

République Algérienne Démocratique et Populaire
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Université Saad DAHLAB-Blida1
Faculté des sciences De Technologie
Département de Génie de procédés
Option : Pharmacie industrielle

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master professionnelle en pharmacie industrielle

THEME

**Contribution à l'étude des propriétés
émulsifiantes du mucilage extrait à partir des
graines de « *Trigonella foenum-graecum* »**

Présenté par : M^{elle} RABIE Salma et BERKANI Aouaouache

Dirigé par :

Dr K. BOUTEMAK

Devant les jurys :

M. O. CHKNANE

USDB

Président

M^{me} Z. CHEMAT

USDB

Examinatrice

M^{me} N.TAOULIT

USDB

Examinatrice

Année universitaire: 2014-2015

Dédicaces

On dédie ce modeste travail :

A nos chers parents qui nous ont comblé d'amour et d'affection, qui nous ont toujours encouragée pour achever nos études tout en espérant voir le fruit de leurs sacrifices, qu'Allah les garde pour nous sains et saufs.

A nos chers sœurs Asmaa et Oumaima , Fadhila et souad et nos frères Mohammed, Nesreddine, faicel, youcef et deradji pour leurs encouragements, leurs aides, leurs précieux conseils et surtout leur soutien moral.

A la mémoire de nos grand-père ; Abderahmane

A la mémoire de nos grand-frère ; Mohammed

Toute notre famille maternelle et paternelle sans oublier nos grande mère qui reste : Habiba et Taous qu'Allah les garde pour nous saines.

A nos amis et nos cousines : yousra, Nesrine ,Hadjer, Ayoub, Hicham, mahyeddin, , mezora

Et tous ceux qui m'ont aidé à accomplir cette tache, soit directement ou indirectement.

- *BerkaniAouaouche*
- *Rabiesalma*

REMERCIEMENTS

Au terme de ce modeste travail, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude et nos vifs remerciements

On remercie DIEU de m'avoir donné la santé la patience, et les moyens, afin qu'on puisse accomplir ce modeste travail.

On remercie notre promotrice, M^{me} BOUTEMAK. Pour son engagement, sa disponibilité, son esprit scientifique et ses conseils judicieux.

On exprime également nos remerciements aux membres de jury qui nous ont fait l'honneur d'examiner ce mémoire.

A nos familles : qui nous ont toujours encouragés et soutenus durant toutes nos études

On tient à exprimer toute notre reconnaissance et notre gratitude à Monsieur Le directeur de l'industrie pharmaceutique SAIDAL ANTIBIOTICAL d'avoir accepté de nous accueillir au sein de son organisme.

Qu'il me soit permis de remercier aussi :

Nos amies : TakkoucheYousra, Bouda Nesrine, Ayoub, Mahyeddine, Zakaria, Med ,Hicham pour ses aides et sa compréhension

Enfin on remercie tous ceux qui ont participé, de prêt et de loin, dans la réalisation de ce travail.

Résumé

Notre étude s'intéresse à la contribution à l'étude des propriétés émulsifiantes du mucilage extrait à partir de *Trigonella foenum-graecum*.

L'extraction du mucilage à partir de *Trigonella foenum-graecum* a été réalisée par deux méthodes différentes, en utilisant deux solvants de polarités différentes (l'éthanol et l'acétone). Le meilleur rendement a été obtenu avec l'acétone (9%). Les résultats des propriétés physicochimiques du mucilage 1 et mucilage 2 (**taux de gonflement** pour $M_1=65\%$ et $M_2=72\%$; **pH** $M_1=7$, $M_2=7,8$; **capacité de retenue d'eau** pour $M_1=12,04$ et $M_2=11,2$; **absorption d'huile** pour $M_1=1,16$ et $M_2=0,96$)

La détermination des propriétés émulsifiantes du mucilage a montré que le mucilage présente un caractère d'un biosurfactant ayant : **la conductivité** $\kappa = 0$ ms ; **concentration micellaire critique** $CMC = 0,024$ g/L ; **l'index d'émulsion** $E_{24} \approx 47\%$.

La formulation de l'émulsion à partir des mucilages obtenus de fenugrec a présenté une texture homogène, pH neutre, une stabilité pendant une période de 3 mois de stockage à température allant de 4 à 6°C.

L'activité anti-inflammatoire a été évaluée par la méthode de l'œdème de l'oreille induit par le xylène, le mucilage de fenugrec présentait une inhibition importante (**$M_1 = 68.71\%$ et $M_2 = 43.31\%$**) contre l'inflammation provoquée par le xylène.

Les mots clés : *Trigonella foenum-graecum*., mucilage, tensioactif, émulsification, anti-inflammatoire.

Abstract

Our study focuses on the contribution to the study of emulsifying properties of mucilage extracted from *Trigonella foenum-graecum*.

The extraction of the mucilage from *Trigonella foenum-graecum* was performed by two different methods, using two solvents of different polarity (ethanol and acetone), the best yield was obtained with acetone (9%). The results of physicochemical properties of mucilage 1 and 2 (degree of swelling for $M_1 = 65\%$ and $M_2 = 72\%$; $pH_{M_1} = 7.7$ $pH_{M_2} = 7.8$; water retention capacity for $M_1 = 12.04$ and $M_2 = 11.2$; oil absorption for $M_1 = 1.16$ and $M_2 = 0.96$)

Determination of emulsifying properties mucilage showed that the mucilage has a nature of a biosurfactant having: conductivity $cond = 0$ ms; critical micelle concentration $CMC = 0.024$ g / L; E24 emulsion index $\approx 47\%$.

The formulation of the emulsion obtained from fenugreek mucilages presented a homogeneous texture, neutral pH, stability over a period of 3 months storage at temperature ranging from 4 to 6 ° C.

The anti-inflammatory activity was evaluated by the method of the ear edema induced by xylene, mucilage of fenugreek showed a significant inhibition ($M_1 = 68.71\%$ and $M_2 = 43.31\%$) against inflammation caused by xylene.

Key words: *Trigonella foenum-graecum*, mucilage, surfactant, emulsification, anti-inflammatory.

ملخص

دراستنا تتركز على دراسة خصائص استحلاب الصمغ المستخرج من الحلبة *Trigonella foenum-graecum* استخرجنا نوع من السكريات و هو الصمغ المستخرج من النبتة الطبية الحلبة بطريقتين مختلفتين وخلال هذه الدراسة باستخدام نوعين من المذيبات مختلفة القطبية (الايثانول والأسيتون) حيث تم الحصول على افضل إنتاجية من الأسيتون % بنسبة 9

وفيما يتعلق بنتائج التحليلات الفيزيوكيميائية للصمغ المتحصل عليها صمغ 1 و صمغ 2 فهي متوافقة مع المعايير:

(درجة الانتفاخ $M1=65\%$, $M2=72\%$, ودرجة الحموضة $M1=7,7$ $M2=7,8$,

امتصاص الزيت $M1=1,16$, $M2=0,96$ القدرة على حفظ المياه $M1=12,04$, $M2=11,2$)

الصمغ يستخدم كعامل الاستحلاب فقمنا بإثبات هذا من خلال دراسة مواصفاته وفقا لهذه المعايير:

(التوصيل الكهربائي $CMC= 0,024$ g/L، $cond= 0$ ms مؤشر مستحلب $E24 \approx 47\%$)

ثم اثبتنا ان صمغ نبتة الحلبة يستعمل كمضاد للالتهاب بتجربته على الفئران باستخدام طريقة تورم الاذن المحفزة بالاكريلان و منه تحصلنا على نسبة انخفاض التورم للصمغين كالتالي:

($M1 = 68.71\%$ et $M2 = 43.31\%$)

و في الاخير اتمنا دراستنا باعداد مستحلبين باستخدام الصمغ المستخرج من الحلبة كعامل للاستحلاب و قمنا بمقارنتهما مع مستحلب اعدناه بعامل استحلاب تجاري (tween 80) و كانت النتائج مرضية

(تركيب متجانس، ودرجة الحموضة محايدة، ومستقر لمدة 3 اشهر مخزن في درجة حرارة $T=4 \text{ à } 6^\circ\text{C}$ مناسبة

كلمات جوهرية: الحلبة، الصمغ، عامل الاستحلاب، المستحلب;

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
--------------------	---

Partie Bibliographique

Chapitre I: *Trigonella Foenum- graecum*

I. Introduction.....	3
II. Classification botanique	3
II.1 Systématique	3
II.2 Noms vernaculaires	4
II.3 Description botanique.....	4
III. Répartition géographique.....	4
IV. Composition chimique de l'espèce « <i>Trigonella Foenum-Graecum</i> »	5
V. Composition chimique des graines de <i>Trigonella Foenum-Graecum</i>	5
VI. Usages.....	6
VI.1. Usages médicaux.....	6
VI.2. Autres utilisations.....	6
VII. Travaux antérieurs déjà réalisés sur les graines de <i>Trigonella Foenum-Graecum</i>	7

Chapitre II : les polysaccharides

I. Introduction.....	9
II. Classification des polysaccharides.....	9
III. Mucilages.....	10
III.1 Mucilages de graines de fenugrec.....	11
III.2 Nature botanique et chimique des mucilages.....	12
III.3 Applications pharmaceutiques des mucilages.....	12
III.3.1 Propriétés thérapeutiques des mucilages.....	12
III.3.1.1 Diminution de la sensation de douleur et du goût.....	12
III.3.1.2 Rétenion d'eau et application prolongée de chaleur humide.....	13
III.3.1.3 Pouvoir adsorbant et antidiarrhéique.....	13
III.3.1.4 Action laxative.....	13

Chapitre III : les émulsions

I. Définition.....	15
II. Typologie : émulsions simples et complexes.....	15
III. Différents systèmes sous le terme « émulsion ».....	16
III.1 Les macro émulsions.....	16
III.2 Les nano/mini émulsions.....	17
III.3 Les microémulsions.....	17
IV. Les propriétés des émulsions.....	17

V. Stabilité des émulsions.....	18
V.I L'instabilité des émulsions.....	19
VI.1 Sédimentation et crémage.....	19
VI.2 Floculation.....	20
VI.2.1 Type de floculation.....	21
VI.3 Coalescence.....	21
VI.4 Mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire.....	22
VII. Agents Tensioactifs.....	23
VII.1 Définition.....	23
VII.2 Classification.....	24
VII.3 Propriétés des agents tensioactifs.....	25
VII.4 Utilisations et critères de choix.....	26
VII.4.1 Émulsions.....	26

Partie Expérimentale

I. Matériel et méthodes

I. Matériels.....	28
I.1 Matériel végétal.....	28
I.2 Réactifs.....	29
II. Extraction du mucilage.....	29
II.1 méthode d'extraction 01.....	29
II.2 Méthode d'extraction 02.....	30
III. Calcul du rendement.....	31
IV. Caractérisation physico-chimique du mucilage extrait.....	32
IV. 1 Propriétés organoleptiques du mucilage.....	32
IV.2 propriétés physico-chimique du mucilage.....	32
IV.2.1 Détermination du pH.....	32
IV.2.2 Mesure de l'indice de gonflement.....	32
IV.2.3 Capacité de rétention d'eau.....	33
IV.2.4 Absorption de l'huile.....	33
IV.2.5 Mesure de la viscosité.....	33
IV.2.6 Propriété d'écoulement de poudre.....	34
IV.2.6.1 Densités en bloc et tapées.....	34
IV.2.6.2 Indice de compressibilité.....	34
IV.2.6.3 Indice de Hausner.....	35
V. Identification du mucilage par FTIR infrarouge.....	35
VI. Détermination des propriétés émulsifiantes du mucilage.....	35
VI.1. Mesure de la conductivité.....	35
IV.2 .Détermination de la tension de surface et de la concentration micellaire critique.....	35
IV.3 pouvoir émulsionnant.....	35
VII. Application du mucilage dans une émulsion.....	36

VII.1 Procédé d'émulsification	36
VII.2 Caractérisation de l'émulsion	37
VIII. Etude de l'activité anti-inflammatoire du mucilage	37
VIII.1 Protocole expérimental	38

II. Résultats et discussion

I. Extraction du mucilage	41
I.1 méthode d'extraction 01	41
II.2 Méthode d'extraction 02	41
II. les caractéristique physico chimique	42
II.1 les Propriétés organoleptiques des mucilages	42
II.2 propriétés physico-chimique.....	42
II.3 Détermination du pH	42
II.4 Mesure de l'indice de gonflement.....	43
II.5 Capacité de rétention d'eau.....	43
II.6 Absorption de l'huile	43
II.7 Rhéologie du mucilage	43
II.8 Propriété d'écoulement de poudre.....	46
III.3 Identification du mucilage par FTIR.....	47
IV. Détermination des propriétés émulsifiantes.....	48
IV.1. Mesure de la conductivité	48
IV.2 Détermination de la tension de surface et de la concentration micellaire critique	48
IV.3 Détermination de l'index d'émulsion E_{24}	50
V : Activité anti-inflammatoire	51
VI. Caractérisation de l'émulsion	53
VI.1 Aspect	53
VI.2 Examen microscopique	53
VI.3 Test de vieillissement accéléré par centrifugation	53
VI.4 Détermination de pH	53
VI.5 Etude rhéologie	54
VII. Stabilité à températures basse de stockage.....	56
CONCLUSION	

LISTE DES ABREVIATIONS

CMC : concentration micellaire critique

Cond : conductivité

Ech : échantillon

M1 : mucilage 1

M2 : mucilage 2

TA : tensioactif

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : l'aspect des émulsions selon la taille des globules (SCDPHA_T_,2010)....	18
Tableau 2 : les réactifs utilisés.....	29
Tableau 3 : le rendement du mucilage de deux méthodes	43
Tableau 4 : les Propriétés organoleptiques des mucilages	43
Tableau 5 : Résultats de pH de deux mucilages	44
Tableau 6 : Résultats de l'indice de gonflement de mucilage (résultat)	44.
Tableau 7 : Propriété d'écoulement de poudre	48
Tableau 8 : Echelle d'aptitude à l'écoulement	48
Tableau 9 identification du mucilage par FTIR.....	50
Tableau 10 : valeurs de la conductivité de mucilage 1 (résultat)	50
Tableau 11 : valeurs de la conductivité de mucilage 2 (résultat)	50
Tableau 12 : valeurs de la tension superficielle de mucilage 1(résultat)	51
Tableau 13 : valeurs de la tension superficielle de mucilage 2(résultat)	51
Tableau 14 :Les valeurs de l'index d'émulsion de mucilage 1 (résultat)	52
Tableau 15 :Les valeurs de l'index d'émulsion de mucilage 2 (résultat)	53
Tableau 16 : L'aspect des trois émulsions	54
Tableau 17 :Les résultats du pH des trois émulsions	55
Tableau 18 : Récapitulation des résultats de l'administration des extraits de plante sur les souris	59

LISTE DES FIGURES

Figure n°1 : Différente partie de <i>Trigonella fenumgracum</i> (ANONYME 1, 2011)	3
Figure n°2 : Les graines de <i>Trigonella foenum graecum</i> (ANONYME 2, 2009).....	4
Figure n°3 : Structure chimique du mucilage (ANONYME 3, 2003)	11
Figure n°4 : Un exemple d'une émulsion pharmaceutique huile dans l'eau se composant des gouttelettes d'huile dispersées dans un milieu aqueux. (ANONYME 4, 2009).....	15
Figure n°5 Les différents types d'émulsions (P.WEHRLEY 2007)	16
Figure n°6 : Phénomènes de crémage et de sédimentation (Le HIR, 2009)	20
Figure n°7 : Phénomène de floculation (Pascal BROCHETTE ,2011)	20
Figure n°8 : Phénomène de coalescence (Pascal BROCHETTE ,2011)	21
Figure n°9 : Phénomène de mûrissement d'Ostwald (Pascal BROCHETTE ,2011)	22
Figure n°10 : Schéma simplifié d'un tensioactif (Tensioactif oleogineaux, 1995)	23
Figure n°11 : Les différentes classes de tensioactifs (Tension actif oleogineaux, 1995)	24
Figure n°12 : Partie hydrophile anionique (Tension actif oleogineaux, 1995)	24
Figure n° 13 : Partie hydrophile cationique (Tension actif oleogineaux, 1995).....	24
Figure n°14 : Partie hydrophile amphotère (Tension actif oleogineaux, 1995)	24
Figure n° 15 : Partie hydrophile non-ionique (Tension actif oleogineaux, 1995).....	25
Figure n° 16 : Forte adsorption, baisse substantielle de la tension interfaciale (ANONYME 4, 2003).....	25
Figure n°17 : Autoagrégation des particules (Tension actif originaux, 1995).....	25
Figure n° 18 : Carte géographique de Sétif ainoulmene (anonyme 2007)	28
Figure n° 19 : Les graines de fenugrec (photo prise par une appaerille photo)	28
Figure n° 20 : Schémas d'extraction du mucilage 1 des graines de <i>trigonella foenum graecum</i>	30
Figure n° 21 : Schémas d'extraction du mucilage 2 des graines de <i>trigonella foenum graecum</i>	31
Figure n°23 : Les 4 groupes des souris (photo prise par un appareil photo).....	40
Figure n°24 : Application de xylène et la coupe des oreilles	40
Figure n° 25 : Le mucilage 01 avant et après le séchage (photos prise par un appareil photo)	43
Figure n°26 : Le mucilage 02 avant et après le séchage (photos prise par un appareil photo)	44

