



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA 1

Faculté des sciences

Département de chimie

## Mémoire de master

En vue d'obtenir du diplôme de master

Spécialité : chimie analytique

**Extraction et analyse du mucilage de *Malva sylvestris* L :  
Évaluation de son utilisation dans une formulation  
cosmétique.**

Présenté par :

**MASSOUM MEHIEDDINE Asma**

**HEMMADA Abir**

**BENCHERCHALI Hannane**

### Membres de jury

<b>Mme. M'ZEYENE.F</b>	MCB	Présidente	Université Blida 1
<b>Mme. OUKIL.S</b>	MCB	Examinatrice	Université Blida 1
<b>Mme. DAGHBOUCHE.Y</b>	Pr	Promotrice	Université Blida 1

**Promotion 2023/2024**

## REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à remercier **ALLAH** tout puissant et miséricordieux qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail et permis que nous soyons ce que nous sommes aujourd'hui.

Nous adressons nos sincères remerciements au **Pr DAGHBOUCHE.Y** pour avoir accepté d'encadrer ce travail, pour ses conseils, ses précieuses orientations et sa patience.

Nous remercions également les membres de jury la présidente madame **MZEYENE.F** et l'examinatrice madame **OUKIL.S** pour avoir accepté d'évaluer ce modeste travail.

Nous remercions le **Pr EL HATTAB.M** et toute l'équipe du laboratoire de recherche des substances naturelles du pavillon 8 et du laboratoire pédagogique de chimie du pavillon 5 pour leurs disponibilités et leur gentillesse.

Nous remercions aussi les doctorantes **RANIA, MERIEM, AMINA et NADJET** pour leur aide.

Enfin, nous remercions toutes personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail, nos familles et nos amis (es), et tous ceux qui ont contribué à l'évolution de cette étude.

## **DÉDICACE**

Je dédie ce modeste travail

À mes chers parents **MAHMOUDI FADILHA** et **HEMMADA NACER** pour votre amour incommensurable, votre soutien inébranlable et vos innombrables sacrifices. Votre encouragement constant et vos conseils avisés ont été les piliers de mon parcours. Sans vous, rien de tout cela n'aurait été possible.

À mon frère **ABOUBAKER** et ma petite sœur **MERIEM**, pour, votre compréhension et votre présence réconfortante. Vous avez toujours su apporter joie et motivation dans les moments difficiles.

À ma promotrice, Pr. **DAGHBOUCHE.Y** pour votre guidance précieuse, votre expertise et votre disponibilité. Votre encadrement et vos conseils ont été essentiels à la réussite de ce travail.

Mes binômes **HANANE, ASMA** qui m'ont accompagnées tout au long de ce travail.

Merci à chacun d'entre vous, du fond du cœur, pour votre soutien indéfectible et votre confiance en moi. Cette réussite est autant la vôtre que la mienne.

**ABIR.H**

## DÉDICACE

Je dédie ce travail à mes chers parents **EZZIAT LILA** et **BENCHERCHALI MUSTAPHA** VOTRE soutien fut une lumière dans tout mon parcours. Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour l'estime et le respect que j'ai pour vous.

Je voudrais vous dire que sans votre soutien, vos encouragements et votre amour pour moi je n'aurais pas atteint cette étape honorable merci pour tout.

J'implore le tout puissant pour qu'il vous accorde une bonne santé et une longue et heureuse vie.

Je dédie également ce modeste travail à **ma chère grand-mère Aïcha**, qui disait toujours : "Fais de tes études et de ton savoir ton arme". Qu'Allah la protège.

Et à ma cher **jumelle IKRAM**, mon petit frère **DJAMEL EDDINE**

Avec un profond honneur que je dédie aussi à ma chère famille, la famille **BENCHERCHALI ZERROUK**, avec tout mon amour et ma gratitude infinies. Leur soutien inconditionnel et leur affection ont été les piliers de mon parcours, je suis fier de porter leur nom. Chaque membre de ma famille a joué un rôle essentiel dans mon éducation. Cette dédicace symbolise mon attachement profond à nos valeurs familiales, qui continue à me guider dans ma vie quotidienne.

Aussi à mes chers cousines **MERIEM, IHCEN, HIND, SELMA, ILHEM, IMEN**.

A mon encadreuse Pr. **Y. DAGHBOUCH** merci pour tous les efforts que vous avez fournis avec nous tout au long de l'année.

Mes chers binômes **ABIR, ASMA** qui m'ont accompagnées tout au long de cette expérience.

Tous mes amis (**SOUAD, SAMRA, MANEL, ISLEM, RANIA, RAHIM, AYA...**)  
Vous étiez les meilleurs merci à tous et que Allah vous protège.

**HANNANE.B**

## DÉDICACE

Avant tout je remercie **ALLAH** la source de toute sagesse et de toute force, qui a guidé mes pas tout au long de ce parcours.

Je vous dédie ce modeste travail :

À ma chère mère **HENNOUNE CHERIFFA** qui m'a soutenu et encouragé durant ces années d'études.

À mon cher père **MASSOUM MEHIEDDINE SAID** qui me fait confiance et m'a encouragé.

Ce mémoire est le reflet de votre soutien indéfectible, de vos sacrifices et de votre amour inconditionnel.

Que dieu vous protège et vous accorde une bonne santé.

À mes chers sœurs **NESRINE** et **HADJER** et mes chers frères **HAMZA** et **AHMED** qui ont toujours été à mes côtés.

À mes nièces **WISSEM** et **YESMINE**, qui ont toujours apporté joie et légèreté à mes journées.

À toute ma famille paternelle et maternelle et à tous mes cousines.

À Madame Pr. **DAGHBOUCHE YASMINA** ma promotrice, pour son expertise et son accompagnement tout au long de ce travail.

Je dédie aussi mes chères binômes **ABIR** et **HANNANE** mes compagnons de route dans cette aventure.

À toutes mes amies

À toutes la promotion 2023/2024

**ASMA.M**

## RÉSUMÉ

Ce mémoire de fin d'études a pour objectif de contribuer à la valorisation du mucilage de *Malva sylvestris L.*, une plante sauvage spontanée, en vue de trouver des solutions alternatives durables et écologiques aux produits chimiques synthétiques utilisés dans les formulations alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques. Le mucilage a été extrait des feuilles de *Malva sylvestris L.* par différentes méthodes (conventionnelle, ultrasons, micro-ondes) avec des rendements respectifs de 7.5%, 5.5% et 8.5%.

L'analyse qualitative par spectroscopie IR-TF a permis d'identifier les groupements fonctionnels du mucilage et d'évaluer l'influence des méthodes d'extraction sur sa composition chimique. Cette analyse a également permis de prédire la teneur en mucilage dans la plante *Malva sylvestris L.* sans traitement préalable de l'échantillon et ce, en exploitant la zone spectrale spécifique comprise entre 1292 et 1187  $\text{cm}^{-1}$ .

Le mucilage de *Malva sylvestris L.* contient environ 35% de sucres totaux et 20% de protéines, indiquant une valeur nutritionnelle élevée. L'analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) a confirmé la présence des polysaccharides tels que le galactose, l'arabinose et le rhamnose.

Une analyse approfondie des propriétés physico-chimiques, biologiques et fonctionnelles du mucilage ont été évaluées, telles que le pH ( $6.52 \pm 0.06$ ), la masse volumique ( $805 \times 10^{-3} \pm 6 \times 10^{-3} \text{ g/cm}^3$ ), l'humidité (10.7%), la matière sèche (89.3%), les cendres (20.0%) et la matière organique (80.0%). Les propriétés fonctionnelles, comme la capacité d'émulsion, la stabilité de l'émulsion, la capacité de mousse et la stabilité de la mousse, ont montré une augmentation avec des concentrations croissantes du mucilage. Bien que, le mucilage a présenté une activité antioxydante avec une  $\text{CI}_{50}$  de 1.45 mg/mL aucune activité antibactérienne n'a été enregistrée. Cependant, le contrôle microbiologique du mucilage a montré des résultats satisfaisants confirmant l'absence de micro-organisme pathogènes.

Une application cosmétique a été évaluée, incluant le mucilage de *Malva sylvestris L.* comme émulsifiant dans la formulation d'une crème hydratante. Le suivi de la crème hydratante par des tests de stabilité a montré des résultats satisfaisants.

### **Mots-clés :**

*Malva sylvestris L.*, mucilage, extraction, spectroscopie IR-TF, les propriétés fonctionnelles, crème hydratante.

## ABSTRACT

This dissertation aimed to contribute to the valorization of the mucilage from *Malva sylvestris L.*, a wild spontaneous plant, as part of the search for sustainable and ecological alternatives to synthetic chemicals used in the food, cosmetic, and pharmaceutical industries.

Mucilage was extracted from *Malva sylvestris L.* leaves using different methods (conventional, ultrasound, microwave), yielding 7.5%, 5.5%, and 8.46% respectively. Qualitative analysis via IRTF spectroscopy identified functional groups of the mucilage and assessed the extraction methods' influence on its chemical composition. This analysis also predicted the mucilage content in untreated *Malva sylvestris L.* plants in the spectral range between (1292 and 1187  $\text{cm}^{-1}$ ).

The mucilage of *Malva sylvestris L.* contains approximately 35% total sugars and 20% proteins, indicating high nutritional value. Thin-layer chromatography (TLC) analysis revealed the presence of characteristic functional groups of polysaccharides such as galactose, arabinose, and rhamnose.

An in-depth analysis of the physicochemical, biological, and functional properties of the mucilage from *Malva sylvestris L.* has been conducted. The mucilage exhibits a pH of (6.52  $\pm$  0.06), a density of (805.30  $\times$  10<sup>-3</sup>  $\pm$  6.18  $\times$  10<sup>-3</sup> g/cm<sup>3</sup>), moisture content of (10.7%), and dry matter content of (89.3%). Ash and organic matter constitute (20.0%) and (80.0%), respectively.

Functional properties such as emulsion capacity, emulsion stability, foam capacity, and foam stability showed enhancement with increasing mucilage concentrations. Additionally, the mucilage demonstrated antioxidant activity with an IC<sub>50</sub> of (1.45 mg/mL). However, it exhibited no antibacterial activity. But the microbiological control of the mucilage shows satisfactory results confirming the absence of microorganisms.

"A cosmetic application was evaluated, including *Malva sylvestris L.* mucilage as an emulsifier in the formulation of a moisturizing cream, followed by stability tests, which yielded satisfactory results.

### **Keywords:**

*Malva sylvestris L.*, mucilage, extraction, IRTF spectroscopy, functional properties, moisturizing cream

## المخلص

يهدف هذا البحث الى المساهمة في تقدير قيمة الصمغ النباتي المستخرج من نبات الخبيز البربري في إطار البحث عن حلول بديلة مستدامة وصديقة للبيئة لتعويض المنتجات الكيميائية الاصطناعية المستخدمة في المجالات الغذائية، التجميلية والصيدلانية.

تم استخلاص الصمغ من أوراق نبات الخبيز البربري بعدة طرق مختلفة تشمل الاستخلاص التقليدي، الاستخلاص بمساعدة الموجات فوق الصوتية وعن طريق الميكروويف، وكانت النسب المستخلصة على التوالي 7.5% و 5.5% و 8.46%.

أتاح التحليل النوعي باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IRTF) دراسة المجموعات الوظيفية للصمغ وتقييم تأثير طرق الاستخلاص المختلفة على تركيبته الكيميائية. كما سمح هذا التحليل بالتنبؤ بنسبة الصمغ المتواجدة في نبات الخبيز البربري دون معالجة مسبقة، وذلك ضمن النطاق الطيفي بين (1292 و 1187 سم<sup>-1</sup>)

يحتوي صمغ الخبيز البربري على حوالي (35%) من السكريات و (20%) من البروتينات، مما يزيد من قيمته الغذائية. كما أظهر التحليل بواسطة كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (CCM) وجود مجموعات وظيفية مميزة للسكريات المتعددة المتمثلة في rhamnose, arabinose. galactose

تم تقييم تحليل الخصائص الفيزيائية-الكيميائية والبيولوجية والوظيفية للصمغ بشكل معمق مما أسفر عن النتائج التالية: الأس الهيدروجيني الذي يساوي (6.62 ± 0.06)، الكتلة الحجمية (805.30 × 10<sup>-3</sup> ± 6.18 × 10<sup>-3</sup> جم/سم<sup>3</sup>)، الرطوبة التي تبلغ نسبتها (10.7%)، المادة الجافة التي تساوي (89.3%)، ونسبة المادة المعدنية التي قدرت ب (20%)، بالإضافة الى (80 %) من المادة العضوية. أظهرت الخصائص الوظيفية، مثل قدرة واستقرار الاستحلاب، وقدرة واستقرار الرغوة، زيادة مع ارتفاع، تركيزات الصمغ. بالإضافة إلى ذلك أظهر الصمغ نشاطاً مضاداً للأكسدة بتركيز CI<sub>50</sub> تقدر قيمته ب (1.45 ملغم / مليلتر) وانعدام النشاط المضاد للبكتيريا ولكن الفحص الميكروبيولوجي للصمغ يظهر نتائج مرضية تؤكد غياب الكائنات الحية الدقيقة.

تم دراسة تطبيق كريم مرطب يحتوي على صمغ نبات الخبيز البربري كعامل مستحلب، وأظهرت الاختبارات استقراره وأدى إلى نتائج مرضية

### الكلمات المفتاحية:

الخبيز البربري، الصمغ، الاستخلاص، مطيافية IRTF، الخصائص الوظيفية، كريم مرطب

# TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS

DÉDICACE

RÉSUMÉ

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTUION GÉNÉRALE.....1

CHAPITRE I..... 2

ÉTUDE BIBLIOGRAPIQUE ..... 2

I.1 Généralités sur l'espèce *Malva sylvestris* L .....3

I. 1. 1 Famille Malvaceace ..... 3

I. 1. 2 . Historique de la mauve..... 3

I. 1. 3 Dénominations vernaculaires internationales de la mauve ..... 3

I. 1. 4 Systématique botanique..... 4

I. 1. 5 Description de l'espèce *Malva sylvestris* L..... 5

I. 1. 6 Répartition géographique et habitat..... 7

I. 1. 7 Récolte, culture et séchage..... 7

I. 1. 8 Utilisation de *Malva sylvestris* L..... 7

I. 1. 9 Activités biologiques de *Malva sylvestris* L..... 9

I. 1. 10 Composition chimique en métabolites secondaires de *Malva sylvestris* L..... 10

I.2 Les mucilages.....11

I. 2. 1 Composition chimique du mucilage ..... 11

I. 2. 2 Les méthodes d'extractions du mucilage ..... 11

a. Les techniques conventionnelles .....12

b. Méthodes d'extraction élaborées .....13

• L'extraction ultrasonique ..... 13

• L'extraction du mucilage assistée par micro-ondes..... 13

I. 2. 3 Les avantages d'utilisation du mucilage ..... 14

a. Industries alimentaires ..... 14

b. Industries pharmaceutiques ..... 14

I.3 Généralités sur les polysaccharides.....14

I. 3. 1 Sources des polysaccharides..... 15

I. 3. 2 Polysaccharides végétaux..... 15

• Applications des polysaccharides végétaux ..... 16

I. 3. 3 Les propriétés des polysaccharides..... 16

a. Emulsions stabilisées par des polysaccharides..... 17

b.	Emulsion stabilisées par des protéines-polysaccharides .....	17
<b>I.4</b>	<b>Synthèse des travaux antérieurs réalisé sur <i>Malva Sylvestris</i> et Mucilage .....</b>	<b>17</b>
I. 4. 1	Synthèse des travaux antérieurs réalisé sur <i>Malva Sylvestris</i> L .....	17
I. 4. 2	Synthèse des travaux antérieurs sur le mucilage .....	19
<b>I.5</b>	<b>Analyse par spectroscopie IR-TF.....</b>	<b>20</b>
I. 5. 1	Principe spectroscopie IR-TF.....	20
I. 5. 2	Spectroscopie IR-TF.....	20
I. 5. 3	Le mode de réflexion totale atténuée ATR.....	21
I. 5. 4	Logiciel OMNIC.....	22
<b>I.6</b>	<b>Généralités sur les formulations .....</b>	<b>23</b>
I. 6. 1	Les différents domaines dans la formulation.....	23
I. 6. 2	Définition des émulsifiants .....	24
I. 6. 3	Émulsifiants largement utilisés dans l'industrie alimentaire et cosmétique.....	24
<b>CHAPITRE II</b>	<b>.....</b>	<b>26</b>
<b>PARTIE EXPÉRIMENTALE ET DISCUSSIONS DES RÉSULTATS</b>	<b>.....</b>	<b>26</b>
<b>II.1</b>	<b>Étude comparative d'extraction du mucilage de <i>Malva sylvestris</i> L par des méthodes conventionnelles et élaborées.....</b>	<b>27</b>
II. 1. 1	Matériels .....	27
II. 1. 2	Méthodes d'extraction.....	28
II. 1. 3	Résultats et discussions.....	31
<b>II.2</b>	<b>Analyse qualitative par spectroscopie IRTF .....</b>	<b>32</b>
II. 2. 1	Résultats et discussions.....	34
<b>II.3</b>	<b>La composition des extraits bruts du mucilage. ....</b>	<b>39</b>
II. 3. 1	Dosage des sucres totaux .....	40
II. 3. 2	Dosage des protéines .....	42
II. 3. 3	Résultats et discussions.....	43
<b>II.4</b>	<b>Identification des résidus glycosidiques .....</b>	<b>43</b>
II. 4. 1	Hydrolyse des liaisons glycosidique .....	44
II. 4. 2	Chromatographie sur couche mince des résidus glycosidique .....	44
II. 4. 3	Résultats et discussions.....	46
<b>II.5</b>	<b>Les propriétés physico-chimiques du mucilage.....</b>	<b>47</b>
II. 5. 1	Détermination de pH.....	48
II. 5. 2	Détermination de l'humidité .....	48
II. 5. 3	Détermination de la teneur en cendres totales.....	48
II. 5. 4	Masse volumique.....	50
II. 5. 5	Résultats et discussions.....	50

II. 5. 6	Détermination de la viscosité qualitative .....	51
II. 5. 7	Résultats et discussions.....	51
II. 5. 8	Les propriétés fonctionnelles du mucilage .....	52
II. 5. 9	Résultats et discussions.....	54
<b>II.6</b>	<b>Les activités biologiques .....</b>	<b>55</b>
II. 6. 1	L'activité antioxydante .....	55
II. 6. 2	Résultats et discussions.....	57
II. 6. 3	L'activité antibactérienne .....	59
II. 6. 4	Résultats et discussions.....	61
II. 6. 5	Contrôle microbiologique.....	62
II. 6. 6	Résultats et discussions.....	63
<b>II.7</b>	<b>La formulation de la crème .....</b>	<b>64</b>
II. 7. 1	Caractérisation organoleptique .....	65
II. 7. 2	Résultats et discussions.....	66
II. 7. 3	pH des différentes formulations .....	67
II. 7. 4	Résultats et discussions.....	67
<b>II.8</b>	<b>TESTS DE STABILITE.....</b>	<b>67</b>
II. 8. 1	Tests de stabilité préliminaires .....	67
II. 8. 1	Résultats et discussions.....	69
II. 8. 2	Tests de stabilité accélérés .....	71
II. 8. 3	Résultats et discussions.....	71
<b>II.9</b>	<b>L'activité antibactérienne de la crème .....</b>	<b>72</b>
	Résultats et discussions.....	73
	<b>CONCLUSION GÉNÉRALE.....</b>	<b>73</b>
	<b>RÉFÉRENCES.....</b>	<b>75</b>

## LISTE DES FIGURES

Figure I.1: Racine de la Malva sylvestris L. ....	5
Figure I.2 : Les feuilles de Malva sylvestris L. ....	5
Figure I.3 : Les fleurs de Malva sylvestris L. ....	6
Figure I.4 : La tige de Malva sylvestris L. ....	6
Figure I.5: Le fruit de Malva sylvestris L. ....	7
Figure I.6: sources du mucilage de Malva sylvestris L et les méthodes d'extraction. ....	12
Figure I.7: Source des polysaccharides végétaux. ....	15
Figure II.1 : Étapes de la préparation de la matière végétale Malva sylvestris L de la région de Soumaa Blida. ....	27
Figure II.2 : Diagramme général du procédé d'extraction par la méthode classique. ....	28
Figure II.3 : Schéma du processus d'extraction assisté par ultrason. ....	29
Figure II.4 : Schéma illustratif de l'extraction assisté par micro-ondes. ....	30
Figure II.5 : Spectromètre IRTF, modèle Nicolet iS10 FT-IR spectromètre Thermo Scientific ....	33
Figure II.6 : Les étapes d'exécution du logiciel Q- CHEK intégré dans l'OMNIC. ....	37
Figure II.7 : Série d'étalonnage du mélange Rhamnose et Galactose dans l'eau distillé (0.05 et 0.5 g. L <sup>-1</sup> ). ....	41
Figure II.8 : Courbe d'étalonnage de mélange Rhamnose et Galactose dans de l'eau distillé par UV-vis à 483 nm. ....	42
Figure II.9 : CCM du mucilage Malva sylvestris L (a) après révélation et (b) sous la lampe UV à 480 nm (M) et des étalons oses Galactose (G), Arabinose (A), Rhamnose(R), Xylose (X). ....	47
Figure II.10 : Résidu de composé minéraux qui reste après l'incinération à 525 C° dans le four à moufle d'un échantillon du mucilage. ....	49
Figure II.11 : Volume initial de l'émulsion obtenu. ....	53
Figure II.12 : Comparaison entre la capacité et stabilité d'émulsion CE et SE (A) et capacité et stabilité moussante CM et SM (B) du mucilage de Malva sylvestris L en fonction de la concentration. ....	55
Figure II.13 : Changement de couleur par rapport l'augmentation de la concentration de l'extrait. ....	57
Figure II.14 : Courbe de pourcentage d'inhibition du DPPH par extrait de plante Malva sylvestris L en fonction de la concentration ....	58
Figure II.15 : L'ensemencement des souches bactériennes dans la gélose. ....	60
Figure II.16 : Activité antibactérienne de l'extrait de la plante Malva sylvestris L. ....	62
Figure II.17 : Aspect des crèmes préparées contenant différentes concentrations du mucilage (0.2%, 0.3%, 0.4%, 0.6 %). ....	65
Figure II.18 : Résultat de teste de stabilité après centrifugation. ....	68
Figure II.19: Résultat de teste de stabilité après le stress thermique. ....	69
Figure II.20 : Résultat de teste de stabilité après congélation -décongélation. ....	69
Figure II.21 : Résultat de l'activité antibactérienne de la crème. ....	72

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Noms vernaculaires de <i>Malva sylvestris</i> L. ....	4
Tableau I.2 : Classification botanique de <i>Malva sylvestris</i> L. ....	4
Tableau I.3: Principaux métabolites secondaires de <i>Malva sylvestris</i> L. [34]. ....	10
Tableau I.4: Les différentes applications des polysaccharides végétaux ....	16
Tableau I.5: Synthèse des travaux antérieurs réalisés sur <i>Malva sylvestris</i> L. ....	18
Tableau I.6: synthèse des travaux antérieurs sur le mucilage. ....	19
Tableau I.7: Les émulsifiants les plus utilisées dans l'industrie alimentaire et cosmétique et leurs inconvénients. ....	25
Tableau II.1 : Rendement d'extraction obtenu par les différentes méthodes ....	31
Tableau II.2 : Le coefficient de corrélation en considérant le spectre IRTF globale compris entre 4000-770 $\text{cm}^{-1}$ . ....	37
Tableau II.3 : Le coefficient de corrélation en considérant la zone spectrale spécifique comprise entre 1493-1181 $\text{cm}^{-1}$ . ....	38
Tableau II.4 : Rendement d'extraction prédit par spectrométrie IR-TF. ....	39
Tableau II.5 : Teneur du mucilage en sucre totaux et en protéine. ....	43
Tableau II.6 : Rapports frontaux des oses étalons et du mucilage de <i>Malva sylvestris</i> .L. ...	46
Tableau II.7 : Les propriétés physico-chimiques du mucilage <i>Malva sylvestris</i> L. ....	51
Tableau II.8 : Pourcentage d'inhibition du DPPH par l'extrait de la plante <i>Malva sylvestris</i> L. ....	57
Tableau II.9 : Souches pathogènes utilisées pour tester l'activité antibactérienne. ....	59
Tableau II.10 : Sensibilité des souches bactériennes à l'extrait de la plante de <i>Malva sylvestris</i> L. ....	61
Tableau II.11 : Résultats de contrôle microbiologique ....	63
Tableau II.12 : Matériel et produits utilisé dans la formulation de la crème ....	64
Tableau II.13 : Résultats organoleptiques. ....	66
Tableau II.14 : pH des formulations. ....	67
Tableau II.15 : Résultats des tests de stabilité préliminaires. ....	70
Tableau II.16 : Résultats des tests de stabilité accélérée après 24h et 35 Jours de conservation à T ambiante. ....	71
Tableau II.17 : Diamètre de la zone d'inhibition de la crème contient du mucilage de <i>Malva Sylvestris</i> L. ....	73

## LISTE DES ABREVIATIONS

**ATR** : Réflexion Totale Atténuée.

**C°** : Degré Celsius.

**CCM** : Chromatographie par Couche Mince.

**CI<sub>50</sub>** : Concentration Inhibitrice à 50%.

**cm** : centimètre.

**DPPH** : 2,2-Diphenyl 1-picrylhydrazyle.

**EtOH** : Ethanol.

**g**: gramme.

**h** : heure.

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique.

