
<b>EM 1(Dictyota)</b>	Essai N° 1	-38 .6	-50.7	-45.8	-43.8	+
	Essai N° 2	-37.3	-47.2	-42.5	-43.9	
	Essai N° 3	-38.8	-45.3	-44.15	-43.85	
	Moyenne	-38.3	-47.73	-44 .15	-43.85	
<b>EM2(Référence)</b>	Essai N° 1	-68.2	-82.9	-72.2	-81.5	+
	Essai N° 2	-68.4	-79.2	-72.35	-82.5	
	Essai N° 3	-68.0	-81.8	-72.5	-83.5	
	Moyenne	-68.2	-81.3	-72.35	-82.5	
<b>EM3(Cystoseira elegans)</b>	Essai N° 1	-60.4	-54.9	-49.0	-46.5	+
	Essai N° 2	-50.4	-52.3	-46.2	-48.35	
	Essai N° 3	-49.6	-54.0	-47.6	-50.2	
	Moyenne	-53,46	-53.73	-47.6	-48.35	
<b>EM4(Cystoseira compressa)</b>	Essai N° 1	-41.6	-41.8	27.9	17.8	-
	Essai N° 2	47.9	5.1	-73.3	-16	
	Essai N° 3	30.2	-0.8	-22.9	-49.3	
	Moyenne	12.16	-12,5	-22.9	-16	

La stabilité de la dispersion colloïdale est une fonction qui dépend du PZ, qui à son tour est la mesure des charges globales acquises par les vésicules. Par conséquent, il contrôle la stabilité des dispersions colloïdales.

La stabilité des dispersions colloïdales. En général, le système est considéré comme stable lorsque la valeur du PZ est supérieure à  $\pm 30$  mV afin de garantir des charges suffisantes pour la répulsion électrique qui empêcherait l'agrégation électrique qui inhiberait l'agrégation des vésicules [108].

Dans notre étude les résultats obtenus montrent que les émulsions de *Dictyota*, Référence, *Cystoseira elegans* sont entre -82.5 et -38.3 mV ce qui indique une amélioration de potentiel zêta pendant un mois, ce qui peut garantir la stabilité des 3 formulations précédentes.

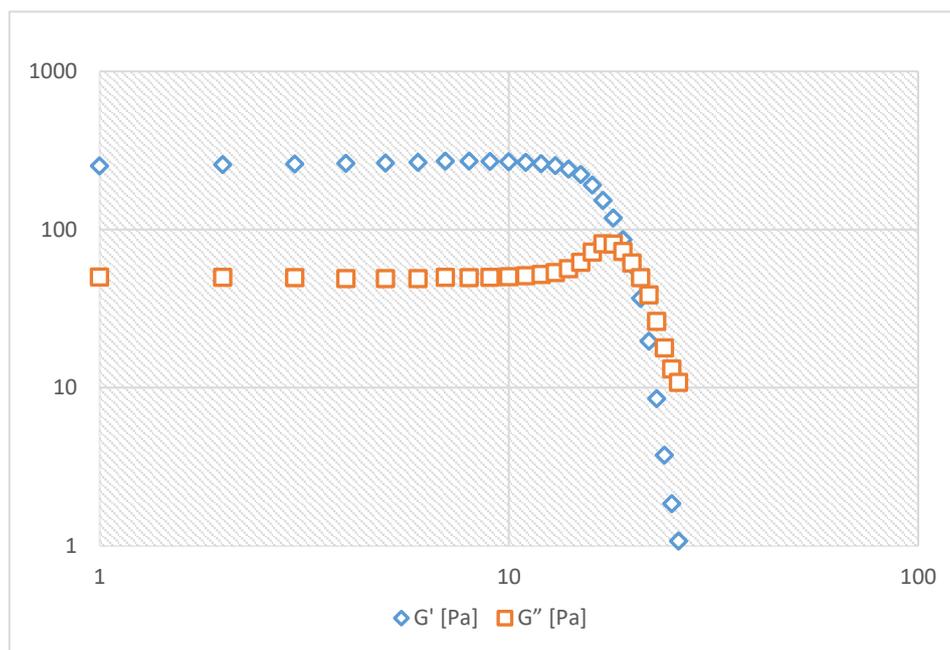
Par contre les valeurs obtenues de l'émulgel de *Cystoseira compressa* sont entre -22.9 et 12.16 mV ce qui implique la déstabilisation de l'émulgel de *Cystoseira compressa* pendant un mois. Par conséquent les 3 émulgels de *Dictyota*, Référence, *Cystoseira elegans* sont stables et l'émulgel de *Cystoseira compressa* semble être instable dans les conditions de l'étude, résultat qui nécessite d'autres tests pour confirmation

### V-3-6 Etude du comportement rhéologique

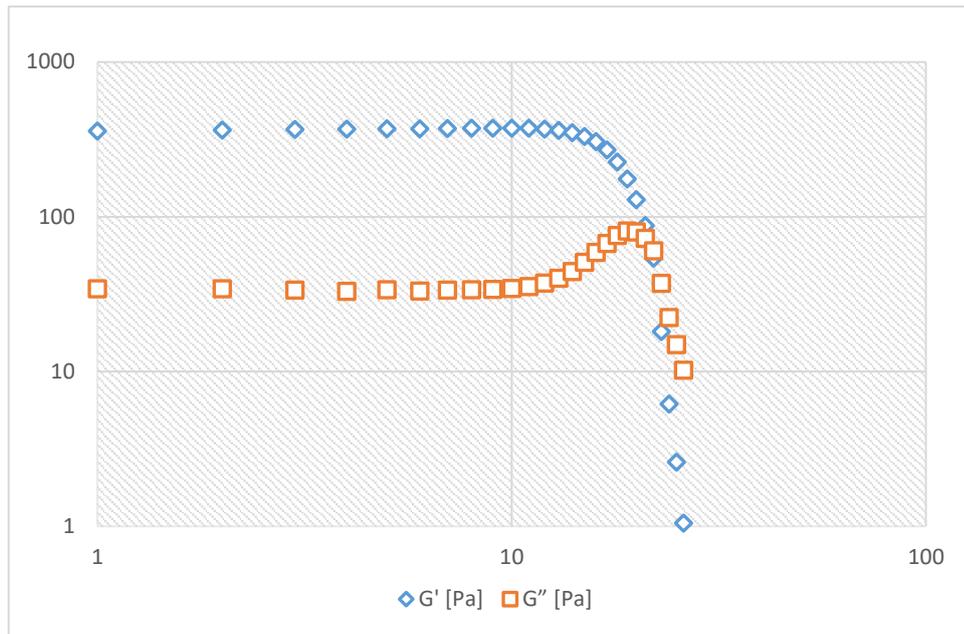
La viscosité est l'un des paramètres importants pour évaluer la qualité d'un composé utilisé comme stabilisant et épaississant dans les formulations alimentaires et pharmaceutiques.