Figure n°27 : Rhéogrammes de solution du mucilage 01 à toutes différentes concentrations, contrainte de cisaillement en fonction de la taux de cisaillement	45
Figure n°28 : Rhéogrammes de solution du mucilage 02 à toutes différentes concentrations, contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement	46
Figure n°29 :Rhéogrammes de solution du mucilage 01 à toutes différentes concentrations, viscosité en fonction du taux de cisaillement.....	47
Figure n°30 : Rhéogrammes de solution du mucilage 02 à toutes différentes concentrations, viscosité en fonction de taux de cisaillement.....	47
Figure n° 31 : Spectre FTIR du mucilage 1 isolé de fenugrec (appareille d'infrarouge).....	49
Figure n° 32 : Spectre FTIR du mucilage 2 isolé de fenugrec (appareille d'infrarouge).....	49
Figure n°33 : Graphe représente la CMC mucilage 1 (résultat)	51
Figure n° 34 : Graphe représente la CMC mucilage 2(résultat).....	52
Figure n° 35 : Graphe représente Indice d'émulsion en fonction du volume de la solution de mucilage 1 (photo prise par un appareil photo)	53
Figure n° 36 : Graphe représente Indice d'émulsion en fonction du volume de la solution de mucilage 1 (photo prise par un appareil photo)	53
Figure n° 37 :Distribution des tailles des particule par microscope optique de mucilages (photo prise par un appareil photo)	54
Figure n° 38 : Graphe représente la courbe d'écoulement pour l'émulsion 01 la viscosité en fonction de taux de cisaillement	55
Figure n° 39 : Graphe représente la courbe d'écoulement pour l'émulsion 02 la viscosité en fonction de taux de cisaillement.....	56
Figure n° 40 : Graphe représente la courbe d'écoulement pour l'émulsion référence la viscosité en fonction de taux de cisaillement.....	56
Figure n° 41 : Les émulsions après 15 jours et après 3 mois de stockage (photo prise par un appareil photo)	57

INTRODUCTION

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

PARTIE EXPERIMENTAL

CONCLUSION

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

ANNEXES

CHAPITRE I

TRIGONELLA FOENUM-GRAECUM

I. Introduction

Trigonella foenum-graecum appelé aussi fenugrec est une plante légumineuse comptée parmi les plus anciennes plantes médicinales et culinaires de l'histoire de l'humanité. On se servait déjà de ses principes aromatiques en Egypte pharaonique, environ 1500 ans avant notre ère, pour embaumer les morts et purifier l'air des habitations et des lieux de culte. Ses graines entraient dans la fabrication du pain, une pratique culinaire qui persiste en Egypte moderne de même qu'en Inde [4]. Les hommes de l'âge de bronze utilisaient déjà *Trigonella foenum-graecum* comme épice, mais aussi comme herbe médicinale polyvalente. *Le Papyrus Ebers de*, Document médical égyptien du XVe siècle avant JC, a déjà recommandé l'utilisation de cette espèce comme un remède pour les brûlures, pour le traitement de la fièvre et aussi pour améliorer la digestion et le métabolisme. Elle est utilisée dans la médecine traditionnelle chinoise pour les traitements des troubles rénaux, suite à sa forme et la couleur de ses graines. Elle était introduite en Europe centrale au début du IXe siècle par les Benedicts.

II. Classification botanique

La classification botanique de fenugrec est la suivante [4] :

II.1 Systématique :

- **Régne** : *Plantae*
- **Sous_régne** : *Tracheabionta*
- **Division** : *Magnoliophyta*
- **Classe** : *Magnoliopsida*
- **Sous-classe** : *Rosidae*
- **Ordre** : *Fabales*
- **Familles** : *Fabaceae*
- **Genre** : *Trigonella*



- **Espece** : *Trigonella foenum-graecum* **Figure n ° 1**: Différentes parties de « *Trigonella foenum-graecum* »

II.2 Noms vernaculaires [13]

- Nom arabe : حلبة
- Nom français : Fenugrec
- Nom anglais : Fenugreek

II.3 Description botanique :

C'est une plante herbacée annuelle. Poilue ou glabre selon les variétés. Elle peut atteindre 50 cm de haut à tige dressée. Rameuse. Les feuilles sont pétiolées. Elles sont subdivisées à trois folioles ovales dentées. Les fleurs sont axillaires, solitaires ou groupées par deux, de type papilionacées, de couleur jaune pâle à violet clair et elles ont une forme triangulaire (d'où le nom de trigonella). Le fruit est une gousse allongée, arquée, pouvant atteindre 20 cm de longueur et renfermant de nombreuses graines (10 à 20), qui sont très dures, aplaties, mesurant 3 à 5 mm de large, de couleur brune clair à brune rougeâtre, marquées par un sillon qui délimite les deux parties inégales [4].



Figure n°2: les graines de *Trigonella foenum-graecum*

III. Répartition géographique

Le fenugrec est originaire du Moyen-Orient et d'Inde. Elle est cultivée dans le bassin méditerranéen surtout en Afrique du Nord, l'Asie occidentale, nord de l'Inde, et actuellement cultivée en Canada [6]. Cette espèce présente une période de floraison allant du mois d'Avril au mois de Mai.

IV. Composition chimique de l'espèce « *TrigonellaFoenum-Graecum* »

Trigonellafoenum-graecum est une plante d'une grande qualité nutritive, riche en mucilages, glucides, protéines et sels minéraux. Elle contient [5] :

- des protéines (30%)
- des lipides (10%)
- des glucides (20%)
- des sels minéraux : phosphore (à l'origine de ses propriétés stimulantes neuromusculaires), fer, soufre, acide nicotinique, magnésium, calcium
- des alcaloïdes (notamment de la trigonelline)
- des saponines (à l'origine de ses propriétés stimulantes de l'appétit), des saponines stéroïdiques (diosgénine et yamogénine, qui contribuent à la synthèse du cholestérol et des hormones sexuelles).
- des vitamines : A, B1, C
- lécithine, des flavonoïdes
- une forte concentration en mucilages (jusqu'à 40%) : des galactomannanes
- des huiles essentielles
- des traces d'une résine

V. Composition chimique des graines de *TrigonellaFoenum-Graecum*

De point de vue chimique, la graine de *TrigonellaFoenum-Graecum* est composée des protides, d'une huile riche en acides gras insaturés et en phytostérols, des glucides, des saponosidesstéroïdiques, des alcaloïdes dont la trigonelline, l'huile essentielle responsable de l'odeur de la plante, du mucilage, des glucides, des vitamines (A, B1 et C), du phosphore, du chrome et du calcium [14].

VI. Usages

VI.1. Usages médicaux :

Les graines de la plante sont largement utilisées dans la médecine traditionnelle pour le traitement du diabète, chez qui elles contribueraient au contrôle du taux de glucose et du taux de cholestérol. Elles sont également indiquées pour stimuler l'appétit, soulager l'inflammation et aussi comme fortifiants. Elle est aussi utilisée pour traiter la dysenterie, la dyspepsie, la toux chronique, la bronchite, les névralgies, pour faciliter l'accouchement et comme galactogènes.

Au Maroc, les graines du fenugrec sont en plus utilisées en médecine populaire, contre la stérilité, comme aphrodisiaques, en frictions capillaires pour fortifier et embellir les cheveux, contre l'anémie et les ictères. La plante est considérée comme une véritable panacée. Malheureusement, peu de données basées sur des fondements scientifiques, sont offertes par la littérature pour confirmer les vertus thérapeutiques attribuées à ces graines [15].

VI.2. Autres utilisations :

Le fenugrec était utilisé comme fourrage dans l'antiquité, d'où son nom de « foin grec ». Il a toujours cette utilisation en Inde. Il était également utilisé pour l'embaumement en Egypte. Les romains l'utilisaient pour engraisser les courtisanes. Aujourd'hui, il est utilisé comme engrais vert dans l'agriculture biologique ou comme teinture couleur rouge incarnat. C'est une épice utilisée dans la cuisine indienne, africaine et marocaine. [16].

Les graines sont utilisées pour aromatiser le fromage. Les jeunes feuilles et les graines germées sont consommées en salade. Les graines broyées sont mélangées avec du foin décomposé pour le rendre plus agréable pour l'alimentation du bétail. Aussi la plante est utilisée pour rendre les cheveux brillants. [12]

VII. Travaux antérieurs déjà réalisés sur les graines de *Trigonella Foenum-Graecum*

- Y. Brummeraet al (2001) ont réalisé l'extraction, la purification et la caractérisation physico-chimique de la gomme de fenugrec originaire de Canada. La gomme de fenugrec a été extraite à partir des graines dégraissées. le rendement obtenu était de l'ordre de 22% [7].
- N. Develiİşikli et al (2004), ont réalisé le comportement rhéologique de la pâte de fenugrec utilisée comme aliment local en Turquie, produite à partir des graines de

fenugrec moulues. Les propriétés de l'écoulement de cette pâte à différentes températures (10-30°C) a montré que c'est un fluide non newtonien. Trois modèles sont utilisés pour prédire le comportement de cette pâte : La lois de puissance, le modèle de Herschel–Bulkley et le modèle de Casson. Le comportement de l'écoulement de la pâte de Fenugrec a été bien décrit par la loi de puissance à différentes températures [8].

- M.K. Youssef et al (2008), ont réalisé la purification et la caractérisation physico-chimique des protéines contenues dans la gomme de fenugrec (3,74 % de protéines). L'objectif de cette étude est d'isoler et purifier la fraction protéine galactomannan et évaluer son effet sur les propriétés physico-chimiques de la gomme de fenugrec. Il a été montré que la gomme de Fenugrec brut présente une faible viscosité intrinsèque comparativement à le fenugrec purifiée des protéines. Cette étude a montré que la présence des protéines dans la gomme de fenugrec présentait un rôle important dans la réduction de l'activité de surface. [11]
- D. Prajapati et al (2012). ont montré que les gommes et les mucilages extraits à partir des plantes présentaient des applications pharmaceutiques diverses. Ils sont utilisés autant qu'agent émulsifiants et agents de suspension. on les trouve aussi autant qu'agents liants dans la formulation des comprimés, autant qu'agent gélifiants. Ils peuvent aussi agir comme agents d'enrobage, ce qui peut supporter la libération du médicament [9].
- A. K. Nayaka et al (2012), ont étudié le développement et l'optimisation de la combinaison du mucilage de graines de fenugrec et l'alginate contenant de metformin HCL. Cette combinaison a été administrée par voie orale pendant une période prolongée, elle a prouvé un effet hypoglycémique significatif chez les rats diabétiques par induction de l'alloxane [10].
- S.Verma et al 2014, ont réalisé l'extraction et l'évaluation du mucilage de *Trigonella Foenumgraecum* originaire de l'Inde. Une caractérisation physico-chimique a été étudiée et il a été vérifié que ce mucilage puisse être exploré pour des fins pharmaceutiques [12].

CHAPITRE III
LES EMULSIONS

I. Définition

Le terme < émulsion > vient de latin *emulus* qui signifie <extrait>, ou encore de *emulgere*, (ex : hors de, mulgere :traire). Le terme de < crème > utilisé pour définir une instabilité du système est également un rappel de ce produit.

Une émulsion est donc un système dispersé caractérisé par la présence d'au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre.

- La phase dispersée est encore appelée phase interne ou discontinue
- La phase dispersante est aussi appelée phase externe ou continue

Le système obtenu est, par définition, qualifié de thermodynamiquement instable, pourtant dans la pratique, les émulsions présentent une certaine stabilité qui peut avec le savoir-faire du galéniste ou du formateur, atteindre quelques années ou tout au moins un temps compatible avec la mise sur le marché d'une forme galénique finalisée. Le terme émulsion regroupe les microémulsions, les mini émulsions et enfin les nano émulsions, en fonction de la taille des globules qui peuvent varier d'une ou plusieurs micromètre à une dizaine de nanomètres

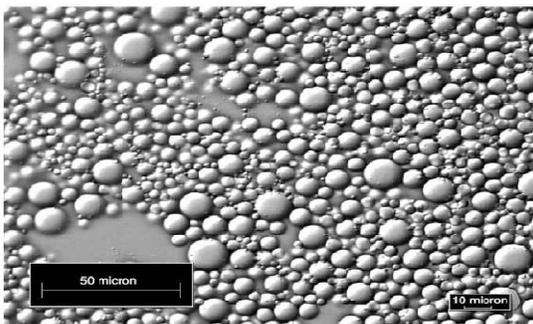


Figure n°4: Un exemple d'une émulsion pharmaceutique huile dans l'eau se composant des gouttelettes d'huile dispersées dans un milieu aqueux.

II. Typologie : émulsions simples et complexes

- ❖ **Les émulsions simples** sont donc des systèmes constitués par un liquide dispersé sous forme de fines gouttelettes dans un liquide non miscible au premier dénommé phase dispersante. Les émulsions huile dans eau (H/E) sont qualifiés d'une émulsion normale (ce sont les plus fréquentes), alors que les émulsions eau dans huile (E/H) sont appelées émulsions inverses, dans la majorité des cas, l'une des deux phases est de l'eau.
- ❖ **Les émulsions multiples** sont des systèmes plus complexe de type H/L/H (hydrophile/lipophile/hydrophile) ou L/H/L (lipophile/hydrophile/lipophile). Ces

émulsions tri phasiques ont été très étudiées mais elles sont principalement utilisées dans le secteur de la cosmétique

Pour réaliser une émulsion il faudra au minimum trois composants :

- Une phase polaire (type eau),
- Une phase apolaire (type huile)
- Un tensio actif TA ou surfactif. le tensioactif utilisé en fonction de sa nature, orientera le type d'émulsion, les émulsions multiples nécessitant obligatoirement deux types de surfactifs

❖ **Les biémulsions** : sont des émulsions contenant deux différentes phases internes de gouttelettes, soit de même nature (mais de taille différentes), soit de nature différentes (quelques soit la taille)[4].

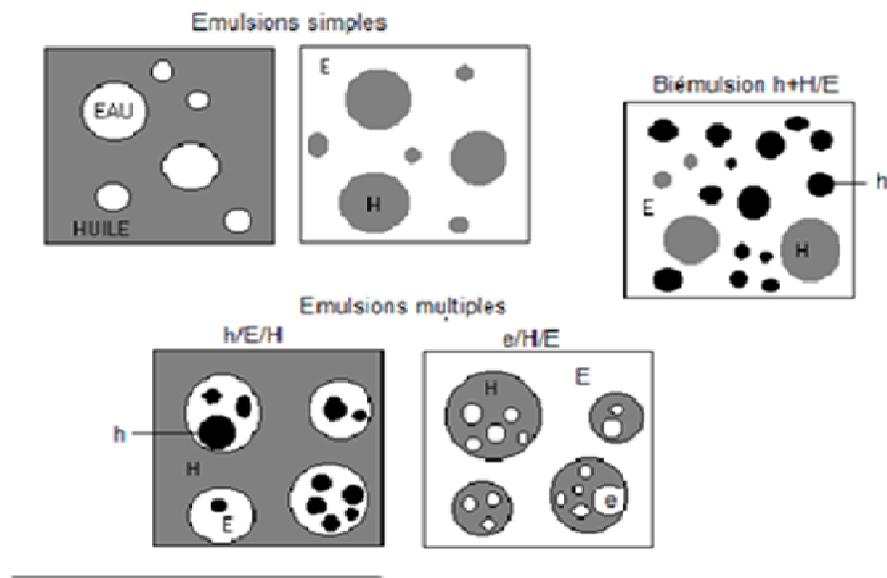


Figure n°5 : Les différents types d'émulsions

III. Différents systèmes sous le terme « émulsion »

III.1 Les macro émulsions : il s'agit des systèmes dispersés hors équilibre comportant deux phases liquides non miscibles. Les émulsions sont des systèmes instables du point de vue thermodynamique, car la séparation des deux phases conduit à une diminution de l'énergie libre. Cependant, la cinétique de grossissement de gouttes peut être suffisamment retardée pour que l'émulsion reste stable pendant une durée déterminée. Le diamètre moyen de ces

émulsions classiques est supérieur ou égal au micromètre. Compte tenu de leur taille, et en fonction de la viscosité de la phase continue, les gouttes des émulsions sédimentent (ou crèment) sous l'effet de la gravité.

III.2 Les nano/mini émulsions : ces deux termes sont utilisés pour nommer des systèmes biphasiques, de taille de gouttelettes comprises entre 20 et 200 nm (Solans et al., 2005). En raison de la taille des gouttes, les nanoémulsions sont transparentes ou translucides à l'œil et sont stables à la sédimentation ou au crémage. La préparation des nanoémulsions exige soit l'utilisation de méthodes hautement énergétiques, comme la microfluidisation, ou bien l'utilisation de méthodes non conventionnelles et complexes, mais de faible consommation énergétique, comme l'inversion de phase. L'avantage des nanoémulsions est leur extraordinaire stabilité au vieillissement et à la dilution.