**IR** : Infrarouge.

**IR-TF** : Infrarouge à Transformée de Fourier.

**min** : minute.

**nm** : nanomètre.

**PCA** : Analyse en Composantes Principales.

**PCR** : Principal Component Regression (Composantes Principales de Regression)

**pH** : potentiel Hydrogène.

**PLS** : Partial least square (Régression par les Moindres Carrés Partiels).

**R%** : Rendement.

**R<sub>f</sub>** : Rapport frontaux.

**rpm** : rotation par minute.

**T** : Température.

**t** : temps.

**TQ** : Thermographie Quantitative.

**UV** : Ultraviolet.

**V**: Volume.

**W**: Watt.

□**Mol** : micromole.

□**m** : micromètre.

**%** : Pourcentage.

# **INTRODUCTUION GÉNÉRALE**

# INTRODUCTUION GÉNÉRALE

De nos jours, les dangers des produits chimiques synthétiques utilisés dans de nombreux secteurs, notamment l'industrie cosmétique et pharmaceutique, sont de plus en plus reconnus. Ces substances, bien que souvent efficaces, peuvent avoir des effets néfastes sur la santé et l'environnement. Face à cette problématique, la recherche de solutions naturelles et durables devient une priorité.

Dans ce contexte, les ressources naturelles notamment les plantes sauvages spontanées, représentent un véritable trésor botanique. Bien que abandonnées jusqu'à présent, renferment un potentiel considérable en termes d'avantages et d'opportunités. Leur composition unique et leurs propriétés remarquables offrent un terrain fertile pour l'innovation dans une multitude de secteurs, allant de la médecine traditionnelle à l'industrie cosmétique en passant par l'agro-alimentaire. Parmi ces plantes, la mauve sauvage (*Malva sylvestris L*) se distingue par la richesse de son mucilage, une substance polyvalente aux propriétés remarquables. Ce mucilage naturel offre de nombreux avantages en tant qu'agent épaississant, émulsifiant, stabilisant et hydratant, Il améliore la texture des produits, favorise le mélange des ingrédients. Avec des applications possibles dans des secteurs variés tels que la cosmétique, la pharmacie et l'agroalimentaire.

L'objectif de ce projet de fin d'études est d'explorer le potentiel du mucilage de *Malva sylvestris L* en tant que ressource naturelle et durable, en vue de développer des produits innovants et écologiques.

Ce mémoire se structure autour de deux chapitres distincts.

- Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique exhaustive constituée de différents articles et des travaux antérieurs. En plus des notions de base sur la plante de *Malva sylvestris L*, les propriétés et les avantages des mucilages et le principe fondamental sur l'analyse par spectroscopie IR-TF, ainsi une généralité sur les formulations.
- Le deuxième chapitre consiste à une étude expérimentale qui comporte l'extraction du mucilage avec différentes méthodes (ultrason, micro-onde, méthode conventionnelle), l'analyse de l'extrait brut du mucilage par spectroscopie infrarouge. La détermination des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles du mucilage, l'étude des activités biologiques, ainsi que la préparation de crèmes hydratantes contenant du mucilage et le teste de stabilité des différentes formulations a été réalisé.

**CHAPITRE I**  
**ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **I.1 Généralités sur l'espèce *Malva sylvestris* L**

#### **I. 1. 1 Famille Malvaceace**

Malvaceae est une famille de plantes à fleurs qui comprend environ 250 genres et plus de 4 000 espèces. Elle est largement répandue dans le monde entier, avec des espèces présentes dans les zones tempérées et tropicales. Les Malvaceae comprennent des plantes herbacées annuelles ou vivaces, des arbustes et des arbres. Elles sont caractérisées par leurs feuilles alternes, souvent avec des marges dentées, et par leurs fleurs à cinq pétales soudés en forme de cloche ou d'entonnoir. Elles sont cultivées comme plantes ornementales pour leurs fleurs colorées, tandis que d'autres, comme le coton, le cacaoyer et l'okra, sont utilisées à des fins médicinales ou alimentaires [1].

Dans ce travail, nous nous focalisons particulièrement sur l'espèce *Malva sylvestris* L, également connue sous le nom de « la mauve ».

#### **I. 1. 2 . Historique de la mauve**

La mauve a été utilisée comme plante médicinale depuis l'antiquité. Dès le VIII<sup>e</sup> siècle av. JC, cette plante était utilisée comme légumes et comme remède [2] Les Grecs, Egyptiens et Romains en faisaient un grand usage alimentaire ainsi que médicinale [3].

Au XVI<sup>e</sup> siècle la mauve s'employait contre de très nombreuses maladies, si bien que les Italiens l'appelaient omnimorbia ou panacée (qui signifie contre toutes les maladies) [4]. Les Romains qui s'adonnaient aux travaux pénibles en mangeaient ces feuilles à la façon des épinards [5].

#### **I. 1. 3 Dénominations vernaculaires internationales de la mauve**

La mauve est connue sous divers noms vernaculaires selon les langues et les cultures, le tableau I.1 présente ces dénominations

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.1 : Noms vernaculaires de *Malva sylvestris L.*

Langues	Dénominations
Arabe	المجير ، الخبيزة
Français	Mauve des bois, Grande Mauve, mauve sauvage, fromageon
Anglais	Blue Mallow, High Mallow
Allemand	Malvenblüten, Malven blätter, Mauretanische Malve
Italien	Malva selvatica
Espagnol	Malva común
Croate	(Crni) sljez
Grec	Μολόχα
Turc	Ebegümeçi
Russe	Мальва лесная (maljva lesnaya)

### I. 1. 4 Systématique botanique

La classification de *Malva sylvestris L.* est montrée dans le tableau I.2.

Tableau I.2 : Classification botanique de *Malva sylvestris L.*

Systématique botanique de l'espèce <i>Malva sylvestris L.</i>	
Règne	Plantae (plantes)
Super division	Embryophyta
Division	Tracheophyta
Subdivision	Spermatophytina (Spermatophytes)
Classe	Magnoliopsida
Super ordre	Rosanae
Ordre	Malvales
Famille	Malvaceae
Genre	<i>Malva L</i>
Espèce	<i>Malva sylvestris L</i>

**I. 1. 5**      **Description de l'espèce *Malva sylvestris L***

La *Malva sylvestris L* est une plante annuelle, mais elle peut éventuellement être vivace par des bourgeons souterrains [6]. C'est une plante poilue mesurant de 30 cm à 1m50 de long. La floraison se produit entre mai, juin et septembre [7].

**a. La Racine**

La *Malva sylvestris L* à une racine pivotante. La racine principale est fusiforme, de couleur blanche, riche en mucilage [8]. La figure I.1 illustre la structure racinaire de *Malva sylvestris L*.



Figure I.1:Racine de la *Malva sylvestris L*.

**b. Les feuilles**

Les feuilles de la *Malva sylvestris L* sont simples longuement pétiolées à limbe, palmatilobé et ont un bord denté. [7] Les feuilles elles mesurent de 7 à 15 cm de diamètre sont des couleurs vert foncé mais elles se colorent souvent de pourpre à la base [8]. La figures I.2 montre une photo des feuilles de *Malva sylvestris L*.



Figure I.2 : Les feuilles de *Malva sylvestris L*.

**c. Les fleurs**

Les fleurs de la *Malva sylvestris* sont solitaires ou groupées par deux ou plus en bouquet à l'aisselle des feuilles. Elles sont roses violace comme illustré dans la figure I.3, visibles de mai à aout. [14]



Figure I.3 : Les fleurs de *Malva sylvestris* L.

**d. La tige**

La *Malva sylvestris* L a une tige dressée, ronde. Cette tige est rameuse et ligneuse à la base elle peut mesurer de 30 à 80 cm de hauteur [9]. Comme montré dans la figure I.4 ci-dessous



Figure I.4 : La tige de *Malva sylvestris* L.

**e. Le fruit**

Le fruit en couronne montré la figure I.5, constitués de 12 akènes réniformes aplatis ; saveur mucilage [10], c'est ce qui a donné le nom populaire de fromageon ou de fromage, à la *Malva sylvestris* L. Il est souvent consommé par les enfants [8].



Figure I.5: Le fruit de *Malva sylvestris* L.

#### **I. 1. 6 Répartition géographique et habitat**

*Malva sylvestris* L se trouve presque dans tous les pays d'Europe et le nord de l'Asie, elle est répandue dans tous l'Afrique du nord et très commune en Algérie [11]. On la trouve aujourd'hui dans presque tous les pays tempérés [12]. Cette plante préfère les environnements humides. Il s'agit d'une plante nitrophile ; préférant les sols pollués par les nitrates. Elle n'a pas été introduite directement ou indirectement par l'homme c'est pourquoi on la trouve sauvagement dans le bord des chemins ou le bord des cultures [11].

#### **I. 1. 7 Récolte, culture et séchage**

La *Malva sylvestris* L est cultivée en pépinière par semis à l'automne ou au début du printemps [13]. Les fleurs et les feuilles sont collectées pendant la floraison de mai à août. Il est possible de collecter les feuilles tout au long de la vie de la plante. Au fur et à mesure de leur croissance, les fleurs sont collectées à la main, sans pédoncule, mais avec leur calice par temps ensoleillé. Les fleurs et les feuilles sont séchées sur les claies, en une fine couche, à l'ombre et à l'air libre.

#### **I. 1. 8 Utilisation de *Malva sylvestris* L**

##### **a. Utilisation alimentaire**

Traditionnellement utilisée comme un légume cru ou cuit en soupe [15]. Les jeunes feuilles sont consommées crues dans les salades et les pousses sont consommées dans les soupes et sous forme de légumes bouillis. Les fruits immatures sont sucés ou mâchés [16].

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Elle entre dans la composition de nombreux plats tels que le couscous et khoubiz à l'Ail. De plus, cette plante est considérée comme un bon pâturage pour l'alimentation animale [15].

### **b. Utilisation dans la médecine traditionnelle**

La *Malva sylvestris L* est traditionnellement utilisée par voie orale comme traitement symptomatique de la toux, adjuvant de la composante douloureuse des troubles fonctionnels digestifs, traitement asymptotique de la constipation [17], nettoyant pour le foie et contre les brûlures d'estomac. A cause de sa propriété anti-inflammatoire, elle est utilisée principalement contre la gingivite, les abcès et les douleurs dentaires [16]. En usage local, elle est traditionnellement utilisée comme traitement d'appoint adoucissant et antiprurigineux des affections dermatologiques, trophique protecteur dans le traitement des écorchures, gerçures et contre les piqûres d'insectes, antalgique dans les affections de la cavité buccale et/ou du pharynx, et en cas d'irritation ou de gêne oculaire [16].

### **c. Utilisations vétérinaires**

Plusieurs études font état de l'utilisation de *Malva sylvestris L* à des fins vétérinaires. Les décoctions de plantes entières, parfois bouillies dans l'huile, peuvent être administrées au bétail pour traiter les coliques et débloquer les rumens [17].

Les feuilles appliquées dans les lavements ou les compresses ont montré une grande efficacité dans le traitement de la mammite chez les bovins et contre la constipation porcine [17].

Les perfusions et les décoctions de parties aériennes en fleurs ont été utilisées comme laxatifs chez les chevaux, mais ces préparations ont également démontré une activité contre l'inflammation, l'infection des plaies, la diarrhée chez les jeunes veaux, les problèmes respiratoires chez les chevaux, et l'inflammation intestinale chez les vaches et les truies [17].

Appliqué sous forme de bain, il peut être utilisé comme galactagogue dans les préparations du lavement contre les aphtes fièvre et comme antiseptique. La plante broyée a été appliquée pour drainer les abcès chez les bovins ; utiliser comme remède pour la peau et les troubles nerveux, elle a été également signalée pour l'amélioration de la reproduction.[17].

### I. 1. 9 Activités biologiques de *Malva sylvestris L*

Les différentes études menées ont montré que l'extrait méthanolique des feuilles de *Malva sylvestris L* présente une forte activité biologique à savoir : Activité antioxydante [18] ; Activité anti-inflammatoire [7-19] ; Activité antibactérienne et antifongique [20,21] ; Activité antiproliférative [22] ; Activité hypoglycémiant [23] ; Effet antiulcéreux colique et laxative [24] ; Action de protection rénale [25] ; Action de protection nerveuse [26] ; Action de protection hépatique [27] ; Action de protection cardiaque [28] ; Action anti-acétylcholinestérase [29] et Action cicatrisante [30].

- Dans ce mémoire nous portons un intérêt particulier sur l'activité anti-oxydante et l'activité antibactérienne et antifongique.

#### a. **Activité antioxydante**

L'activité biologique antioxydante inclut le piégeage des radicaux libres et la prévention de la peroxydation lipidique dans les liposomes et les homogénats des cellules cérébrales. Les polysaccharides des feuilles de *Malva sylvestris L* ont un puissant effet de suppression de l'activité du 2,2'-diphénylpicrylhydrazyl (DPPH) et des radicaux hydroxyles [15].

#### b. **Activité antibactérienne et antifongique**

Ces dernières années, plusieurs études se sont efforcées de démontrer l'activité antibactérienne de *Malva sylvestris L*. L'extrait méthanolique inhibe la croissance de *Saccharomyces cerevisiae* [22]. Aussi, l'extrait des fleurs a un fort pouvoir antibactérien contre *Staphylococcus aureus*, *S. agalactiae* et *Enterobacter faecalis* [23]. Les extraits aqueux obtenus à partir des feuilles de *Malva sylvestris L* ont inhibé totalement la croissance d'*Aspergillus candidus*, *Aspergillus niger*, *Penicilliumsp* et *Fusarium culmorum* [23].

#### c. **La toxicité de *Malva sylvestris L***

Selon les différentes recherches, aucun effet néfaste n'est enregistré concernant la consommation humaine de *Malva sylvestris L*, bien que certains auteurs aient signalé des effets nocifs sur le bétail parce que lorsqu'elle est cultivée sur des sols riches en azote la plante a tendance à concentrer des niveaux élevés de nitrates dans ses feuilles [14]. Certains auteurs déconseillent la *Malva sylvestris L* aux femmes enceintes à cause de l'activité ocytocique des feuilles [31].

**I. 1. 10 Composition chimique en métabolites secondaires de *Malva sylvestris L***

Le tableau I.3 montre la composition chimique en métabolites secondaires de *Malva sylvestris L*. Les mucilages les anthocyanines (souvent abrégées en "antho"), les flavonoïdes et autres métabolites secondaires sont des composés organiques produits par les plantes qui ne sont pas directement impliqués dans leur croissance, développement ou reproduction, mais qui jouent souvent des rôles importants dans la défense contre les herbivores, les agents pathogènes, et dans la communication interorganismique.

Tableau I.3: Principaux métabolites secondaires de *Malva sylvestris L*. [32].

FAMILLES CHIMIQUES	CONSTITUANTS
<b>FLEURS</b>	
<b>Mucilages</b>	Polysaccharides neutres et acides de P.M. compris entre 1,3 et 1,6. 10 <sup>6</sup> Par hydrolyse, fournissent du galactose, du rhamnose et les acides glucuronique et galacturonique.
<b>Antho (Anthocyanines)</b>	Malvidine, malvine (malvidine 3,5- diglucoside), malvidin 3-O-(6"- Omalonylglucoside) -5-O-glucoside, malvidine 3-O-glucoside (oenine), delphinidine, delphinidine 3-O-glucoside
<b>Flavonoïdes</b>	Génistéine ; myricétine ; dérivés de l'apigénine, de la quercétine et du Kæmpférol
<b>Divers</b>	Tanins et coumarines : à l'état de traces Dérivés phénoliques (258,7 mg/g)
<b>FEUILLES</b>	
<b>Mucilages (6,0-7,2%)</b>	Polysaccharides acides de PM entre 11 000 et 10 <sup>6</sup> , fournissant par hydrolyse, du rhamnose, de l'arabinose et de l'acide galacturonique et d'acide glucuronique
<b>Flavonoides</b>	Gossypine (gossypétine 3-sulfate-8-O-β-D-glucoside), hypolaetine 3'-sulfate, hypolaetine 4'-méthyl ether 8-O- β - D - glucuronopyranoside, hypolaetine 8-O- β - D - glucuronopyranoside
<b>Monoterpènes, diterpènes, sesquiterpènes et nor-terpène</b>	linalool, acide 1 linaloolique, 9-hydroxy-4,7- mégastigmadien-3-one, 5,6-époxy-3,9-dihydroxy-7-mégastigmène, bluménol A, 3- hydroxy-5,7-mégastigmadien-9-one, (+)-dehydrovomifoliol, 3,5,6,9-tétrahydroxy- 7-mégastigmène, 3,7,11,15- tétraméthyl hexadeca-1,6,10-trien-3,8,14,15-tetraol
<b>Dérivés phénoliques (386,5 mg/g)</b>	Acides 4-hydroxybenzoïque, 4- méthoxybenzoïque, 4-hydroxydihydro-cinnamique, férulique Tyrosol
<b>Acides organiques</b>	Acides Oxalique, Malonique, Fumarique Succinique, Benzoïque, Glutarique, Phenylacétique
<b>Coumarines</b>	Scopolétine ;
<b>Divers</b>	Malvone ; Tanin

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### I.2 Les mucilages

Les mucilages sont des polymères complexes visqueux composés principalement de polysaccharides ramifiés et de certaines glycoprotéines [33].

Elles sont définies comme une substance gélatineuse d'origine naturelle avec un poids moléculaire élevé et des fortes interactions entre les polysaccharides et les protéines. Les polysaccharides constituant ces mucilages sont souvent polaires et très hydrophiles, de très hautes masses molaires, hautement ramifiés et composés de différents monosaccharides (arabinose, de xylose, de mannose, de galactose et de glucose [33].

Les mucilages présentent des propriétés thérapeutiques liées à leur capacité d'hydratation, leur capacité à gonfler en présence d'eau et à former des solutions visqueuses et des gels. En pharmacie, ces polymères sont utilisés comme liants dans la fabrication de comprimés, grâce à leurs propriétés émulsifiantes et gélifiantes. Ils servent également d'agents de suspension, de stabilisants, d'épaississants, d'agents désintégrant dans les comprimés et de colloïdes protecteurs en suspension [34].

#### I. 2. 1 Composition chimique du mucilage

La composition chimique générale du mucilage varie selon la plante, mais elle est principalement constituée de polysaccharides, tels que des fibres alimentaires solubles. Les polysaccharides courants incluent le d-glucose, le d-xylose, le d-mannose, le l-arabinose, l'acide galacturonique, les résidus d'acide glucuronique [35].

Le mucilage peut également contenir des protéines, des lipides, des acides aminés et d'autres composés bioactifs, selon la plante d'origine et les méthodes d'extractions utilisées [33].

La composition des monosaccharides présents dans le mucilage de *Malva sylvestris L* est comme suit : 40.2% rhamnose, 22.2% galactose, 16.0% acide galacturonique et 16% acide glucuronique [35].

#### I. 2. 2 Les méthodes d'extractions du mucilage

Les mucilages peuvent être extraits en faisant tremper des parties de la plantes dans de l'eau en raison de leurs propriétés hydrosolubles.

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Les conditions d'extraction (pH, température, temps de traitement, rapport matériau/solvant, etc.) et les solvants (type, concentration, solvant supercritique, etc.) utilisés influencent directement le rendement d'extraction des mucilages. Pour augmenter le rendement et par conséquent la qualité des mucilages extraite, diverses techniques d'extraction, conventionnelles et élaborées, ont été développées [36]. La figure I.6 montre les différentes sources du mucilage dans *Malva sylvestris L* et méthodes d'extraction.

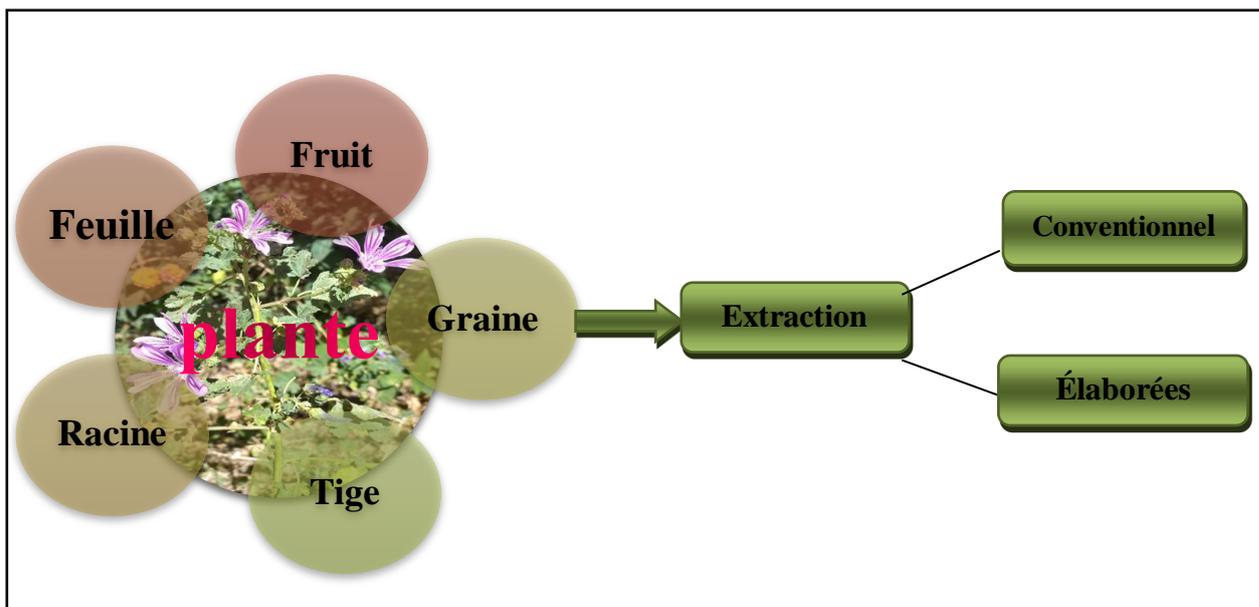


Figure I.6: sources du mucilage de *Malva sylvestris L* et les méthodes d'extraction.

### a. Les techniques conventionnelles

L'extraction des mucilages implique le chauffage ou l'agitation avec de l'eau légèrement acide ou neutre. Les méthodes d'extraction basées sur les solvants utilisent de l'eau distillée chaude ou froide sous agitation continue ou agitation, suivies d'une filtration et d'une addition d'alcool pour la précipitation du mucilage. [36].

Des traitements physiques préalables tels que le broyage ou le décorticage peuvent être nécessaires, et des enzymes telles que les protéases, les amylases, les mannanases et les cellulases peuvent être utilisées pour extraire les polysaccharides. L'augmentation de la concentration enzymatique et du temps de traitement (hydrolyse) peut réduire la viscosité apparente du mucilage extraite. L'extraction assistée par des enzymes du mucilage, également appelée "démucilage", peut être utilisée pour éliminer le matériau mucilagineux

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

en vue d'une utilisation ultérieure de matériau restante comme source de fibres ou de protéines. [36].

### **b. Méthodes d'extraction élaborées**

Les méthodes d'extraction élaborées telles que, l'ultrason et les applications assistées par micro-ondes [36].

- **L'extraction ultrasonique du mucilage**

Utilise la cavitation pour perturber la paroi cellulaire biologique en créant des pores, facilitant ainsi la pénétration du solvant et accélérant le transfert de masse. Cette méthode s'est avérée plus efficace que l'extraction enzymatique en termes de rendement en mucilage. L'application de l'ultrason peut augmenter les fractions de glucose, de mannose, d'arabinose et de rhamnose tout en diminuant le galactose et l'acide galacturonique en raison de la destruction de l'intégrité de la paroi cellulaire et de la libération éventuelle de fractions celluloses de la matrice. L'intensité et la durée de l'ultrason peuvent affecter significativement le rendement global en mucilage et la quantité de sucre total dans le mucilage [36].

- **L'extraction du mucilage assistée par micro-ondes**

Présente des avantages en termes de réduction de la durée d'extraction, de minimisation de la consommation de solvant et d'amélioration de l'efficacité d'extraction par rapport aux méthodes conventionnelles. L'intégrité de la paroi cellulaire est détruite en détachant les cellules parenchymateuses sous l'effet des radiations micro-ondes, ce qui améliore l'interaction entre le solvant et le matériau mucilagineux soluble. **Safdar et al. (2020)** détermine que le temps d'extraction assistée par micro-ondes soit plus court que celui des méthodes conventionnelles (eau chaude, acide/alcali) ou ultrasoniques, le rendement en mucilage est parfois inférieur et la pureté de l'extrait est meilleure dans le mucilage extrait par ultrasons. Cependant, dans certains cas, comme l'extraction de mucilage à partir de la peau de figue de Barbarie, **Han et al. (2016)** détermine que l'extraction assistée par micro-ondes peut donner un rendement plus élevé par rapport à l'extraction à l'eau chaude [36].