#### ➤ Test de viscoélasticité

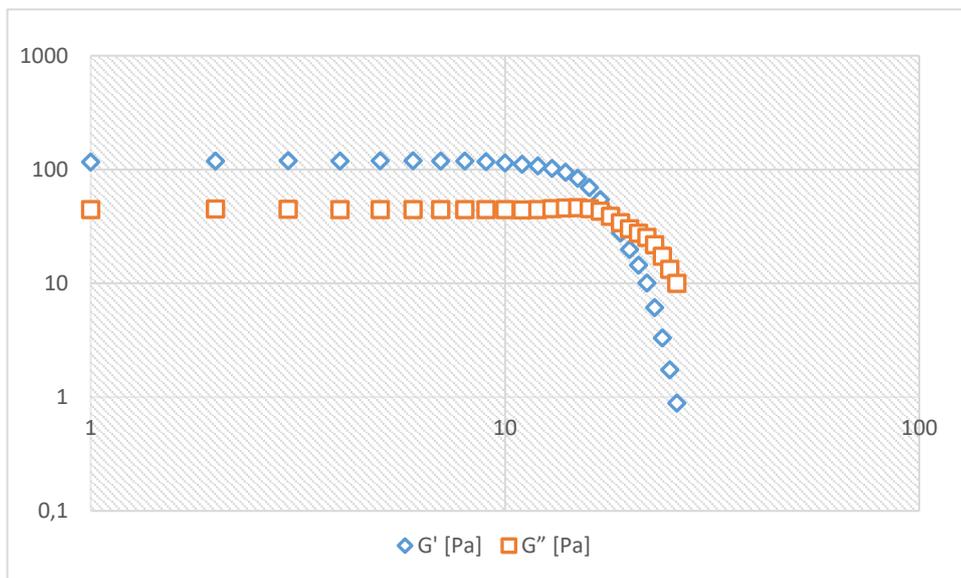
Les figures ci-dessous représentent les courbes de viscoélasticité des émulgels en fonction de la déformation.



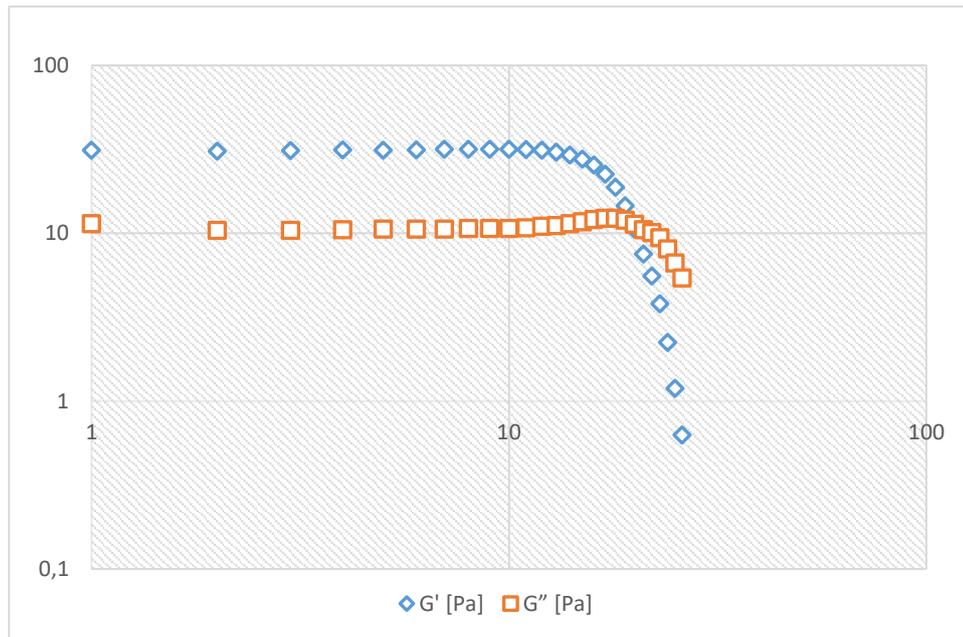
**Figure 55 :** La courbe de viscoélasticité d'alginate de référence (G' et G'' en fonction de déformation)



**Figure 56 :** La courbe de viscoélasticité de *Dictyota* ( $G'$  et  $G''$  en fonction de déformation)



**Figure 57 :** La courbe de viscoélasticité de *Cystoseira compressa* ( $G'$  et  $G''$  en fonction de déformation)



**Figure 58 :** La courbe de viscoélasticité de *Cystoseira elegans* ( $G'$  et  $G''$  en fonction de déformation)

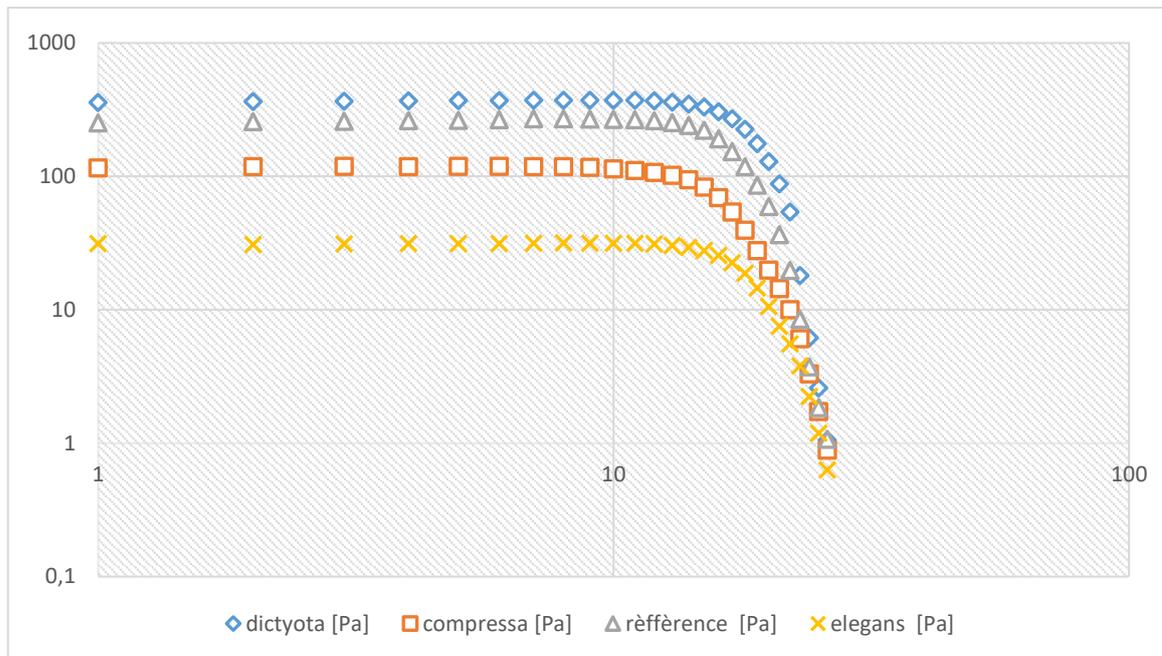
### Discussion

Le comportement visqueux d'un liquide est exprimé par la valeur  $G''$  tandis que le comportement élastique d'un solide est exprimé par la valeur  $G'$ .

D'après les 4 courbes de viscoélasticité, on remarque que les 2 modules  $G'$  et  $G''$  existent, ce qui implique que nos émulsions sont des fluides viscoélastiques.