III.3 Les microémulsions : ce terme est utilisé aujourd'hui pour désigner un système monophasique dans lequel un tensioactif particulièrement performant rend possible la coexistence, à l'échelle quasi moléculaire, des phases eau et huile. Contrairement aux macro ou nanoémulsions, elles sont thermodynamiquement stables

IV. Les propriétés des émulsions

Viscosité : Quand la phase continue est en grand excès, la viscosité de l'émulsion se rapproche de la viscosité de cette phase. Quand la proportion de la phase interne croît, la viscosité augmente progressivement jusqu'à consistance d'une crème épaisse [6]

La taille et la distribution des gouttelettes : Dans une émulsion, la taille des particules dispersées est théoriquement comprise entre 0,1 μm et 10 μm . Selon la taille des particules on peut faire un classement des émulsions [6].

Tableau 1 : l'aspect des émulsions selon la taille des globules

Taille des gouttelettes	Apparence macroscopique
>5 μm	Emulsion grossières ±stables
5 à 1 μm	Emulsion moyennes laiteuses blanches
1 à 0,1 μm	Emulsion fines à reflets bleutés Emulsion légèrement translucides
< 0,1 μm	Microémulsion translucides Solution micellaires

Conductivité électrique : La conductivité est utilisée pour distinguer les émulsions E/H de H/E. La conductivité électrique est très grande quand la phase continue est aqueuse, et elle est faible si la phase continue est huileuse [6]

V. Stabilité des émulsions

Le terme « stabilité des émulsions » désigne la capacité d'une émulsion, à résister aux modifications de ses propriétés dans le temps.

Toutes les émulsions pharmaceutiques sont thermodynamiquement instables et se décomposeront par la suite si elles sont stockées assez longtemps.

Cette instabilité est due à la division en grand nombre des gouttelettes qui font augmenter considérablement la surface de contact entre la phase dispersée et la phase dispersante.

En conséquence, l'énergie libre de surface de Gibbs, ΔG , au niveau de l'interface huile eau devient importante.

$$\Delta G = \gamma \Delta S \quad (\text{Eq 1})$$

γ est le coefficient de tension interfaciale huile-eau.

La stabilité d'une formulation revêt plusieurs aspects : physiques, chimiques et microbiologiques. Pour être stable physiquement, l'émulsion ne doit pas montrer de démixtion, qui peut être provoquée soit par la coalescence, soit par un phénomène de crémage/sédimentation. La stabilité physique inclut aussi une invariance du comportement rhéologique et de la granulométrie.

La stabilité chimique repose sur le fait qu'aucun des composants de l'émulsion ne doit participer à une réaction chimique pouvant soit modifier de manière grave la stabilité physique, soit perturber les propriétés applicatives (aspect, couleur, odeur, efficacité).

Enfin, la formulation, pour être stable microbiologiquement, ne doit pas être un milieu de culture pour levures, moisissures, et germes bactériens.

V.I L'instabilité des émulsions

L'instabilité des émulsions est généralement considérée sous plusieurs aspects.

Différents mécanismes de rupture existent, ils peuvent être réversibles ou irréversibles (Brochette, 1999).

VI.1 Sédimentation et crémage :

Ce sont deux formes de séparation par effets de la pesanteur et de différence de densité des deux phases dispersée et dispersante.

- Le crémage décrit un mouvement ascendant des gouttelettes à cause de leur faible densité par rapport à la phase continue.
- La sédimentation décrit un mouvement de chute des gouttelettes étant donné qu'elles ont une densité plus élevée que le liquide environnant.

Ces deux formes de séparation sont décrites par la loi de stocks, donnant l'expression de la force gravitationnelle qui s'exerce sur la gouttelette en fonction des deux densités:

$$F_g = -\frac{4}{3}\pi r^3(\rho_2 - \rho_1)g \quad (\text{Eq2})$$

Où r est le rayon de la gouttelette, ρ_1 et ρ_2 sont les masses volumiques de la phase continue et dispersée respectivement.

- ✓ Si $\rho_1 < \rho_2$ alors la gouttelette se déplace vers le haut (crémage)
- ✓ Si $\rho_1 > \rho_2$ alors la gouttelette se déplace vers le bas (sédimentation)

Pour limiter ce phénomène, on a plusieurs possibilités :

- réduire la taille des gouttelettes de phase dispersée,
- ajouter un agent qui augmente la viscosité,
- diminuer la différence de densité entre les deux phases,

- éviter l'agrégation des gouttelettes.

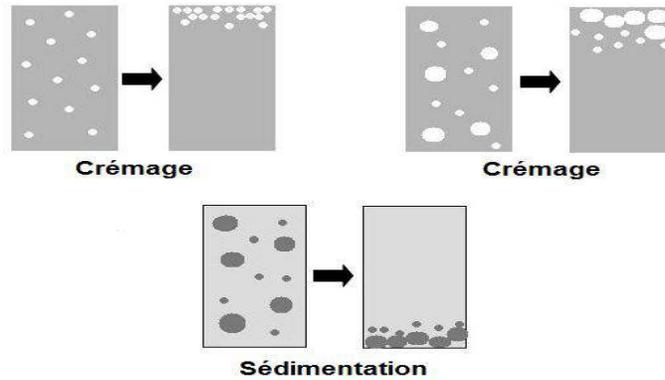


Figure n 6 : Phénomènes de crémage et de sédimentation

VI.2 Flocculation

Ce mécanisme résulte de l'agrégation des gouttelettes due aux interactions attractives. L'énergie d'interactions entre les particules est due à la somme des forces de répulsions électrostatiques et au potentiel d'attraction de type Van der Waals. Ce phénomène peut être réversible lorsque l'attraction est peu énergétique ou irréversible lorsqu'elle est très énergétique.

La flocculation peut être soit avantageuse ou nuisible à la qualité des émulsions. Elle accélère la vitesse de séparation par gravitation dans les émulsions diluées. Elle entraîne également une augmentation marquée de la viscosité d'émulsion, et peut même conduire à la formation d'un gel. La flocculation est néfaste, dans le cas où certains produits pharmaceutiques doivent avoir une faible viscosité.

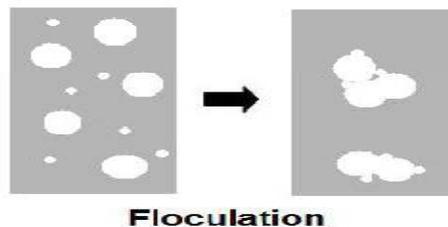


Figure 7 : Phénomène de flocculation

VI.2.1 Type de floculation :

On distinguera les cas suivants :

- **Floculation par interaction de Lifshitz - Van der Waals**, dont la portée est largement augmentée pour des objets microscopiques
- **Floculation par déplétion**, induite par la présence de micelles ou de polymères dans la phase continue. Lorsque deux gouttelettes se rapprochent
- **Floculation par pontage**, provoquée par l'adsorption de polymères de haute masse moléculaire

Pour éviter ce phénomène, il faut :

- éviter le crémage et la sédimentation (car ces phénomènes mettent les gouttes en contact),
- augmenter les répulsions stériques et électrostatiques (en utilisant des tensioactifs ioniques par exemple).

VI.3 Coalescence :

Ce mécanisme, irréversible, résulte de la rupture du film interfacial entre les gouttelettes de la phase dispersée. Deux ou plusieurs gouttelettes fusionnent pour former une goutte plus grosse. Le processus se répétant, l'aire interfaciale devient de plus en plus petite et la phase dispersée démixte, et à terme on revient au système diphasique de départ.

C'est un processus énergétiquement favorable.

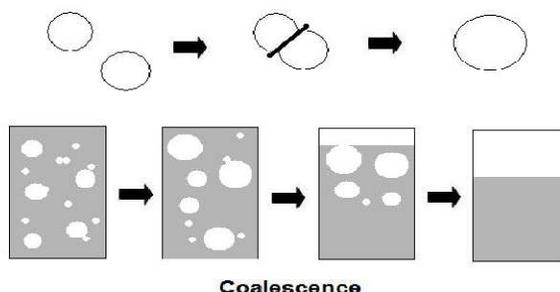


Figure n° 8. Phénomène de coalescence

Pour éviter ce phénomène, il faut

- prévenir la floculation,
- renforcer la résistance du film par le choix du tensioactif.

VI.4 Mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire :

Il existe toujours une solubilité partielle de la phase dispersée dans la phase continue.

A l'issue de l'étape d'émulsification, la population de gouttelettes n'est pas homogène en taille. Il existe un flux de matière des petites vers les grosses gouttes, au travers de la phase continue. Les petites gouttes se vident au profit des grosses, et la granulométrie se modifie puisque les classes de faible taille disparaissent. Ce phénomène irréversible constitue le mûrissement d'Ostwald.

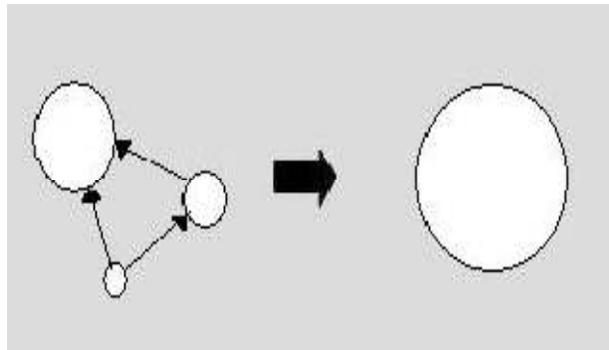


Figure n° 9. Phénomène de mûrissement d'Ostwald

Ce phénomène est en pratique peu gênant dans la plupart des émulsions fabriquées.

Par contre, ce phénomène est prédominant dans le cas de microémulsions.

Ce phénomène peut être évité par :

- monodispersion de la population de gouttelettes,
- diminution de la solubilité en ajoutant du sel dans une émulsion E/H ou un soluté apolaire de masse molaire élevée pour une émulsion H/E,
- tensioactifs faisant barrière à la diffusion de molécules de la phase dispersée.

VII. Agents Tensioactifs

Bien Les émulsions sont des systèmes formés par la dispersion de fines gouttelettes d'un liquide dans un autre, elles contiennent ainsi une phase dispersée et une phase continue. Elles sont en général formées de trois composants : une phase aqueuse, une phase huileuse et un tensioactif.

Pour que l'émulsion soit durable (c'est-à-dire que l'état dispersé demeure lorsque l'agitation mécanique cesse), il est nécessaire d'utiliser un agent émulsionnant ou émulsifiant. Son rôle est de stabiliser le système dispersé en inhibant les phénomènes de dégradation.

Les tensioactifs, les polymères et les solides divisés sont des agents émulsionnants. Ceux les plus largement utilisés sont les tensioactifs.

VII.1 Définition

Les molécules tensioactives comportent deux parties de polarités différentes.

— **Une partie apolaire**, hydrophobe, lipophile, présentant une affinité pour les huiles (soluble dans l'huile).

— **Une partie polaire**, hydrophile, présentant une affinité pour l'eau (soluble dans l'eau).

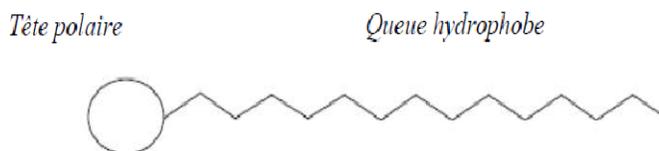


Figure n° 10: Schéma simplifié d'un tensioactif

La partie lipophile est constituée par une ou plusieurs chaînes hydrocarbonée(s) aliphatique(s), linéaire(s) ou ramifiée(s), ou aromatique(s) ou encore alkylaromatique(s). Le caractère hydrophobe croît avec le nombre d'atomes de carbone et diminue avec le nombre d'insaturations. La partie hydrophile, ou tête polaire, est constituée par un ou plusieurs groupements polaires, ionique ou non ioniques.

VII.2 Classification

Les agents tensioactifs sont classés en fonction de la nature de la partie hydrophile puisque celle-ci gouverne leurs propriétés, On distingue les tensioactifs ioniques (anioniques, cationiques, zwitterioniques ou amphotères) et les non ioniques. (T-AC pdf)

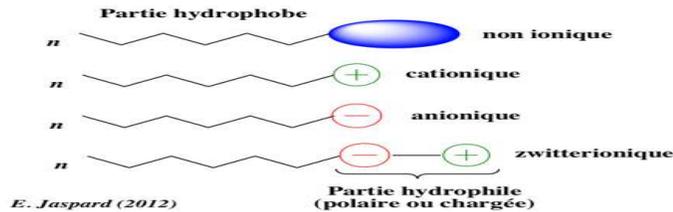


Figure n°11: Les différentes classes de tensioactifs

- **Tensioactifs anioniques** comportent un groupement ionique chargé négativement en solution aqueuse : carboxylate, sulfate, sulfonate ou phosphate. Ce sont les agents tensioactifs les plus utilisés industriellement.



Figure n° 12: Partie hydrophile anionique

- **Tensioactifs cationiques** comportent un groupement ionique chargé positivement en solution aqueuse ; ce sont généralement des sels d'ammonium quaternaire.



Figure n°13: Partie hydrophile cationique

- **Tensioactifs zwitterioniques (amphotères)** comportent deux groupements ioniques, l'un cationique et l'autre anionique, qui se neutralisent au pH isoélectrique. Ils sont par conséquent parfois classifiés comme non ioniques. Les composés tensioactifs zwitterioniques les plus répandus sont les bétaïnes et les sulfobétaïnes.

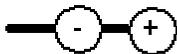


Figure n°14: partie hydrophile amphotère

- **Tensioactifs non ioniques**, l'hydrophilie est apportée par des groupements fonctionnels non chargés (alcool, éther, ester, amide) contenant des hétéroatomes tels que l'azote ou l'oxygène. En raison de la faible contribution hydrophile de ces fonctions, les

composés tensioactifs non ioniques sont le plus souvent polyfonctionnels : polyéthers (tensioactifs polyéthoxylés) ou polyols (tensioactifs dérivés de sucres).



Figure n °15: partie hydrophile non-ionique

VII.3 Propriétés des agents tensioactifs

Il existe deux propriétés essentielles des composés tensioactifs qui permettent de comprendre les phénomènes observés et qui déterminent leurs domaines d'application sont :

— **L'adsorption aux interfaces** qui provoque une diminution des tensions interfaciales. Cette propriété est responsable des phénomènes de mouillage, de dispersion, de détergence et d'émulsification ;

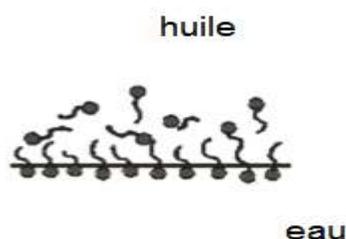


Figure n°16: Forte adsorption, baisse substantielle de la tension interfaciale

— **L'autoagrégation** en solution ou micellisation qui gouverne les propriétés de solubilisation et de microémulsification.

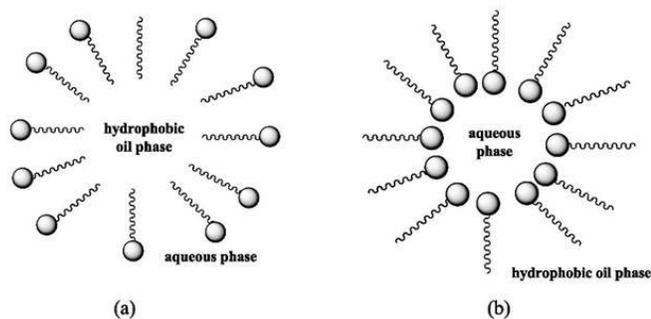


Figure n°17 :autoagrégation des particules

VII.4 Utilisations et critères de choix

VII.4.1 Émulsions

La préparation et la stabilisation des émulsions, dispersions d'un liquide (eau ou huile) dans un liquide non miscible (huile ou eau), requiert la présence d'un ou de plusieurs composés tensioactifs dont le rôle est de diminuer la tension interfaciale eau/huile afin de permettre la dispersion (augmentation de l'aire de l'interface).

Par conséquent, la capacité du tensioactif à diminuer la tension interfaciale entre les deux phases à émulsionner constitue un critère de choix du tensioactif.

D'autres critères de choix plus facilement accessibles peuvent être utilisés. En règle générale, le tensioactif doit présenter une bonne affinité pour la phase continue : l'obtention d'une émulsion de type huile dans eau (H/E) nécessite un tensioactif à caractère plutôt hydrophile et inversement une émulsion de type eau dans l'huile (E/H) fera appel à un tensioactif à caractère lipophile.

Les tensioactifs extraits des plantes sont généralement non ionique, Leurs bonnes propriétés toxicologiques, leur position avantageuse par rapport aux réglementations en vigueur, leur facilité d'approvisionnement, leur bon rapport coût/efficacité, la large variété des produits disponibles, leur compatibilité avec les autres agents tensioactifs et l'étendue de leurs propriétés physico-chimiques sont à l'origine de leur emploi toujours croissant.