### I. 2. 3 Les avantages d'utilisation du mucilage

Les mucilages végétaux, en tant que substances biopolymériques naturelles, ont diverses utilisations comme additif, dans les applications alimentaires, cosmétiques et l'industrie pharmaceutique [37].

#### a. Industries alimentaires

Les mucilages végétaux sont utilisés dans l'industrie alimentaire comme agent stabilisant pour les crèmes glacées, les produits à base de viande, les poudings instantanés, les produits laitiers, les confiseries, les boissons, les produits de boulangerie et les sauces [34].

#### b. Industries pharmaceutiques

Leur utilisation ne se limite pas à l'industrie alimentaire, mais s'étend également aux applications pharmaceutiques, offrant des avantages similaires tels que l'encapsulation efficace et la libération contrôlée des ingrédients actifs utiles dans ce domaine. Ces biopolymères naturels, grâce à leur biocompatibilité et à leurs diverses propriétés fonctionnelles, peuvent être utilisés dans de nombreuses applications pharmaceutiques. Ils servent d'agents épaississants, gélifiants, liants, désagrégants, de suspension, viscolytiques, de revêtement, émulsifiants, stabilisants et filmogènes [36].

### I.3 Généralités sur les polysaccharides

Les polysaccharides sont des polymères biologiques constitués d'un ou plusieurs types de molécules monosaccharidiques. Les polysaccharides constitués de mêmes types d'oses sont nommés les glycanes. Chaque polysaccharide est caractérisé par un degré de polymérisation bien déterminé et un type de liaison entre les monomères. En plus du glucose, du fructose, du galactose qui figurent parmi les monomères constitutifs on trouve également du mannose, de l'arabinose, de la xylose et du rhamnose [38, 39].

Ils sont issus de différentes sources, y compris les algues, les plantes, les bactéries, les champignons, les insectes, les crustacés et les animaux. Ils ont été largement étudiés et utilisés pour leurs propriétés technofonctionnelles dans les secteurs pharmaceutiques, cosmétiques, industrie papetière, agroalimentaire, et dans l'extraction pétrolière. Plus

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

récemment, l'utilisation de polysaccharides comme agents bioactifs, a suscité un intérêt accru pour de nouvelles applications [40].

### I. 3. 1 Sources des polysaccharides

Les polysaccharides naturels sont synthétisés pour remplir diverses fonctions biologiques (par exemple, énergétiques et structurales) dans les organismes et les micro-organismes qui les produisent [41]. La plupart des polysaccharides naturels se trouvent dans les plantes sous forme de réserves d'énergie ; ils peuvent être synthétisés par des algues, des bactéries, des champignons et des levures ou extraits de l'exosquelette des arthropodes.

### I. 3. 2 Polysaccharides végétaux

L'étude des polysaccharides végétaux passe en premier lieu par la prise de conscience de la très grande variabilité structurale en partie liée à leurs nombreuses fonctions biologiques. Le plus souvent séparés en trois catégories, on distingue, comme l'illustre la figure I.7 ; (i) les polysaccharides de réserve (amidon, galactomannane) ; (ii) les polysaccharides de structure (celluloses, hémicelluloses, pectines) et (iii) les exsudats, gommés ou mucilages (gomme arabique) [42].

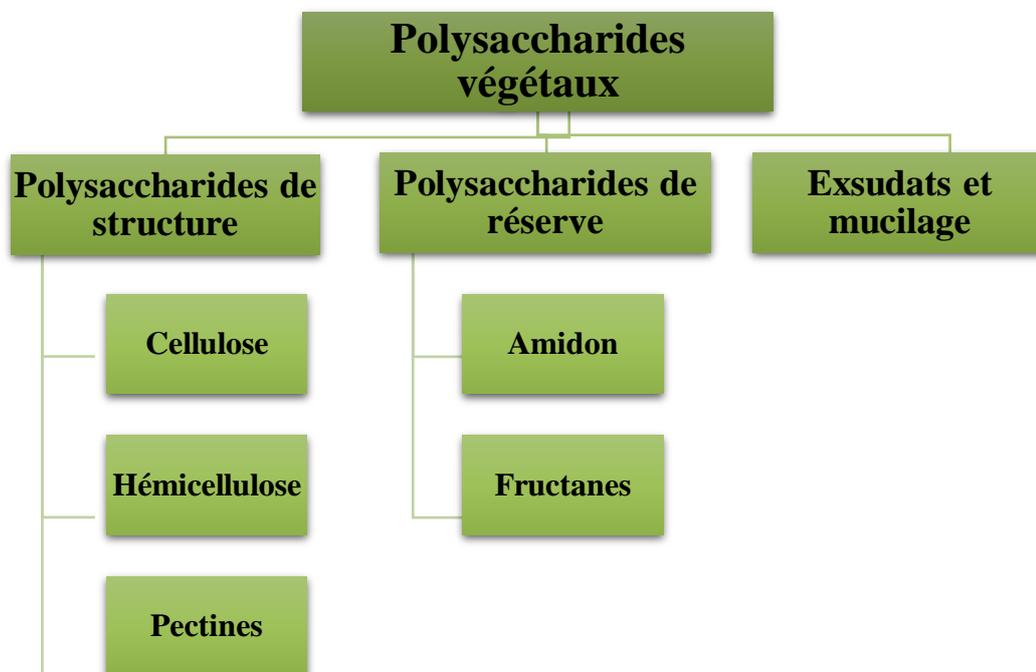


Figure I.7: Source des polysaccharides végétaux.

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Notons que la différence entre gommes et mucilages reste aujourd'hui encore ambiguë puisque les premières sont plutôt collantes et proviennent de la surface des arbres alors que les seconds sont des hydrocolloïdes visqueux issus de graines ou de tissus souples [43]. Le rôle physiologique du mucilage n'est pas négligeable puisqu'il permet à la plante d'absorber et stocker des quantités hydriques importantes. En cas de besoin, la libération progressive de l'eau vers d'autres tissus est possible en période de sécheresse. Inversement, en présence de quantités d'eau trop importantes, le gonflement du mucilage peut entraîner l'éclatement des tissus [44].

- **Applications des polysaccharides végétaux**

Les différentes applications de ces polysaccharides végétaux sont résumées dans le tableau I.4 ci-dessous [45].

Tableau I.4: Les différentes applications des polysaccharides végétaux.

Polysaccharides	L'ose Principale	Applications
Cellulose	Galactose	Secteur agroalimentaire, matériaux textiles.
Hémicellulose	Xylose	Industrie alimentaire, d'énergie et comme nutraceutique.
Pectine	Acide galacturonique	Industrie alimentaire, cosmétique et pharmaceutique.
Amidon	Glucose	Domaine alimentaire, pharmaceutique, cosmétique et textile.
Fructanes	Fructose	Industrie alimentaire, domaine de la santé.
Exsudats et mucilages	Généralement sont des polysaccharides hétérogènes	Pharmacie, au tant qu'adjuvants pharmaceutiques. Industrie alimentaire pour leurs pouvoir de rétention de l'eau et stabilisation (produits laitiers, viandes, confiserie...). Cosmétiques, textiles, peintures.

### I. 3. 3 **Les propriétés des polysaccharides**

Les polysaccharides appartiennent à une classe spéciale de biopolymères caractérisés par leurs biocompatibilité, bioadhésivité, non-toxicité, faible coût, disponibilité, renouvelabilité et biodégradabilité [46,47]. Ils interagissent directement ou indirectement avec les composants du système immunitaire, déclenchant divers événements cellulaires,

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

moléculaires, et conduisant à l'activation du système immunitaire. Le poids moléculaire joue un rôle important dans la structure et la fonction des polysaccharides [48].

### a. Emulsions stabilisées par des polysaccharides

Les polysaccharides, grâce à leur caractère hydrophile et à leur poids moléculaire élevé, sont utilisés pour leur capacité à retenir l'eau et à épaissir les solutions. Ils sont divisés en deux catégories pour stabiliser les émulsions :

➤ Les polysaccharides non adsorbants : qui n'ont pas ou peu d'activité à l'interface des fluides cela signifie qu'ils ne se fixent pas directement aux surfaces des gouttelettes dans une émulsion et qui améliorent la stabilité de l'émulsion en modifiant la viscosité de la phase aqueuse. Cette augmentation de la viscosité réduit le mouvement et les interactions des gouttelettes.

➤ Les polysaccharides adsorbants : sont des polysaccharides capables de s'adsorber aux interfaces des fluides, comme les interfaces huile-eau et ainsi de stabiliser les émulsions. Ils fonctionnent en réduisant la tension interfaciale et en fournissant une stabilisation électrostatique et stérique, empêchant les gouttelettes de se focaliser et de fusionner [49].

### b. Emulsion stabilisées par des protéines-polysaccharides

La recherche sur la combinaison des avantages des protéines et des polysaccharides dans un même système pour stabiliser les émulsions est de plus en plus explorée. Les protéines, avec leur adsorption rapide, et les polysaccharides, avec leur capacité à repousser ou à augmenter la viscosité, contribuent tous deux à créer des émulsions innovantes avec une stabilité et une fonctionnalité améliorée. [49].

## I.4 Synthèse des travaux antérieurs réalisé sur *Malva Sylvestris* et *Mucilage*

Nous avons réalisé une analyse de littérature non exhaustive sur base de données qui sont : science directe, Springer Link ; Nih National Institutes of Health.

### I. 4. 1 Synthèse des travaux antérieurs réalisé sur *Malva Sylvestris L*

Tous les travaux antérieurs menés sur *Malva sylvestris L* ont été résumés dans le tableau I.5.

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.5: Synthèse des travaux antérieurs réalisés sur *Malva sylvestris L.*

Synthèse des travaux antérieurs réalisés sur <i>Malva Sylvestris L</i>	Référence
Exploration du potentiel thérapeutique de <i>Malva sylvestris L</i> dans la secheresse oculaire : perspectives in vitro sur ses propriétés antioxydantes, de cicatrisation et anti-inflammatoires.	2023- [50]
Encapsulation de l'extrait de <i>Malva sylvestris L</i> dans des fibres de chitosane-carraghenane pour la surveillance de la fraîcheur des filets de carpe argentée réfrigérés.	2024- [51]
Effet radioprotecteur de <i>Malva sylvestris L</i> . Sur les dommages induits par les radiations dans les tissus abdominaux : étude histopathologique chez le rat.	2023- [52]
Revêtement comestible à base de <i>Malva sylvestris L</i> pour la conservation de la viande d'agneau.	2023- [53]
Exploration des propriétés antioxydantes et antivirales des phytochimiques de <i>Malva sylvestris L</i> contre le Covid-19.	2021- [54]
Protection contre la corrosion de l'acier doux : film écologique à base d'extrait de <i>Malva sylvestris.L</i>	2021- [55]
Détection de la tetracycline par fluorescence avec des nanoparticules Ag/CdS synthétisées à partir d'extrait de <i>Malva sylvestris L</i> .	2021- [56]
Nanofibres poly (vinyl alcohol) /alginate avec extrait de <i>Malva sylvestris L</i> pour cicatrisation de brulures : Caracterisation et évaluation in vivo.	2024- [57]
Biosynthèse de nanoparticules de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> avec <i>Malva sylvestris L</i> : évaluation de leurs performances cytotoxiques et antibacteriennes.	2020- [58]
Construction d'un film anti-corrosion à base d'organométallique avec <i>Malva sylvestris L</i> et zinc sur acier doux.	2021- [59]
Pansements à base de nanofibres de pu contenant un extrait de <i>Malva sylvestris L</i> : amélioration de la guérison des plaies diabétiques.	2016- [60]
Utilisation de <i>Malva sylvestris L</i> comme adsorbant alternatif pour l'élimination du mercure des solutions aqueuses : potentiel pour le traitement des intoxications aux métaux lourds.	2020- [61]
Nanofibres bilayer chargées en extrait de <i>Malva sylvestris L</i> pour la cicatrisation des plaies : caractérisation et potentiel thérapeutique.	2024- [62]
Micro encapsulation de l'huile de graines de <i>Malva sylvestris L</i> : exploration de son potentiel anticancéreux sur la lignée cellulaire neuroblastome humain.	2024- [63]
Effets protecteurs de l'extrait de <i>Malva sylvestris L</i> contre les dommages induits par le carbonate de lithium chez les rats wistar : une approche antioxydante et histologique.	2017- [64]
Exploration de l'activité antivirale de <i>Malva sylvestris L</i> : potentiel microbicide contre le Hiv-1.	2021- [65]
Identification de l'agent causal de la rouille sur <i>Malva sylvestris L</i> en Corée du Sud : une première confirmation de puccinia modiolae.	2023- [66]
Exploration des propriétés médicinales de <i>Malva sylvestris L</i> . : potentiel en tant que remède à base de plantes.	2021- [67]
Utilisation de la mauve commune comme coagulant naturel dans le traitement des eaux usées urbaines : une alternative prometteuse.	2024- [68]

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### I. 4. 2 Synthèse des travaux antérieurs sur le mucilage

La synthèse exhaustive des études préalable portant sur le mucilage a été consignée dans le tableau I.6.

Tableau I.6: synthèse des travaux antérieurs sur le mucilage.

<b>Synthèse des travaux antérieurs sur le mucilage</b>	<b>Référence</b>
Extraction, propriétés du mucilage du grain de lin et applications dans l'emballage alimentaire.	2024- [69].
Étude rhéologique du mucilage d'igname : comportement viscoélastique, thixotropie et modélisation en extension	2023- [70]
Présence et importance du mucilage de graines dans les espèces de prairies tempérées d'Amérique du Nord.	2024- [71]
l'Okra Mucilage comme Inhibiteur d'Argile dans les Boues de Forage à Base d'Eau : Performances et Potentiel Environnemental".	2022_ [72]
Fabrication de Membranes Composite PSf/PPSU Incorporées avec Hydrogel de Mucilage de Graines de Basilic pour une Performance Optimisée de Rejet de Colorants et de Flux d'Eau.	2022- [73]
Synthèse respectueuse de l'environnement de nanostructures de trioxide de molybdène utilisant le mucilage d' <i>Opuntia ficus-indica</i> pour la thérapie photothermique du cancer.	2024- [74]
Formulation et caractérisation de films à base du mucilage de feuilles de <i>Cissampelos pareira</i> pour la libération contrôlée de propranolol.	2024- [75]
Optimisation de la Clarification du Mucilage de Café par Traitement Enzymatique : Impact des Conditions Opératoires sur la Turbidité et les Composés Phénoliques	2023- [76]
Extraction et caractérisation du mucilage d' <i>Opuntia ficus-indica</i> comme agent émulsifiant : comparaison entre méthodes conventionnelle et assistée par ultrasons.	2024- [77]
Optimisation d'une Paroi Biocomposite à Base de Mucilage de Basilic et de Caséinate de Sodium pour l'Encapsulation de Probiotiques et de Sélénium dans le Yaourt	2023- [78]
Propriétés Multipotentes du Mucilage de Chia : Photostabilité, Cytocompatibilité et Mucoadhésion pour Applications Industrielles et Biomédicales	2021- [79]
Utilisation des mucilages de graines pour améliorer la conservation et la qualité des produits carnés.	2024- [80]
Utilisation du Mucilage d'Igname comme Stabilisant dans le Nectar de Mangue : Impact sur la Stabilité Physicochimique et Rhéologique	2020- [81]
Microencapsulation of Essential Oils and Polyphenols Using Water-Soluble Yellow Mustard Mucilage: Enhanced Stability and Controlled Release	2023- [82]

### **I.5 Analyse par spectroscopie IR-TF**

Dans le cadre de notre étude de valorisation du mucilage de *Malva sylvestris L.*, nous avons eu recours à diverses techniques d'analyse pour caractériser en détail de cette substance naturelle. Parmi ces techniques, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) a joué un rôle essentiel.

#### **I. 5. 1 Principe spectroscopie IR-TF**

La spectroscopie IR-TF est une technique d'analyse utilisée pour identifier les types de liaisons chimiques dans un échantillon et caractériser les groupements moléculaires présents. Il est important de noter qu'une molécule doit présenter une variation de son moment dipolaire pour être active en spectroscopie IR.

La région infrarouge se situe entre le spectre visible et les ondes hertziennes couvrant une plage de longueurs d'onde allant de 0,8  $\mu\text{m}$  à 1000  $\mu\text{m}$ . Elle est subdivisée en trois zones : l'infrarouge proche (0,8 à 2,5  $\mu\text{m}$ , soit 12500-4000  $\text{cm}^{-1}$ ), l'infrarouge moyen (2,5 à 25  $\mu\text{m}$ , soit 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ ) et l'infrarouge lointain (25 à 1000  $\mu\text{m}$ , soit 400-10  $\text{cm}^{-1}$ ).

Le spectre infrarouge illustre l'absorbance « A » en fonction du nombre d'onde «  $\nu$  ». Les régions de l'infrarouge proche et de l'infrarouge lointain ont attiré un certain intérêt et ont été utilisées dans diverses études. Toutefois, l'infrarouge moyen demeure la région la plus appropriée et la plus couramment utilisée pour l'analyse de la composition moléculaire d'un échantillon [83].

#### **I. 5. 2 Spectroscopie IR-TF**

Un spectromètre IRTF comporte essentiellement 5 parties

- Une source lumineuse polychromatique.
- Un interféromètre un dispositif permettant de moduler le signal et générer les interférences.
- Un compartiment échantillon.
- Un détecteur ou capture photosensible.
- Un convertisseur analogique numérique qui transforme le signal analogique en un signal numérique manipulable par le système informatique [84].

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Il existe deux méthodes de mesure en spectroscopie IR-TF la transmission et la réflexion. Pour notre étude, nous avons opté pour la méthode de réflexion totale atténuée ATR.

### **I. 5. 3 Le mode de réflexion totale atténuée ATR**

L'ATR est actuellement la technique de spectroscopie infrarouge la plus utilisée par rapport à la méthode de transmission. Cette technique est privilégiée en raison de sa simplicité de mise en œuvre et de son caractère non destructif pour les échantillons.

Pour effectuer une analyse par ATR, il suffit de déposer l'échantillon sur un cristal, souvent composé de diamant, de germanium ou de sélénure de zinc. La lumière infrarouge (IR) est alors dirigée à travers le cristal, où elle est partiellement absorbée par l'échantillon. La lumière IR ressort ensuite du cristal pour être détectée. Dans cette configuration, l'interaction de la lumière IR est limitée aux premiers microns de la surface de l'échantillon. Contrairement à la méthode de transmission, où la lumière traverse entièrement l'échantillon, l'ATR nécessite peu ou pas de préparation préalable, ce qui permet d'obtenir un spectre IR de haute qualité de manière simple et rapide.

Les spectres obtenus par ATR et par transmission présentent des différences en raison des propriétés optiques distinctes des deux techniques. Ces différences spectrales résultent de la manière dont les différentes longueurs d'onde de la lumière IR interagissent avec l'échantillon, la lumière étant seulement partiellement absorbée en ATR.

Toutefois, ces variations peuvent être facilement corrigées par traitement informatique, permettant ainsi une comparaison directe des spectres obtenus par les différentes techniques de mesure [85].

#### **a. Principe de la spectroscopie en mode ATR**

On fait subir au faisceau optique une ou plusieurs réflexions à l'interface entre l'échantillon et un matériau transparent dans le domaine de longueur d'onde choisi, d'indice de réfraction  $n$  élevé tel le germanium ( $n = 4$ ), l'AMTIR ( $n = 2,5$ ), le diamant ( $n = 2,4$ ) ou le KRS -5 ( $n = 2,4$ ) sur lequel il a été déposé. Pour des angles d'incidence supérieurs à un angle critique  $\theta_c$  dont le sinus est égal au rapport de l'indice de réfraction ( $n_2$ ) de l'échantillon sur l'indice de réfraction ( $n_1$ ) du cristal (Éq1), le faisceau subit une réflexion totale à l'intérieur du cristal, s'il provient de celui-ci :

$$(Éq1) : \theta_c = \sin \frac{n_2}{n_1}$$

Le faisceau guidé est légèrement perturbé par l'existence d'ondes progressives transversales appelées « onde évanescente » [86].

### **b. Avantage de spectroscopie en mode ATR**

- Les mesures sont effectuées en temps réel.
- L'analyse est réalisée de manière non destructive.
- Les réactions sont étudiées dans des milieux aqueux ou non aqueux et à travers une large gamme de valeurs pH.
- Le cristal ATR est généralement résistant aux réactifs corrosifs.
- Préparation minimale de l'échantillon.
- Nettoyage rapide et facile.[87]

### **I. 5. 4 Logiciel OMNIC**

OMNIC est une suite logicielle développée par Thermo Fisher Scientific pour la spectroscopie moléculaire et la microscopie. Il permet la collecte, la visualisation et le traitement des données de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).

OMNIC Spectra offre des outils d'identification et d'interprétation des spectres IR, ainsi qu'une base de données de milliers de spectres de référence pour identifier des matériaux purs ou des mélanges complexes.

Le module TQ Analyst inclus dans OMNIC permet de réaliser des analyses quantitatives de composés multiples dans des mélanges simples. Des outils chimiométriques avancés comme la PLS, la PCA et la PCR sont disponibles en option pour les mélanges plus complexes [81].

Nous présentons ci-dessous quelques applications utilisées lors des mesures et des interprétations.

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### a. Q Check

QCheck logiciel intègre d'OMNIC, fournit une étude comparative des spectres en considérant comme paramètre la région et les spectres, et en permettant une comparaison spectre contre spectre ou spectre contre référence. Chaque spectre donne des corrélations pour créer une matrice. La comparaison entre les spectres est traduite par un coefficient de corrélation indiquant un coefficient de 1 lorsque les spectres sont exactement les mêmes [88].

### b. Calcule l'aire de spectre

Le calcul de l'aire des pics d'absorption caractéristiques sur les spectres IRTF permis d'obtenir des informations quantitatives sur les groupements chimiques présents dans les échantillons. L'intensité des bandes d'absorption est proportionnelle à la concentration des liaisons correspondantes.

### c. Alignement de spectre

L'alignement des spectres IRTF est une étape importante pour permettre leur comparaison. Il consiste à superposer les spectres en ajustant leur position horizontale pour que les bandes d'absorption caractéristiques se correspondent entre les différents échantillons.

## **I.6 Généralités sur les formulations**

La formulation est la connaissance de la science des matériaux et de la chimie physique, jointe de l'art d'arriver à la meilleure combinaison de constituants, alors que la chimie traite de la réaction chimique entre les substances, la formulation traite la coexistence de substances sans réactions chimiques [89].

Elle consiste à mélanger différents composants afin d'en arriver à une formule permettant d'avoir un produit stable, non toxique et homogène, elle concerne non seulement le domaine cosmétique mais aussi le domaine pharmaceutique et agro-alimentaire.

### **I. 6. 1 Les différents domaines dans la formulation**

La formulation touche toutes les industries de transformation de la matière depuis les industries amont produisant les matières premières jusqu'aux industries aval, directement en

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

contact avec l'utilisateur final (industrie ou grand public), qui fabriquent des formules prêtes à l'emploi :

### a. Formulations agro-alimentaires

L'industrie alimentaire est basée sur quatre principes qui sont : (1) la transformation, (2) l'extraction, séparation ou bien la purification des constituants des produits naturels, (3) réalisation des mélanges pour obtenir les goûtes et les textures voulues et enfin (4) stabilisation des produits de l'agriculture et de la pêche par séchage, traitement thermique ou frigorifique ou, si nécessaire ajout de stabilisant chimique.

### b. Formulations cosmétiques

Par définition, le cosmétique terme générale appliqué à toute substance ou préparation destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humains ou avec les dents et les muqueuses buccales en vue exclusivement ou principalement de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de corriger les odeurs corporelles et/ou de les protéger ou les maintenir en bon état. [90]

#### I. 6. 2 Définition des émulsifiants

Sont des composés chimiques ou leurs mélanges qui permettent la formation d'une émulsion stable dans le temps. Le rôle de l'émulsifiant est de créer des micelles stables qui se forment à l'interface eau-huile. Les agents épaississants et émulsifiants sont utilisés dans l'industrie alimentaire comme le chocolat, crème, beurre, les sauces prêtes à l'emploi et la mayonnaise, et dans l'industrie cosmétique comme les crèmes hydratantes, laits de visage et corps et les fonds de teint... Pour donner aux produits une consistance soyeuse et dense qui rend les aliments et les produits plus attractifs pour le consommateur.

#### I. 6. 3 Émulsifiants largement utilisés dans l'industrie alimentaire et cosmétique

Les émulsifiants les plus utilisés dans l'industrie alimentaire et cosmétique et leurs inconvénients sont illustrés dans le tableau I.7

## CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.7: Les émulsifiants les plus utilisées dans l'industrie alimentaire et cosmétique et leurs inconvénients.