- ✓ Présence d'une région linéaire (les 2 modules sont constants), la déformation est augmentée et y'a pas de modification dans les valeurs des 2 modules ( $G'$  et  $G''$ ). La région linéaire qui est supposée être la région au repos des émulsions.
- ✓ Au repos  $G'$  est supérieur à  $G''$  donc c'est beaucoup plus un comportement solide que liquide.
- ✓ Au repos les émulsions se comportent comme un solide viscoélastique, la rigidité l'emporte.
- ✓ Après un moment donné, on observe l'intersection et l'inversement des 2 modules et après une certaine déformation dite seuil au-delà de laquelle le comportement s'inverse donc c'est beaucoup plus liquide que solide.

Tous les émulsions préparés présentent le même comportement de liquide viscoélastique.



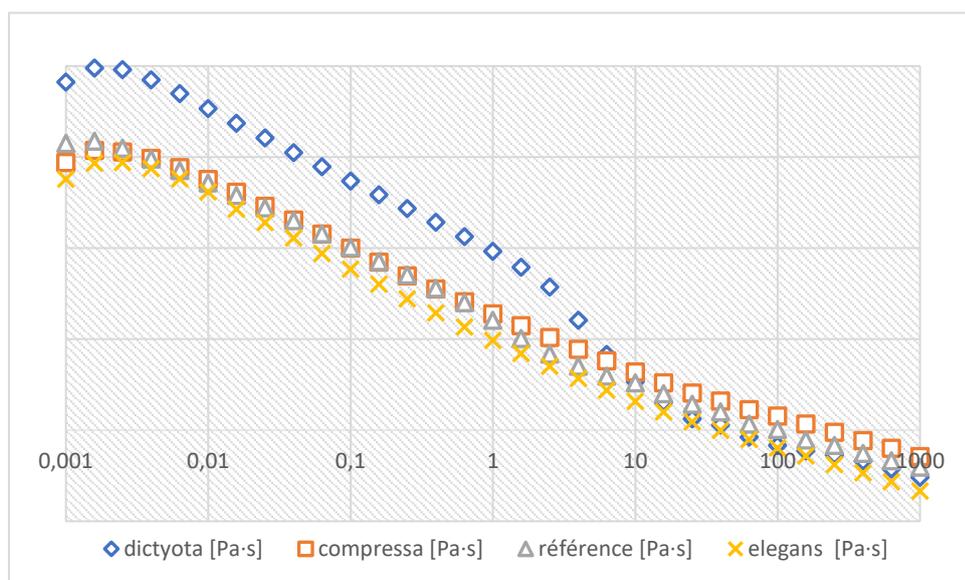
**Figure 59 :** la superposition des 4 courbes des émulsels de viscoélasticité ( $G'$  en fonction de déformation)

### Discussion

D'après les 4 courbes on remarque que l'émulsel de *Dictyota* est le plus rigide mais ne présente pas une grande différence avec le *Dictyota* et la référence. L'émulsel de *Cystoseira elegans* est beaucoup moins rigide de que les autres.

#### ➤ Test d'écoulement :

La figure ci-dessous représente la courbe d'écoulement des émulsels en fonction de la vitesse de cisaillement.



**Figure 60 :** Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour les 4 formulations

## Discussion

Les courbes obtenues montrent deux régions de l'évolution de la viscosité. Pour la première région il s'agit d'un comportement Newtonien au repos ou la viscosité est constante (pseudo-plateau).

Pour la 2ème région caractéristique d'un système rhéofluidifiant (non Newtonien) ou on observe une diminution de la viscosité avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement.

Les 4 émulsifs au repos sont constant mais le plus visqueux entre eux c'est le Dictyota et le moins visqueux c'est Cystoseira elegans puis on observe diminution de la viscosité des courbes et l'intersection entre les émulsifs avec une augmentation de la vitesse de cisaillement.

## V-4 Activité antibactérienne

Dans notre étude, les activités antibactériennes des différents extraits et les formulations ont été évaluées avec 4 bactéries (*Escherichia coli* ; *Pseudomonas aeruginosa* ; *Staphylococcus aureus* ; *Bacillus cereus*) en utilisant la méthode de diffusion sur trous sur milieu de culture Muller-Hinton gélosé. Nous avons utilisé l'eau distillée stérile pour la dilution de nos extraits.

Les résultats des tests de l'activité antibactérienne sont regroupés dans le Tableau V.6 et présentés sur les figures ci-dessous. L'action inhibitrice se traduit par l'apparition d'une zone d'inhibition autour du trou imprégné.

**Tableau V.7 :** Evaluation de l'activité antibactérienne des extraits et des formulations

	Zone d'inhibition			
	<i>Escherichia coli</i>	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>	<i>Bacillus cereus</i>
<b>Alginate de référence</b>	+	+	+	-
<b>Extrait de Dictyota</b>	+	-	-	-
<b>Extrait Cys.compressa</b>	+	+	+	+

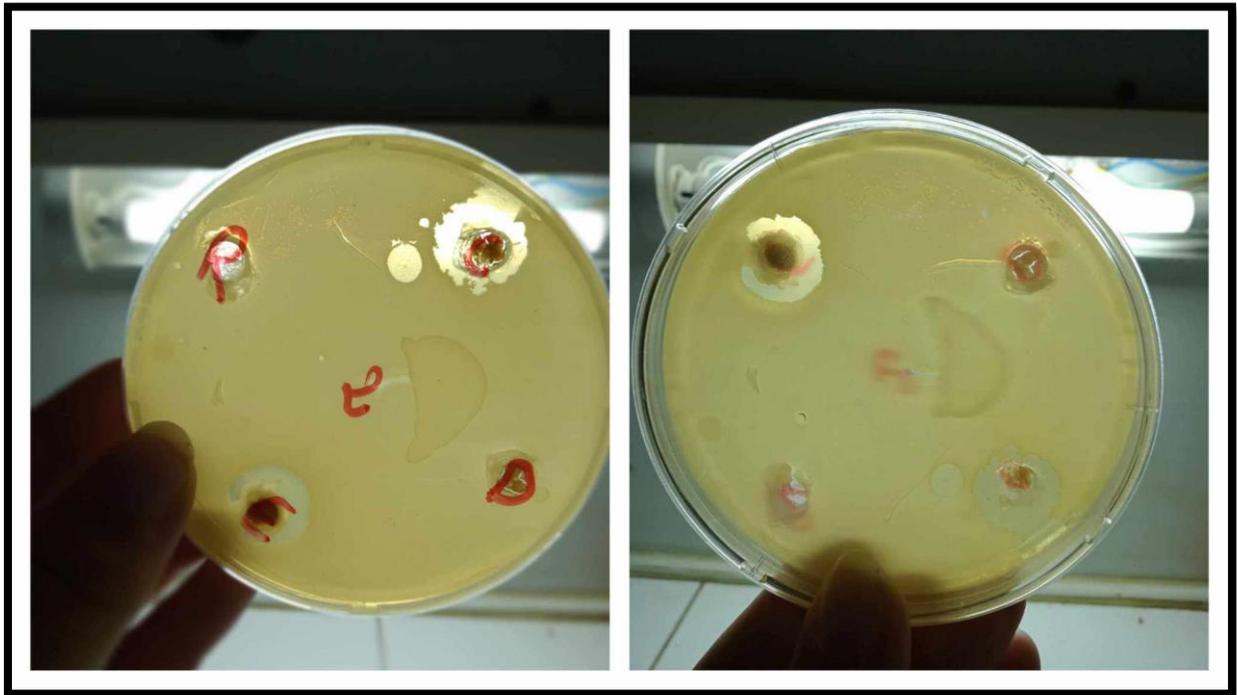
<b>Extrait</b> <i>Cys.elegans</i>	+	+	-	-
<b>Emulgel référence</b>	+	-	+	+
<b>Emulgel <i>Dictyota</i></b>	-	-	-	+
<b>Emulgel</b> <i>Cys.compressa</i>	-	-	+	+
<b>Emulgel</b> <i>Cys.elegans</i>	+	-	+	-