CHAPITRE II

LES POLYSACCHARIDES

I.Introduction

Les polysaccharides sont connus et exploités depuis de nombreuses années par l'industrie, à cause de leur abondance, leurs sources renouvelables, leur non-toxicité et leur biodégradabilité. Ils sont origines de plusieurs produits dérivés, après modifications chimiques et biochimiques [17]. Les polysaccharides sont utilisés comme réserves énergétiques par les êtres vivants et aussi pour assurer de nombreuses fonctions biologiques [18]. Ils représentent une classe très intéressante de produits actifs et ils sont identifiés comme composés multifonctionnels, avec plusieurs activités pharmacologiques. [19]

Les polysaccharides constituent l'une des familles les plus variées de biopolymères. Leurs applications dans le domaine industriel et biologique sont innombrables. Ce sont des homo-ou hétéropolymères, d'oses neutres et/ou d'acides; de structure plus ou moins ramifiée, avec ou sans substitution par des groupements tel que l'acétate, le succinate, le pyruvate ou le sulfate. Leurs propriétés rhéologiques (gélifiantes, stabilisantes, émulsifiantes, épaississantes,...) sont mises à profit dans l'agro-alimentaire, l'industrie pétrolière, la cosmétique, les peintures, les adhésifs, les biomatériaux, etc. Leur biocompatibilité confère à ce groupe de biomolécules de vastes possibilités d'utilisation dans l'industrie, particulièrement dans l'industrie chimique, l'industrie pharmaceutique et médicale. Depuis, un certain intérêt particulier est porté aux polysaccharides polyfonctionnels ayant une application dans les domaines biomédicaux. De nombreuses études sont menées sur leurs propriétés immunomodulatrices et immunostimulantes, mais aussi sur leurs activités anti-tumorales et anti-virales, etc... Ce sont les composés polysaccharidiques d'origine végétale, animale, algale ou bactérienne qui attirent l'attention [20].

II.Classification des polysaccharides

Les polysaccharides sont subdivisés en plusieurs classes :

a) Polysaccharides bactériens et fongiques :

Les bactéries et les champignons synthétisent plusieurs types de polysaccharides, ils sont considérés comme principale composante de ces types de micro-organismes.

b) Polysaccharides extraits d'algues :

Ils sont extraits à partir des algues. Les parois cellulaires de l'ensemble des algues contiennent outre la cellulose et l'hémicellulose, une forte proportion de polysaccharides anioniques [20, 21].

c) Polysaccharides animales :

Les polysaccharides animaux appartiennent à la famille des glycosaminoglycanes et sont issus des protéoglycanes[22].

d) Polysaccharides végétales :

Les polysaccharides issus de cette dernière classe d'êtres vivants présentent une variabilité structurale et une richesse de propriétés physico-chimiques, que l'on ne rencontre chez aucune autre classe d'organismes[23]. Les herbes officinales contenant des polysaccharides sont largement utilisées pour le traitement des maladies dans la médecine traditionnelle et moderne.

Les sources de polysaccharides végétaux sont multiples. On distingue :

- Polysaccharides de réserve (amidon, caroube),
- Polysaccharides de structures (cellulose, hémicellulose, pectines),
- Polysaccharides gommes (gomme arabique) et mucilages [23].

Les polysaccharides issus de cette dernière source sont des substances entre lesquelles il n'y a pas de différence de propriétés chimiques précises et possèdent la propriété de gonfler au contact de l'eau et de former des masses gélatineuses ou des solutions colloïdales visqueuses [24].

II. Mucilages

Les mucilages sont des biopolymères intéressants pour la préparation de formulations pharmaceutiques, en raison de leurs hautes capacités de gonflement en présence de l'eau, non-toxicité, faible coût et disponibilité libre. Ce sont des polysaccharides ou glucides complexes

contenant un ou plusieurs monosaccharides ou leurs dérivés liés dans une variété déconcertante de liens et structures. Ce sont des polymères de condensation [25].

Les mucilages sont hétérogènes en composition et les complexes de polysaccharide sont généralement formés à partir des sucres, l'arabinose, le galactose, le glucose, le mannose, la xylose et l'acide uronique [26]. Ils peuvent se produire à des concentrations élevées dans les différents organes de la plante, leur fonction physiologique dans la plupart des cas n'est pas claire. Dû à la forte concentration du groupe hydroxyle dans les polysaccharides, les mucilages ont généralement une capacité de rétention d'eau élevée, ce qui a conduit à l'étude de leur rôle dans les relations de l'eau dans les plantes. Il a été suggéré que l'aptitude du mucilage à hydrater peut offrir un mécanisme aux plantes pour résister à la sécheresse [27].

III.1 Mucilages de graines de fenugrec

Les graines de fenugrec contiennent un pourcentage élevé de mucilage jusqu'à 40%. Bien qu'il ne se dissout pas dans l'eau, le mucilage forme une masse collante visqueuse lorsqu'il est exposé à des fluides. Comme les autres substances contenant le mucilage, les graines de fenugrec gonflent et deviennent lisses quand ils sont exposés à des fluides [28].

les mucilages de fenugrec sont composés à raison de 60 % en poids d'oses, par rapport au poids total de la composition, à savoir de mannose, galactose, glucose, arabinose, xylose, rhamnose, acide D-galacturonique, 50-55 % en poids des oses étant formés de galactomannanes et, à raison de 5 % en poids, de protéines. [29]

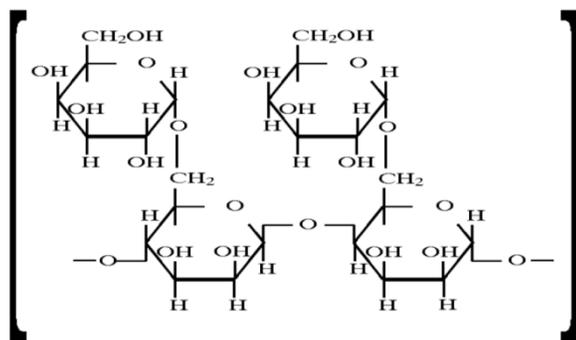


Figure n°3 : structure chimique du mucilage [30].

III.2 Nature botanique et chimique des mucilages

Les mucilages, en raison de leur nature polysaccharidique, représente l'action de l'hydrolyse sur la polymérisation de monosaccharides. Selon le type de produits d'hydrolyse obtenu, ils peuvent être en outre classés dans pentosanes (par exemple xylane) et hexoses (par exemple, l'amidon et la cellulose) [30].

Les mucilages sont des produits physiologiques liés aux gommés, mais ils sont généralement des esters d'acides sulfuriques, le groupe ester étant un polysaccharide complexe. Les mucilages sont des hémicelluloses étroitement liée à la composition, à l'exception des sucres produits par les hémicelluloses qui sont le glucose, le mannose et lexylose, tandis que ceux produits par les mucilages sont la galactose et l'arabinose [31].

III.3 Applications pharmaceutiques des mucilages

Les mucilages possèdent, un polymère complexe de structure ramifiée, pour laquelle ils présentent une forte cohésion et des propriétés adhésives. Ces propriétés sont très utiles dans préparations pharmaceutiques. Par conséquent, les mucilages trouvent diverses applications en pharmacie. Ces polymères sont utilisés comme liants dans la fabrication des comprimés, possédant les propriétés émulsifiantes et gélifiantes. Ils sont aussi utilisés autant qu'agents de suspension, stabilisants, épaississants, comme des agents desintégrants dans les comprimés et des colloïdes protecteurs en suspension [31].

III.3.1 Propriétés thérapeutiques des mucilages

Les propriétés thérapeutiques des mucilages sont reliées à leurs pouvoir hydratant, sa capacité de gonflement en présence de l'eau et de donner des solutions visqueuses et des gels. On peut les classer comme suit:

III.3.1.1 Diminution de la sensation de douleur et du goût

Leur propriété de diminuer la sensation de la douleur est prouvée par l'expérience suivante faite sur une grenouille décapitée: L'expérience a montré que si l'on plonge la patte postérieure de la grenouille dans une solution 0.1 n d'acide chlorhydrique, l'animal la retire immédiatement alors que si l'on ajoute à la même solution un mucilage, il ne la retire pas tout de suite, voire pas du tout.

De même dans le cas d'inflammations des muqueuses des voies respiratoires ou digestives, les substances mucilagineuses ont une action adoucissante de par le fait qu'elles forment sur la muqueuse une couche protectrice empêchant l'accès de substances irritantes.

On les utilise également en douches vaginales, uréthrales, etc. pour calmer les douleurs et les inflammations.

Les solutions mucilagineuses ont également la propriété de diminuer dans une assez forte mesure la sensation du goût, spécialement du goût acide.

III.3.1.2 Rétention d'eau et application prolongée de chaleur humide

On utilise très fréquemment les drogues à mucilages sous forme de cataplasmes. Le but est de produire une accumulation de chaleur et d'humidité, surtout sur les inflammations d'origine infectieuse et aussi d'origine rhumatismale.

III.3.1.3 Pouvoir adsorbant et anti-diarrhéique

Les propriétés anti-diarrhéiques des mucilages sont dues en partie à leur faculté d'adsorber dans l'intestin les substances irritantes, et, ce qui est encore discuté, même les bactéries.

III.3.1.4 Action laxative

Cette action est due aux propriétés qu'ont les substances mucilagineuses de retenir l'eau, de gonfler sous son action et de créer ainsi une certaine pression de gonflement. De cette façon elles vont augmenter le volume du bol intestinal et de par la pression qu'elles exercent sur la paroi intestinale, elles provoquent par voie réflexe l'augmentation des mouvements péristaltiques, ce qui contribue à faciliter l'élimination des selles.

I : Matériel et méthodes

Ce chapitre est consacré à :

- L'extraction du mucilage à partir des graines de fenugrec : « *Trigonella Foenum-graecum* ».
- Une caractérisation physico-chimique du mucilage extrait,
- Détermination des propriétés émulsifiantes du mucilage,
- Application du mucilage dans une émulsion,
- Détermination des propriétés de l'émulsion,
- Etude de l'activité anti-inflammatoire du mucilage ;

I. Matériels :

I.1 Matériel végétal :

La matière végétale est constituée de graines de *Trigonella foenum-graecum*. L'espèce provient de la région d'Ain-Oulmene située à une altitude de 950 m au sud de la wilaya de Sétif, située à une centaine de kilomètre de l'ouest d'Alger. Elle a été récoltée en Avril 2015. Les graines ont été séchées à température ambiante, à l'abri de la lumière et dans des endroits bien aérés et conservées dans des sacs.



Figure n°18 : carte géographique de Sétif (Ain oulmene)



Figure n°19 : les graines de fenugrec

I.2 Réactifs

Tableau 2 : les réactifs utilisé

Produits	marques	Pureté %
L'éthanol	Applichem Panreac (Espagne)	96
L'acétone	Applichem Panreac (Espagne)	99
paraffine liquide	Fisher chemical	99.7
Carbopol	Lubrizol	99
Tween 80	First chemical	99
Xylène	Applichem Panreac (Espagne)	99,5

II. Extraction et isolation du mucilage

Suite au problème majeur rencontré dans l'extraction du mucilage et à cause de sa grande capacité de gonflement qui le rend difficile à isoler. Deux méthodes ont été choisies, utilisant deux solvants de polarité différentes, pour l'extraction et l'isolation du mucilage à partir des graines de *Trigonella Foenum-graecum*.

II.1 méthode d'extraction 01 :

Le mucilage a été obtenu suivant le procédé proposé par Neela M. Bhatia¹ et al [40]. 100 g de graines de fenugrec a été trempé dans 1 litre d'eau distillé pendant 12 heures à température ambiante. Par la suite, le mélange a été filtré en utilisant une pompe à vide. Ensuite, les particules restantes ont été séparées par passage à travers un tissu de mousseline. Le filtrat obtenu a été séparé avec de l'acétone (rapport 1/1). Afin d'obtenir le mucilage précipité. L'extrait obtenu a été séché dans une étuve de type Mommert à 45 ° C pendant 12 h. Le produit obtenu a été broyé en poudre, tamisé et pesé pour calculer le rendement. Le schéma suivant (figure 20) présente les différentes étapes de l'extraction du mucilage.

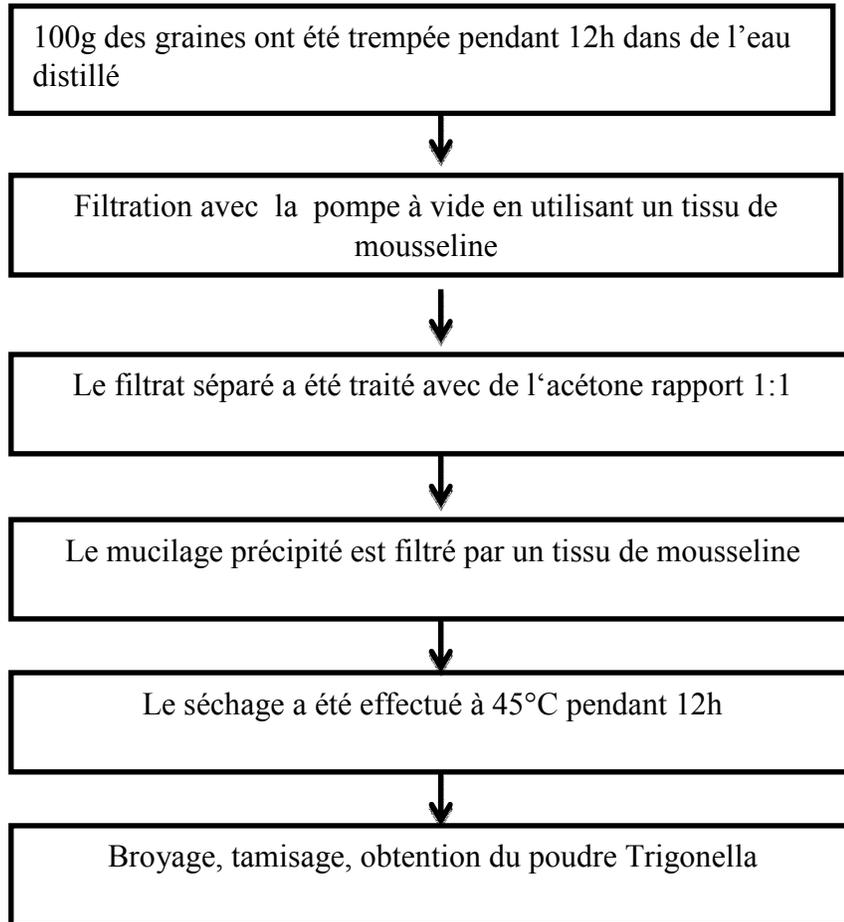


Figure 20 : Schéma d'extraction du mucilage des graines de *Trigonella foenum graecum*

II.2 Méthode d'extraction 02 :

Le mucilage a été extrait à partir de la matière végétale en suivant deux étapes. [41]

1ère étape : extraction

Les graines ont été lavées, séchées à température ambiante pendant 5h à l'abri de la lumière et dans un endroit bien aérés. Les graines sont portées dans l'eau à l'ébullition pendant 1h. Les particules mis en ébullitions sont séparées par filtration en utilisant un tissu de mousseline. Le marc est retiré, Ensuite, il est porté au réfrigérateur pour refroidissement (voir annexe 1).

2^{ème} étape: Isolation de mucilage

Le filtrat obtenu est mélangé avec l'alcool éthylique (1 :1). Le mucilage précipité est filtré sur un tissu de mousseline. Le produit obtenu est séché dans le four à une température de 50°C pendant 12h.

Le schéma directeur de l'extraction du mucilage est présenté sur la figure 21.

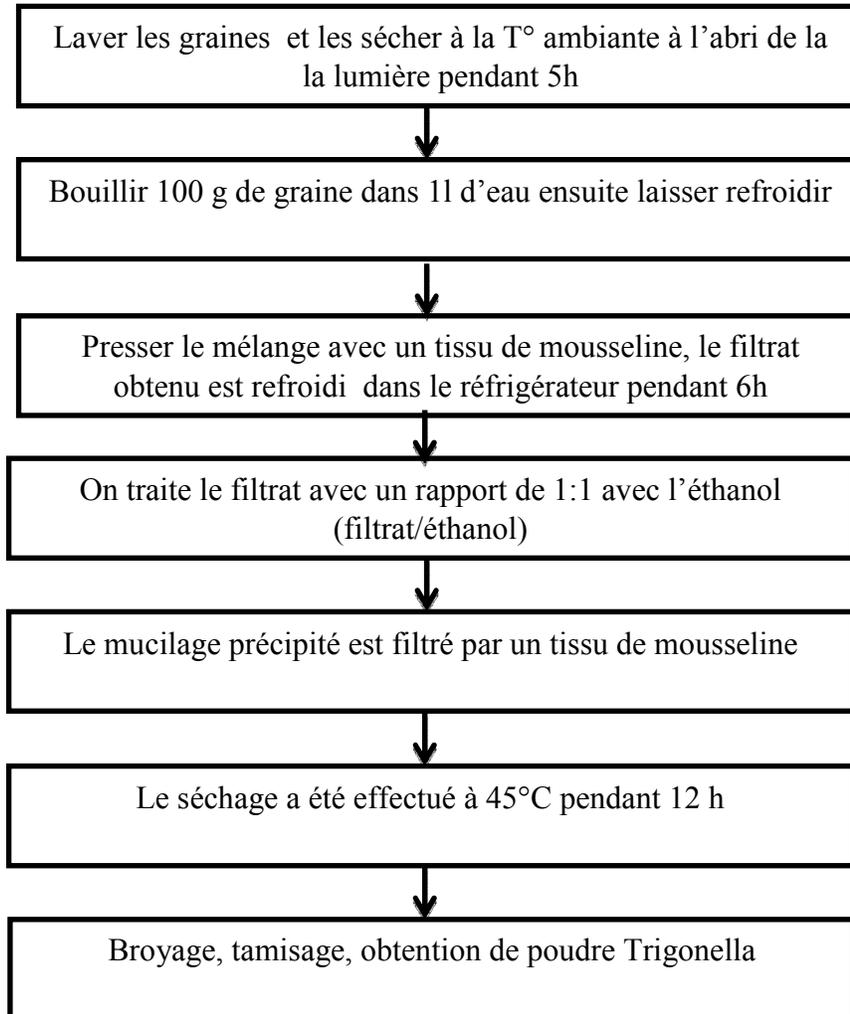


Figure 21: Schéma d'extraction du mucilage à partir des graines de *Trigonella foenum graecum*

III. Calcul du rendement

Le rendement est défini comme étant la quantité en (g) de mucilage extrait par rapport à la quantité initial des graines de fenugrec en (g). Il est exprimé par l'équation suivante :

$$R = M_e / M_0 \times 100 \quad (\text{Eq 4})$$

Avec : M_e : masse du mucilage extrait ;

M_0 : masse initiale des graines de fenugrec ;

IV. Caractérisation physico-chimique du mucilage extrait

Les propriétés organoleptiques (aspect, couleur, odeur, rupture, texture) et les caractéristiques physico-chimiques du mucilage extrait par les deux méthodes ont été déterminées.