Numéro E	Substance	Exemples de produits dans lesquels ils sont couramment utilisés	Les inconvénients
<b>E322</b>	Lécithine	Produits à base de chocolat.	La façon dont elle a été cultivée est génétiquement modifiée
<b>E471</b>	Mono- et diglycérides d'acides gras	Crèmes glacées margarine, gâteaux, pâtisseries, desserts surgelés.	Perturbe l'équilibre de la flore intestinale, promouvant l'apparition d'un cancer du côlon et les maladies cardiovasculaires
<b>E472</b>	Esters mono- et diacétyltartriques des mono- et diglycérides d'acides gras	Des biscuits aux céréales, les gâteaux moelleux, des sauces industrielles	Les mêmes que E471
<b>E415</b>	Gomme xanthane	Vinaigrettes, dentifrices, produits de beauté	Les problèmes digestifs, les réactions allergiques et les interaction médicamenteuse

**CHAPITRE II**

**PARTIE ÉXPÉRIMENTALE ET DISCUSSIONS DES**

**RÉSULTATS**

### II.1 Étude comparative d'extraction du mucilage de *Malva sylvestris L* par des méthodes conventionnelles et élaborées

Dans cette section, nous décrirons en détail les procédures des différentes méthodes d'extraction, tant conventionnelles que modernes (micro-ondes et ultrason), utilisées pour optimiser le rendement d'extraction du mucilage de la plante *Malva sylvestris L*. Les résultats obtenus seront ensuite examinés en fonction des quantités du mucilage extrait.

#### II. 1. 1 Matériels

- **Matériel végétale**

L'échantillon est constitué de feuilles de la plante *Malva sylvestris L*. La récolte a été faite dans la région de Soumaa au niveau de l'université Blida 1. Les feuilles ont été récoltées au début du mois de Février et les fleurs au début du mois de Mars. La matière végétale est bien séchée dans une étuve à T=45C°, puis broyée à l'aide d'un mortier jusqu'à obtention d'une poudre fine. La figure II.1 montre les étapes de la préparation de la matière végétale.



Figure II.1 : Étapes de la préparation de la matière végétale *Malva sylvestris L* de la région de Soumaa Blida.

- **Matériels et réactifs du laboratoire**

Le matériel utilisé dans cette étude est rassemblé

#### **Appareils**

Plaque agitateur/chauffante.

Balance, étuve, micro-ondes.

Ultrason, centrifugeuse.

Mortier, dessiccateur.

#### **Réactifs**

L'eau distillée.

L'éthanol (96%).

#### **Verreries**

Barreaux magnétiques.

Verre à montre.

Béchers.

Papier filtre.

## II. 1. 2 Méthodes d'extraction

### a. Extraction par la méthode classique

- **Mode opératoire**

On pèse 5g de poudre de la plante séchée, qui est ensuite décolorée par un traitement à l'éthanol 96% pendant 2h à une température de 70C° sous agitation. Ensuite, on filtre le mélange à travers un papier filtre afin d'éliminer les composés solubles dans l'éthanol. Après filtration le résidu est séché à une température ambiante à l'abri de la lumière.

Le résidu séché est macéré dans de l'eau distillée à un ratio de (1 :21) pendant 2h à 90C° sous agitation. Le mélange est ensuite filtré à l'aide d'une centrifugeuse à 6000 rpm pendant 10 minutes, puis le mucilage est précipité en ajoutant deux volumes d'éthanol 96%. Après centrifugation, le culot est récupéré et séché dans l'étuve à 45C°, puis broyé en une poudre fine. Le rendement est ensuite calculé. Un schéma général du procédé d'extraction réalisé est présenté à la Figure II.2.

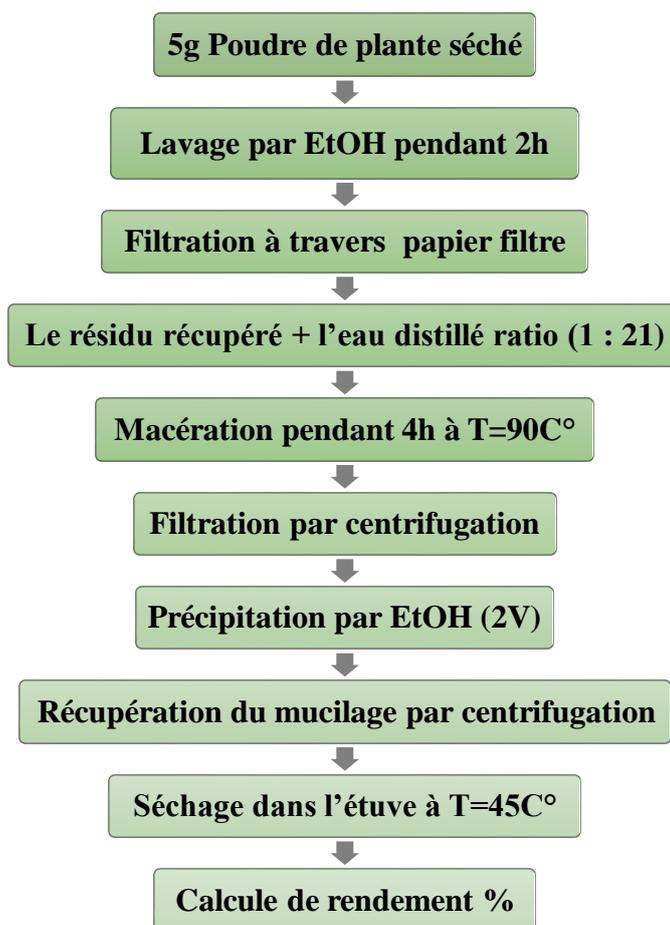


Figure II.2 : Diagramme général du procédé d'extraction par la méthode classique

### b. Extraction assistée par ultrason

- **Mode opératoire**

5g de la poudre de la plante séchée sont décolorées par traitement à l'éthanol 96% pendant 2h à une température de 70C° sous agitation. Le mélange est filtré à travers du papier filtre afin d'éliminer les composés solubles dans l'éthanol. Après filtration le résidu est séché à une température ambiante à l'abri de la lumière.

L'extraction est réalisée dans un bain à ultrason avec un ratio de 1 :21. L'extraction est effectuée avec une puissance maximale de 100% à une température de 50C° pendant 30min. Ensuite le mélange est filtré par centrifugation à 6000rpm pendant 10min. Le mucilage est précipité avec deux volumes d'éthanol à 96%. Après une deuxième centrifugation, le culot est récupéré, séché, pesé et le rendement est calculé. Un schéma général du procédé d'extraction réalisé est montré sur la Figure II.3.

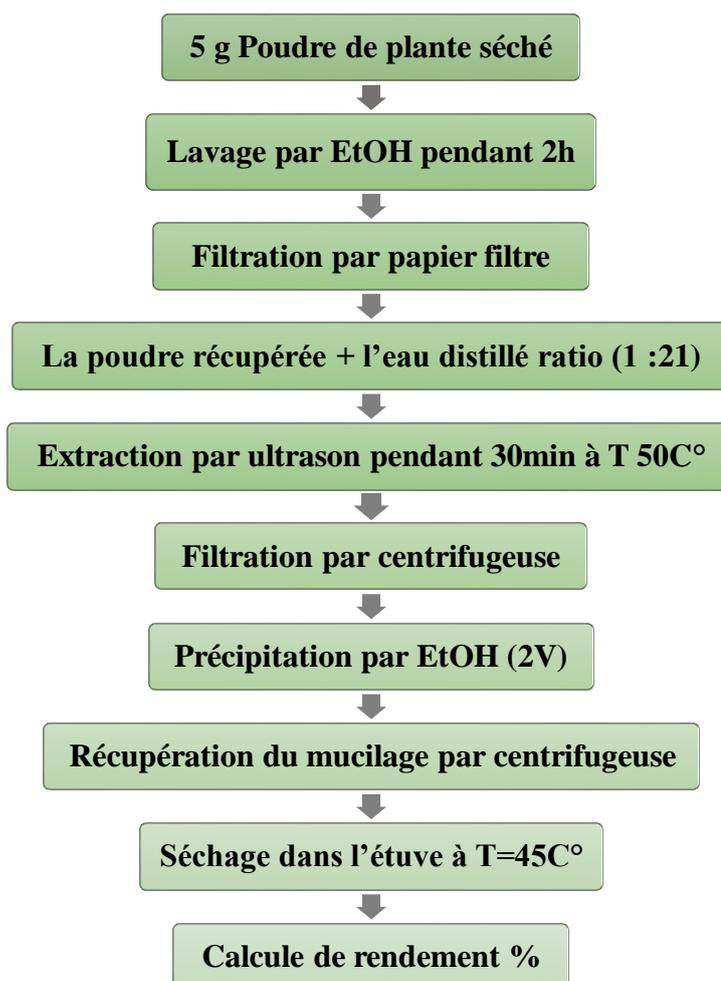


Figure II.3 : Schéma du processus d'extraction assisté par ultrason

### c. Extraction assistée par micro-ondes

- **Mode opératoire**

5g poudre de plante séché est prétraitée par de l'éthanol à 96% pendant 2h à une température 70C° et sous agitation puis on filtre pour éliminer les composés solubles dans l'éthanol. Le résidu de poudre prétraitées, est séché une seconde fois à l'abri de la lumière et à température ambiante.

On infusion la poudre récupérée dans l'eau distillée avec un ratio de (1 :15) et une température 90C° pendant 10min, les paramètres d'extraction sont définis comme suite : 500w et un temps de 5min. on filtre par centrifugeuse à 6000rpm et 10min. après filtration on récupère le mucilage par précipitation avec l'ajout de 1 volume d'éthanol 96%. On le séché dans l'étuve à T= 45C° puis broyer et calculer le rendement. Un schéma général du procédé d'extraction réalisé est présenté en Figure II.4.

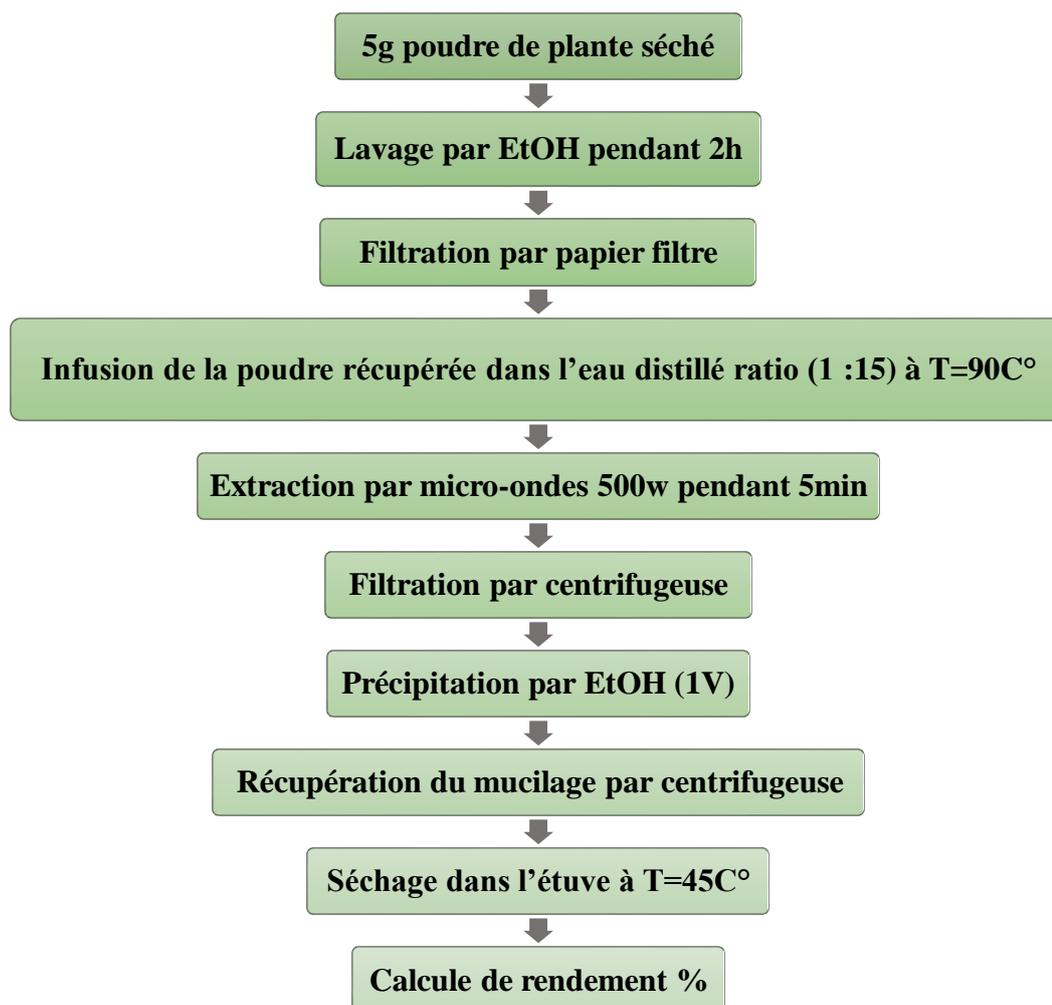


Figure II.4 : Schéma illustratif de l'extraction assisté par micro-ondes

### II. 1. 3 Résultats et discussions

- **Calcul de rendement d'extraction**

Le rendement d'extraction est calculé comme étant le rapport entre la masse de l'extrait sec du mucilage obtenu et la masse de la matière végétale traitée et ce, selon la formule ci-dessous montrée.

$$R(\%) = \frac{M}{M_0} \times 100$$

**Avec :**

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

M : Masse de l'extrait sec du mucilage en (g).

M<sub>0</sub> : Masse de la matière végétale sèche en (g).

- **Les valeurs** relatives aux **rendements** d'extraction obtenue par les différentes méthodes réalisées sur la *plante Malva sylvestris L* sont consignées dans le tableau II.1.

Tableau II.1 : Rendement d'extraction obtenu par les différentes méthodes

Méthode d'extraction	Temps (min)	Température (C°)	Ratio	Rendement (%)
Classique	240	90	1 :21	7,5
Ultrason	30	50	1 :21	5,5
Micro-ondes	5	90	1 :15	8,46

Selon les résultats, le rendement obtenu par la méthode d'extraction par micro-ondes est de 8,46 %, ce qui est supérieur à celui obtenu par la méthode classique, qui est de 7,5 %. Le rendement obtenu par la méthode aux ultrasons est le plus faible, avec une teneur en mucilage de 5,5 %.

Le rendement d'extraction varie en fonction de diverses conditions, notamment l'augmentation de la température, qui augmente la teneur en mucilage. Ce qui montre la faible teneur obtenue par la méthode ultrasons par rapport aux méthodes classique et par micro-ondes.

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

La méthode par micro-ondes présente un avantage significatif par rapport aux autres méthodes en raison de la réduction de la durée d'extraction et du ratio, ce qui permet une extraction plus rapide et une teneur en mucilage plus élevée.

Les différences de rendements peuvent être expliquées par l'état physiologique des plantes sachant que la composition des polysaccharides peut varier en fonction de la saison et de la période de la récolte, ou des différences des conditions expérimentales au laboratoire, ou de la méthode d'extraction (infusion, macération, ultrason...) ainsi que du degré de la pureté et du volume de l'alcool utilisé dans la précipitation [91].

### II.2 Analyse qualitative par spectroscopie IRTF

Nous exploitons dans cette partie le potentiel qu'offre la spectroscopie ATR-IRTF pour (i) analyser qualitativement les mucilages obtenus par différentes méthodes d'extraction et à partir de les feuilles *Malva sylvestre L* et (ii) prédire la teneur des mucilages dans la plante *Malva sylvestris L* sans aucun traitement préalable. Cette instrumentation est conçue pour une utilisation facile sans préparation préalable des échantillons.

- **Appareillages et réactifs**

- **Appareillages utilisés**

1. **Un spectromètre IRTF**, modèle Nicolet iS10 FT-IR Spectromètre Thermo Scientific équipé d'un détecteur de sulfate de triglycine deutéré (DTGS) et d'une séparatrice de faisceau en KBr situé en figure II.5 qui est ci-dessous a été utilisé pour les mesures des échantillons solide en mode ATR. L'échantillon est étalé directement sur le cristal de diamant ATR, de l'accessoire Dura Sample IR II à mono-réflexion (Smiths Detection Inc. (MA USA)), le faisceau infrarouge est réfléchi sur la surface du cristal donnant une onde évanescente qui interagit avec l'échantillon.



Figure II.5 : Spectromètre IRTF, modèle Nicolet iS10 FT-IR spectromètre Thermo Scientific

2. **Une balance analytique** de précision  $10^{-4}$  type (Carat Séries) a été utilisée pour réaliser les différentes pesées.

➤ **Réactifs**

1. **L'éthanol et l'isopropanol**, de grade analytique, ont été utilisés juste pour le nettoyage de la surface du cristal de l'ATR avant et après chaque analyse.

• **Mode opératoire**

• **Préparation échantillon**

Les extraits des mucilages des feuilles de *Malva sylvestris L* ainsi que l'extrait brut de la plante obtenus ont fait l'objet de cette étude. Une quantité de chaque échantillon a été broyée en une poudre très fine et stocker soigneusement dans un dessiccateur.

- **Analyse par ATR-IRTF**

Quelques milligrammes de chaque échantillon sont directement déposés sur la surface du cristal de diamant à température ambiante. Les spectres ont été enregistrés en mode absorbance (A) entre 4000 et 770  $\text{cm}^{-1}$ , avec une résolution de 4  $\text{cm}^{-1}$  et un balayage de 32 spectres. Le background de la cellule propre et vide a été obtenu dans les mêmes conditions spectrales. Cinq spectres dépendants ont été obtenus pour chaque échantillon. Après avoir mesuré chaque essai d'échantillon, la surface du cristal est nettoyée avec de l'éthanol et l'isopropanol afin de vérifier la stabilité de la ligne de base. Le logiciel OMNIC a été utilisé pour le contrôle d'instrument lors des analyses et le traitement spectral des données.

## II. 2. 1 Résultats et discussions

### a. Identification des groupements fonctionnels communs des mucilages

La figure II.6, montre les formules développées des polysaccharides et des protéines. L'analyse des spectres IRTF de la figure II.7 des mucilages obtenus à partir de *Malva sylvestris L* par les différentes méthodes d'extraction révèlent la présence de groupements fonctionnels caractéristiques des polysaccharides et des protéines.



Figure II.6 : Formules développées des polysaccharides et des protéines

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

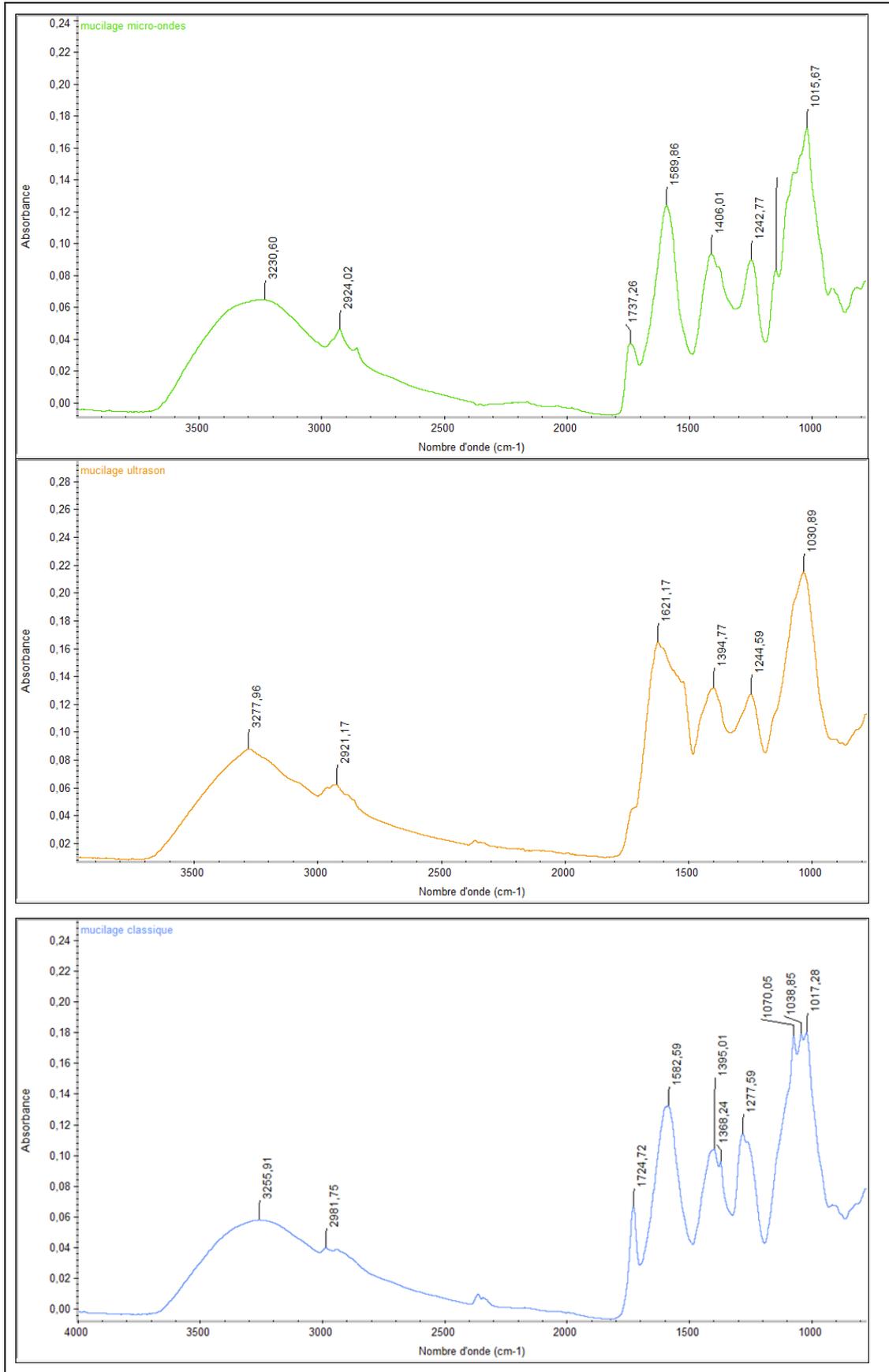


Figure II.7 : Spectres infrarouge des mucilages de *Malva sylvestris* L obtenus par différentes méthodes d'extraction

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

L'identification des différentes bandes caractéristiques du mucilage se résume comme suit :

- ✓ Deux larges bandes d'absorption vers  $3253\text{ cm}^{-1}$  et  $1388\text{ cm}^{-1}$  indiquent les vibrations d'étirement et de flexion O-H des groupes hydroxyle et des liaisons O-H des acides carboxyliques, respectivement.
- ✓ Le pic vers  $2930\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'étirement C-H, symétriques et asymétriques, des sucres libres.
- ✓ Les bandes vers  $1730\text{ cm}^{-1}$  et  $1597\text{ cm}^{-1}$  représentent la bande amide II caractéristique des protéines, ainsi que des groupes amine respectivement.
- ✓ Les pics vers  $1255\text{ cm}^{-1}$  et  $1034\text{ cm}^{-1}$  sont dus à l'étirement aryl-O ou à l'étirement C-O, indiquant la présence d'éthers aromatiques ou d'éthers alkyl-substitués.

Il a été noté un déplacement de l'ordre de  $30\text{ cm}^{-1}$  pour chaque bande caractéristique et ce, en fonction du procédé d'extraction utilisé (classique, ultrasons ou micro-onde).

Ces résultats confirment que les mucilages de *Malva sylvestris L* contient des groupes hydroxyle, méthyle, carboxyle et amide qui sont des motifs caractéristiques des polysaccharides et des protéines. Il convient de noter que les spectres IRTF des mucilages de *Malva sylvestris L* sont très similaires à ceux d'autres mucilages d'origine végétale décrits dans la littérature. [35].

### **b. L'influence des méthodes d'extraction sur la composition chimique des mucilages par Spectroscopie IRTF.**

Bien que les spectres IRTF des mucilages de *Malva sylvestris L* obtenus par différentes méthodes d'extraction présentent une grande similitude, la richesse des informations de ces spectres, notamment dans la zone des empreintes au-dessous de  $1500\text{ cm}^{-1}$ , permet l'identification de quelques bandes spécifiques qui permettent à leur tour l'illustration de l'influence de la méthode d'extraction sur la composition chimique de mucilage extrait. Pour comparer la totalité des spectres des différents échantillons, nous exploitons le logiciel **Q-CHEK**.

La Figure II.6 montre les différentes étapes d'exécution du logiciel **Q-CHEK** intégré dans l'OMNIC. Par les différentes méthodes extraction dans la zone  $[4000-770]\text{ cm}^{-1}$  et  $1493-1181\text{ cm}^{-1}$  on passe par les étapes suivantes.

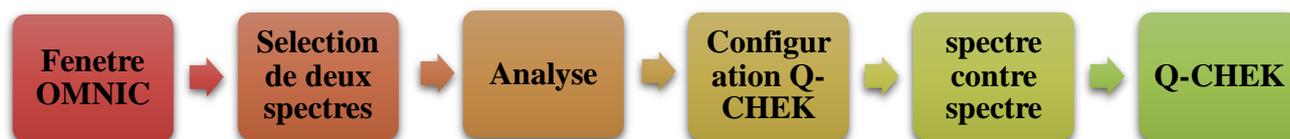


Figure II.6 : Les étapes d'exécution du logiciel Q- CHEK intégré dans l'OMNIC

Le logiciel fourni l'information sous forme d'un coefficient de corrélation compris entre 0 et 1.