(-) : Absence d'activité

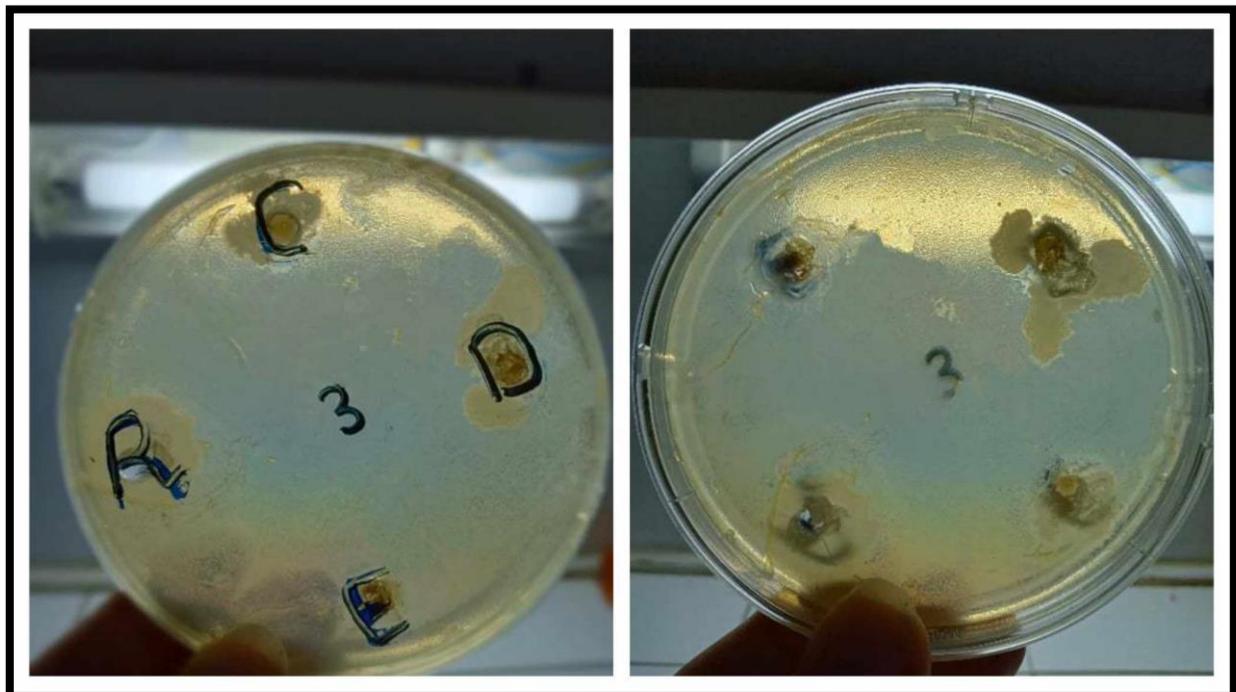
(+) : Présence d'activité



**Figures 61** : Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre *Escherichia coli*



**Figures 62 :** Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre *Pseudomonas aeruginosa*



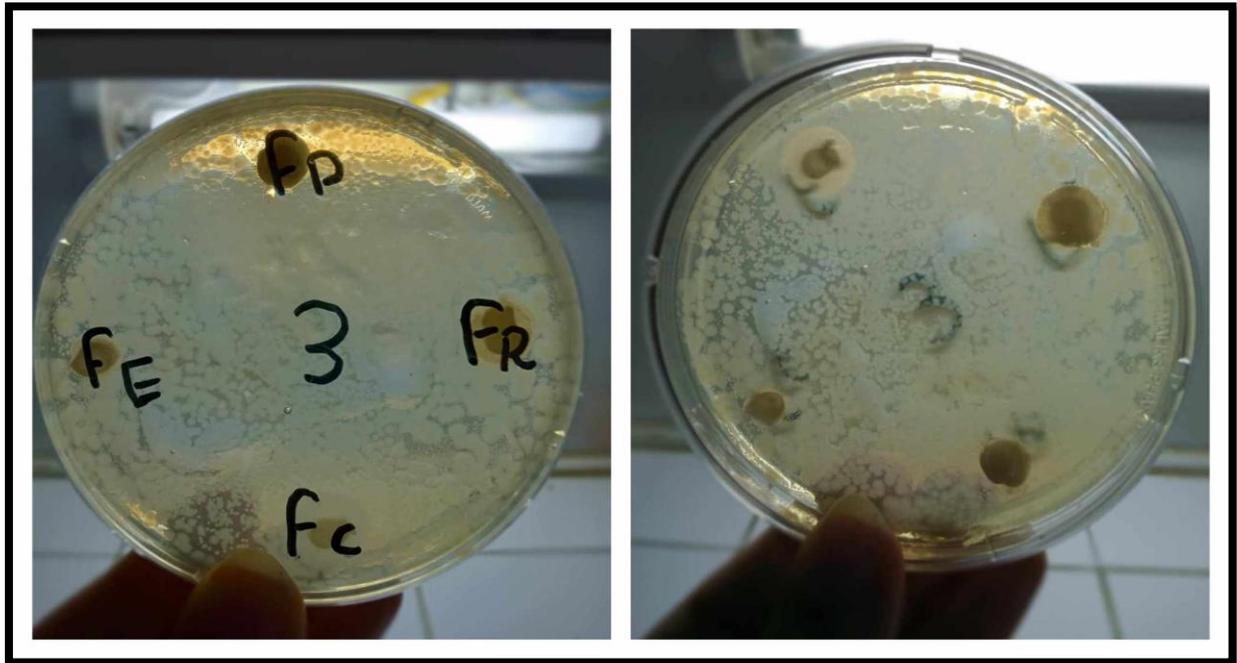
**Figures 63 :** Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre *Staphylococcus aureus*