IV.1 Détermination du pH

Le pH du mucilage a été déterminé dans une solution aqueuse du mucilage (poids/volume de 1%). Le pH de la solution a été déterminé à l'aide d'un pH-mètre numérique de marque wtw inoLab pH level 1(voir annexe1)[41].

IV.2 Mesure de l'indice de gonflement

Les caractéristiques de gonflement du mucilage des graines du *Trigonella Foenum-graecum* ont été examinées dans l'eau distillée.

L'indice de gonflement est le volume de l'eau distillé en ml occupé par 1 g de la substance. Les index de gonflement du mucilage choisis ont été déterminés en adoptant les étapes suivantes :

Dans 25 ml d'eau distillé, on ajoute 1g du mucilage. Le mélange est agité chaque 1h pendant 10 min, ensuite la solution est mise en repos pendant 24h à la température ambiante. Après repos, le volume occupé par le mucilage a été mesuré. Le procédé a été répété trois fois et la valeur moyenne a été calculée. [41].

IV.3 Capacité de rétention d'eau

La capacité de rétention d'eau a été mesurée suivant la méthode modifiée de Chau et de Cheung (1998) [42]. 0,25 g de l'échantillon a été ajouté à 25 ml d'eau distillée, mélangé avec l'agitateur magnétique pendant 15 mn, et centrifugé à 10000 tours pendant 30 mn. Le surnageant obtenu a été enlevé, l'échantillon humide a été pesé par la suite pour déterminer la capacité de retenue d'eau selon l'équation suivante [42].

$$\text{capacité de rétention d'eau} = \frac{\text{poids d'echa humide} - \text{poids d'echa sec}}{\text{poids d'échantillon sec}} \quad (\text{Eq 5})$$

IV.4 Absorption de l'huile

La poudre du mucilage a été employée pour déterminer l'absorption d'huile par la méthode modifiée de Raghavendra et al [42].

Dans 10 ml d'huile raffinée, ajouter 0,5g de l'échantillon, mélanger en utilisant l'agitateur de Vortex pendant 1 min. Laisser le mélange en repos pendant 30 min à température ambiante, puis centrifuger à 10000 tours pendant 30 min.

Le tube a été maintenu à l'envers pendant 1 mn. L'absorption de l'huile par le surnageant a été enlevé, enfin pesé le poids absorbé par huile témoin et a calculé l'absorption d'huile. L'absorption de l'huile est déterminé selon l'équation suivante :

$$\text{Absorption d'huile} = \frac{\text{poids d'échantillon huile absorbé} - \text{poids d'échantillon sec}}{\text{poids d'échantillon sec}} \quad (\text{Eq6})$$

IV.5 Propriétés rhéologiques

Dans le but de déterminer le comportement rhéologique de notre mucilage, la détermination de la viscosité a été déterminée en étudiant l'influence de la concentration et la température sur la viscosité, utilisant le rhéomètre de type MCR Anton Paar (Voir annexe 2).

La poudre du mucilage a été dissoute dans l'eau distillée pour préparer des solutions de mucilage à différentes concentrations (w/w): 5%, 7% et 9%. La solution a été maintenue à 4°C pendant 12 heures pour accomplir l'hydratation [42].

IV.6 Capacité d'émulsion :

Le mucilage de la poudre a été utilisé pour déterminer la capacité d'émulsion (Obatolu et al,2001). Les échantillons ont été pesés avec précision (1,0 g), dissous dans 50 ml d'eau distillée, on l'ajoute avec 50 ml d'huile d'amande. On prépare ensuite l'émulsion en homogénéisant pendant 1 min, et centrifugé à 4100 tr pendant 5 min. finalement mesurée la hauteur de la couche émulsionnée comparée avec la hauteur totale et calculé la capacité d'émulsion par l'équation suivante [42].

$$\text{capacité d'émulsion} = \frac{\text{la couche émulsionné} \times 100}{\text{la hauteur total}} \quad (\text{Eq 8})$$

IV.7 Propriétés d'écoulement de la poudre

Elles correspondent à l'état divisé de matière ou de substance solide. À partir de cet ensemble de particules, on aura un grand nombre de particularités et un grand nombre de propriétés que nous verrons tout au long du cours. La caractérisation de la poudre est une opération clé pour le domaine pharmaceutique, cette opération permet d'atteindre les spécifications et les propriétés d'usage des produits formulés car elle est responsable en grande partie de l'homogénéité du produit à l'échelle requise. Pour la détermination des propriétés d'écoulement, un dispositif mécanique est prévu pour faciliter la mise en mouvement des poudres.

On détermine des paramètres qui vont nous orienter dans le développement du médicament. Ces paramètres sont les suivants :

- Aptitude au tassement : Une bonne aptitude de tassement est une différence la plus faible possible (il ne faut pas qu'elle dépasse 20 ml).
- Indice de compressibilité: Plus cet indice est faible meilleure est l'écoulement.
- Indice de Hausner : Plus cet indice est faible meilleure est l'écoulement. Cet indice est en rapport avec les frictions entre les particules

IV.7.1 Densités en bloc et tapées

Les quantités pesées de mucilages ont été versées dans un cylindre gradué, on enregistre le volume, par la suite les poudres ont été soumises au tassement dans un appareillage de densité de la masse jusqu'à l'obtention d'un volume constant [41].

La densité en bloc (brute) et la densité tapée des mucilages ont été déterminées par les étapes suivantes :

- Peser 10 g de mucilage,
- Verser dans une éprouvette de 25 ml,
- Mettre sur le densi-tape de type Jinling (voir annexe 2),
- Noter le volume avant que l'éprouvette se mette en tassement
- Après 10 chutes (à peu près 10 sec) on note le volume V_{10} ,

- Après 500 chutes (à peu près 300 sec) on note le volume V_{500}

Le calcul de ces densités se fait par l'équation suivante :

$$\rho_{\text{brute}} = \text{masse} / \text{volume en bloc} \quad \text{g/ml} \quad (\text{Eq9})$$

$$\rho_{\text{tapée}} = \text{masse} / \text{volume tapé} \quad \text{g/ml} \quad (\text{Eq 10})$$

V.7.2 Indice de compressibilité

L'index de compressibilité donne la propriété importante des granulés, appelé indice de carr ou indice de coulabilité peut être calculé selon le rapport suivant :

$$I_c = 100 \times (\rho_{\text{tapée}} - \rho_{\text{brute}}) / \rho_{\text{tapée}} \quad (\text{Eq 11})$$

V.7.3 Indice de Hausner

On peut aussi calculer le ratio de hausner qui représente l'état de friction interparticulaire.

On le calcule ainsi :

$$R_h = \rho_{\text{tapée}} / \rho_{\text{brute}} \quad (\text{Eq 12})$$

V. Identification du mucilage par FTIR infrarouge

La FTIR est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques d'identifier les fonctions chimiques présentes. Les mesures par transformée de Fourier des absorbances permet d'effectuer le dosage à des teneurs et quantités de matières très faibles. On accède ainsi directement à la structure moléculaire des matériaux analysés

L'échantillon en poudre du mucilage isolé à partir de graines de fenugrec a été incorporé à un support de KBr.

Les pastilles de KBr, contenant l'échantillon en poudre du mucilage isolé à partir de graines de fenugrec à étudier a été analysé par spectroscopie FTIR , à l'aide d'un appareil spectroscopie (Perkin Elmer Spectrum RX I, USA). Ces pastilles ont été placées dans le porte-échantillon. Le balayage spectral a été pris dans la région de longueur d'onde entre 4000 et 400 cm^{-1} à une résolution de 4 cm^{-1} avec une vitesse de balayage de 1 cm/sec [43].

VI. Détermination des propriétés émulsifiantes du mucilage

VI.1. Mesure de la conductivité :

La conductivité permet d'avoir la classe de tensioactif (anionique, cationique et non ionique)

On prépare des solutions du tensioactif de différentes concentrations : 0.05, 0.3, 0.5, 1, 1.5 et 2 g/l en mesurant leurs conductivités à l'aide d'un conductimètre de type hanna EC214 [41].

IV.2 .Détermination de la tension de surface et de la concentration micellaire critique :

La tension superficielle du soluté à différentes concentrations en agent tensioactif ont été mesurées directement à l'aide d'un tensiomètre. La mesure de la tension superficielle a été effectuée à la température $20 \pm 1^\circ\text{C}$, et a été répétée trois fois et une valeur moyenne a été calculée.

La concentration micellaire critique (CMC) est déterminée à partir du point d'arrêt de la tension superficielle (obtention des valeurs presque constantes). Pour le calibrage de l'instrument, la tension superficielle de l'eau comme référence a été mesurée avant chaque expérience.

IV.3 pouvoir émulsionnant [45]

Le test consiste à mélanger 3 ml d'huile d'amande avec des solutions (mucilage/eau) ayant différentes concentrations puis homogénéiser les deux phases avec le mélangeur type Vortex VWR, collection VV3 pendant 2 min (voir annexe 2). Les tubes sont laissés au repos pendant 24h à température ambiante. Le calcul de l'index d'émulsion est donné par l'équation suivante :

$$E_{24} = (H_e/H_t) \times 100 \quad (\text{eqt13})$$

D'où

H_e : hauteur de l'émulsion

H_t : hauteur total de mélange

VII. Application du mucilage dans une émulsion

Dans le but de vérifier les propriétés émulsifiantes du mucilage isolé par les deux méthodes d'extraction, une application a été réalisée dans une émulsion pour évaluer et observer le comportement du mucilage autant qu'agent émulsifiant, dans la structure et la stabilité de l'émulsion [46].

Matériel utilisé (voir annexe 3)

- Plaque d'agitation
- Homogénéisateur rotor/stator
- Microscope optique
- PH-mètre
- Centrifugeuse
- Conductimètre
- Rhéomètre
- Verrerie courante de laboratoire

Produit utilisé :

- Paraffine liquide
- Tween 80
- Carbopol
- Eau purifiée
- Solution de NaOH
- Mucilage

VII.1.1 Procédé d'émulsification

Trois émulsions ont été réalisées dont deux avec le mucilage obtenu par les deux procédés et la troisième représente avec le tween 80 (tensioactif).

Il s'agit de préparer deux phases l'une aqueuse et l'autre huileuse puis les mélanger en obtenant une émulsification stable.

➤ **Phase aqueuse :**

Disperser le carbopol (0.6g) dans l'eau (qsp 100g) sous une forte homogénéisation (85000 t/min) jusqu'à l'obtention d'une dispersion lisse sans agrégat, puis ajuster le pH de cette dernière à 7 avec la solution de NaOH

➤ **Phase huileuse :**

Mélanger dans un bécher, sous agitation la paraffine liquide (30g) et le mucilage (1g)/ le tween (1g) pendant 5 min.

➤ **Emulsification :**

Verser la solution de carbopol sur la solution huileuse, sous une faible homogénéisation pendant 20 min.

VII.1.2 Caractérisation de l'émulsion

a) Aspect

L'émulsion est étalée sur un support solide (papier aluminium par exemple) et analyser l'aspect et la couleur à l'œil nu

b) Sens d'émulsion

Les émulsions de type H/E sont colorée par les colorants hydrosolubles, quelques gouttes de bleu de méthylène sont ajouté pour montrer le sens d'émulsion

c) Examen microscopique

Le microscope optique est une méthode d'analyse usuelle pour la multiplicité des systèmes, cette méthode permet d'avoir une idée sur la taille des globules aqueuse internes souvent de l'ordre du micromètre.

d) Test de vieillissement accéléré par centrifugation

L'indice de crémage permet de vérifier la stabilité d'émulsion. Il est mesuré à l'aide de la centrifugeuse réglé à 45 tour/ min.

e) Détermination de pH

Cette détermination se fait avec de pH mètres

f) Etude rhéologique

L'objet de la rhéologie est l'étude du comportement mécanique, c'est-à-dire des relations entre la déformation et les contraintes de la matière. Le comportement rhéologique de l'émulsion a été étudié par la courbe d'écoulement.

g) Test de stabilité :

Les échantillons sont stockés à des températures et pendant des durées définies suivant une procédure bien établie. Les températures du stockage varient généralement entre 4 et 6°C pendant une période allant jusqu'à 3 mois.

VIII. Etude de l'activité anti-inflammatoire du mucilage

L'étude de l'activité anti-inflammatoire du mucilage de *Trigonella foenum graecum* a été réalisée selon la méthode de l'œdème de l'oreille de la souris induit par le xylène [47].

VIII.1. Principe

L'injection de xylène sous l'œdème de l'oreille de la souris provoque une réaction inflammatoire qui peut être réduite par un produit anti inflammatoire. Cette étude permet de comparer la réaction de l'œdème après administration de l'extrait à tester (mucilage) et du produit de référence (diclofenac de sodium).

VIII.2. Protocole expérimental

Le protocole est donné selon la méthode décrite par Dev et al [47].

Les Souris expérimentales aléatoirement choisies ont été divisées en 4 lots homogènes de 5 souris par lot

- Véhicule administré (Xylène)
- drogue standard (Diclofenac de sodium, 10 mg/kg de poids corporel)
- deux doses différentes d'extrait (mucilage) (250 et 500 mg/kg de poids corporel)



Figure n°23 : les 4 groupe des souris

Après une heure d'administration des drogues citées ci-dessus, 0.01 ml de xylène a été appliqué sur les surfaces antérieures et postérieures de l'oreille droite de chaque souris. Après une heure de l'application de xylène, les souris ont été sacrifiées et les oreilles traitées et non traitées ont été coupées en utilisant un presseuse de 7 millimètres de diamètre en tant que sections circulaires et pesées.



Figure n°24 : Application de xylène et la coupe des oreilles

La différence du poids entre les sections non traitées et traitées d'oreille a été calculée par la relation suivante :

Le pourcentage d'augmentation des poids de l'oreille (% d'œdème)

$$\% \text{ d'œdème} = \frac{M \text{ des poids de l'oreille droite} - M \text{ des poids de l'oreille gauche}}{M \text{ des poids de l'oreille droite}} \quad (\text{Eq 14})$$

MATERIEL ET METHODES

Le pourcentage d'inhibition de l'œdème est calculé par rapport au groupe témoin selon la formule suivante :

$$\% \text{inhibition} = \frac{\% \text{ de l'œdème témoin} - \% \text{ de l'œdème essai}}{\% \text{ de l'œdème témoin}} \times 100 \quad (\text{Eq 15})$$

II. RESULTATS ET DISCUSSION

I. Extraction du mucilage de *Trigonella foenum graecum*

I.1. Rendement du mucilage

Le rendement du mucilage extrait par les deux méthodes est représenté dans le tableau suivant :

Tableau 3 : Rendement du mucilage

Le procédé	01	02
Le rendement	9%	7.89 %

Les résultats obtenus montrent que le rendement du mucilage des graines de fenugrec algérienne, extrait par le procédé 1 est de l'ordre de 9% ; supérieur au rendement obtenu avec le deuxième procédé (7,89%). Ces résultats sont légèrement inférieurs à ceux de la littérature [41] où le rendement était de l'ordre de 10% et 11% .

I.2. Propriétés organoleptiques des mucilages

Les propriétés organoleptiques (couleur, odeur, rupture et texture) du mucilage ont été déterminées.

Tableau 4 : les Propriétés organoleptiques des mucilages

Les propriétés	Mucilage 01	Mucilage 02
Couleur	Marron clair	Marron foncé
Odeur	Inodore	Inodore
Rupture	Rugueux	Rugueux
Texture	Rugueux et irrégulier	Rugueux et irrégulier



Figure n° 25 : le mucilage 01 avant (a) et après le séchage, broyage (b)

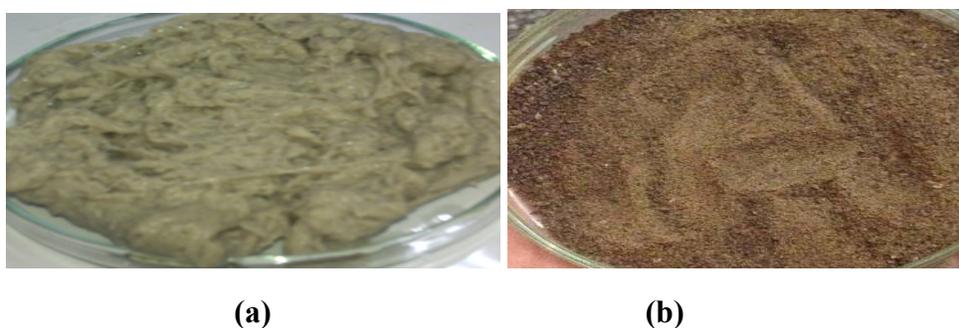


Figure n° 26 : le mucilage 02 avant (a) et après le séchage, broyage (b)

II. Propriétés physico-chimiques

II.1. pH de mucilage

Les valeurs du pH sont présentées dans le tableau suivant.