- Un coefficient de corrélation supérieure à 0,95 est très proche de 1 signifie que les spectres IRTF sont très similaires indiquant que les échantillons analysés présentent des similitudes importantes dans la composition chimique.
- Plus ce coefficient s'éloigne de la valeur 1 plus la différence dans la composition chimique des échantillons est notable .

Dans cette étude nous avons comparé les spectres des mucilages en considérant :

**Même matrice, feuilles de de *Malva sylvestris L*, mais différents procédés d'extraction.**

Le coefficient de corrélation déterminé entre les spectres IRTF des mucilages extraits par différentes méthodes d'extraction (classique, ultrasons, micro-ondes) à partir des feuilles de de *Malva sylvestris L* présente des différences significatives en considérant aussi bien le spectre global compris entre 4000-770  $\text{cm}^{-1}$  que la zone spectrale spécifique comprise entre 1493-1181  $\text{cm}^{-1}$  comme l'illustre les tableaux II.2 et II.3.

Tableau II.2 : Le coefficient de corrélation en considérant le spectre IRTF globale compris entre 4000-770  $\text{cm}^{-1}$ .

	Procédé Classique	Procédé Ultrasons	Procédé Micro-onde
Procédé Classique	1		
Procédé Ultrasons	0.7133	1	
Procédé Micro-onde	0.7816	0.7616	1

Tableau II.3 : Le coefficient de corrélation en considérant la zone spectrale spécifique comprise entre 1493-1181  $\text{cm}^{-1}$ .

	Procédé Classique	Procédé Ultrasons	Procédé Micro-onde
Procédé Classique	1		
Procédé Ultrasons	0.7904	1	
Procédé Micro-onde	0.6795	0.9166	1

La détérioration des coefficients de corrélation calculés entre les spectres IR-TF des mucilages extraits indique clairement que leur composition chimique varie en fonction de la méthode d'extractions et de la matrice considérée. Ceci est illustré par la valeur du coefficient de corrélation de 0.6795, en considérant la zone spectrale spécifique comprise entre 1493-1181  $\text{cm}^{-1}$ , indiquant une différence importante de la composition chimique du mucilage obtenu par micro-ondes et par procédé classique.

C'est résultat soulignent l'importance du choix de la méthode d'extraction en fonction des applications visées pour le mucilage en vue propriétés ciblées (épaississant, stabilité ...).

### c. Prédiction directe de la teneur du mucilage dans la plante par spectroscopie IRTF

Nous avons tenté, à travers cette étude, de prédire directement la teneur du mucilage dans la plante brute *Malva sylvestris L* par spectroscopie IRTF et ce, sans aucun traitement préalable des échantillons. Rendement d'extraction prédit par spectromètre illustré dans le tableau II.4.

Pour parvenir à cela, nous réalisons trois étapes :

- Tout d'abord nous identifions dans les spectres IRTF une bande commune à tous les mucilages et à la plantes brute *Malva sylvestris L* et dont l'intensité doit être constante. Cette bande a été localisée entre 1185 et 860  $\text{cm}^{-1}$  puis nous calculons l'aire de pic correspondante
- Nous passons, en deuxième étape, au calcul de l'aire de pic de quelques bandes spécifiques de la plantes brute *Malva sylvestris L* situées dans la zone des empreintes à savoir : 1483 et 1295  $\text{cm}^{-1}$  et 1292-1187 $\text{cm}^{-1}$ .et 1709 et 1795 $\text{cm}^{-1}$ .

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

- Afin de prédire la teneur du mucilage dans la plante, nous calculons le rapport des aires selon la formule ci-dessous :

$$\text{Teneur du mucilage (\%)} = \frac{\text{l'aire du pic spécifique}}{\text{l'aire de la bande commune (1185 - 860 cm}^{-1}\text{)}} \times 100$$

Tableau II.4 : Rendement d'extraction prédit par spectrométrie IR-TF.

	L'air de pic	Rendement (%)
1185 et 860 cm <sup>-1</sup>	29.6	
1483 et 1295 cm <sup>-1</sup>	5.850	19.8%
1292-1187 cm <sup>-1</sup>	2.435	8.2%
1709 et 1795 cm <sup>-1</sup>	0.898	3.0%

Sachant que l'intensité des bandes d'absorption est directement proportionnelle à la concentration des constituants majeurs du mucilage (polysaccharide et protéine), leur zone spécifique comprise entre 1292 et 1187 cm<sup>-1</sup> nous a permis de prédire la teneur de mucilage dans *Malva sylvestris L*, sans aucun traitement préalable des échantillons, et qui est de l'ordre de 8 %.

Cette teneur est comparable à celle obtenue par gravimétrie ce qui confirme la fiabilité de la spectroscopie IRTF pour l'estimation préalable du rendement d'extraction du mucilage dans la plante *Malva sylvestris L* et ce, sans nécessiter de traitements préalables de l'échantillon.

### II.3 La composition des extraits bruts du mucilage.

Cette étape est consacrée à la quantification des protéines et des sucres totaux présents dans le mucilage extrait par micro-ondes, étant donné que ces deux classes de produits chimiques influencent significativement ses propriétés et ses applications dans divers domaines, notamment l'industrie alimentaire et pharmaceutique.

### II. 3. 1 Dosage des sucres totaux

La teneur en oses totaux du mucilage extrait par micro-ondes a été déterminée via l'utilisation de la méthode de dosage colorimétrique développée par **DUBOIS** [92]. Elle se compose de plusieurs étapes clés, allant de la préparation de l'échantillon à la lecture spectrophotométrique des résultats. Ces étapes comprennent la préparation de l'échantillon, la réaction avec un réactif spécifique, la formation d'un complexe coloré, et enfin, la mesure de l'absorbance pour estimer la concentration en sucres totaux.

- **Appareillages et réactifs**

<b>Appareils</b>	<b>Réactifs</b>	<b>Verreries</b>
Balance.	Phénol 5%.	Tubes à
Etuve.	Acide sulfurique.	essai.
Vortex.	Eau distille.	Eprouvette.
Spectrophotomètre UV-visible (RAYLEIGH	La poudre de	Becher.
UV-2601).	Mucilage.	Pipette.

- **Principe du dosage spectrophotométrique**

Le principe du dosage spectrophotométrique est basé sur la formation d'une coloration jaune-rouge dont l'intensité de la couleur est proportionnelle à la concentration des oses [93].

Les liaisons glycosidiques sont hydrolysées, à chaud, en présence d'acide sulfurique concentré et la déshydratation des unités osidiques conduit à la formation de composés furfuriques. Ces derniers interagissent avec le phénol par condensation pour former des composés de coloration jaune-rouge. L'apparition de ces complexes est suivie par une mesure de l'absorbance à 483 nm qui permet de déterminer la concentration en oses totaux de l'échantillon analysé en se référant par projection à une courbe d'étalonnage  $DO=f(c)$  dont un mélange de rhamnose et galactose dans les proportions de (2 : 1) est utilisé comme étalon. Il y a lieu de noter, généralement, les sucres totaux sont analysés globalement sous forme de glucose. Cependant, dans cette étude, un mélange de rhamnose et de galactose dans des proportions de (2 : 1) est utilisé comme étalon. Ce choix est justifié par la similarité de ce mélange avec la composition des sucres présents dans le mucilage extrait de la plante *Malva sylvestris L.* Par conséquent, cet étalon est plus représentatif, ce qui permet une quantification plus précise.

- **Mode d'opérateur :**

- Une gamme d'étalon de mélange Rhamnose et Galactose est réalisée avec des concentrations comprises entre 0.05 et 0.5 g/L dans de l'eau distillé.
- Une solution de phénol à 5% (m/v) est préparée.
- Une solution mère du mucilage a été préparée avec une concentration de 1g/L, puis elle a été diluée avec un facteur de dilution de 10 afin que la couleur de la solution soit encadrée dans la couleur de la gamme des solutions étalons montrée sur la figure II.9.



Figure II.7 : Série d'étalonnage du mélange Rhamnose et Galactose dans l'eau distillé (0.05 et 0.5 g. L<sup>-1</sup>).

- 1 mL d'échantillon est introduit dans un tube à essai en verre, puis 1 ml de la solution aqueuse de phénol 5% est ajouté, le mélange est vortexé pendant 5 secondes. Une fois que l'échantillon est homogène, 5 mL d'acide sulfurique sont ajoutés avec précaution. Après une incubation pendant 5 minutes dans une étuve à 90 °C, les solutions sont laissées reposer à température ambiante et à l'obscurité pendant 30 minutes.

Le spectre UV-vis des solutions préparées est obtenu en considérant un balayage sur la plage des bandes comprise entre 480 et 510 nm. L'absorbance maximale est mesurée à la longueur d'onde à 483 nm.

La courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de la concentration a été tracée, comme illustré sur la figure II.10.

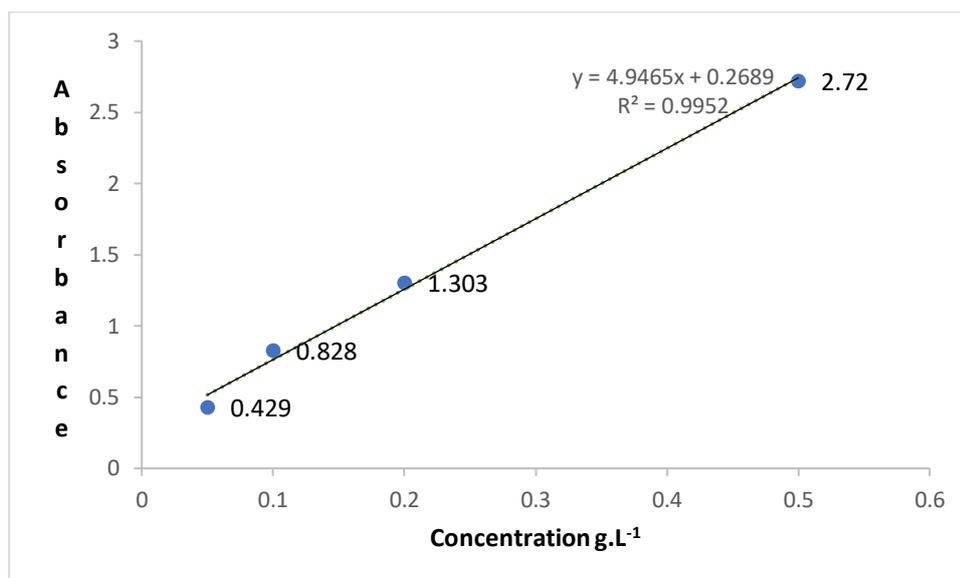


Figure II.8 : Courbe d'étalonnage de mélange Rhamnose et Galactose dans de l'eau distillé par UV-vis à 483 nm.

### II. 3. 2 Dosage des protéines

La teneur en protéines est déterminée par la méthode de **Kjeldahl**. Cette analyse a été réalisée au laboratoire de contrôle de qualité et de conformité (**ATLESS LAB**) le 31 mars 2024.

#### • Principe

Cette méthode est basée sur 4 étapes principales (digestion ou (Minéralisation), neutralisation, distillation et titrage) [94].

- **Digestion** : L'échantillon est digéré dans un milieu acide en présence de sulfate de cuivre et de sulfate de potassium, convertissant l'azote organique en ammoniac.
- **Neutralisation** : L'ammoniac formé est neutralisé avec une solution de soude.
- **Distillation** : L'ammoniac est ensuite distillé et capturé dans une solution acide.
- **Titration** : La solution acide contenant l'ammoniac est titrée avec une solution standard d'acide pour quantifier la quantité d'azote présente.

Enfin, la quantité d'azote déterminée est utilisée pour calculer la concentration de protéines dans l'échantillon.

### II. 3. 3 Résultats et discussions

Les analyses du dosage ont révélé une teneur en sucres totaux de 35% et en protéines de 20% dans le mucilage extrait des *Malva sylvestris L* comme résumé dans le tableau II.5.

Tableau II.5 : Teneur du mucilage en sucre totaux et en protéine.

	Sucre totaux	Protéines
La méthode du dosage	Dubois	Kjeldahl
La teneur en%	<b>35</b>	<b>20</b>

Les valeurs obtenues sont cohérentes avec les études antérieures réalisées. Les variations enregistrées sont possibles en raison de facteurs environnementaux et génétiques. Cette combinaison de composants nutritifs souligne le potentiel multifonctionnel du mucilage. La présence de sucres suggère des propriétés épaississantes et émoullientes, tandis que les protéines pourraient contribuer à sa viscosité et à ses propriétés adhésives. De plus, sa présence peut également jouer un rôle dans les interactions avec d'autres composants du mucilage, tels que les glucides, ce qui pourrait affecter ses propriétés globales. Ces résultats ouvrent des perspectives intéressantes pour des applications dans divers secteurs industriels, tels que l'alimentation et la pharmacie, où le mucilage pourrait être utilisé pour ses propriétés nutritives et fonctionnelles.

### II.4 Identification des résidus glycosidiques

Après avoir dosé les sucres totaux dans la section précédente, nous envisageons, à travers cette analyse l'identifier les monosaccharides présents dans le mucilage de *Malva sylvestris L*. Pour ce faire, nous procéderons d'abord (i) à l'hydrolyse des liaisons glycosidiques du mucilage, puis (ii) d'analyser les monosaccharides issus de cette hydrolyse par chromatographie sur couche mince (CCM). Cette analyse est essentielle pour comprendre les propriétés biologiques et les potentielles d'applications du mucilage dans les formulations.

- **Appareillages et réactifs**

**Appareillages**

Étuve.

Lampe UV (à 480 nm).

**Réactifs**

Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Les standards (galactose, de l'arabinose, xylose, rhamnose).

N-Butanol.

Acide acétique.

Eau distillée.

### II. 4. 1 **Hydrolyse des liaisons glycosidique**

Pour la caractérisation des résidus glycosidiques, une déstructuration importante des polymères s'avère nécessaire, sans toutefois en altérer irréversiblement la structure des oses constitutifs.

- **Principe de l'hydrolyse**

Les liaisons osidiques sont détruites lors de l'hydrolyse et ce, par dépolymériser des polysaccharides à analyser par un acide. Différents procédés d'hydrolyse ont été décrits dans la littérature, en utilisant des acides forts à des concentrations différentes dans divers conditions opératoires (température, temps de réaction, concentration de l'acide). Il a été démontré que le procédé est fonction de la nature et de la structure du polysaccharide [95].

- **Mode opératoire**

Dans cette étude, l'extrait brut de polysaccharides hydrosolubles est hydrolysé à l'aide de 1 mL d'acide sulfurique 4M, à une température de 100°C pendant 5heures, dans des tubes fermés. Une fois refroidi, on récupère l'hydrolysate on le fait dissoudre dans 1ml d'eau distillé [96].

### II. 4. 2 **Chromatographie sur couche mince des résidus glycosidique**

La chromatographie sur couche mince est une méthode d'analyse qualitative employée afin d'identifier les divers monosaccharides hydrosolubles qui composent le mucilage de *Malva sylvestris L.*

- **Principe**

La chromatographie sur couches minces (CCM) est une méthode d'analyse couramment utilisée pour l'identification de composés organiques, et permet un contrôle aisé et rapide de la pureté des produits analysés [97]. L'identification est possible grâce à des solutions étalons déposées dans les mêmes conditions que le mélange à analyser, chaque étalon est caractérisé par son **R<sub>r</sub>**, après révélation, qui correspond à la relation entre la distance de migration du spot et la distance de migration du front du solvant [98].

- **Mode opératoire**

Pour la présente analyse, différents étalons oses que peuvent renfermer les polysaccharides sont ciblés. Il s'agit du **galactose**, d'**arabinose**, de **xylose** et du **rhamnose**. Préparation des solutions étalons individuelles : 25 mg de chaque ose sont dissouts dans 2,5 mL d'eau distillée [99].

- **La phase stationnaire** : les plaques chromatographiques utilisées sont des plaques en gel de silice de type Silica gel 60 F 254 de 0,25mm d'épaisseur sur feuille d'aluminium.
- **La phase mobile** : est constituée d'un mélange de n-butanol ; acide acétique ; eau dans les proportions de (2 :1 :1).
- **Révéléateur** : le révélateur utilisé est le Nigrum. Ce dernier se compose de deux solutions A et B.

**Solution A** : 4g de diphénylamine dans 100 mL d'acétone.

**Solution B** : 96 mL d'acétone complété jusqu'à 100 mL par l'aniline.

Après mélangé les deux solutions A et B, 20 mL d'acide ortho-phosphorique (85%), sont ajoutés.

Le réactif de révélation des spots est le réactif de Nigrum. Après chauffage dans l'étuve à 105°C pendant 10 à 15 min les aldohexoses donnent une coloration bleuâtre, les aldopentoses donnent une coloration verdâtre. Les cétooses donnent une coloration rougeâtre [100].

**II. 4. 3      Résultats et discussions**

La détermination des rapports frontaux des oses étalons a permis d'identifier partiellement les principaux monosaccharides constitutifs du mucilage de *Malva sylvestris L* et ce, par comparaison des rapports frontaux ( $R_f$ ) des taches apparues avec ceux des étalons comme l'illustre le tableau II.6.

Tableau II.6 : Rapports frontaux des oses étalons et du mucilage de *Malva sylvestris.L*.

	<b>Les rapports frontaux <math>R_f</math></b>
<b>Galactose</b>	0,43
<b>Arabinose</b>	0,44
<b>Rhamnose</b>	0,60
<b>Xylose</b>	0,56
<b>Mucilage de <i>Malva sylvestris L</i></b>	0,42 0,61

Le chromatogramme montré sur la figure II.11 indique la présence de deux rapports frontaux pour la fraction du mucilage de *Malva sylvestris L*, avec des  $R_f$  de 0,42 et 0,61.

Les rapports frontaux ( $R_f$ ) calculés pour les étalons sont respectivement de 0,43 pour Galactose, 0,44 pour Arabinose, 0,60 pour le Rhamnose et 0.56 Xylose. Ce résultat confirme la présence des monosaccharides spécifiques : galactose, arabinose et rhamnose dans le mucilage de *Malva sylvestris L*.

Pour une identification plus complète, étendue sur d'autres monosaccharides, il serait nécessaire d'optimiser les conditions de séparation, en particulier le procédé d'hydrolyse et la composition de la phase mobile.

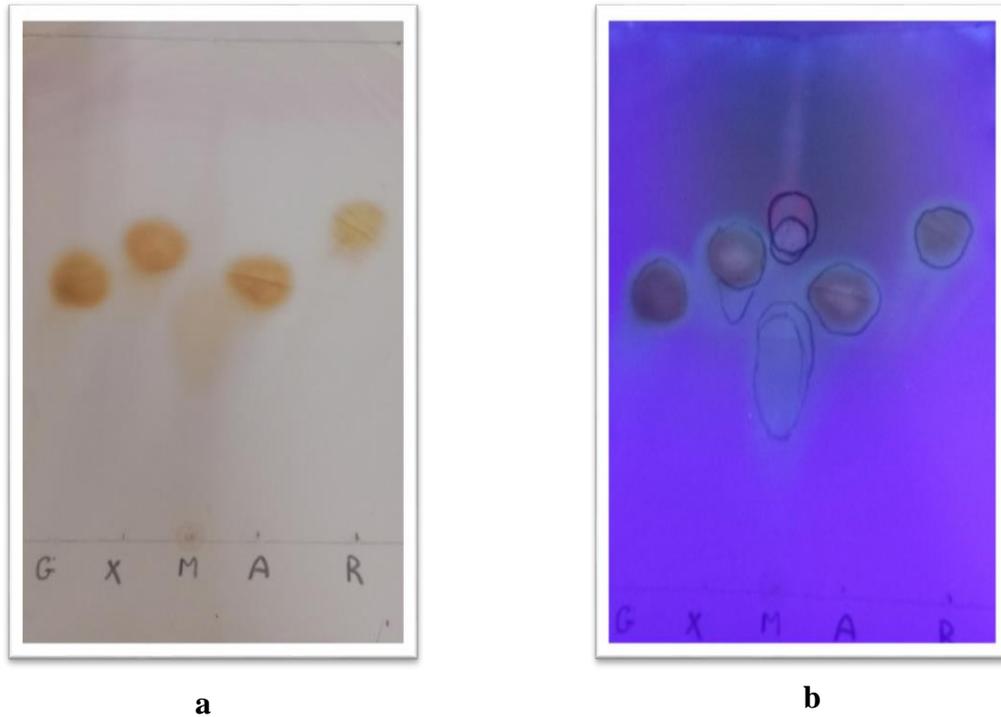


Figure II.9 : CCM du mucilage *Malva sylvestris L* (a) après révélation et (b) sous la lampe UV à 480 nm (M) et des étalons oses Galactose (G), Arabinose (A), Rhamnose(R), Xylose (X).

## II.5 Les prospérités physico-chimiques du mucilage

Pour optimiser l'utilisation du mucilage de *Malva sylvestris L* dans divers domaines, notamment l'industrie alimentaire et pharmaceutique, il est essentiel de comprendre ses propriétés physico-chimiques. Cette analyse permet de déterminer les paramètres clés tels que le pH, la cendre, l'humidité, la densité, la viscosité, et les propriétés fonctionnelle du mucilage (la capacité émulsion, la stabilité émulsion, la capacité moussante et la stabilité moussant).

### • Appareillages et réactifs

#### Appareillages

pH mètre Ohaus.  
Balance analytique.  
Étuve.  
Four à moufle nabertherm.  
Mini Mélangeur Électrique.  
Centrifugeuse.

#### Réactifs

Eau distillée.  
Solutions tampon de pH mètre.  
Huile de tournesol commerciale.

### II. 5. 1 Détermination de pH

Le pH des solutions aqueuses 1% (m/v) du mucilage est mesuré par le pH mètre [101]. Le pH mètre doit être calibré par les solutions tampon avant toute mesure de pH.

### II. 5. 2 Détermination de l'humidité

3g d'échantillon sont pesés dans une capsule de masse bien déterminée initialement puis introduites dans l'étuve à 103°C pendant 3 heures. La capsule est placée dans un dessiccateur pendant 30min jusqu'à refroidissement. Une autre pesée est réalisée. La manipulation est répétée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives, d'un même échantillon, soit au plus de 0.1% de poids total [102].

La teneur en extrait sec est exprimée en pourcentage massique de l'extrait brut selon la formule :

$$\text{Matière Sèche} = \frac{P_2 - P_1}{P} \times 100$$

Avec :

**P<sub>1</sub>** : le poids de la capsule vide.

**P<sub>2</sub>** : le poids des cendres après dissection à 103 °C en gramme.

**P** : le poids de la prise d'essai de la poudre de mucilage.

La teneur en eau est la perte de masse exprimée en pourcentage du produit est calculée directement par la formule suivante :

$$H = 100 - EST$$

Avec :

**H** : la teneur en eau.

**EST** : l'extrait sec total du produit.

### II. 5. 3 Détermination de la teneur en cendres totales

Les cendres totales sont déterminées par incinération de l'extrait brut dans un four à moufle électrique [99].

- **Principe**

Le dosage des cendres est basé sur la destruction de toute matière organique, elle est exprimée en pourcentage de masse. Les cendres sont le résidu de composé minéraux qui reste après l'incinération d'un échantillon contenant des substances organiques [99].

- **Mode d'opérateur**

Une capsule en porcelaine contenant 3g du mucilage est pesée et placée dans un four à moufle à une température de 525 C° jusqu'à ce que la cendre devienne blanchâtre. Voir la figure II 12.



Figure II.10 : Résidu de composé minéraux qui reste après l'incinération à 525 C° dans le four à moufle d'un échantillon du mucilage.

La teneur en cendres totales est calculée selon la formule suivante :

$$C\% = \frac{P_2 - P_1}{P} \times 100$$

**Avec :**

**C :** teneur en cendre

**P<sub>1</sub> :** capsule vide

**P<sub>2</sub> :** poids de cendre après incération à 525 C° en gramme

**P :** poids de la prise d'essai

Le taux de la matière organique exprimée en pourcentage du poids par la formule suivante :

$$MO(\%) = 100 - C$$

Où :

MO : matière organique

C : taux de cendre

#### II. 5. 4 Masse volumique

La masse volumique du mucilage est mesurée en transférant une poudre précisément pesée dans un cylindre gradué, puis le volume apparent est noté en g/cm<sup>3</sup> [101].

$$\delta = \frac{\text{masse de la poudre}}{\text{volume apparent}} \left( \frac{g}{cm^3} \right)$$

#### II. 5. 5 Résultats et discussions

Le pH du mucilage de *Malva sylvestre L* a été mesuré et trouvé égal à 6,52. Ce pH est considéré comme légèrement acide, ce qui est important pour déterminer la convenance de l'excipient dans la préparation des formulations, sachant que la physiologie de l'activité et la stabilité de la formulation dépendent du pH de l'excipient.