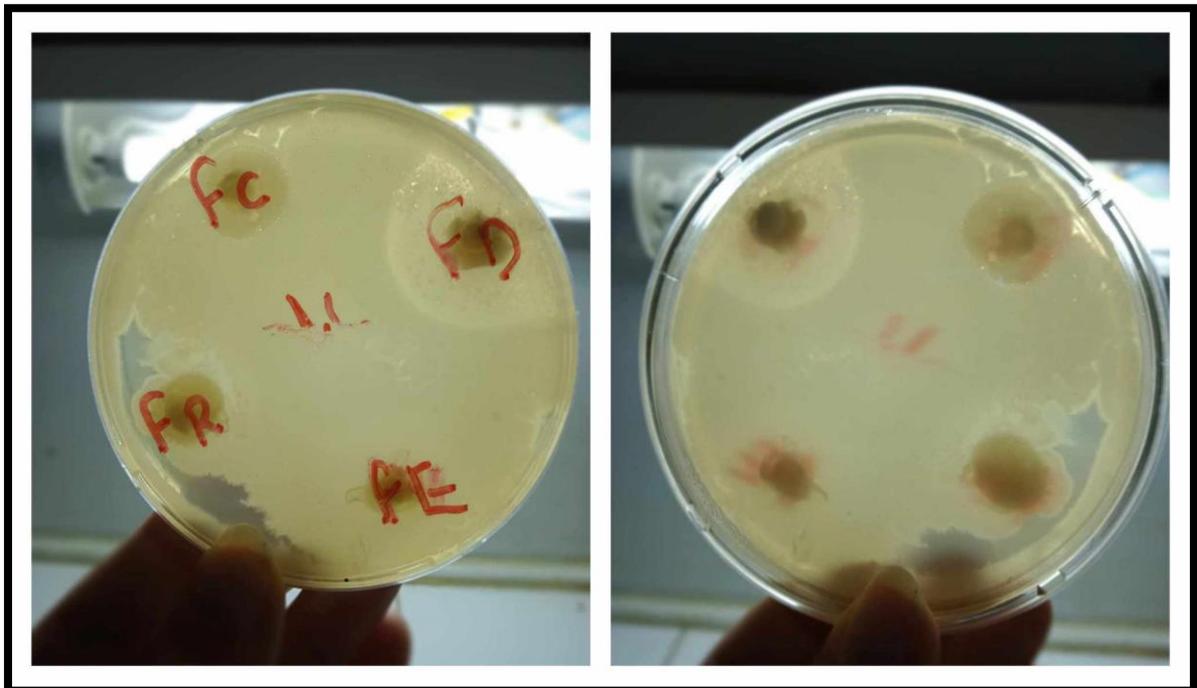
Figures 64 : Zone d'inhibition des 3 extraits avec la référence contre *Bacillus cereus*



Figures 65 : Zone d'inhibition des émulsions contre *Escherichia coli*



**Figures 66 :** Zone d'inhibition des émulsions contre *Staphylococcus aureus*



**Figures 67 :** Zone d'inhibition des émulsions contre *Bacillus cereus*

**Les résultats des tests montrent que :**

- ✓ L'extrait des deux algues *Dictyota* et *Cystoseira compressa* présente une moyenne zone d'inhibition et faible zone pour *Cystosira elegans* et très forte zone par rapport à la référence contre *Escherichia coli*.
- ✓ Les 2 extraits *Cystoseira compressa* et *Cystoseira elegans* présentent une forte zone d'inhibition et faible zone pour la référence et une absence d'activité pour *Dictyota* contre *Pseudomonas aeruginosa*.
- ✓ La référence et les 2 extraits *Dictyota* et *Cystoseira compressa* présentent une forte zone d'inhibition et une absence d'activité pour *Cystoseira elegans* contre *Staphylococcus aureus*.
- ✓ L'extrait *Cystoseira compressa* présente une faible zone d'inhibition et une absence de zone pour la référence et les 2 extraits *Dictyota* et *Cystoseira elegans* contre *Bacillus cereus*.
- ✓ L'émulgel de la *Cystoseira elegans* présentent une forte zone d'inhibition et faible zone pour l'émulgel de la référence et une absence zone pour les 2 émulgels de la *Dictyota* et de *Cystoseira compressa* contre *Escherichia coli*.
- ✓ Par ailleurs on remarque une absence de la zone d'inhibition pour tous les émulgels contre *Pseudomonas aeruginosa*.
- ✓ L'émulgel de *Cystoseira compressa* présente une forte zone d'inhibition et une faible zone pour les 2 émulgels de la référence et de *Cystoseira elegans* et une absence zone pour l'émulgel de la *Dictyota* contre *Staphylococcus aureus*.
- ✓ L'émulgel de *Dictyota* présente une très forte zone d'inhibition et une forte zone pour les 2 émulgels de la référence et de de *Cystoseira compressa* et une absence zone pour l'émulgel de *Cystoseira elegans* contre *Bacillus cereus*.

## Conclusion générale

L'alginate de sodium est une matière première très connue et utilisée dans le domaine pharmaceutique. D'une part c'est un agent gélifiant et épaississant pour les gels et d'autre part présente de nombreuses propriétés thérapeutiques, comme son effet contre les brûlures et les plaies et les escarres. L'alginate présente aussi une activité antiinflammatoire, antimicrobienne, antioxydantes....

Notre étude est axée essentiellement sur l'extraction de ce polysaccharide à partir des algues brunes et l'utiliser non seulement comme principe actif mais aussi comme excipient dans des formulations d'émulgels.

Les différentes extractions ont été réalisées sur trois phéophycées locales : *Dictyota*, *Cystoseira compressa*, *Cystoseira elegans*. Des rendements en alginates de l'ordre 6,37,15,38,10 et 20% ont été obtenus respectivement pour *Dictyota*, *Cystoseira compressa*, *Cystoseira elegans*. L'analyse des alginates par spectroscopie infrarouge a montré que les spectres d'alginates extraits présentent une forte similarité avec l'alginate de référence (alginate de sodium).

Les résultats de La spectroscopie UV-Visible montrent des pics d'absorptions maximums définis à une longueur d'onde ( $\lambda_{\max}$ ) = 231.5 nm et ( $\lambda_{\max}$ ) de l'alginate de référence est de 232nm, ce qui correspond parfaitement avec les longueurs d'onde optimale des extraits.

Le test de solubilité pour les 3 extraits a prouvé aussi que nos produits sont solubles dans l'eau et insolubles dans les solvants organiques tout comme la référence.

Les comportements rhéologiques sur les différentes formulations ont montré que l'émulgel de *Dictyota* est identique par rapport à l'émulgel de la référence. Ce résultat a été aussi confirmé par la couleur et la texture même si les résultats des tests de viscoélasticité et de l'étalement sont les mêmes.

La stabilité pendant 1 mois pour les 4 formulations a été justifiée pour les 3 émugel de la référence et de *Dictyota* et de *Cystoseira elegans* par les mesures du potentiel Zêta. Par contre l'émulgel de *Cystoseira compressa* n'est pas stable, ce résultat mérite d'être étudié plus profondément.

Les résultats de l'activité antibactérienne pour les 4 extraits et les 4 formulations contre les bactéries *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus cereus* montre que presque tous les extraits présentent une résistance contre les bactéries testées et semblent être très prometteurs pour des applications comme produits antiseptiques.

Cette étude n'est qu'a sont début, nos résultats modestes qu'ils soient sont très encourageant. En effet certaines des espèces étudiées n'ont fait l'objet d'aucune étude antérieure, ce qui confère une originalité au travail. Aussi, la valorisation des ressources maritimes est au sommet des préoccupations des pouvoirs publics pour répondre aux exigences du secteur socio-économiques du pays

Enfin, il reste beaucoup à faire dans cet axe fort passionnant, on suggère quelques perspectives à réaliser dans l'immédiat :

- ✓ Améliorer la texture et la couleur des émulsions
- ✓ Réaliser d'autres formulations avec l'alginate de sodium local
- ✓ Augmenter les rendements d'extraction en réalisant des optimisations des procédés mis en point
- ✓ Exploiter mieux les algues vertes dans des compléments alimentaires diététiques

La nature terrestre quel soit ou marine reste un trésor à découvrir et qui ne finit jamais à nous fasciner avec ces miracles. La balle est dans le camp des chercheurs et scientifiques !!