Tableau 5 : résultats du pH de deux mucilages

	mucilage 01	mucilage 02
PH	7,7	7,8

Le mucilage de fenugrec représente un pH neutre (7.8 , 7.7) ; ces résultats sont conformes à ceux de la littérature (7.9 , 7.0).

II.2. Indice de gonflement du mucilage :

Les résultats de l'indice de gonflement effectué sur le mucilage sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau 6 : résultats de l'indice de gonflement

	mucilage 01	Mucilage 02
Indice de gonflement	65%	72%

Le mucilage obtenu par les deux méthodes d'extraction a présenté un indice de gonflement de l'ordre de 65% et 72% respectivement. Selon Shubham Verma et al [41], ils ont vérifié que si l'indice de gonflement soit supérieure à 60%, l'espèce possède de bonnes propriétés de gonflement.

II.3. Capacité de retenue d'eau

La capacité de retenu d'eau a donné les résultats suivants :

- Le mucilage 1 : 12.04 g/g
- Le mucilage 2 : 11 .2 g/g

Les résultats obtenus sont comparables à celle de la même espèce d'origine Indienne (11.7 g/g) [41]. Le mucilage de Trigonnella a une forte capacité de retenue d'eau.

II.4. Absorption d'huile

La capacité de retenu d'huile est :

- Mucilage 1 : 1.16 g/g
- Mucilage 2 : 0.96g/g

Ces résultats (1.16, 0.96 huile g/ poids sèche g) sont comparables à celles de l'origine indienne [41] (4.41 huile g/ poids sèche g). Ces résultats signifient que le mucilage présente une faible absorption d'huile.

II.5. Comportement rhéologique du mucilage

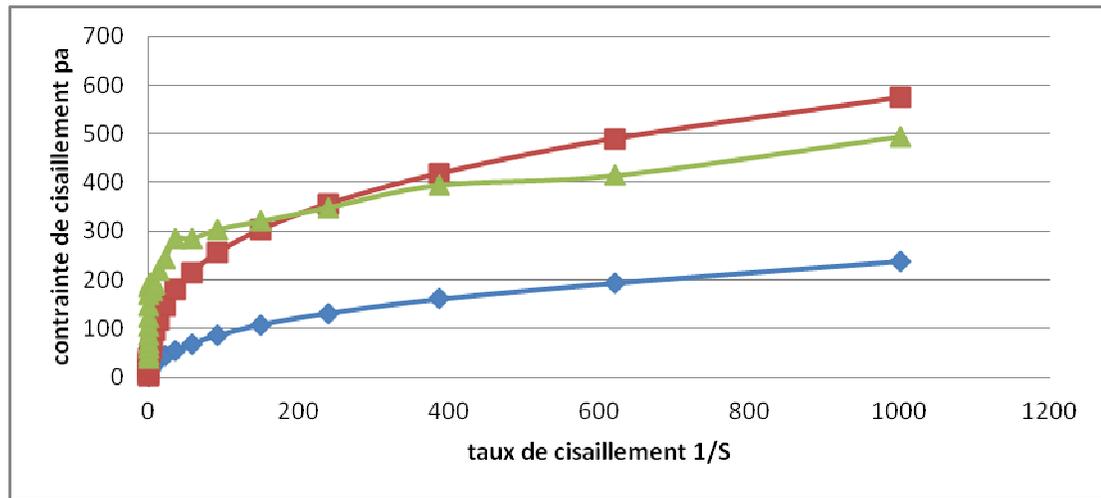
Les figures n°27 et n°28 représentent les courbes d'écoulement du mucilage à différentes concentrations (5%, 7%, et 9%). Ces courbes obéissent à loi de puissance (Ostwald-De-Waele) (eqt 16). Les résultats sont exprimés en valeurs du coefficient d'uniformité (k) et de l'index de comportement d'écoulement (n) suivant les indications suivantes

$$\tau = K\gamma^n \quad \text{Eq (16)}$$

La solution du mucilage à différentes concentrations de 5%, de 7% et de 9% (w/w) possède un comportement d'écoulement pseudoplastique. L'examen des figures montrent que la contrainte de cisaillement augmente en fonction du taux de cisaillement augmente.

La concentration la plus élevée (9%) présente les contraintes plus élevées.

Mucilage 01:

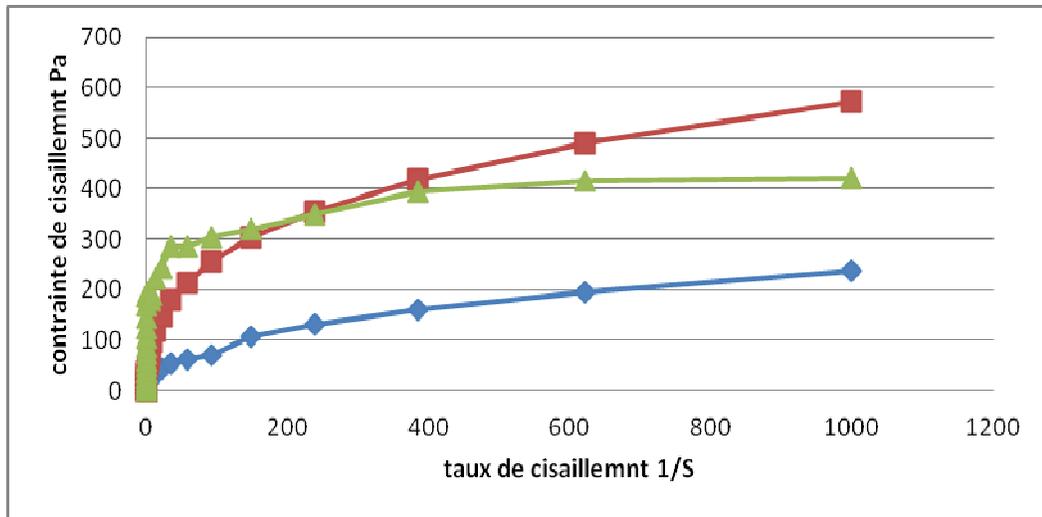


— Mucilage 5% — Mucilage 7% — Mucilage 9%

Figure n° 27 : Rhéogrammes de solution du mucilage 01 à différentes concentrations, contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement

Mucilage 02:

RESULTATS ET DISCUSSION

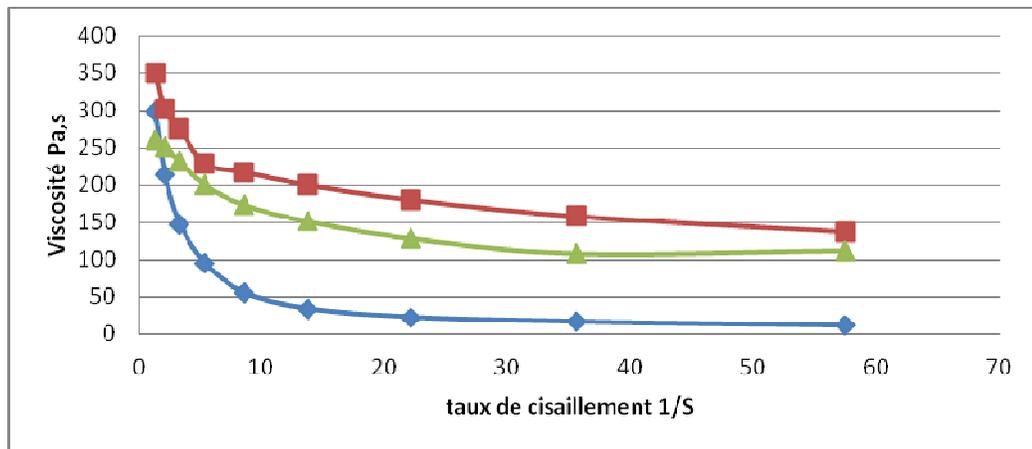


—■— Mucilage 5% —▲— Mucilage 7% —■— Mucilage 9%

Figure n° 28 : Rhéogrammes de solution du mucilage 02 à différentes concentrations, contrainte de cisaillement en fonction de taux de cisaillement

Les figures (n°29 et 30) présentent les courbes d'équilibres viscosité en fonction du taux de cisaillement.

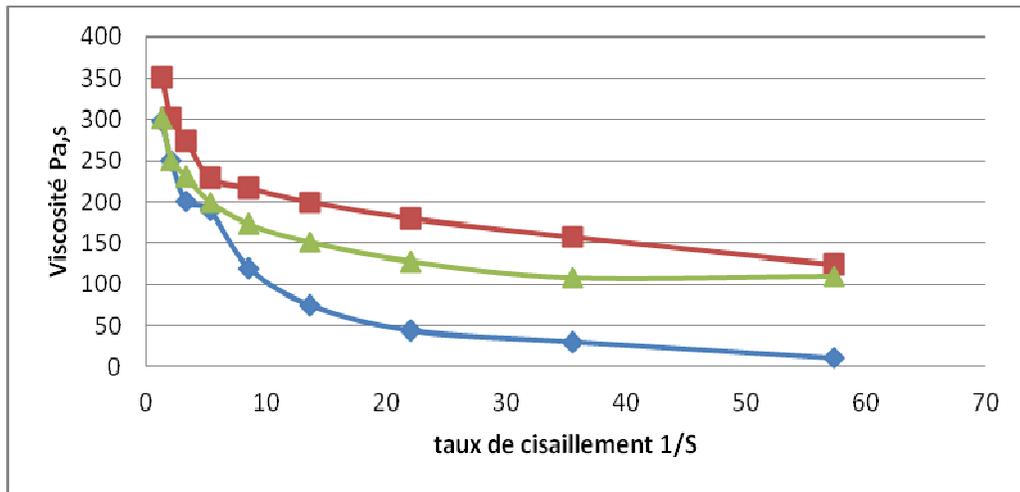
Mucilage 01:



—■— Mucilage 5% —▲— Mucilage 7% —■— Mucilage 9%

Figure n° 29 : Rhéogrammes de solution du mucilage 01 à différentes concentrations, viscosité en fonction du taux de cisaillement

Mucilage 02:



— Mucilage 5% — Mucilage 7% — Mucilage 9%

Figure n °30: Rhéogrammes de solution du mucilage 02 à différentes concentrations, viscosité en fonction de taux de cisaillement

II.6 Capacité d'émulsion :

La capacité d'émulsion est de l'ordre de 76,25%, cette valeur indique et montre une bonne capacité d'émulsification et une stabilité de l'émulsion. Cette stabilité a été vérifiée par des tests de centrifugation où notre émulsion a été soumise à une série de vitesse de centrifugation de l'ordre de 3000tr/min, 4000 tr/min pendant 10 min ; 15min et 30min. Après cette opération, on a remarqué l'absence de phénomènes de sédimentation ou de crémage. Il n'y'a pas de séparation de phase.

II.7 Propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage

Les résultats des propriétés d'écoulement de la poudre : Densités en bloc et tapées, Indice de compressibilité, Indice de Hausner sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau n°7 : Propriétés d'écoulement de poudre

Propriétés d'écoulement	Mucilage 01	Mucilage 02
Densité en tapés g/ml	0,740	0,833
Densité en bloc g/ml	0,645	0,714
Indice de compressibilité	12,83	14,28
Indice de hausner	1,16	1,15

RESULTATS ET DISCUSSION

En comparant nos résultats a celle de la littérature implique dans le tableau n°8

Tableau n°8 : échelle d'aptitude à l'écoulement

<i>Indice de compressibilité</i>	<i>Aptitude à l'écoulement</i>	<i>Indice de Hausner</i>
1-10	Excellente	1,00-1,11
11-15	bonne	1,12 -1,18
16-20	Assez bonne	1,19- 1,25
21-25	Passable	1,26 -1,34
26-31	Médiocre	1,35 -1,45
32-37	Très médiocre	1,46- 1,59
> 38	Extrêmement médiocre	>1,6

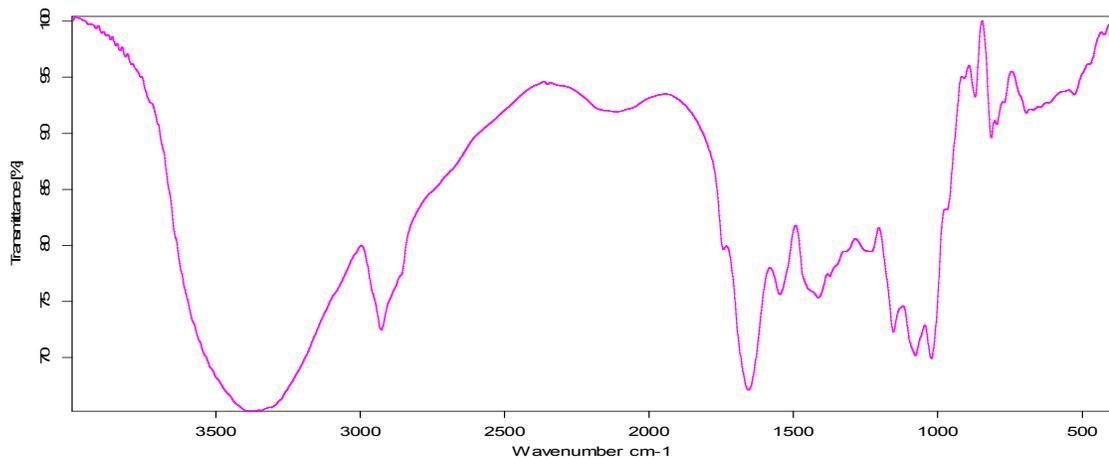
Densité en bloc et tapées : densité apparente plus élevée donc ces mucilages ont une bonne aptitude au tassement

Indice de compressibilité : plus l'indice est faible meilleur est l'écoulement

Indice de hausner : plus l'indice de hausner est faible meilleur est l'écoulement

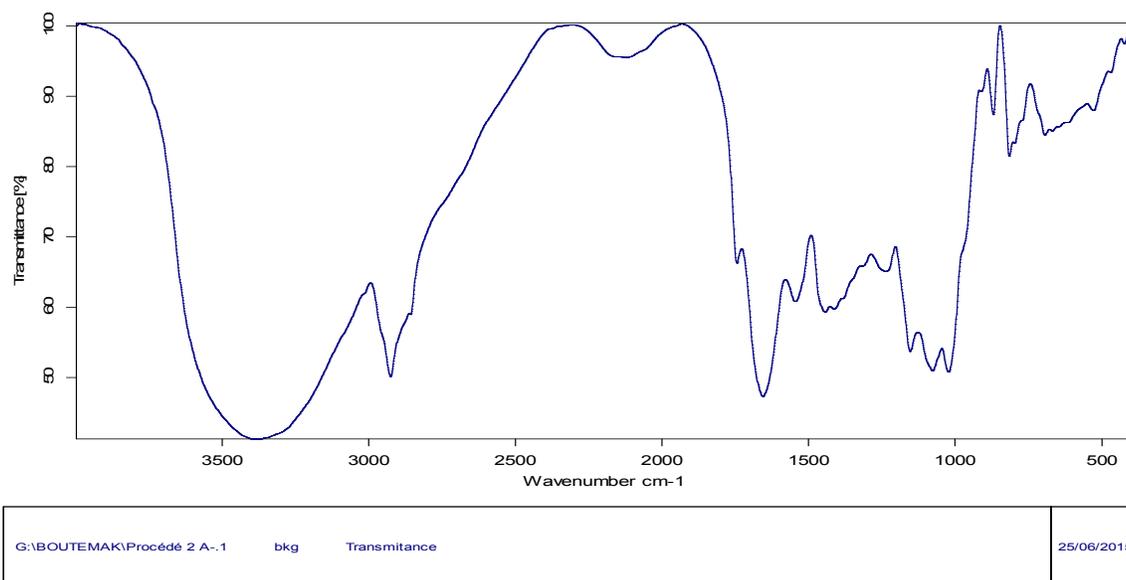
- D'après l'échelle d'aptitude à l'écoulement décrit par la pharmacie galénique et à partir les résultats qu'on a obtenu on ne constate que les deux mucilages ayant une bonne propriété d'écoulement

III .Identification du mucilage par FTIR



G:\BOUTEMAK\Procédé 1 S-.1	bkg	Transmittance	25/06/2015
----------------------------	-----	---------------	------------

Figure n° 31 : spectres FTIR du mucilage 1 isolé de fenugrec



Seite 1 von 1

Figure n° 32 : spectres FTIR du mucilage 2 isolé de fenugrec

Tableau n°9 : Résultats de l'analyse FTIR du mucilage

Assignement	Fréquence (cm ⁻¹)
-OH	Entre 3511,6 et 3154,3
-CH	2 923
-CH 3	Entre 2920,0 et 2852,4 cm-1
une liaison éther R-O-R'	1450-1400 cm-1
-CO	1017,7 cm-1

D'après les résultats prouvés par (Kamit K. Nayak et al) [41], l'étude par spectroscopie d'IR a indiqué la présence du groupe de liaisons caractéristiques dans le mucilage extrait du *Trigonella foenum graecum*.