La masse volumique du mucilage de *Malva sylvestre L* a été mesurée et trouvée égale à 0,80g /cm<sup>3</sup>. Cette valeur est comparable à celles des mucilages végétaux similaires [101],

Le mucilage de *Malva sylvestris L*. présente un taux d'humidité de 10,7% et une teneur en matière sèche de 89,3%. Ces résultats indiquent une faible teneur en eau, ce qui contribue à prévenir la croissance microbienne et à prolonger la durée de conservation. La haute concentration en matière sèche suggère une richesse significative en substances actives dans le mucilage, augmentant potentiellement son efficacité dans diverses applications. Les analyses révèlent également une teneur en cendres de 20% et une matière organique de 80% dans le mucilage de *Malva sylvestris L*. une teneur en cendres de 20% indique une présence notable de minéraux inorganiques qui enrichissent le mucilage en sels minéraux essentiels. Simultanément, la matière organique représentant 80% de la composition indique une concentration élevée en composés bioactifs. Ces résultats sont présentés dans le tableau II.7.

Tableau II.7 : Les propriétés physico-chimiques du mucilage *Malva sylvestris L.*

Les paramètres physico-chimiques	Résultat
pH	6.52±0.06
Masse volumique	$(805.30 \times 10^{-3} \pm 6.18 \times 10^{-3}) \text{ g/cm}^3$
Humidité	10.7%
Matière sèche	89,3%
Cendre	20,0%
Matière organique	80,0%

Ces propriétés physico-chimiques font du mucilage de *Malva sylvestris L* un ingrédient naturel multifonctionnel intéressant dans les formulations qui nécessitent une bonne stabilité et ce, pour divers domaines, notamment le cosmétique et le pharmaceutique.

### II. 5. 6 Détermination de la viscosité qualitative

La viscosité est une mesure de la résistance d'un fluide à s'écouler. La détermination de la viscosité qualitative consiste à mesurer le temps d'écoulement d'un volume donné de liquide à travers un capillaire de diamètre connu. Le temps d'écoulement est directement lié à la viscosité du liquide selon la loi de Poiseuille. Plus le liquide est visqueux, plus il prendra de temps à s'écouler [103].

Dans ce travail, une méthode simple et rapide a été utilisée pour évaluer la viscosité qualitative des liquides. Il s'agit de la mesure du temps d'écoulement à travers une burette évitant l'utilisation d'équipement complexe.

Cette méthode simple permet une analyse qualitative rapide de la viscosité des liquides sans nécessiter un équipement complexe. La méthode consiste à mesurer le temps d'écoulement de 10 mL d'eau distillée et d'une solution du mucilage (1 g/L) à travers une burette pour évaluer leur viscosité relative.

### II. 5. 7 Résultats et discussions

Le temps d'écoulement de l'eau distillée est évalué à 36 secondes alors que le temps d'écoulement de la solution du mucilage (1 g/L) à 4 minutes et 20 secondes.

Les résultats montrent que le temps d'écoulement de la solution du mucilage (1 g/L) est significativement plus long que celui de l'eau distillée. Cela indique que la solution de

mucilage a une viscosité plus élevée que l'eau distillée. Cette différence est due à la présence du mucilage dans la solution, qui augmente la résistance à l'écoulement du liquide en raison de sa viscosité plus élevée.

### II. 5. 8 Les propriétés fonctionnelles du mucilage

Les propriétés fonctionnelles du mucilage, telles que sa capacité émulsifiante, sa stabilité émulsion, sa capacité moussante et sa stabilité moussante, ont été évaluées en fonction de sa concentration [101].

#### a. Détermination de la capacité d'émulsion

Pour calculer la capacité d'émulsion, cinq solutions aqueuses du mucilage de concentrations de 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, et 1,0 % ont été préparées (volume de la solution fille = 5 mL). 5 mL d'huile de tournesol commerciale raffinée ont été introduites dans chaque solution étalon. Chaque échantillon a été placé sur un agitateur magnétique pendant 30 minutes, suivi d'une centrifugation à 800 tr/min pendant 15 minutes [101]. Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure II.13.

L'équation pour calculer la capacité d'émulsion est :

$$CE = \frac{\text{volume initial de l'émulsion}}{\text{volume total}} \times 100$$

Avec :

- Volume total : Volume du mélange avant l'agitation
- Volume initial de l'émulsion : Volume de l'émulsion obtenue

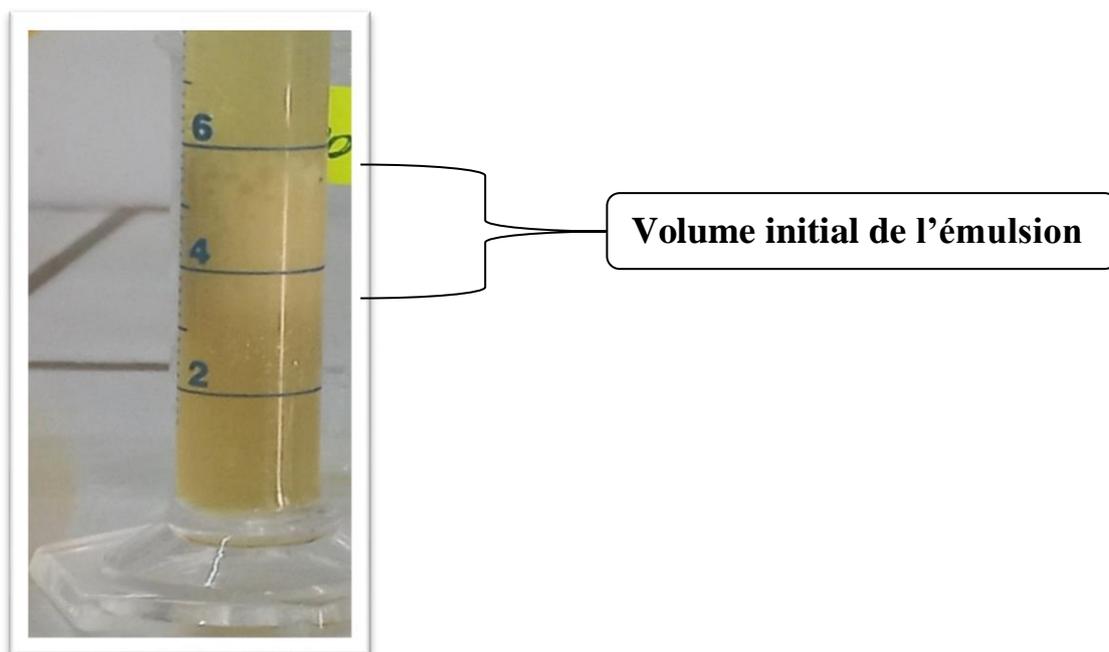


Figure II.11 : Volume initial de l'émulsion obtenu.

### b. Détermination de la stabilité d'émulsion

La stabilité de l'émulsion des mucilages préparés a été déterminée en chauffant les échantillons dans un bain d'eau à 80°C pendant 30 minutes. Ensuite, toutes les émulsions ont été soumises à une centrifugation à 800 tr/min pendant 15 minutes [101]. La stabilité de l'émulsion a été calculée en utilisant l'équation suivante :

$$SE = \frac{\text{volume final de l'émulsion}}{\text{volume initial de l'émulsion}} \times 100$$

Avec :

Volume final de l'émulsion : le volume d'émulsion après 30min dans bain marie 80C.°

Volume initial de l'émulsion : Volume de l'émulsion obtenue.

### c. Détermination de la capacité moussante

La capacité moussante a été déterminée en suivant la méthode décrite précédemment par **Gemedede et al** [101]. En prépara, 10 mL de solutions du mucilage dans de l'eau distillée à des concentrations de 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 et 1% (p/v) mélangés avec un mixeur et transférés dans un cylindre gradué. Le volume a été noté.

La capacité moussante a été calculée en utilisant l'équation suivante :

$$CM = \frac{(Volume\ final - Volume\ initial)}{Volume\ initial} \times 100$$

### d. Détermination de la stabilité moussante

La stabilité de la mousse du mucilage préparé a été déterminée selon la méthode décrite précédemment. Les solutions sont transférées dans un cylindre gradué. Le volume a été noté après 30 minutes [101].

La stabilité de la mousse a été calculée en utilisant l'équation suivante :

$$SM = \frac{(Vf - Vi)}{IV} \times 100$$

Avec :

$V_f$  : Volume final de la mousse.

$V_i$  : volume initial de la mousse.

## II. 5. 9 Résultats et discussions

La capacité et la stabilité d'émulsion du mucilage ont montré une dépendance à sa concentration (Figure II.14. A). Lorsque la concentration en mucilage augmente, l'emprisonnement des globules d'huile est plus important, ce qui se traduit par une meilleure capacité et stabilité d'émulsion.

Les résultats obtenus sont comparables aux valeurs rapportées pour certaines gommes et mucilages disponibles dans le commerce [101]. Cela indique que le mucilage de *Malva sylvestris L* peut être utilisé comme agent stabilisant dans les émulsions huile-dans-eau grâce à ses propriétés inter faciales qui réduisent la tension superficielle de l'eau.

Les propriétés moussantes du mucilage sont dues à sa capacité à augmenter la viscosité et son comportement inter facial. La capacité et la stabilité moussante du mucilage sont également dépendantes de sa concentration (Figure II.14.B). Comme pour les propriétés émulsifiantes, une augmentation de la concentration en mucilage améliore sa capacité et sa stabilité moussante.

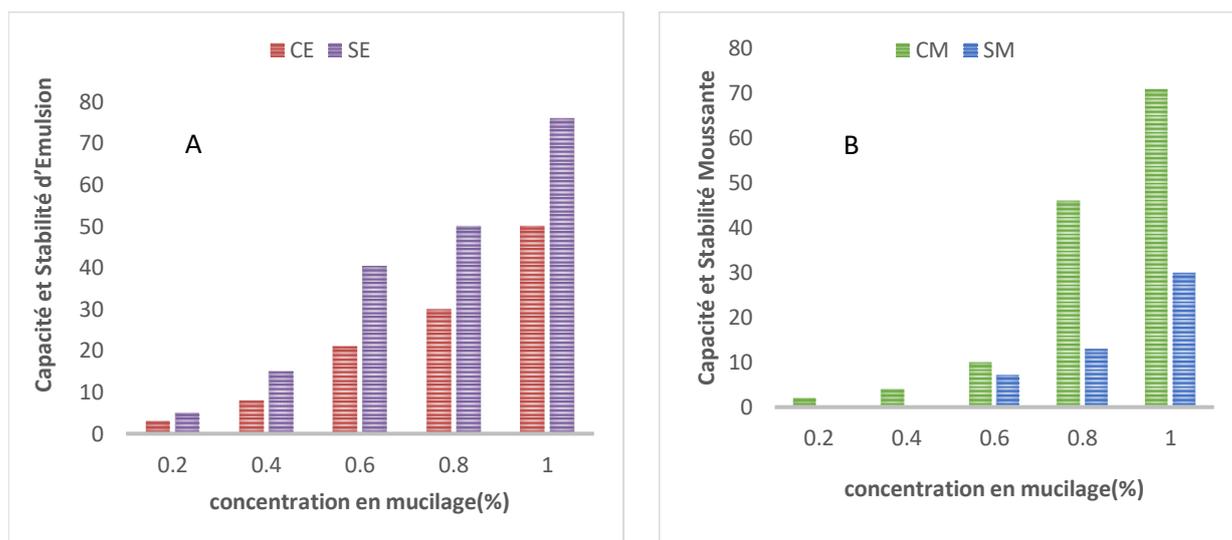


Figure II.12 : Comparaison entre la capacité et stabilité d'émulsion CE et SE (A) et capacité et stabilité mousseante CM et SM (B) du mucilage de *Malva sylvestris L* en fonction de la concentration.

Ces résultats confirment le potentiel du mucilage de *Malva sylvestris L* comme agent moussant et stabilisant dans les formulations cosmétiques et pharmaceutiques.

En conclusion, le mucilage de *Malva sylvestris L*, présente des propriétés fonctionnelles intéressantes, notamment une bonne capacité et stabilité émulsion et mousseante, qui dépendent de sa concentration. Ces résultats soulignent son intérêt comme ingrédient naturel multifonctionnel pour stabiliser les émulsions et les mousses dans diverses applications.

## II.6 Les activités biologiques

La présente étude s'intéresse particulièrement à l'activité antioxydante et antibactérienne du mucilage extrait de *Malva sylvestris L*.

### II. 6. 1 L'activité antioxydante

Afin d'étudier l'activité antiradiculaire de notre extrait nous avons utilisé la méthode basée sur le DPPH comme un radical relativement stable, selon le protocole décrit par **Blois en 1958**.

- **Matériels et produits :**

<b>Appareils</b>	<b>Réactifs</b>	<b>Verreries</b>
Spectrophotomètre UV visible (RAYLEIGH UV-2601).	Méthanol. Eau distillée. DPPH.	Fioles. Tubes à essai.

- **Principe :**

Le radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH) est un radical libre stable. Le mécanisme de piégeage des radicaux DPPH est basé sur la réduction du DPPH en DPPH-H en présence d'un antioxydant donneur d'hydrogène avec un changement de couleur de la violette au jaune, cette couleur est l'indicateur du pouvoir antioxydant, et peut être suivi par spectrophotométrie. Le spectre UV-vis des solutions préparées est obtenu en considérant un balayage sur la plage des bandes comprise entre à 500 et 530 nm. L'absorbance maximale est mesurée à la longueur d'onde 515nm. Une absorption plus faible indique une activité de piégeage des radicaux DPPH plus importante.

- **Mode d'opérateur :**

- **Préparation d'une solution DPPH :**

4mg de DPPH sont solubilisés dans le méthanol dans une fiole pour avoir une concentration de 100  $\mu$ mol/L.

- **Préparation de la solution mère :**

Une quantité de 50 mg de mucilage dissoute dans 10 mL d'eau pour obtenir une solution mère de concentration de 5 mg/mL.

- **Préparation des dilutions :**

Une gamme des solutions filles est préparée avec des concentrations comprises entre 0.5 et 3 mg/mL dans de l'eau distillée.

Dans des tubes, on introduit 30  $\mu$ L de chaque solution fille d'extrait avec 3 mL de la solution DPPH préparée. Après une agitation au vortex, on laisse les tubes à l'obscurité à une température ambiante pendant 15min. L'absorbance a été mesuré à 515 nm contre un blanc qui contient de 30  $\mu$ L d'eau et 3 mL de solution DPPH. La figure II.15 montre la variation de la couleur en relation avec l'augmentation de la concentration du mucilage.

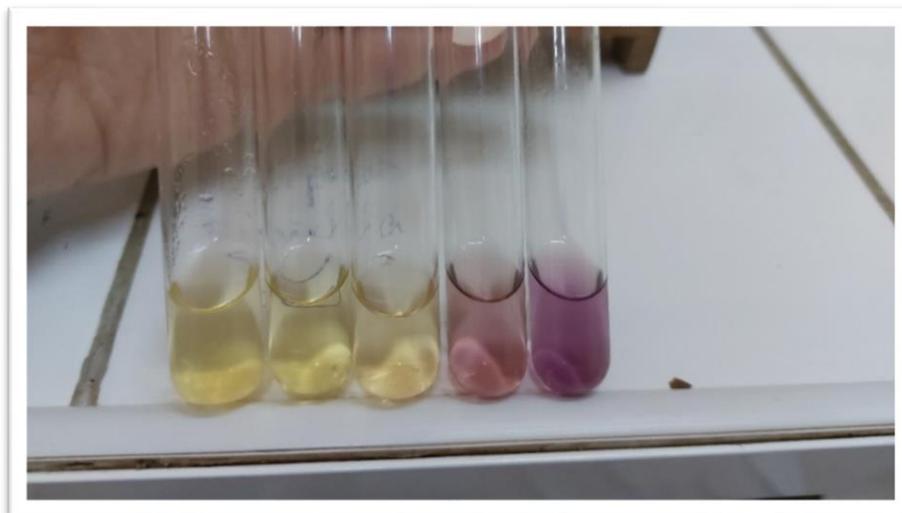


Figure II.13 : Changement de couleur par rapport l'augmentation de la concentration de l'extrait.

## II. 6. 2 Résultats et discussions

En utilisant les valeurs d'absorbance obtenues de l'extrait de *Malva sylvestris L* nous avons calculé les pourcentages d'inhibition du radical de DPPH en utilisant la formule indiquée ci-dessous les résultats obtenus sont représentés dans le tableau II.8.

$$PI\% = \frac{A_{blanc} - A_{echantillon}}{A_{blanc}} \times 100$$

Tableau II.8 : Pourcentage d'inhibition du DPPH par l'extrait de la plante *Malva sylvestris L*

Concentration mg /ml	Pourcentage d'inhibition %
0,5	19,7
1,0	45,7
2,0	68,5
3,0	86,6

Les valeurs de pourcentage d'inhibition calculées indiquent que l'extrait de *Malva sylvestris L* possède une forte capacité à piéger le radical DPPH, avec un pourcentage d'inhibition maximal atteignant 87 % à une concentration de 3 mg/mL.

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

La détermination de la  $CI_{50}$  est réalisée en traçant une courbe représentant le pourcentage d'inhibition du DPPH en fonction de la concentration, comme illustré dans la figure II.16.

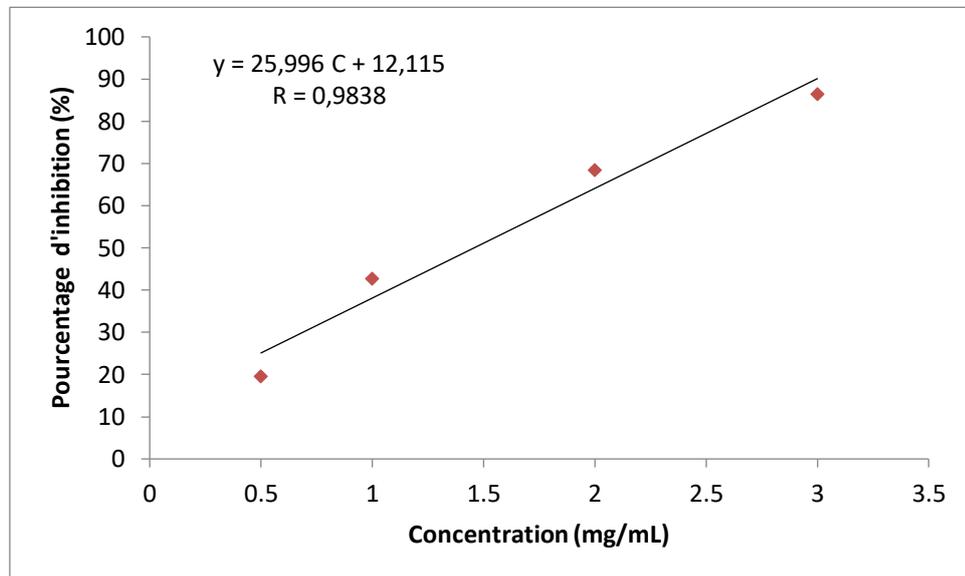


Figure II.14 : Courbe de pourcentage d'inhibition du DPPH par extrait de plante *Malva sylvestris L.* en fonction de la concentration

La concentration de l'échantillon nécessaire pour inhiber 50 % des radicaux DPPH a été déterminée par extrapolation dans la régression linéaire des pourcentages d'inhibition obtenus à différentes concentrations de l'extrait préparé.

$CI_{50}$  de l'extrait calculée selon l'équation suivante :

$$Y = 25,996 C + 12,115$$

Avec

$$Y=50, C = CI_{50}.$$

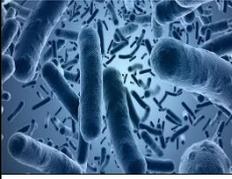
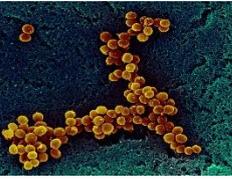
$$CI_{50} = 1,45 \text{ mg/mL}$$

Il y a lieu de noter que plus  $CI_{50}$  est faible, plus l'activité antioxydante de l'extrait est importante

### II. 6. 3 L'activité antibactérienne

Afin de tester l'activité antibactérienne de l'extrait de *Malva sylvestris L*, quatre souches pathogènes ont été utilisées (voir le tableau II.9). Ces souches ont été procurées au niveau du Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et BioMolécules (LCSNBioM), de l'Université Saad Dahlab Blida 1.

Tableau II.9 : Souches pathogènes utilisées pour tester l'activité antibactérienne.

	<b>Bacillus cereus</b>	<b>Escherichia coli</b>	<b>Pseudomonas aeruginosa</b>	<b>Staphylococcus aureus</b>
<b>Souche</b>				
<b>Référence</b>	ATCC 14975	ATCC 25922	ATCC 9027	ATCC 25923
<b>Type</b>	Gram+	Gram-	Gram-	Gram+

- **Matériels et produits**

**Appareils**

Spectrophotomètre UV vis (RAYLEIGH UV-2601).  
Incubateur microbiologique.

**Réactifs**

Souches bactériennes.  
Eau physiologique.  
Gélose de *Muller Hinton*.  
Papier whatman

**Verreries**

Boîtes pétrie stérilisées.  
Anse de platine, Écouvillon.  
Pince.  
Tubes à essai en verre à vis.

- **Mode d'opérateur**

- **Préparation des souches bactériennes**

1. Repiquage

Les différentes souches bactériennes ont été repiquées par la méthode des stries, puis incubées à l'étuve à 37°C pendant 18 à 24 heures afin d'obtenir une culture jeune et des colonies isolées. Les colonies isolées ont servi à préparer l'inoculum.

2. Préparation de l'inoculum (préculture)

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

L'inoculum est préparé à partir d'une culture pure de 18 h / 37°C sur milieu contenant 3 à 5 colonies bien isolées et parfaitement identiques, sont prélevées à l'aide d'une anse de platine, puis mise en suspension dans 9 ml d'eau physiologique stérilisée à 0.9%. La suspension bactérienne doit être homogène et préparer à une absorbance égale à 0.8 lu à 625 nm.

### ➤ Ensemencement

La gélose de *Muller Hinton* fondue refroidie à 45°C, elle a été coulée dans des boîtes pétri aseptiquement à une épaisseur de 04 mm pour la solidification. Après solidification, un écouvillon stérilisé a été imbibé dans la suspension bactérienne et essorer en le pressant fermement sur la paroi interne du tube sans oublier de faire pivoter, afin de le décharger au maximum. La démarche suivante consiste à frotter l'écouvillon sur la totalité de la surface de la gélose de haut en bas en stries serrées à trois reprises, l'opération est répétée deux fois en tournant la boîte de 60° à chaque fois et en tournant l'écouvillon sur lui-même comme montré dans la figure II.17. La fin de l'ensemencement consiste à faire passer l'écouvillon sur la périphérie de la gélose, pour avoir une distribution égale de l'inoculum.



Figure II.15 : L'ensemencement des souches bactériennes dans la gélose.

### ➤ Dépôt des disques

Des disques de papier Whatman de 6mm de diamètre imprégné dans l'échantillon sont déposés sur la surface de la gélose à l'aide d'une pince.

### ➤ Incubation

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Toutes les boîtes préparées ont été incubées à une température égale à 37 ° C pendant 24h.

### ➤ Expression des résultats

La lecture des résultats se fait par la mesure de la zone de diamètre qui est représentée par une auréole formée autour de disque ou aucune croissance n'est observée.

La sensibilité est classée comme suit :

- Non sensible (-) ou résistante : diamètre < 8mm.
- Sensible (+) : diamètre compris entre 9 à 14mm.
- Très sensible (++) : diamètre compris entre 15 à 19mm.
- Extrêmement sensible (+++) : diamètre > 20mm.

### II. 6. 4 Résultats et discussions

Nous avons évalué l'activité microbienne d'extrait de la plante *Malva sylvestris L* par la méthode de diffusion des disques en milieu solide, l'activité est estimée en termes de diamètre de la zone d'inhibition (mm) autour des disques contenant l'extrait.

Les résultats du tableau II.10 montrent que les souches bactériennes *Escherichia coli*, *Bacillus cereus*, *Pseudomonas aeruginosa* et *staphylococcus aureus* sont non sensibles à cette concentration de l'extrait de la plante *Malva sylvestris L*, voir la figure II.18 indique que l'extrait n'a aucune activité contre toutes les souches testées.

Tableau II.10 : Sensibilité des souches bactériennes à l'extrait de la plante de *Malva sylvestris L*.