## Références bibliographiques

- [1] -Arieli, A., Sklan, D. and Kissil, G., 1993. A note on the nutritive value of *Ulva lactuca* for ruminants. *Anim. Prod.* 57, 329-331.
- [2] -Ventura., M.R., Castanon, J.I.R.,1998. The nutritive value of seaweed (*Ulva lactuca*) for goats., *Small Ruminant Res.*, 29, 325-327.
- [3] -Hansen, H.R., Hector, B.L., Feldmann, J., 2003. A qualitative and quantitative evaluation of the seaweed diet of North Ronaldsay sheep. *Anim. Feed. Sci. Technol.* 105, 21-28.
- [4] -Rjiba Ktita, S., Chermiti, A. and Mahouachi, M., 2010. The use of seaweeds (*Ruppia maritime* and *Chaetomorpha linum* for lamb fattening during drought periods. *Small Ruminant. Res.* 91,116 -119.
- [5] - Mora Castro, N., Casas Valdez, M., Marín Álvarez, A., Águila Ramírez, R N., Sánchez Rodríguez, I., Hernández Contreras, H. and Sanginés García, L., 2009. The kelp *Macrocystis pyrifera* as nutritional supplement for goats. *Revista Científica.* XIX, 63-70
- [6] - Teubner, G., “Les algues un monde à découvrir “, Edition Quebecor, Canada, (2004), 33 –61.
- [7] - Pérez, R., “Ces algues qui nous entourent, conception actuelle, rôle dans la Biosphère, utilisation, culture”, Edition Quae, France (1997).
- [8] - Delecroix, J.M., “Les algues alimentaires : Riches légumes de la mer”, Edition Médicis, Paris, (2006), 25-70.
- [9] - Alayse, J.P., et leNozéh, Y., “Les algues”, Edition Jean-Paul Gisserot, France (2005).
- [10] - Burrows, I., “La nature comestible, fruits, graines, fleurs, légumes, herbes, Racines, algues champignons”, Edition Delachaux et Nestlé, France, (2005),78-81.
- [11] - Rivard-Sirois C. 2005 : Les algues. 732.
- [12] - LECLERC V. & FLOC’H J.Y. (2010). Les Secret des Algues. Editions Quae. Editions Quae. France.

[13] -Available from : [https://www.leviathan-cycle.com/essays/algariumveneticum/#targettext=marine%20algae%20are%20plant%2dlike,bark%20in%20damp%20places\)%20situations](https://www.leviathan-cycle.com/essays/algariumveneticum/#targettext=marine%20algae%20are%20plant%2dlike,bark%20in%20damp%20places)%20situations).

[14] - FALLER, H. (2011). Les Applications et la Toxicité des Algues Marines. Thèse de Doctorat. Université de Limoges.

[15] -Available from : <https://www.alliedmarketresearch.com/press-release/algae-products-market.html>.

[16]-Available from: C:/Users/MS%20RAJAH/Desktop/Journals/Economic%20imp/TOP%2016%20Economic%20Importance%20of%20s20ALGAE%20\_%20Biology.pdf.

[17] - Abed R M, Dobretsov S, Sudesh K (2008). Applications of cyanobacteria in biotechnology. Journal of Applied Microbiology 106 (1) : 1–12 (Livre Turquoise – Algues, filières du futur.11/2010).

[18] - BECERRA-CELIS, G. (2009). Proposition de stratégies de commande pour la culture de microalgue dans un photobioréacteur continu. Thèse de Doctorat. Ecole Centrale des Arts et Manufactures « Ecole Centrale Paris ».

[19]- BEN AMOR BEN AYED, H. (2015). Etude et optimisation de la bioaccumulation de magnésium dans les microalgues « *Chlorella vulgaris* ». Thèse de Doctorat. Université de Paris-Saclay et de l'Université de Sfax. Versailles, France

[20]- Tan, T.W., Mitrovic S., Yeo, H.T., “Enteromorpha species”, SingaporePham, A Checklist of the Algae of Singapore, (2011).

[21] - Les algues de A à Z Livre de Carole Dougoud Chavannes

[22]- Available from: <https://www.thoughtco.com/types-of-marine-algae-2291975>.

[23] - CABIOC'H, J., FLOC'H, J. Y., LE TOQUIN, A., BOUDOURESQUE, C. F., AMEINESZ, A., VERLAQUE, M., 1992. Guide des algues des mers d'Europe, p12-18. In : Delachaux et Niestlé (eds.), Algues des mers d'Europe. Neuchâtel, Paris.

[24] -Garon-Lardiere, S. 2004 : Etude structurale des polysaccharides pariétaux de l'algue rouge *Asparagopsis armata* (Bonnemaisoniales). Université De Bretagne Occidentale

[25] - Lahaye M., 1998. NMR spectroscopic characterization of oligosaccharides from two *Ulva rigida* ulvan samples (Ulvales, Chlorophyta) degraded by a lyase. *Carbohydr. Res.* 314 : 1-12

[26]- ZEHLILA, A. (2017). Caractérisation structurale et fonctionnelle des métabolites de l'algue verte *Ulva rigida* au moyen d'une approche protéomique. Thèse de Doctorat. Université de Tunis El Manar.

[27] - DE REVIERS, B., 2003. Biologie et phylogénie des algues, cours tome 2, Edition Belin n° 003512-01. France. 253pp.

[28]- LEE R.E., 1989. *Phycology*. Cambridge, UK: Cambridge University Press. 645 p.

[29] - Review Advanced Technologies for the Extraction of Marine Brown Algal Polysaccharides Ana Dobrinčić \*, Sandra Balbino, Zoran Zorić, Sandra Pedisić, Danijela Bursać Kovačević, Ivona Elez Garofulić and Verica Dragović-Uzelac: 13 February 2020; Accepted: 15 March 2020; Published: 18 March 2020

[30] -Cayla M. (1995). Découvrez des algues propriétés applications recettes. Editions Chiron.

[31]- Lahaye. (1991). Marine algae as source of fibres: determination of soluble and insoluble dietary fibre content in some „„sea-vegetables“““. *Journal Sciences Food Agricole* 54: 587-94.

[32]- Plaza M, Santoyo S, Jaime L, García-Blairsy Reina G, Herrero M, Señoráns FJ, et al. Screening for bioactive compounds from algae. *J Pharm Biomed Anal* 2010; 51:450-5.

[33]- Priyadarshani I, Rath B. Commercial and industrial applications of micro algae a review. *J Algal Biomass Util* 2012; 3:89-100.

[34]- Blunt JW, Copp BR, Munro MH, Northcote PT, Prinsep MR. Marine natural products. *Nat Prod Rep* 2006; 23:26-78.

[35]- Mayer AM, Hamann MT. Marine pharmacology in 2001--2002: Marine compounds with anthelmintic, antibacterial, anticoagulant, antidiabetic, antifungal, anti-inflammatory, antimalarial, antiplatelet, antiprotozoal, antituberculosis, and antiviral activities; affecting the cardiovascular, immune and nervous systems and other miscellaneous mechanisms of action. *Comp Biochem Physiol C Toxicol Pharmacol* 2005; 140:265-86.

[36]- Carvalho LR, Coata-Neves A, Conserva GA, Brunetti RL, Hentschke GS, Malone CF, et al. Biologically active compounds from cyanobacteria extracts: In vivo and in vitro aspects. *Braz J Pharmacogn* 2013; 23:471-80.