Les spectres FTIR de mucilages isolé de fenugrec sont présentés dans les figures 31 et 32. Ces résultats ont confirmé que le mucilage isolé était mucilage de graines de fenugrec.

III. Détermination des propriétés émulsifiantes :

III.1. Mesure de la conductivité

La mesure de la conductivité à l'aide d'un conductimètre les résultats sont les suivantes :

RESULTATS ET DISCUSSION

Mucilage 1

Tableau n° 10 : valeur de la conductivité de mucilage 01

Concentration	0.05	0.3	0.5	1
Conductivité us	0,117	0,137	0,169	0,200
Conductivité ms	00	00	00	00

Mucilage 2

Tableau n° 11 : valeur de la conductivité de mucilage 02

Concentration	0.05	0.3	0.5	1
Conductivité us	0,136	0,148	0,158	0,182
Conductivité ms	00	00	00	00

D'après les résultats qu'on a obtenus (00 ms) on ne conclue que notre mucilage de classe non ionique.

III.2 Détermination de la tension de surface et de la concentration micellaire critique :

La variation de la tension superficielle en fonction de la concentration des mucilages est illustrée sur les deux figures.

Mucilage 1

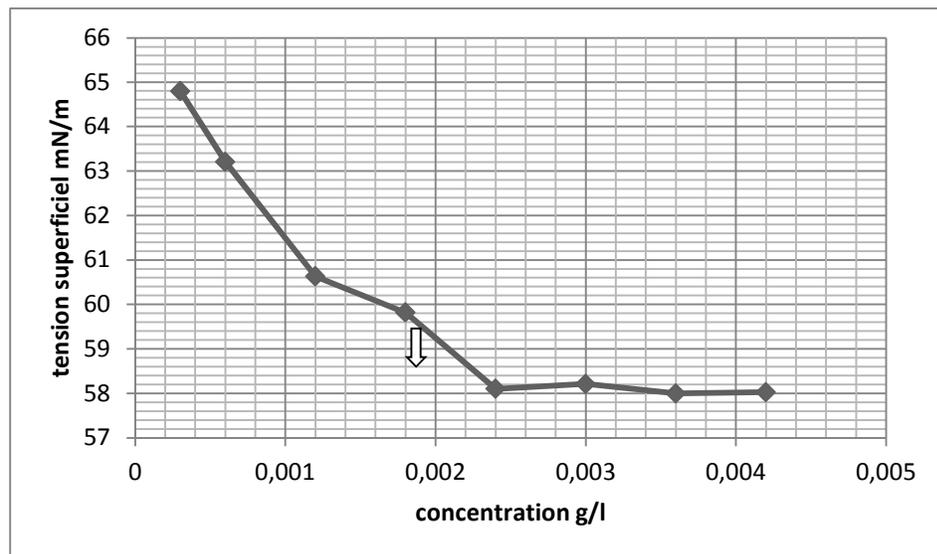


Figure n° 33 : tension superficielle en fonction de la concentration du mucilage 01

Mucilage 2 :

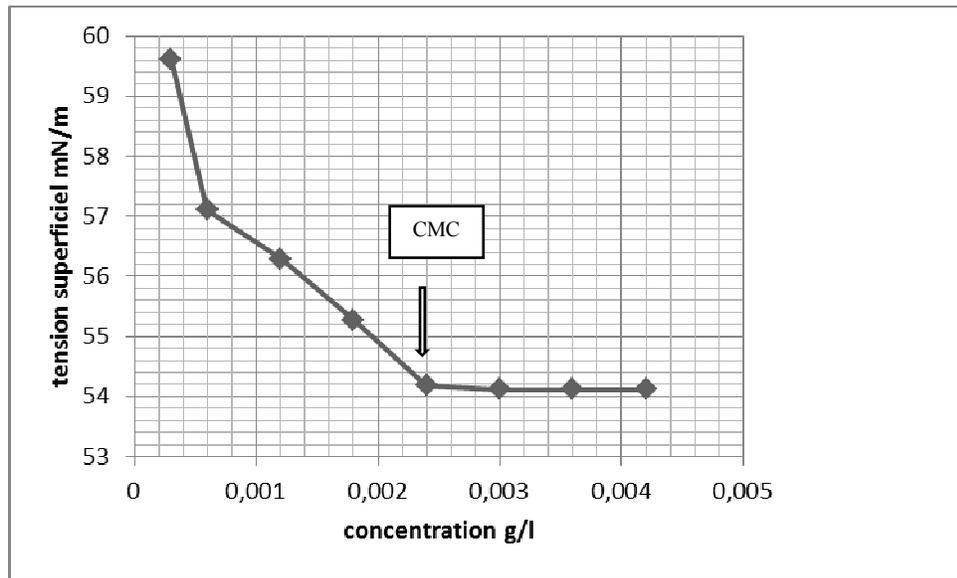


Figure n° 34 : tension superficielle en fonction de la concentration du mucilage 02

La tension superficielle diminue graduellement avec l'augmentation de concentration en agent tensioactif. À une certaine concentration ($C = 0.024 \text{ g/l}$) pour les deux mucilages, appelée la concentration micellaire critique (CMC), cette diminution s'arrête. Au-dessus du CMC, la tension superficielle devient presque constante.

IV.3 Détermination de l'index d'émulsion E_{24} :

Un mélange formé de l'huile d'amande (phase organique), eau (phase aqueuse) et le tensioactif produit afin de tester l'efficacité de ce tensioactif. Le mélange est laissé pendant 24H .

Après 24h, un calcul de l'indice d'émulsion est réalisé et les résultats sont représentés dans la figure suivante

Le calcul de l'index d'émulsion a présenté les résultats suivants :

Mucilage 1 :

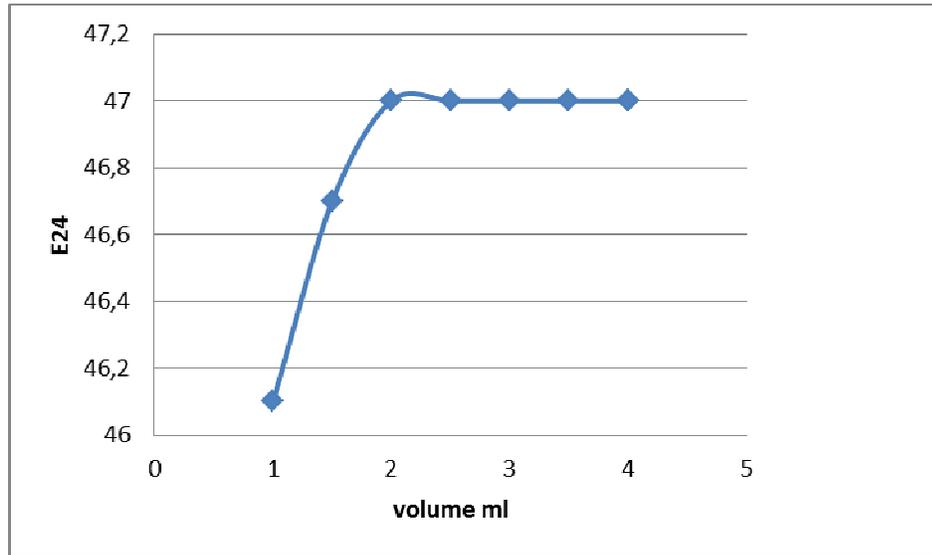


Figure n° 35 Indice d'émulsion en fonction de volume de la solution du mucilage 01

Mucilage 2 :

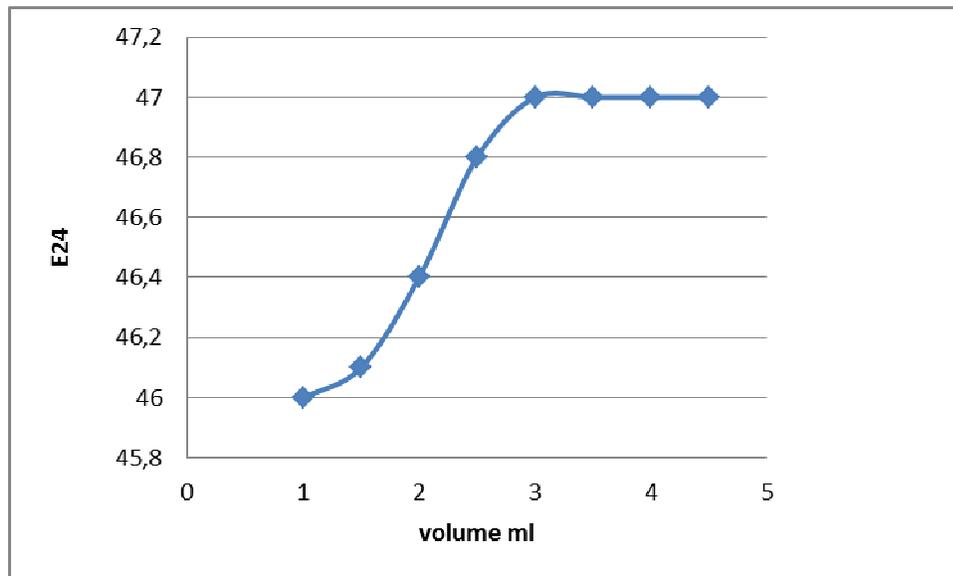


Figure n° 36 : Indice d'émulsion en fonction de volume de la solution du mucilage 02

Après 24 h, on remarque une formation d'une émulsion très stable à partir du mélange composé de la phase huileuse, la phase aqueuse et le surfactant (mucilage). La variation de

RESULTATS ET DISCUSSION

l'indice d'émulsion en fonction de la quantité des mucilages est représentée dans la figure qui précise cette émulsification

IV. Caractérisation de l'émulsion

IV.1 Aspect

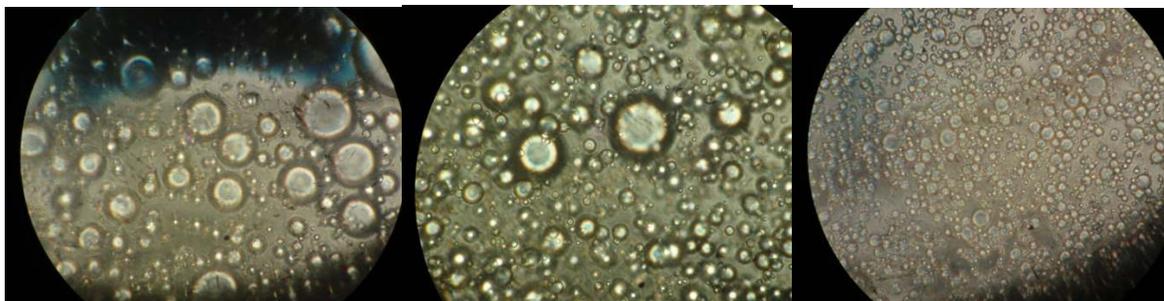
Tableau n°16 : l'aspect des trois émulsions

Le tableau suivant représente l'aspect des émulsions obtenu avec le 01 et 02 et celle de référence

	Aspect
Mucilage 1	émulsion lisse vraiment blanche très visqueuse
Mucilage 2	émulsion lisse blanche visqueuse
Reference	émulsion lisse vraiment blanche visqueuse

IV.2 Examen microscopique :

L'examen microscopique des différentes émulsions est possède sur la figure n°37



Emulsion 01

Emulsion 02

Référence

Figure n°37 : Examen microscopique du mucilage 1 ,2 et la référence

L'examen de cette figure montre que les gouttelettes du lot de références sont très fines et bien dispersées comparativement à l'essai du mucilage 1 et 2. Les grosses gouttelettes peuvent être soit des bulles d'air, soit le résultat de fusion de petites gouttelettes.

Plus la taille des gouttelettes est fine plus l'émulsion est stable, les gouttelettes sont maintenues éloignées grâce aux forces de répulsion de nature stériques.

IV.3. Test de vieillissement accéléré par centrifugation

Emulsion 1 : pas de séparation de phase

Emulsion 2 un peu de séparation de phase

Référence : pas de séparation de phase

Il n'y'a pas de séparation de phase d'où l'absence de phénomènes de crémage ou sédimentation, donc on peut dire que cette formulation à base de notre mucilage est stable.

IV.4. Détermination de pH

Tableau n° 17 : les résultats de pH des trois émulsions

Emulsion	01	02	Référence
pH	6.32	6.83	7.01

VI.5 Etude rhéologique

Émulsion 1 à partir du mucilage 1 :

$\gamma = 0.001500 \text{ Pa}$, $\eta = 731.0000 \text{ Pa. s}$ et $n = 0.676562$. **R= 96.2310%**

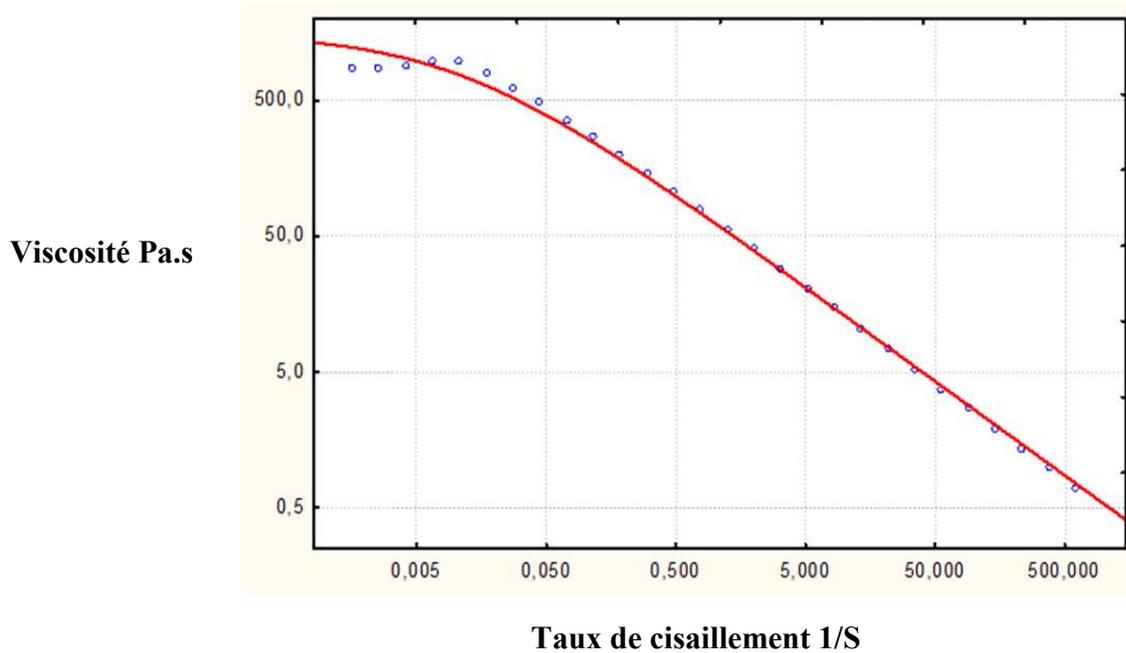


Figure n° 38 : courbe de viscosité 01 en fonction de taux de cisaillement

Émulsion 2 à partir du mucilage 2 :

RESULTATS ET DISCUSSION

$\gamma = 0.01044$ Pa, $\eta = 1566.656$ Pa. s et $n = 0.694434$. $R = 95.7052$ %

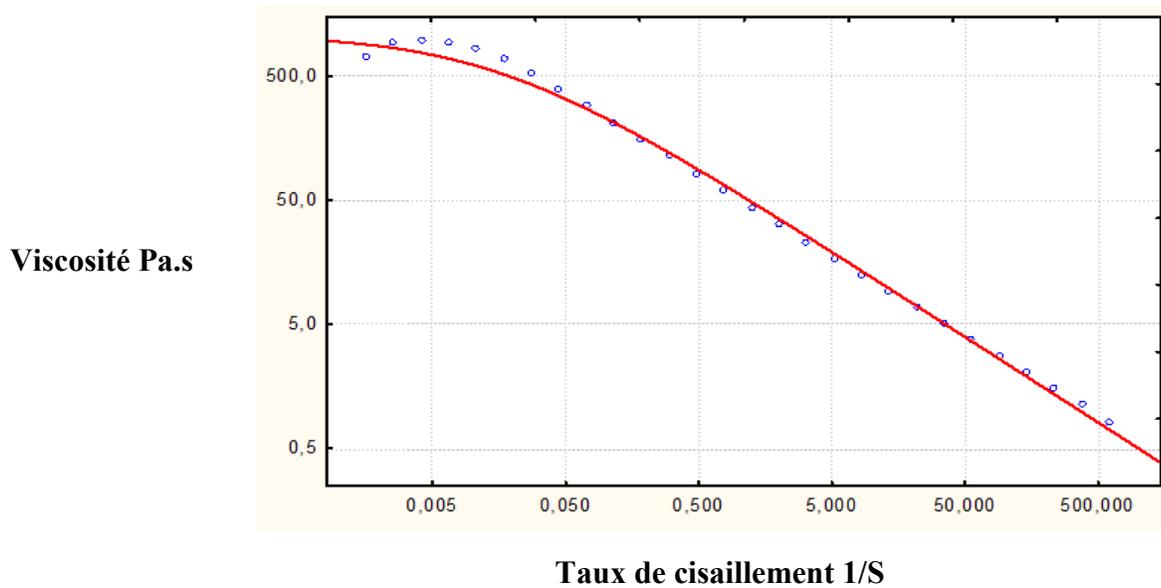


Figure n°39 : courbe de viscosité 02 en fonction de taux de cisaillement

Émulsion référence : $\gamma = 0.001310$ Pa, $\eta = 456.13050$ Pa. s et $n = 0.666162$. $R = 93.2561$ %