Souche bactériennes testées	<i>Escherichia coli</i>	<i>Bacillus cereus</i>	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
Diamètres des zones d'inhibition < 8 mm	—	—	—	—

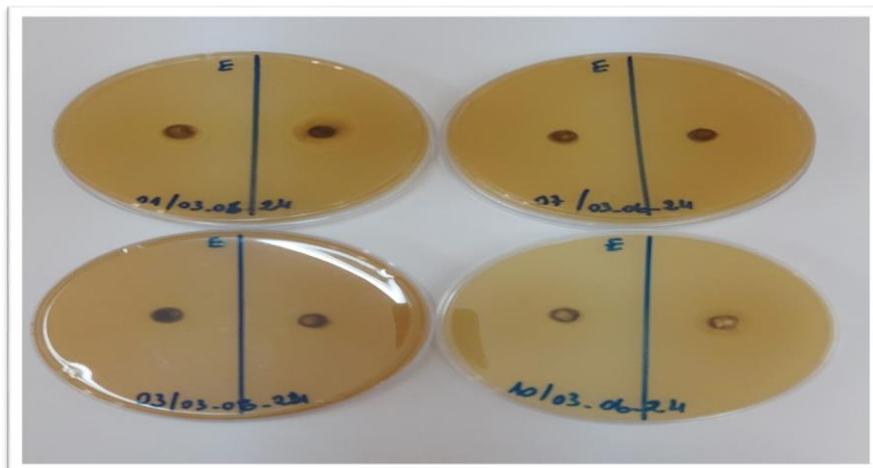


Figure II.16 : Activité antibactérienne de l'extrait de la plante *Malva sylvestris L*

### II. 6. 5 Contrôle microbiologique

Les objectifs du contrôle microbiologique sont de garantir une bonne qualité hygiénique et une bonne qualité marchande et de minimiser les pertes dues à des mauvaises conditions de fabrication et donc d'avoir le moins possible de produits non conformes. Ils doivent permettre d'éviter la présence de microorganismes pathogènes dans les produits afin de ne pas risquer une altération de la qualité hygiénique des produits finis ou, au moins de détecter ces microorganismes s'ils sont présents dans les produits finis avant leur commercialisation

#### ➤ Les normes nationales (NA)

Les méthodes utilisées pour l'interprétation des résultats d'analyse microbiologiques des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle sont :

- **NA ISO 21149** (NA 8287) : « cosmétiques - microbiologie - dénombrement et détection des bactéries aérobies mésophiles »
- **NA ISO 16212** : « cosmétiques - microbiologie - dénombrement des levures et des moisissures »
- **NA ISO 18416** : « cosmétiques - microbiologie - détection de *Candida albicans* » ;
- **NA ISO 22717** : « cosmétiques - microbiologie - recherche de *Pseudomonas aeruginosa* » ;
- **NA ISO 21150** (NA 14808) : « cosmétiques - microbiologie – détection d'*Escherichia coli* »
- **NA ISO 22718** (NA 14809) : « cosmétiques - microbiologie - détection de *Staphylococcus aureus* »

**II. 6. 6      Résultats et discussions**

Le control microbiologique a été réalisée au laboratoire d’essai et d’analyse de la qualité (**SECULAB**), les résultats de cette analyse sont résumés dans le tableau II.11.

Tableau II.11 : Résultats de contrôle microbiologique

<b>Gereme recherchés</b>	<b>Unité 01</b>	<b>Limites microbiologique</b>	<b>Références des méthodes</b>
<b>Micro-organiseme aerobies mésophiles totaux ufc/g 30C°</b>	≤10	≤10 <sup>3</sup> - ≤2×10 <sup>3</sup>	NAISO 21149
<b>Levures ufc/g 20-25C°</b>	Absence	≤10 <sup>2</sup>	NAISO 16212
<b>Moisissures ufc/g 20-25C°</b>	Absence	≤10 <sup>2</sup>	NAISO 16212
<b>Escherichia coli ufc/g 4-44C°</b>	Absence	Absence	NAISO 21150
<b>Pesudomonas aeruginosa ufc/g 37C°</b>	Absence	Absence	NAISO22717
<b>Staphylococcus aureus ufc/g 37C°</b>	Absence	Absence	NA 14809
<b>Candida albicans ufc/g 20-25C°</b>	/	Absence	NAISO 18416

Les résultats du contrôle microbiologique du mucilage de *malva sylvestris L* extrait sont satisfaisants, confirmant l'absence de micro-organismes pathogènes tels que les Pseudomonas aeruginosa, les moisissures, les levures, Escherichia coli, Candida albicans, Staphylococcus aureus.

. Ces résultats indiquent que le produit est sécurisé et conforme aux normes microbiologiques requises. Cela signifie que le mucilage de *Malva sylvestris L* extrait peut être considéré comme sûr pour une utilisation, sans risque de contamination par des agents pathogènes connus pour causer des infections ou des maladies chez l'homme. Ce contrôle microbiologique est essentiel pour garantir la sécurité des produits et la protection de la santé des utilisateurs.

## II.7 La formulation de la crème

Dans cette partie, nous explorons l'incorporation du mucilage de *Malva sylvestris L* dans une crème hydratante, visant à évaluer son efficacité potentielle dans les formulations cosmétiques. Nous avons préparé plusieurs formulations en variant les concentrations de mucilage de *Malva sylvestris L* afin d'optimiser son intégration dans la crème hydratante.

- **Matériels et produits**

Le matériel et produits utilisée dans la formulation sont présentes sur ce tableau

Tableau II.12 : Matériel et produits utilisé dans la formulation de la crème

Phases constituant les formulations		Matériel
Phase A : Phase aqueuse	- Eau distille - Mucilage - Glycérine	- Béchers - Balance
Phase B : Phase huileuse	- Huile végétale (d'amande douce, d'argan) - Cire d'abeille - Beurre de karité - Autre	- Plaques chauffantes agitrices - Barro magnétique - Spatule - Mélangeur
Phase C	- Vitamine E - Conservateur - Parfum	- Des boites pour la crème - Thermomètres

- **Mode d'opérateur**

- **Préparation des solutions du mucilage**

Les solutions du mucilage de concentration comprises entre 0.2 et 0.6 % ont été préparées en mélangeant des quantités appropriées de poudre dans l'eau distillée, suivi par une agitation de 5 à 6 h pour assurer la dissolution complète du mucilage.

- **Préparation de la phase aqueuse**

La préparation de la phase aqueuse (phase A) consiste à faire chauffer dans un bécher porté à 70°C dans un bain marie jusqu'à fusion complète des composants.

### ➤ Préparation de la phase huileuse

La préparation de la phase huileuse (phase B) exige la fusion complète des composants, en les mélangeant dans un bain marie à 70°C.

### ➤ Préparation de la crème

On procède à la préparation de quatre crèmes différentes type huile dans l'eau (H/E) contenant solutions du mucilage de *Malva Sylvestris L* de concentration différente comprise entre 0.2 et 0.6%.

Après fusion complète des différents ingrédients, la phase aqueuse a été ajoutée par portions à la phase huileuse sous agitation continue à 70°C. Une fois cette étape terminée et la température chute à 45°C, le parfum et la vitamine E ont été ajoutés à l'émulsion. Enfin, le produit fini a été conditionné dans un récipient approprié. La figure II.19 présente les différentes crèmes préparées contenant des concentrations variées du mucilage.

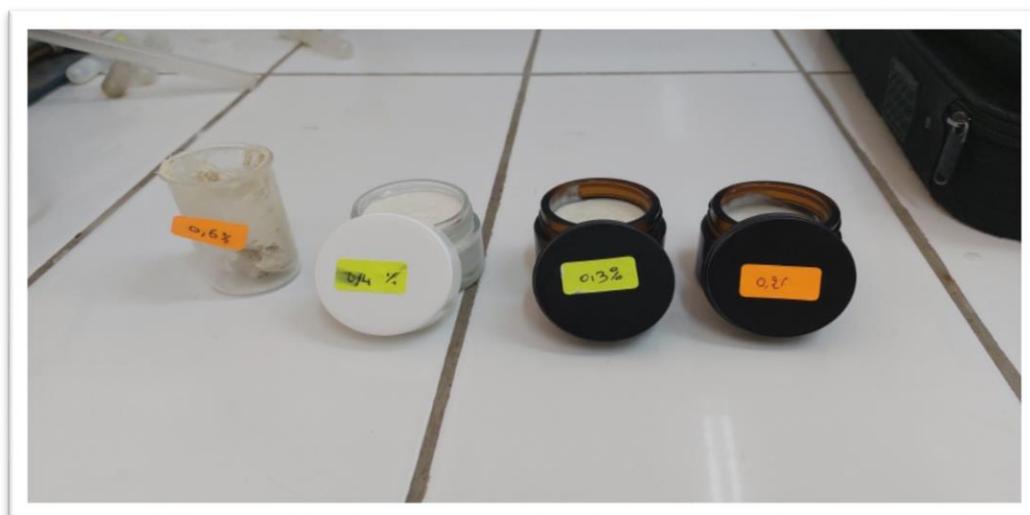


Figure II.17 : Aspect des crèmes préparées contenant différentes concentrations du mucilage (0.2%, 0.3%, 0.4%, 0.6 %).

### II. 7. 1 Caractérisation organoleptique

Les propriétés organoleptiques d'un produit jouent un rôle essentiel dans sa perception avant usage ou consommation et dans son appréciation lorsqu'il est consommé ou utilisé. [104].

Les caractéristiques : aspect physique (opaque, transparente), la couleur, l'odeur, la texture (lisse, rugueuse...), la séparation de phase (oui ou non), la sensation immédiate de la

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

peau (Hydratante, granuleuse ou non, légère, grasse ou non, rafraîchissante, fraîche, film formé après séchage...) et l'homogénéité (oui ou non), ont été évaluées par observation visuelle.

### II. 7. 2 Résultats et discussions

L'évaluation des volontaires a démontré que les quatre crèmes étaient homogènes et opaques, de couleur blanche, sans séparation de phases ni formation de film après application, avec une facilité d'élimination par lavage. Les résultats organoleptiques sont résumés dans le tableau II.13.

Tableau II.13 : Résultats organoleptiques.

Concentrations (%)	0.2	0.3	0.4	0.6
Couleur	Blanche	Blanche	Blanche	Blanc salle
Homogénéité	Oui	Oui	Oui	Oui
Texture	Lisse	Lisse	Lisse	Pâte Dure
Odeur	Acceptable	Acceptable	Acceptable	Acceptable
Sensation immédiate de la peau	Hydratante plus légère	Hydratante légère	Hydratante légère	Dure et élastique
Note moyenne	8.5	8.0	7.75	2.0

La qualité des formulations est estimée à travers des évaluateurs internes et externes pour garantir qu'elles répondent aux attentes des consommateurs et respecte les normes de qualité. Ces évaluateurs donnent des notes et des descriptions qualitatives des produits obtenus.

L'avis prédominant des testeurs sur la crème de 0.2% était très positif par rapport aux autres avec une odeur agréable rafraichissante et caractéristique, une texture lisse et onctueuse, un aspect physique très cohérent, en plus d'une sensation immédiate hydratante puis légère après application.

En plus des résultats satisfaisants, c'est la plus petite quantité de poudre du mucilage qui a donné les meilleures propriétés organoleptiques.

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Les propriétés organoleptiques de la crème contenant 0.6% de mucilage n'étaient pas acceptables car la crème était très dure, difficile à étaler et avec une couleur plus foncée par rapport aux autres formulations.

### II. 7. 3 pH des différentes formulations

1g de chaque formulation a été dilué dans 25 mL d'eau distillée. Le pH a été déterminé à l'aide d'un pH-mètre étalonné avec des solutions tampons standard (pH 4,7 et 10) avant chaque utilisation. Trois mesures dépendantes de chaque solution ont été effectuées [104].

### II. 7. 4 Résultats et discussions

Les valeurs du pH des formulations sont montrées dans le tableau II.14, où elles étaient toutes légèrement acide

Tableau II.14 : pH des formulations.

Concentration (%)	0.2	0.3	0.4	0.6
pH	6.36	6.30	6.27	6.22

Le manteau acide joue un rôle de barrière protectrice pour la peau, puisqu'il neutralise les agresseurs alcalins tels que les nettoyants de surface agressifs, inhibe la croissance bactérienne et maintient et régénère un environnement acide optimal, afin que la flore naturelle de la peau puisse bien se développer [105].

## II.8 TESTS DE STABILITE

### II. 8. 1 Tests de stabilité préliminaires

Afin de choisir la formule idéale, les tests de stabilité sont nécessaires en raison de leur capacité prédictive. Pour cela, les formulations sont soumises à des situations visant à accélérer les changements qui peuvent survenir dans les conditions de marché. Les résultats des tests de stabilité ne sont pas absolus, mais ont une bonne probabilité de succès et permettent de choisir la formule idéale

Les trois formulations contenant des concentrations différentes du mucilage (0.2 -0.3- 0.4 %) ont été soumises aux tests de stabilité.

**Formulation**

Crème 0.2 % en mucilage.  
Crème 0.3 % en mucilage.  
Crème 0.4 % en mucilage.

**Matériels**

Tubes à essai.  
Centrifugeuse  
Bain thermostatique.  
Congélateur.  
Étuve.  
pH-mètre.

**a. Stabilité après centrifugation**

La centrifugation a été réalisée sur des formulations après 24 h de leur préparation à 3000 tr/min pendant 30min à température ambiante. L'aspect, l'homogénéité et les caractéristiques organoleptiques ont été évaluées par des analyses macroscopiques [106] La figure II.20 montre l'état des tubes contenant les crèmes après centrifugation.

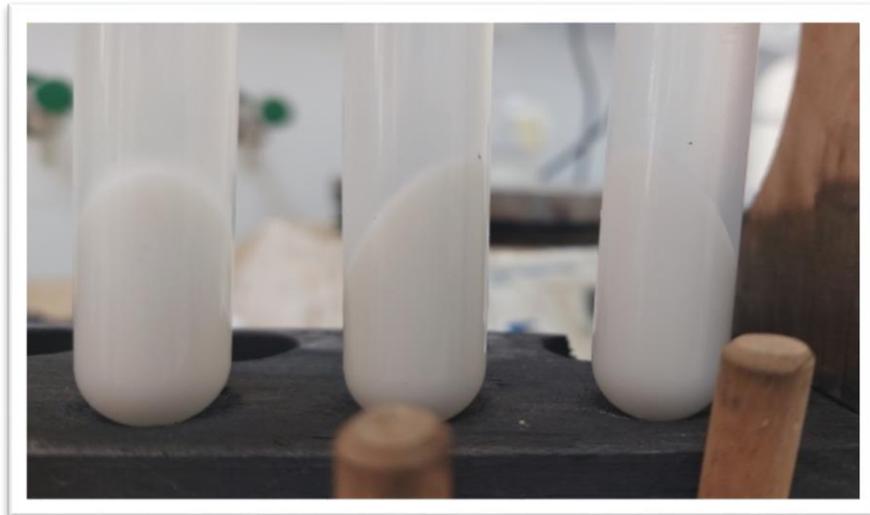


Figure II.18 : Résultat de teste de stabilité après centrifugation.

**b. Stabilité au stress thermique**

Les crèmes (0.2 -0.3-0.4 %) ont été soumises à un bain thermostatique chauffé réglé pour une plage de 40 à 80 °C, avec augmentation de température à des intervalles de 5 °C et un maintien de 30 min pour chaque température. [106]. La figure II.21 illustre les résultats de ce teste.

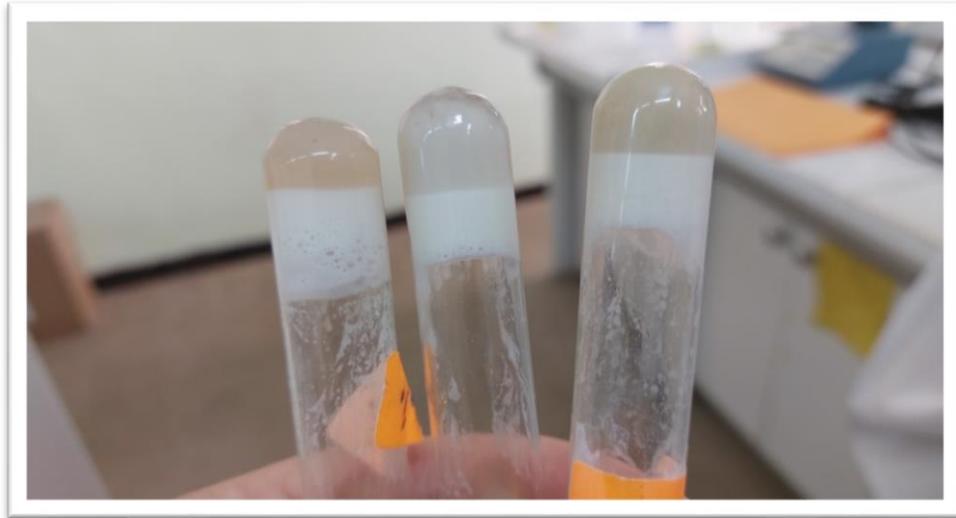


Figure II.19: Résultat de teste de stabilité après le stresse thermique.

### c. Stabilité aux cycles de congélation/décongélation

Les échantillons ont été soumis à  $4 \pm 2$  °C/24 h puis à  $45 \pm 2$  °C/24 h. Les caractéristiques organoleptiques, la détermination du pH, ont été évaluées avant et après les tests de stabilité préliminaires [106]. La figure II.22 ci-dessous présente les résultats obtenus.



Figure II.20 : Résultat de teste de stabilité après congélation -décongélation.

## II. 8. 1 Résultats et discussions

Les trois formulations de crème présentent une parfaite stabilité après la centrifugation. Elles gardent la même homogénéité, couleur et texture. En plus, l'absence de séparation de phase après ce traitement est un facteur très positif dans l'évaluation de la

## CHAPITRE II : PARTIE EXPÉRIMENTALE ET RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

stabilité, étant donné que lorsque la séparation de phase se produit, toutes les caractéristiques des émulsions sont affectées

Les crèmes testées étaient instables au stress thermique, où on avait noté une séparation de phases à des températures supérieures à 60 C°.

Concernant les propriétés des crèmes soumises aux cycles de congélation-décongélation montrent des modifications significatives (Figure II.22). Bien que les échantillons restent homogènes et que les caractéristiques sensorielles restent stables. Les résultats des tests de stabilité préliminaires sont résumés dans le tableau II.15 ci-dessous.

Tableau II.15 : Résultats des tests de stabilité préliminaires.

	0.2 %		0.3 %		0.4 %	
	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
<b>Centrifugation</b>	Blanche homogène lisse odeur agréable et caractéristique	Stable	Blanche homogène lisse odeur agréable et caractéristique	Stable	Blanche homogène lisse odeur	Stable
<b>Stress thermique</b>	Blanche homogène lisse odeur agréable et caractéristique	Instable à partir de 60 C° Apparition de 2 phases	Blanche homogène lisse odeur agréable et caractéristique	Instable à partir de 60 C° Apparition de 2 phases	Blanche homogène lisse odeur Dove	Instable à partir de 60 C° Apparition de 2 phases
<b>Congélation /décongélation</b>	Crème Blanche homogène Lisse odeur agréable et caractéristique	Stable et homogène avec une fine couche grasse à cause des bulles d'air	Blanche Homogène lisse odeur agréable et caractéristique	Stable et homogène avec une fine couche grasse à cause des bulles d'air	Blanche homogène Lisse odeur agréable et caractéristique	Stable et homogène avec une fine couche grasse à cause des bulles d'air

### II. 8. 2 Tests de stabilité accélérés

Les changements des paramètres macroscopiques (aspect, homogénéité, couleur, odeur) et du pH, ont été enregistrés pendant 35 jours à température ambiante (25°C), après 24 h de la préparation des formulations et au 35<sup>ème</sup> jour de conservation [107].

### II. 8. 3 Résultats et discussions

Dans le développement d'un produit cosmétique, il est important de prendre en considération la stabilité de l'apparence de la formulation et de ses propriétés physiques.

Les formulations différentes ont presque gardé leurs propriétés organoleptiques initiales après 24h et 35jours. En contrepartie, il y avait une diminution de la valeur du pH durant les 35 jours de conservation.

Ce changement du pH pourrait être associé à la dégradation de certains composants de la phase huileuse produisant des acides gras libres. Les résultats sont consignés dans le tableau II.16.

Tableau II.16 : Résultats des tests de stabilité accélérée après 24h et 35 Jours de conservation à T ambiante.

	Temps de conservation	Homogénéité	Couleur	Odeur	pH
<b>0.2%</b>	24H	Présente	Blanche	Agréable et caractéristique	<b>6.36</b>
	35 j	Présente	Blanche	Pas de changement	<b>6.10</b>
<b>0.3%</b>	24H	Présente	Blanche	Agréable et caractéristique	<b>6.30</b>
	35 j	Présente	Blanche	Pas de changement	<b>5.91</b>
<b>0.4%</b>	24H	Présente	Blanche	Agréable et caractéristique	<b>6.27</b>
	35 j	Présente	Blanche	Pas de changement	<b>5.70</b>

En général, les crèmes produites au cours de ce travail étaient stables dans différentes conditions de stockage, à l'exception de quelques changements insignifiants qui devront être rectifiés.

## II.9 L'activité antibactérienne de la crème

Dans les domaines cosmétique et alimentaire, l'activité antibactérienne est essentielle pour prévenir la contamination microbienne des produits. Dans l'industrie cosmétique, elle est utilisée pour prévenir la croissance de bactéries dans les produits de soins personnels, ce qui assure leur qualité et la sécurité pour les consommateurs.

Notre choix est porté sur la crème de 0.2% à cause de son efficacité et a été bien évalué par l'utilisateur.

Pour évaluer l'activité antibactérienne de la crème contenant 0,2% du mucilage, une méthode des puits a été employée, impliquant plusieurs étapes. Tout d'abord, les souches bactériennes sélectionnées, notamment **Pseudomonas**, **Bacillus cereus**, **Escherichia coli** et **Staphylococcus**, ont été préparées pour l'expérience. Ensuite, des puits ont été créés dans un milieu gélosé, et la crème du mucilage a été ajoutée dans chaque puits. Les cultures bactériennes ont ensuite été ensemencées dans les puits et incubées pendant une période d'une journée. La figure II.23 montre l'activité antibactérienne.

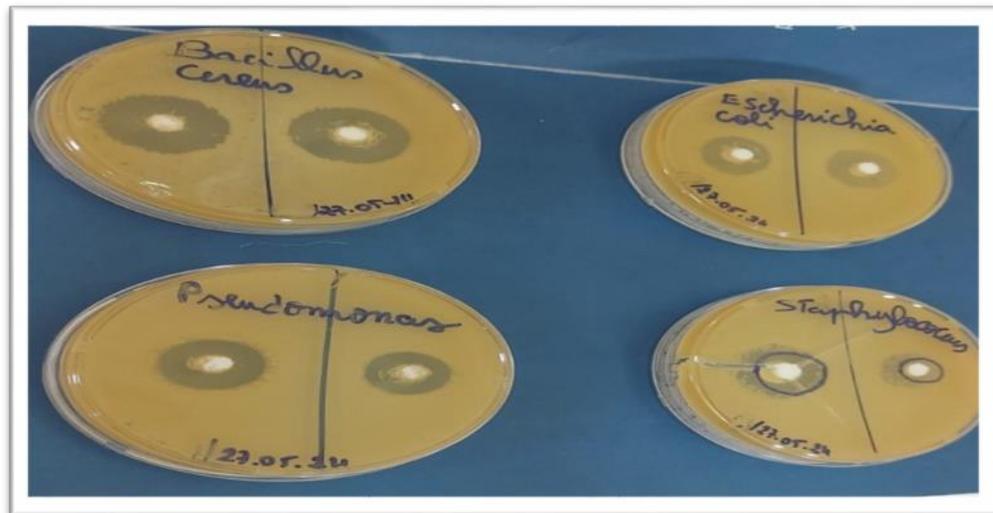


Figure II.21 : Résultat de l'activité antibactérienne de la crème.

**Résultats et discussions**

Tableau II.17 : Diamètre de la zone d'inhibition de la crème contient du mucilage de *Malva Sylvestris L.*

Parametres	Résultat		L'unité
<b>Escherichia coli ATCC :3938</b>	22	20	mm
<b>Pseudomonas ATTC : 27863</b>	20	17	mm
<b>Staphylococcus aureus ATCC : 9144</b>	18	14	mm
<b>Bacillus cereus ATCC : 10876</b>	25	26	mm

La sensibilité est classée comme suit :

- Non sensible (-) ou résistante : diamètre < 8mm.
- Sensible (+) : diamètre compris entre 9 à 14mm.
- Très sensible (++) : diamètre compris entre 15 à 19mm.
- Extrêmement sensible (+++) : diamètre > 20mm.

L'analyse des résultats a révélé une inhibition significative de la croissance bactérienne pour toutes les souches testées (voir le tableau II.17) surtout **Bacillus cereus**, indiquant une activité antibactérienne efficace de la crème de mucilage à 0,2

## **CONCLUSION GÉNÉRALE**

### CONCLUSION GÉNÉRALE

Cette étude s'est concentrée sur la valorisation du mucilage de la plante spontanée *Malva sylvestris L.*, obtenu par différentes méthodes d'extraction, tant conventionnelles qu'élaborées. Les résultats ont révélé que le rendement d'extraction par micro-ondes est de 8,5 %, supérieur à celui par aux ultrasons est le plus faible, avec seulement 5,5 %. Il a été noté que le rendement d'extraction varie également en fonction de la température, l'augmentation de cette dernière augmente la teneur de mucilage. La méthode par micro-ondes présente un avantage significatif par rapport aux autres méthodes permettant une extraction plus rapide et une teneur en mucilage plus élevée.