[37]- Specht EA, Mayfield SP. Algae-based oral recombinant vaccines. *Front Microbiol* 2014; 5:60.

[38] - Amer SA, zAL-Harbi MS, AL-Zahrani YA. Protective role of some antioxidants on arsenic toxicity in male mice: Physiological and histopathological perspectives. *Biol Med Aligarh* 2016; 8:266.

[39]- Niknam M, Paknahad Z, Baghestani A, Hashemi M. Anti-inflammatory effects of dietary antioxidants in patients with coronary artery disease. *Endocrinol Metab Syndr* 2015; 4:207.

[40]- Yadav RK, Srivastava SK. Effect of arsenite and arsenate on lipid peroxidation, enzymatic and non-enzymatic antioxidants in *Zeamays Linn*. *Biochem Physiol* 2015; 4:186.

[41]- PaulisG PP, Farina PF, Cavallini G, Giorgio DG, Barletta D, Rovereto B. Pentoxifylline associated with other antioxidants (multimodal therapy) on patients with Peyronie's disease. Results of a controlled study. *Andrology* 2014; 3:123.

[42]- Gebrehiwot TK, Asmar T, Gundersen GS, Gebresilase G, Berh

[43] - Temina M, Rezankova H, Rezanka T, Dembitsky VM. Diversity of the fatty acids of the *Nostoc* species and their statistical analysis. *Microbiol Res* 2007; 162:308-21

[44]- Cardozo KH, Guaratini T, Barros MP, Falcão VR, Tonon AP, Lopes NP, et al. Metabolites from algae with economical impact. *Comp Biochem Physiol C Toxicol Pharmacol* 2007; 146:60-78

[45] - Spolaore P, Joannis-Cassan C, Duran E, Isambert A. Commercial applications of microalgae. *J Biosci Bioeng* 2006; 101:87-96.

[46]- Thomas NV, Kim SK. Beneficial effects of marine algal compounds in cosmeceuticals. *Mar Drugs* 2013; 11:146-16.

[47]- Kraan S. Algal polysaccharides, novel applications and outlook. In: Chang CF 2nd, editor. *Carbohydrates Comprehensive Studies on Glycobiology and Glycotechnology*. Rijeka, Croatia: InTech; 2012. p. 489-532.

- [48]- Ryu B, Qian ZJ, Kim MM, Nam KW, Kim SK. Anti-photoaging activity and inhibition of matrix metalloproteinase (MMP) by marine red alga, *Corallina pilulifera* methanol extract. *Radiat Phys Chem* 2009; 78:98-105.
- [49]- Allen VG, Pond KR, Saker KE, Fontenot JP, Bagley CP, Ivy RL, et al. Tasco: Influence of a brown seaweed on antioxidants in forages and livestock a review. *J Anim Sci* 2001;79: E21-31.
- [50]- Senn TL. *Seaweed and Plant Growth*. Clemson, SC: Clemson University; 1987
- [51]- Gardiner GE, Campbell AJ, O'JV OO, Pierce E, Lynch PB, Leonard FC, et al. Effect of extract *Ascophyllum nodosum* on growth performance, digestibility, carcass characteristics and selected intestinal microflora populations of grower finisher pigs. *Anim Feed Sci Technol* 2008; 141:259-73.
- [52]- Gahan DA, Lynch MB, Callan JJ, O'Sullivan JT, O'Doherty JV. Performance of weanling piglets offered low-, medium- or high-lactose diets supplemented with a seaweed extract from *Laminaria* spp. *Animal* 2009;3:24-31.
- [53]- Yuan YV, Walsh NA. Antioxidant and antiproliferative activities of extracts from a variety of edible seaweeds. *Food Chem Toxicol* 2006; 44:1144-50.
- [54]- A review on marine alga and its application 2Department of Biotechnology, Dr. NGP Arts and Science College, Coimbatore, Tamil Nadu, India. Received : 25 October 2019, Revised and Accepted : 14 January 2020
- [55] - Gevaert F, Creach A, Davoult D, Kling R & Lemoine Y. 2001 : Réponses des grandes algues marines *Laminaria saccharina* aux variations d'irradiance lors d'un cycle de marée simulé : photoinhibition et photoprotection (résultats préliminaires), *Journal de Recherche Océanographique*, 16(1-2) : 9–17.
- [56] - Leclerc, V. 2010 : *Les secrets des algues*. 1ère Edition Quae, p13
- [57] - Benarous, A., “Etat des connaissances et possibilité d'exploitation des macro-algues en Algérie ‘’, *Mémoire de master en science de la mer, ENSSMAL, Alger, (2012), P120.*
- [58] - Perret-Boudouresque, M., et Siridi, H., “ Inventaire des algues marines benthiques d'Algérie’’, *G.I.S. Posidonie Publi, Marseille, (1989), 1-117*

[59] - Siridi, H., “ Etude des algues marines benthiques de la région d’Algérie’’, Thèse de Magister en Sciences de la nature, USDB, Alger, (1990), P 235.

[60] - Siridi, H.,’Etude de la flore algale de l’Algérie. Etude phytosociologique des peuplements algaux photophiles de l’infralittoral superficiel de substrat dur ‘’, Thèse de Doctorat., Sciences de la nature, USDB, Alger, (2007), P175

[61] - Ould Ahmed, N., ‘‘Étude des espèces phytobenthiques, au voisinage de la centrale thermique de Mersa El Hadjadj (Golf d’Arzew) Ouest Algérien, Mention

[62] - Kadari-Meziane, Y., ‘‘Contribution à l’étude de l’impact de la pollution sur la distribution spatio-temporelle des peuplements phytobenthiques dans la baie de Bou-Ismaïl’’, Mémoire de Magister, ENSSMAL, Alger, (1994), P167.

[63] - Benchabane, O., ‘‘Les algues brunes : sources d'additifs alimentaires’’, Ann, Inst.Nat. Agro, El-Harrach, Alger. 12, N°1, (1988), P633

[64] - El Hattab-Bouzidi, D., ‘‘Détermination des stérols de l’algues rouge ‘Asparagopsis armata’ par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier en employant l’extraction en phase solide : Etude comparative avec la chromatographie liquide à haute performance’’, Mémoire de magistère, Département de chimie industrielle, Univ. Saad Dahleb, Blida (2003), P 87

[65] - Bouzidi, D., ‘‘Contribution à l’étude chimique d’Algues marines méditerranéennes’’, Doctorat d’Etat, USD Blida, (2009), P180.

[66] - El hattab, M., ‘‘ Contribution à l’étude chimique des extraits lipidiques et huiles essentielles d’algues méditerranéennes’’, Thèse de Doctorat, USD Blida, (2005), P180.

[67] - C. Valenta, B.A. Auner. « The use of polymers for dermal and transdermal delivery ». In : European journal of pharmaceutics and biopharmaceutics 58 (2). 2004. pp. 279-289.  
Références bibliographiques

[68] - B. Cabane, S. Hemon. « Liquides : Solutions, Dispersions, Emulsions, Gels ». s.l. : Collection, Echelle, 2004.