Le potentiel qu'offre la spectroscopie ATR-IRTF a été exploité pour réaliser trois types d'analyse à savoir :

- (i) Identification des groupements fonctionnels dans le mucilage de *Malva sylvestris L.* a révélé la présence de groupes hydroxyle, méthyle, carboxyle et amide, caractéristiques des polysaccharides et des protéines.
- (ii) Un coefficient de corrélation de 0.6795, calculé pour la zone spectrale spécifique comprise entre 1493-1181  $\text{cm}^{-1}$ , souligne une différence significative dans la composition chimique du mucilage obtenu par micro-ondes par rapport à celui obtenu par le procédé classique. Ces résultats soulignent l'importance du choix de la méthode d'extraction en fonction des applications visées pour le mucilage, en vue d'obtenir les propriétés ciblées.
- (iii) Additionnellement à cette étude qualitative, le potentiel de la spectroscopie IRTF a permis la prédiction de la teneur du mucilage dans la plante brute *Malva sylvestris L.* sans aucun traitement préalable et ce, en utilisant la bande spectrale caractéristique de mucilage située entre 1292 et 1187  $\text{cm}^{-1}$ . La teneur prédite est de l'ordre de 8% une valeur comparable à celle obtenue par gravimétrie.

Les analyses de mucilage de *Malva sylvestris L.* ont donné une composition de 20% en protéines et de 35% en sucres totaux. La présence de sucres suggère des propriétés épaississantes et émoullientes, tandis que les protéines pourraient contribuer à sa viscosité et à ses propriétés adhésives, ce qui pourrait affecter ses propriétés globales et ses applications dans divers domaines.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

Les monosaccharides présents dans le mucilage de *Malva sylvestris L* ont été identifiés par chromatographie sur couche mince (CCM). Les résultats obtenus confirment la présence de galactose, arabinose et rhamnose.

Le mucilage a présenté des propriétés fonctionnelles intéressantes, notamment une bonne capacité et stabilité d'émulsion et moussante, qui dépendent de sa concentration.

Le pH du mucilage a été relevé à 6,52, ce qui correspond à une acidité légère convenable à une crème hydratante. La masse volumique du mucilage a été mesurée et donne une valeur égale à 0,80g/cm<sup>3</sup>.

Le mucilage présente un taux d'humidité de 10,7% et une teneur en matière sèche de 89,3%, ce qui contribue à prévenir la croissance microbienne et à prolonger la durée de conservation. La haute concentration en matière sèche suggère une richesse significative en substances actives dans le mucilage, augmentant potentiellement son efficacité dans diverses applications.

Les analyses révèlent que le mucilage de *Malva sylvestris L* contient 20% de cendres et 80% de matière organique. Une teneur en cendres aussi élevée indique une richesse notable en minéraux inorganiques essentiels, tandis que la forte proportion de matière organique (80%) souligne la présence concentrée de composés bioactifs.

Pour les tests biologiques, le mucilage a montré une activité antioxydante significative, ce qui le rend prometteur pour des applications en tant qu'antioxydant naturel. Bien que l'activité antibactérienne directe ait été nulle, les résultats des contrôles microbiologiques ont confirmé l'absence de micro-organismes pathogènes, renforçant ainsi sa sécurité d'utilisation.

De plus, l'intégration du mucilage dans une crème cosmétique a montré une excellente stabilité et des propriétés remarquables, cela confirme sa valeur dans des formulations de qualité.

En conclusion le mucilage de la plante sauvage spontanée *Malva sylvestris L* est un ingrédient naturel multifonctionnel précieux pour les domaines cosmétique, pharmaceutique et l'agro-alimentaire. Ses propriétés physico-chimiques, fonctionnelles et biologiques lui permettent de stabiliser les émulsions et les mousses, de prévenir la contamination microbienne et d'offrir des propriétés antioxydantes.

## **RÉFÉRENCES**

## RÉFÉRENCES

## RÉFÉRENCES

- [1] Heywood, V. H., R. K. Brummitt, et al. (2007). Flowering plant families of the world, Firefly books Ontario.
- [2] Hassan, M., S. M. Haq, et al. (2021). "Ethnobotanical properties and traditional uses of medicinal plant *Abutilon theophrasti* Medik." Medicinal and Aromatic Plants: Healthcare and Industrial Applications: 271-285.
- [3] Paul, Z. A., A. T. Malla, et al. (2023). "Phytochemistry and Pharmacological Activity of *Malva sylvestris* L: A Detailed Insight." Combinatorial Chemistry & High Throughput Screening.
- [4] Girre, L. (1985). Nouveau guide des vieux remèdes naturels, Ouest France.
- [5] Manciot, A. (1943). "Alimentation et plantes sauvages."
- [6] WALIDA, B. (2022). Etude phytochimique et biologique de deux plantes médicinales (*Urtica urens* L et *Malva sylvestris* L), university center of abdalhafid boussouf-MILA.
- [7] Afshar, M., B. Ravarian, et al. (2015). "Evaluation of cutaneous wound healing activity of *Malva sylvestris* aqueous extract in BALB/c mice." Iranian journal of basic medical sciences **18**(6): 616.
- [8] Couplan, F. (2009). Le régal végétal : plantes sauvages comestibles, Editions Ellebore.
- [9] Volák, J., J. Stodola, et al. (1983). "Plantes médicinales." (No Title).
- [10] Baba Aissa, F. (1991). "Les plantes médicinales en Algérie : Identification, description, principes actifs, propriétés et usage traditionnel de plantes communes en Algérie." Bouchène et Ad : p90
- [11] Aït Youssef, M. (2006). "Plantes médicinales de Kabylie." Éditions Ibispress, Paris, France.
- [12] Debuigne, G. (1974). "Larousse des plantes qui guérissent."
- [13] Maghami, P. (1979). Culture et cueillette des plantes médicinales, Hachette
- [14] Barros, L., A. M. Carvalho, et al. (2010). "Leaves, flowers, immature fruits and leafy flowered stems of *Malva sylvestris*: a comparative study of the nutraceutical potential and composition." Food and Chemical Toxicology **48**(6): 1466-1472.

## RÉFÉRENCES

- [15] Aberrane, S. and M. Mehalla (2019). "Etude de l'activité anti-inflammatoire et antihémolytique de l'extrait aqueux de feuilles de Malva sylvestris L." Mémoire de fin d'études En vue de l'obtention du diplôme de Master-universite mouloud mammeri de tizi-ouzou. 32p. 33p.
- [16] ENABDALLAH, F., S. BENHADDOU, et al. (2022). Évaluation de l'effet antioxydant et antimicrobien de « Malva sylvestris. L », Université Ibn Khaldoun-Tiaret-.
- [17] Gasparetto, J. C., C. A. F. Martins, et al. (2012). "Ethnobotanical and scientific aspects of Malva sylvestris L.: a millennial herbal medicine." Journal of Pharmacy and Pharmacology **64**(2): 172-189.
- [18] Ghédira, K. and P. Goetz (2016). "Malva sylvestris L. (Malvaceae) : Mauve." Phytothérapie **14**: 68-72.
- [19] Conforti, F., S. Sosa, et al. (2008). "In vivo anti-inflammatory and in vitro antioxidant activities of Mediterranean dietary plants." Journal of ethnopharmacology **116**(1) : 144-151
- [20] Flores, M. (2011). Malva sylvestris L. et autres mauves de France.
- [21] Razavi, S. M., G. Zarrini, et al. (2011). "Bioactivity of Malva sylvestris L., a medicinal plant from Iran." Iranian journal of basic medical sciences **14**(6): 574
- [22] Daniela, A., E. Pichichero, et al. (2007). "Identification of phenolic compounds from medicinal and melliferous plants and their cytotoxic activity in cancer cells." Caryologia **60**(1-2): 90-95.
- [23] Loizzo, M. R., A. Pugliese, et al. (2016). "Edible flowers: a rich source of phytochemicals with antioxidant and hypoglycemic properties." Journal of agricultural and food chemistry **64**(12): 2467-2474.
- [24] Elsagh, M., M. R. Fartookzadeh, et al. (2015). "Efficacy of the Malva sylvestris L. flowers aqueous extract for functional constipation: A placebo-controlled trial." Complementary therapies in clinical practice **21**(2): 105-111.
- [25] Marouane, W., A. Soussi, et al. (2011). "The protective effect of Malva sylvestris on rat kidney damaged by vanadium." Lipids in health and disease **10**: 1-8.
- [26] Qin, H., J. Qin, et al. (2017). "Malva sylvestris attenuates cognitive deficits in a repetitive mild traumatic brain injury rat model by reducing neuronal degeneration and

## RÉFÉRENCES

astrocytosis in the hippocampus." Medical science monitor: international medical journal of experimental and clinical research **23**: 6099.

[27] Rasool, M., J. Iqbal, et al. (2014). "Hepatoprotective effects of Silybum marianum (Silymarin) and Glycyrrhiza glabra (Glycyrrhizin) in combination: a possible synergy." Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine **2014**.

[28] Saad, A. B., I. Rjeibi, et al. (2017). "Lithium induced, oxidative stress and related damages in testes and heart in male rats: The protective effects of Malva sylvestris extract." Biomedicine & Pharmacotherapy **86**: 127-135.

[29] Ferreira, A., C. Proença, et al. (2006). "The in vitro screening for acetylcholinesterase inhibition and antioxidant activity of medicinal plants from Portugal." Journal of ethnopharmacology **108**(1): 31-37.

[30] Pirbalouti, A. G., M. Yousefi, et al. (2009). "Evaluation of burn healing properties of Arnebia euchroma and Malva sylvestris." Electronic Journal of Biology **5**(3): 62-66.

[31] Duraffourd, C. and J.-C. Lapraz (2002). Traité de phytothérapie clinique : endobiogénie et médecine, Elsevier Masson.

[32] Delfine, S., M. Marrelli, et al. (2017). "Variation of Malva sylvestris essential oil yield, chemical composition and biological activity in response to different environments across Southern Italy." Industrial Crops and Products **98**: 29-37

[33] Prajapati, V. D., G. K. Jani, et al. (2013). "Galactomannan: A versatile biodegradable seed polysaccharide." International journal of biological macromolecules **60**: 83-92.

[34] Goksen, G., D. Demir, et al. (2023). "Mucilage polysaccharide as a plant secretion: Potential trends in food and biomedical applications." International Journal of Biological Macromolecules **230**: 123146.

[35] Fakhfakh, N., O. Abdelhedi, et al. (2017). "Isolation of polysaccharides from Malva aegyptiaca and evaluation of their antioxidant and antibacterial properties." International Journal of Biological Macromolecules **105**: 1519-1525.

[36] Cakmak, H., H. Ilyasoglu-Buyukkestelli, et al. (2023). "A review on recent advances of plant mucilages and their applications in food industry: Extraction, functional properties and health benefits." Food Hydrocolloids for Health: 100131

## RÉFÉRENCES

- [37] Chaudhary, A., A. Sharma, et al. (2014). "Mucilage: Isolation, characterisation and sources." Int J Phytopharm Res **5**: 139-143.
- [38] Gomez d'Ayala, G., M. Malinconico, et al. (2008). "Marine derived polysaccharides for biomedical applications: chemical modification approaches." Molecules **13**(9): 2069-2106.
- [39] Ignat, C. M. (2012). Compatibilité et co-structuration dans des systèmes contenant des sclérotéines et des polysaccharides, Pau.
- [40] Yang, L. and L.-M. Zhang (2009). "Chemical structural and chain conformational characterization of some bioactive polysaccharides isolated from natural sources." Carbohydrate polymers **76**(3): 349-361.
- [41] Díaz-Montes, E. (2022). "Polysaccharides: Sources, characteristics, properties, and their application in biodegradable films." Polysaccharides **3**(3): 480-501.
- [42] Warrand, J. (2004). Etude structurale et propriétés en solution des polysaccharides constitutifs du mucilage de lin (*Linum usitatissimum* L.), Amiens.
- [43] Petera, B. (2016). Extraction et caractérisations (structurale et physico-chimique) de polysaccharides hydrosolubles issus de cladocés de *Cereus triangularis*, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- [44] Fabricant, D. S. and N. R. Farnsworth (2001). "The value of plants used in traditional medicine for drug discovery." Environmental health perspectives **109**(suppl 1): 69-75.
- [45] Abdessemed, I., F. Bensaoucha, (2023). Formulation d'émulsions d'intérêts pharmaceutique stabilisées par biotensioactifs, Université Mohamed Boudiaf – M'sila.
- [46] Xie, J.-H., F. Zhang, et al. (2015). "Preparation, characterization and antioxidant activities of acetylated polysaccharides from *Cyclocarya paliurus* leaves." Carbohydrate polymers **133**: 596-604.
- [47] Syahariza, Z., S. Sar, et al. (2013). "The importance of amylose and amylopectin fine structures for starch digestibility in cooked rice grains." Food chemistry **136**(2): 742-749.
- [48] Muñoz-Almagro, N., F. Rico-Rodríguez, et al. (2018). "Pectin characterisation using size exclusion

## RÉFÉRENCES

- [49] Bouyer, E., G. Mekhloufi, et al. (2012). "Proteins, polysaccharides, and their complexes used as stabilizers for emulsions: Alternatives to synthetic surfactants in the pharmaceutical field?" International journal of pharmaceutics **436**(1-2): 359-378.
- [50] Areesanan, A., S. Nicolay, et al. (2023). "Potential benefits of Malva sylvestris in dry-eye disease pathology in vitro based on antioxidant, wound-healing and anti-inflammatory properties." Biomedicine & Pharmacotherapy **168**: 115782.
- [51] Shavisi, N. (2024). "Electrospun fiber mats based on chitosan-carrageenan containing Malva sylvestris anthocyanins: Physic-mechanical, thermal, and barrier properties along with application as intelligent food packaging materials." International Journal of Biological Macromolecules **266**: 131077
- [52] Azmoonfar, R., H. Khosravi, et al. (2023). "Radioprotective effect of Malva sylvestris L. against radiation-induced liver, kidney and intestine damages in rat: A histopathological study." Biochemistry and Biophysics Reports **34**: 101455.
- [53] Abbasi, A., S. Sabahi, et al. (2023). "An edible coating utilizing Malva sylvestris seed polysaccharide mucilage and postbiotic from *Saccharomyces cerevisiae* var. *boulardii* for the preservation of lamb meat." International Journal of Biological Macromolecules **246**: 125660
- [54] Irfan, A., M. Imran, et al. (2021). "Phenolic and flavonoid contents in Malva sylvestris and exploration of active drugs as antioxidant and anti-COVID19 by quantum chemical and molecular docking studies." Journal of Saudi Chemical Society **25**(8): 101277.
- [55] Tehrani, M. E. H. N., P. Ghahremani, et al. (2021). "Theoretical and experimental assessment of a green corrosion inhibitor extracted from Malva sylvestris." Journal of Environmental Chemical Engineering **9**(3): 105256.
- [56] Moaddab, A. and S. Ghasemi (2021). "Green synthesis of silver/carbon dot nanoparticles from Malva Sylvestris for fluorescence determination of tetracycline." Microchemical Journal **166**: 106222.
- [57] Akbarpour, A., M. Rahimnejad, et al. (2024). "Poly (vinyl alcohol)/Alginate nanofibrous mats containing Malva Sylvestris extract: Synthesis, characterization, in vitro and in vivo assessments for burn wound applications." International Journal of Pharmaceutics: 123928.

## RÉFÉRENCES

- [58] Mousavi, S. M., S. A. Hashemi, et al. (2020). "Data on cytotoxic and antibacterial activity of synthesized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles using *Malva sylvestris*." Data in brief **28**: 104929.
- [59] Tehrani, M. E. H. N., M. Ramezanzadeh, et al. (2021). "A highly-effective/durable metal-organic anti-corrosion film deposition on mild steel utilizing *Malva sylvestris* (MS) phytoextract-divalent zinc cations." Journal of Industrial and Engineering Chemistry **95**: 292-304.
- [60] Saad, A. B., I. Rjeibi, et al. (2016). "Malva sylvestris extract protects upon lithium carbonate-induced kidney damages in male rat." Biomedicine & Pharmacotherapy **84**: 1099-1107.
- [61] Almasian, A., F. Najafi, et al. (2020). "Polyurethane/carboxymethylcellulose nanofibers containing *Malva sylvestris* extract for healing diabetic wounds: Preparation, characterization, in vitro and in vivo studies." Materials Science and Engineering: C **114**: 111039.
- [62] Ziabari, A. H., S. Ebrahimi, et al. (2024). "Bilayer nanofibers loaded with *Malva sylvestris* extract for enhanced wound healing applications." Journal of Drug Delivery Science and Technology **93**: 105373.
- [63] Ulusal, H., F. Ulusal, et al. (2024). "Extraction of malva sylvestris seed oil by soxhlet method and alginate/chitosan microencapsulation with a new method: Investigation of its cytotoxic effects on human neuroblastoma cell line (SH-SY5Y)." Journal of Radiation Research and Applied Sciences **17**(2): 100875.
- [64] Saad, A. B., I. Rjeibi, et al. (2017). "Lithium induced, oxidative stress and related damages in testes and heart in male rats: The protective effects of *Malva sylvestris* extract." Biomedicine & Pharmacotherapy **86**: 127-135.
- [65] Benso, B., P. L. Rosalen, et al. (2021). "Malva sylvestris derivatives as inhibitors of HIV-1 BaL infection." Natural product research **35**(6): 1064-1069.
- [66] Ryu, H., M. Ryu, et al. (2023). "Malva sylvestris, a New Host of *Puccinia modiolae* in Korea." Plant Disease **107**(10): 3285.
- [67] Ahmadi, S. M., M. Yousofpour, et al. (2024). "Protective Effects of the Aqueous Extract of *Malva sylvestris* Plant against the Lethality and Histopathological Damage in

## RÉFÉRENCES

Experimental Envenoming of Hemiscorpius lepturus Venom in Balb/c Mice." Current Pharmaceutical Design.

[68] Aguilera Flores, M. M., O. E. Robles Miranda, et al. (2024). "Effectiveness of a natural coagulant based on common mallow (*Malva sylvestris*) in urban wastewater treatment." Environmental Technology: 1-14.

[69] Chand, M., R. Chopra, et al. (2024). "Unveiling the potential of linseed mucilage, its health benefits, and applications in food packaging." Frontiers in Nutrition **11**: 1334247.

[70] Minh, N. N. (2023). "Rheological properties of yam mucilage." Korea-Australia Rheology Journal **35**(4): 323-333

[71] Ladwig, L. M. and J. R. Lucas (2024). "Seed mucilage in temperate grassland species is unrelated to moisture requirements." Plant-Environment Interactions **5**(1): e10135.

[72] Murtaza, M., H. M. Ahmad, et al. (2022). "Okra mucilage as environment friendly and non-toxic shale swelling inhibitor in water based drilling fluids." Fuel **320**: 123868.

[73] Mahdavi, H., A. Marandi, et al. (2022). "Efficient dye rejection using a mixed matrix polyphenylsulfone/polysulfone membrane containing basil seed mucilage hydrogel." Journal of Environmental Chemical Engineering **10**(6): 108767.

[74] Alomari, R. A., J. Athinarayanan, et al. (2024). "Mucilage-assisted fabrication of molybdenum trioxide nanostructures for photothermal ablation of breast cancer cells." Biotechnology and Applied Biochemistry **71**(2): 326-335.

[75] Kandekar, U. Y., C. R. Gore, et al. (2024). "Flaxseed Mucilage/Hydroxypropyl Methylcellulose and Sodium Alginate/Polyvinyl Alcohol Composite Bilayer Film as a Promising Drug Carrier for Periodontal Treatment." Turkish Journal of Pharmaceutical Sciences **21**(2): 141.

[76] Sierra-López, L. D., F. Hernandez-Tenorio, et al. (2023). "Coffee mucilage clarification: A promising raw material for the food industry." Food and Humanity **1**: 689-695.

[77] Mannai, F., H. Elhleli, et al. (2024). "Comparative study of conventional and combined ultrasound-assisted methods on the quality of mucilage extracted from *Opuntia ficus-indica* cladodes." Industrial Crops and Products **214**: 118566.

## RÉFÉRENCES

- [78] Shahmoradi, Z., M. A. Khaledabad, et al. (2023). "Effect of co-encapsulation of *Lactobacillus acidophilus* LA5 and selenium in hydrogelated matrix of basil seed mucilage/sodium caseinate on properties of set yogurt." Food Bioscience **55**: 103039.
- [79] da Silveira Ramos, I. F., L. M. Magalhães, et al. (2021). "New properties of chia seed mucilage (*Salvia hispanica* L.) and potential application in cosmetic and pharmaceutical products." Industrial Crops and Products **171**: 113981.
- [80] Gao, X., M. Sharma, et al. (2024). "Application of seed mucilage as functional biopolymer in meat product processing and preservation." Carbohydrate Polymers: 122228.
- [81] Lozano, E., J. Salcedo, et al. (2020). "Evaluation of yam (*Dioscorea rotundata*) mucilage as a stabilizer in the production of mango nectar." Heliyon **6**(6).
- [82] Bao, H., H. H. Ding, et al. (2023). "Application of yellow mustard mucilage in encapsulation of essential oils and polyphenols using spray drying." Food Hydrocolloids **143**: 108815.
- [83] Bourahla, S., (2018). Etude des phénomènes d'adsorption par la spectroscopie IRTF.
- [84] Rouessac, F., A. Rouessac, et al. (2004). Analyse chimique, Dunod
- [85] [ <https://www.bruker.com> ]
- [86] Medjehoud, A., M. Raoui (2023). "Analyse des composés dans les E-liquides pour les cigarettes électriques par spectroscopie ATR-IRTF." Université Saad Dahleb, Blida 1
- [87] <https://www.thermofisher.com>
- [88] Chablaoui, Y., R. Drareni, (2023). "Contrôle qualité du thé sur le marché algérien par spectroscopie ATR-IRTF." Université Saad Dahleb, Blida 1
- [89] Attard, E., H. Attard, et al. (2015). "The Phytochemical Constitution of Maltese Medicinal Plants—Propagation, Isolation and Pharmacological Testing." Phytochemicals-Isolation, Characterisation and Role in Human Health.
- [90] Baures, C., S. Bedda, et al. (2009). "Les cosmétiques biologiques à la loupe «Entrez dans l'univers des controverses actuelles, des labels et de la réglementation»." Mastère Management des Industries de Santé Dossier Santé Juin.
- [91] Ebringerova, A., A. Kardošová, et al. (2003). "Mitogenic and comitogenic activities of polysaccharides from some European herbaceous plants." Fitoterapia **74**(1-2): 52-61.

## RÉFÉRENCES

- [92] DuBois, M., K. A. Gilles, et al. (1956). "Colorimetric method for determination of sugars and related substances." Analytical chemistry **28**(3) : 350-356.
- [93] GHANIA, A. (2017). Extraction, caractérisation partielle et activités biologiques des polysaccharides des noyaux des dattes ; variété Ghar, UNIVERSITE KASDI MERBAH-OUARGLA.
- [94] Ricordeau, G., P. Auriol, et al. (1962). "Ecart observé entre les taux de protéines du lait obtenus par la méthode Kjeldahl et la méthode au noir amido, en fonction de la saison et du stade de lactation." Journal of Dairy Research **29**(2): 191-197.
- [95] Delattre, C. (2005). Stratégie d'obtention d'oligosaccharides anioniques par dégradation enzymatique de glucuronanes, Amiens
- [96] Athukorala, Y., W.-K. Jung, et al. (2006). "An anticoagulative polysaccharide from an enzymatic hydrolysate of *Ecklonia cava*." Carbohydrate Polymers **66**(2): 184-191.
- [97] Multon, J.-L., G. Linden, et al. (1991). "Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agro-alimentaires."
- [98] Cl, A., G. Dupont, et al. (1995). Principes des méthodes d'analyses biochimiques, Tome.
- [99] BOUAL, Z. et al. (2012). " Contribution à l'étude des polysaccharides de quelques plantes spontanées à caractère médicale de la région de Ghardaïa
- [100] Paulsen, B. S., E. n. S. Olafsdóttir, et al. (2002). "Chromatography and electrophoresis in separation and characterization of polysaccharides from lichens." Journal of chromatography a **967**(1): 163-171.
- [101] Munir, A., F. S. Youssef, et al. (2021). "Malva parviflora leaves mucilage: An eco-friendly and sustainable biopolymer with antioxidant properties." Polymers **13**(23): 4251
- [102] Benyahia-Krid, F. A., E. Khemissat, et al. (2021). "Technological Valorization of Algerian Dates Downgraded from Deglet Nour Variety to Semi-Candied Dates in Dates Syrup." Food and Nutrition Sciences **12**(6): 627-642.
- [103] SCHER, J. (2006). "Rhéologie, texture et texturation des produits alimentaires." Techniques de l'ingénieur. Agroalimentaire **3**(F3300v2)

## RÉFÉRENCES

- [104] Chen, M. X., K. S. Alexander, et al. (2016). "Formulation and evaluation of antibacterial creams and gels containing metal ions for topical application." Journal of pharmaceutics **2016**(1): 5754349.
- [105] Mekid, R. and I. Ghanes (2021). Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'opuntia ficus indica de la région de tissemsilt.
- [106] Ribeiro, R. C. d. A., S. M. d. A. G. Barreto, et al. (2015). "Production and characterization of cosmetic nanoemulsions containing Opuntia ficus-indica (L.) Mill extract as moisturizing agent." Molecules **20**(2): 2492-2509.
- [107] Misar, K., S. Kulkarni, et al. (2020). "Formulation and evaluation of antiacne cream by using Clove oil." Materials Today: Proceedings **29**: 1251-1258.