[69] -Synthèse, formulation et caractérisation d’organogels aqueux moléculaires/macromoléculaires à base de produits bio-sourcés. Par RANGEL EUZCATEGUY Geraldine Del Valle

- [70] - Y. Osada, J.P. Gong. « Polymer gels », Journal of macromolecular science Part C Polymer reviews 44. 2004. pp. 87–112.
- [71] - P.J. Flory. « Principles of polymer chemistry ». s.l. : Cornell University Press : Ithaca, NY. 1953.
- [72] - G. Miquelard-Garnier. « Synthèse et propriétés mécaniques d'hydrogels Polyélectrolytes modifiés par des groupements hydrophobes ». s.l. : Doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie. 2007.
- [73] - P.G. Gennes. « Scaling concepts in polymer physics ». s.l. : Cornell University Press : Ithaca, NY, 1979.
- [74] - D. Durand. « Les réseaux macromoléculaires et les gels ». [Éd.] Groupe français D'étude et d'application des polymères, chap 5 polymères. 1990. pp. 121-182.
- [75] - S. Wu, H. Li, JP. Chen. « Modeling investigation of volume variation kinetics of fast Response hydrogels ». s.l. : Journal of macromolecular science Part C-Polymer reviews 44. 2004. pp. 113-130.
- [76] - Aneur, Najla Ben. « Synthèse et Caractérisation des Hydrogels Obtenus par Réticulation de la polyéthylèneimine linéaire ». s.l. : Université de Fribourg, Département de chimie. 2004.
- [77] - Formation d'émulsions multiples stimulables en une seule étape d'émulsification : effet du sel et évolution vers des architectures biocompatibles par Marine PROTAT
- [78] - Aserin, A. Multiple emulsion : technology and applications. 1, (John Wiley & Sons, 2008).
- [79] - Tadros, T. F. Emulsion Formation and Stability. (John Wiley & Sons, 2013).
- [80] - Cabane, B. & HØnon, S. Liquides. (Belin, 2003).
- [81] - R. Denine. « Cours de Pharmacie Galénique ». Office des Publications Universitaires. Octobre 2008.
- [82] - N.M. Babi. « Thèse : études des propriétés émulsifiantes de tensioactifs anioniques pour une application en cosmétique ». s.l. : Univ Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, 2016.
- [83] - B. Cabane. « Formulation des émulsions ». s.l. [éd.] J2. s.l. : Téhniqne de l'ingénieur, 2003. p. 185.

- [84] - Taylor, P. Adv. Colloid Interface Sci. 75, 107–163 (1998).
- [85] - L. Salager. « Formulation concept for the emulsion maker In : Pharmaceutical Emulsions and suspensions, Nielloud F, Marti-Mestres Géd, Chapitre 2 ». Marcel Dekker, New york : s.n : s.n. 2000. pp. 18-72
- [86] -F. Quentin, P. Gallet, M. Guillolon, B. Quintard. « Biochimie en 83 fiches ». Dunod, Paris : s.n, 2011. p. 152.
- [87] -M. Rosen, M. Rosen et L.T. Kunjappu. « Surfactants, and Interfacial Phenomena, Wiley ». 2004
- [88] -A. Abd El-Bary, S. Shalaby, S. Abd El-Aal. « Formulation and stability of chloramphenicol gel and emulgel ». Bull Fac Pharm. 2001. pp. 89-99. 39.
- [89] -Y.E. Hamza, A.M. Molokhia, I.I. Soliman, F.H. Ahmed, N.A. Soliman. « Formulation and evaluation of topical preparations containing phenol and local vesicants » s.l. : Az J Pharm Sci, 2002. pp. 412-432. 29.
- [90] -Y. Cohen, C. Jacquot. « Abréges phamacologie ». s.l. : 5eme edition, 2001. pp. 326-327.
- [91] -Haneefa K, Mohanta G, Nayar C. Emulgel : An advanced review. J Pharm Sci Res. 2013 ;5(12) :254-8.
- [92] -Vats S, Saxena C, Easwari TS, Shukla VK. Emulsion Based Gel Technique : Novel Approach for Enhancing Topical Drug Delivery of Hydrophobic Drugs. IJPRS 2014 ;3 : 649-60.
- [93] -Singh RP, Parpani S, Narke R, Chavan R. Emulgel : A Recent Approach For Topical Drug Delivery System. AJPRD 2014 ;2 :112-23.4
- [94] -Baibhav J, Singh Gurpreet S, Rana AC, Seema S and Singla V. Emulgel : A comprehensive review on recent advancement on topical drug delivery. IRJP 2011 ;2 :66-70.
- [95] -Ajazuddin, Alexander A, Khichariya A, Gupta S, Patel RJ, Giri TK et al. Recent expansions in an emergent novel drug delivery technology : Emulgel. J Control Release 2013 ;171 :122-32.

- [96] -Bhowmik D, Gopinath H, Kumar PB, Duraivel S, Kumar KPS. Recent advances in novel topical drug delivery system. *Pharma innovation* 2012 ;1 :12-31.
- [97] -Ashara KC, Paun JS, Soniwala MM, Chavada JR, Mori NM. Micro-emulsion based emulgel : a novel topical drug delivery system. *Asian Pac J Trop Dis journal* 2014 ;4 :27- 32
- [98] - Handbook of Pharmaceutical Excipients by Raymond C, Paul J. Shesky, Marian E. Quinn Published Originally 2009
- [99] -Pascale WEHRLE, Pharmacie Galénique : formulation et technologie pharmaceutique. Edition Maloine. Paris-France. 2007. P 191-207.
- [100] -VIKAS Singla, SEEMA Saini, BAIBHAV Joshi<sup>1</sup> and RANAA.C. Emulgel : à new platform for topical drug delivery. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*. Vol 3. Jan – Mar 2012
- [101] -S. Edavalath, K. Shivanand, K. Prakasam, B. P. Rao, et G. Divakar. « Formulation development and optimization of controlled porosity osmotic pump tablets of diclofenac sodium », *Int J Pharm Sci*. 2011. pp. 80-87. Vol. 03.
- [102] -Vinod K.G., Amit R., Vikas KN. Et Kalishankar M. (2010). Antimicrobial activity of *Spondias pinnata* resin. *Journal of Medicinal Plants Research*. 4(16). pp. 1656-1661
- [103] – Nataro, J.P. and J.B. Kaper, *Diarrheagenic escherichia coli*. *Clinical microbiology reviews*, 1998. **11**(1): p. 142-201.
- [104]- Comment j'ai évité l'amputation, Article 63 : *Pseudomonas aeruginosa* – infection confirmée, 18 mars, 2015.
- [105] - De Buyser M. L., Sutra L. (2005). *Staphylococcus aureus*. In: Federighi M. *Bactériologie alimentaire – Compendium d'hygiène des aliments*. Economica, Paris, 25-51.
- [106] - Guinebretière, M. H., Thompson, F. L., Sorokin, A., Normand, P., Dawyndt, P., Ehling-Schulz, Svensson B, Sanchis V, Nguyen-The C, Heyndrickx M, De Vos, P. 2008. « Ecological diversification in the *Bacillus cereus* group ». *Environmental Microbiology*, 10(4), 851-865.
- [107] - Larpent J.P, Larpent-Gourdaud M. (1990). *Mémento Tech de microbiologie*. Ed. Lavoisier, Paris : 417p.

**[108]** -Verma, P., Pathak, K. Therapeutic and cosmeceutical potential of ethosomes : An Overview. Journal of advanced pharmaceutical technology and research .2010 ;1(3), 274-282.