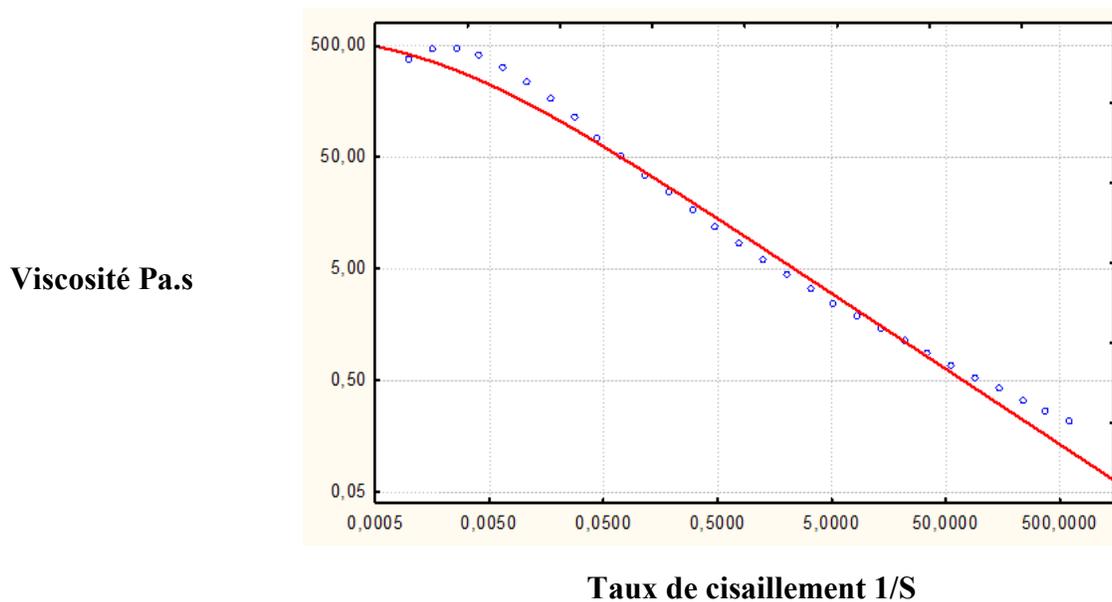


Figure n°40 : courbe de viscosité référence en fonction de taux de cisaillement

Le tracé du graphe de la viscosité apparente en fonction de taux de cisaillement en utilisant un logiciel STATISTICA.,

RESULTATS ET DISCUSSION

L'émulsion à un comportement de fluide à seuil simple et sa courbe d'écoulement peut être modélisée par une loi de type Cross:(**Malcolm M. Cross**)

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{1 + (k \cdot \dot{\gamma})^m}$$

Où :

- k et m sont des constantes propres au fluide, définissant la forme de la courbe $\eta = f(\dot{\gamma})$;
- η_0 est la viscosité pour un taux de cisaillement nul ;
- η_{∞} est l'asymptote viscosité pour un taux de cisaillement très élevé.

Pour les trois émulsions, la viscosité diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement. L'examen de la courbe d'écoulement de l'émulsion montre la présence de deux zones : Pour un cisaillement très faible jusqu'à la valeur critique, la viscosité est constante, qui peut être expliqué par un comportement newtonien (première région newtonienne), Au-delà de la valeur critique, la viscosité diminue donc l'émulsion a subit une déstructuration en plus on trouvé des valeurs de viscosité (n) inférieure de 1 .Ce type de fluide est rhéofluidifiant ou pseudoplastique.

IV.6. Stabilité à température basse de stockage :

Après 15 jours

Après 3 mois



Figure n°41 : les émulsions après 15 jour et 3 mois .

RESULTATS ET DISCUSSION

La stabilité de l'émulsion a été étudiée en fonction du temps pour une période allant d'1 journée jusqu'au 3mois à une température de 4°C. L'examen de cette émulsion a vérifié une stabilité au cours de ce temps.

V. Activité anti-inflammatoire

Pour justifier l'utilisation traditionnelle de la mucilage comme anti-inflammatoire nous évalué l'activité anti-inflammatoire de l'extrait

Le modèle de l'inflammation aigue a été choisi pour étudier l'activité anti-inflammatoire de l'extrait de plante en utilisant le test L'œdème de l'oreille est induit par le xylène, selon la méthode décrite par Dev et al [47].

Les résultats de l'administration de l'extrait (mucilage) des graine de fenugrec et du diclofenac de sodium (produit anti-inflammatoire de référence) sur les souris auxquels nous avons provoqué l'inflammation par l'application du xylène sur les surfaces antérieures et postérieures de l'oreille droite de chaque souris, sont mentionnée sur le tableaun°18.

Tableau n°18 : Récapitulation des résultats de l'administration des extraits de plante sur les souris.

Le nbr de souris	Lot Témoin		Lot Référence		Lot Essai 1		Lot Essai 2	
	Oreille gauches (g)	Oreille droites (g)						
1	0.0087	0.0097	0.0062	0.0104	0.0300	0.0151	0.007	0.0099
2	0.0070	0.0108	0.0066	0.0067	0.0075	0.0715	0.0098	0.0100
3	0.0067	0.0146	0.0063	0.0092	0.0307	0.0136	0.0094	0.0168
4	0.0054	0.0093	0.0061	0.0144	0.0068	0.0020	0.006	0.001
5	0.0072	0.0122			0.0201	0.0058	0.008	0.0046
	La moyenne = 0.035	La moyenne = 0.0566	La moyenne = 0.0252	La moyenne = 0.0407	La moyenne = 0.0951	La moyenne = 0.108	La moyenne = 0.0402	La moyenne = 0.0513

RESULTATS ET DISCUSSION

	% d'augmentation d'œdème = 38.16%	% d'augmentation d'œdème = 31.08%	% d'augmentation d'œdème = 11.94%	% d'augmentation d'œdème = 21.63%
		% d'inhibition d'œdème = 18.55 %	% d' inhibition d'œdème = 51.01%	% d'inhibition d'œdème = 43.31 %

Le gavage du mucilage extrait des graines fenugrec pour les deux lots a induit une diminution des poids moyens des oreilles gauche et cela est remarquable en les comparants aux oreilles droites.

L'évaluation du pourcentage de réduction de l'œdème montre que, Le mucilage (lot 1) et (lot 2) présente un pourcentage de réduction de 51.01 % et 43,31% pour les deux lots respectivement, il manifeste un effet nettement supérieur à celui engendré par le diclofenac de sodium (18,55%). l'activité anti-inflammatoire est plus importante marquant un pourcentage de réduction de 33,01% proche à celui obtenu avec l'acide acétylsalicylique (référence). Ceci démontre le grand pouvoir anti-inflammatoire des extraits de la plante fenugrec (mucilage)

Le xylène a été pris comme un prototype de phase expérimentale de l'inflammation aigue dont les mécanismes et les médiateurs impliqués sont communs à ceux déclenchés par les microbes de stimulus inflammatoire et les produits chimiques (Mule et al, 2008) [47].

Conclusion générale

Au cours de notre travail on a valorisé une espèce végétale disponible dans notre pays ; il s'agit de fenugrec *Trigonelle Foenum-Graecum* par extraction d'une matière active mucilage dans le but de contribuer les propriétés émulsifiante.

La première partie de notre travail a donc consisté à mettre en œuvre une méthodologie d'extraction par deux solvants et le résultat a montré que le meilleur rendement a été obtenu avec l'acéton (9%), Cette étude a permis de réaliser une étude sur les caractéristique physico chimique et aussi des caractéristiques sur notre tension active .

Les activités biologiques de notre extrait ont été évalué ; il s'agit de l'activité anti-inflammatoire in-vivo sur les souris en utilisant la méthode de l'œdème de l'oreille induit par le xylène, un pourcentage de réduction de l'œdème de **51.43 %**, **43.51 %** a été obtenu et semble très intéressant

Dans la deuxième partie de ce travail, nous avons formulé des émulsions à partir de mucilage et on a prouvé que le mucilage est une bonne tension active à partir la caractérisation de ces émulsions

Aux termes de notre travail, nous pouvons conclure que le mucilage possède des propriétés émulsifiantes

Enfin, il semble que la plante étudiée *Trigonelle Foenum-Graecum*, est très prometteuse dans le domaine pharmaceutique, ceci est justifié par le taux de mucilage très appréciable et par l'activité anti-inflammatoire prouvée par cette présente étude qui n'est qu'une étape préliminaire et qui ouvre de vastes perspectives pour la poursuite et la continuité de ce travail.

Il serait très intéressant de découvrir les molécules mystérieuses de cette plante et qui sont à l'origine de son effet et ce par des études de caractérisation plus poussées.

Références Bibliographiques

- [1] : **Ibrahim M, Khan AA, Tiwari SK, Habeeb MA, Khaja MN**,2006.Anti-microbial activity of *Sapindus mukorossi* and *Rheum modi* extracts against *Helicobacter pylori*: in vitro and in vivo studies. *World J Gastroenterol.*;12:7136-4.
- [4] : **Wichtl M, Anton R (2003)** plantes thérapeutique .EMI/T et doc,Paris,pp 216-9 ;
- [5] : **Le Floch E (1983)** contribution à une étude ethnobotanique de la flore tunisienne programme flore et végétation tunisienne. Tunis ;
- [6] : **Food Hydrocolloids 17 (2003)** Extraction, purification et caractérisation physico-chimique de la gomme de fenugrec pp 229–236 ;
- [7]:**M. Sébastien**,*Food Hydrocolloids 17 (2003)* 229–237
- [8]:**K. Murry** ,*Journal of Food Engineering 69 (2005)* 185–190;
- [9]:**Polymères 92** d'hydrate de carbone (2013) 1685-1699;
- [10]:*Journal international des macromolécules biologiques 54 (2013)* 144-154 ;
- [11] : **MWichtl,RAnton (2003)** plantes therapeutique EMI/Tec et Doc,Paris pp 216 9 ;
- [12] :**SophieVACHERON** ; Thèse : La phytothérapie Dans la prise en charge Des Troubles Veineux A l'Officine, Docteur en Pharmacie, 2010-2011 ;
- [13] :**ZakariaBOUAL** ; Thèse : Contribution à l'étude des polysaccharides de quelques plantes spontanées à caractère médicinal de la région deGhardaïa (Sahara septentrional Est algérien), 2007-2008
- [14] : **OuafaeBenkhniq et al (2014)** Catalogue des plantes médicinales utilisées dans le traitement du diabète dans la région d'Al Haouz-Rhamna (Maroc) ;
- [15] : Bulletin préparé par le Centre Marocain de Pharmacovigilance (CMPV) ;
- [16] : **Jean-Sébastien Volpé**, Patricia Sergeant, Aurélie Fakler, Gisèle Kanny, Actualisé le 14 mai 2009 ;
- [17] **M. JZOHURIAAN. etF. SHOKROLAHI, 2004**-Études thermiques sur les gommés naturelles et modifiées. Test de polymère, vol. 23: 575–579
- [18]**B.GENESTIE, 2006**- Optimisation de la production d'arabinoxyloligosaccharidesd'intérêt biologique à partir de sons de céréales: approches méthodologiques Thèse de doctorat de l'université de Limoges: 30-50.
- [19] **A.MDETERS. LENGSELD C. et A. HENSEL 2005**-Oligo- et polysaccharides présentent une bioactivité de la structure dépendante sur des kératinocytes humains in vitro.*Journal de Ethnopharmacologie* , vol. 102:391–399.

- [20] **C. DELATTRE, 2005-** Stratégie d'obtention d'oligosaccharides anioniques par dégradation enzymatique de glucuronanes. Thèse de doctorat de l'université de Picardie jules verne, Valois Santerre: 5-10.
- [21] **Y.RANARIVELO, 2002-** Cours de discipline universitaire à distance. Chimie des produits naturels. Faculté des sciences, université d'Antanarivo, Madagascar : 01- 45.
- [22] **R.MURRAY, D.GRANNER, PMAYES etV., RODWELL 1999-** Biochimie. Ed. McGraw-Hill, Italie: 641 p.
- [23]**J. WARRAND, 2004-** Etude structurale et propriétés en solution des polysaccharides constitutifs de mucilage de lin (*Linum usitatissimum*). Thèse de doctorat de l'université de Picardie jules verne, 238 p.
- [24] (**GUIGNARDJEAN –LOUIS et PIERRE POTIER (2000)** : Biochimie végétale .2eme édition .Dunod.Paris, pp 97-99.)
- [25] **G. T.Kulkarni, K.Gowthamarajan, K. M. NSatish,,&BSuresh,. (2002).**Gommes et les mucilages: applicationsthérapeutiqueset pharmaceutiques. NaturalRadianceproduit, 10–17.
- [26] **VDRangari.**Pharmacognosie et phytochimie. 1ère éd. Publications de porteur: Nashik
- [27] **A. E., Clarke, R. L., Andreson, &B. AStone,. (1979).**Forme et fonction de arabinogalactanes et arabinogalactan protéines. Journal de phytochimie, 18(4), 521–540.
- [28] **M AAl-Habori.**” Propriétés pharmacologiques. En GA Petropoulos (Ed.), Fenugrec: Le genre Trigonella ", Londres: Taylor et Francis, 2002; pp:162–163.)
- [29]**J.SReid. etH. Meier (1970).**Formation de la réserve galactomannane dans les graines de Trigonella foenum-graecum. Phytochimie, 9, 513-520.
- [30]**DVipul. Prajapati, KGirish. Jani, GNaresh. Moradiya, PNarayan. Randeria (2012)**Carbohydrate Polymers 92 (2013)p 1685– 1699 ;
- [31] **S. L., Deore, &S. SKhadabadi,. (2008).**L'évaluation de la normalisation et pharmaceutique de Chlorophytum borivilianum mucilage. Rasayan Journal de chimie, 1, 887–892 ;
- [32] : **P.Wehrle.2007.**pharmacie galénique, formulation et technologie pharmaceutique .27eme édition .Paris.Malione ;
- [33] **M: Zuber . ; 2004.**Formes Pharmaceutiques pour application locale. Edition Masson ;
- [34] :**ALe Hir.,P.WEHRLE.**Abrégés de pharmacie galénique.9^{ème} édition, Pharmacie galénique formulation et technologie pharmaceutique 2007 ;
- [35] :**Pascal BROCHETTE ,2011** Élaboration et étude des émulsions,Techniques de l'Ingénieur, traité Génie des procédés ;
- [36] :**Nadine PIERAT**; Thèse : Préparations d'émulsions parinversion de phase induite paragitation2009-2010 ;

- [37] : **CLarpent (1995)** Tensioactifs. *Techniques de l'ingénieur*, traité constantes physicochimiques **K342** : 1-14 ;
- [38] : **ADEME et al ,1995**Tensioactifs et oléagineux, Étude sur les matières premières oléagineuses disponibles sur le marché européen p :9,12 ;
- [39] anonyme 2002, fournisseur de matières première, Inde ;
- [40] **MNeela. Bhatia1, S. Sachin Salunkhe1, SSachin. Mali2, S. Sachin Gadkari1, A. Ashok Hajare2, VSuryakant. Gaikwad3 and S. Raviraj Karade3**: Extraction and characterization of mucilage from *Lepidium sativum* Linn. seeds
- [41] **Shubham Verma, Nitin Kumar et Pramod K Sharma** : Extraction et évaluation de graecum Linn de Foenum de Trigonella Et mucilage de graine d'usitatissimum de Linum
- [42] **R. Thanatcha, and *A Pranee,** Extraction and characterization of mucilage in *Ziziphus mauritiana* Lam, International Food Research Journal, 2011;
- [43] **K Amit. Nayak1, Dilipkumar Pal** ; The Potential of *Trigonella foenum-graecum* L. Seed Mucilage as Suspending Agent; Indian Journal of Pharmaceutical Education and Research; 2012;
- [44] **ASTM-D4781-99** Méthode normalisée pour la densité tapée des catalyseurs et supports (poudre)
- [45] **ASTM D6393-99** Méthode normalisée pour la caractérisation des solides en vrac par les indices de carr
- [46] **CHOPLIN Lionel**, Thèse : émulsion inverses très concentrées, formulation, comportement rhéologique et modélisation ; l'institut national polytechnique de LORRAINE ; 2010 ;
- [47] **DM. Khadem Ali, Ayesha Ashraf et al** Anti nociceptive, anti-inflammatoire et activités d'anti diarrhéique de calice éthanoïque extrait de sabdariffa Linn de ketmie. (Malvaceae chez les souris) ; Journal d'article de médecine intégrative chinoise, 2011

Annexe 01

Matériel utilisé

Marc de filtrat



Et



pH-mètre



Rhéomètre



Den



Mélangeur vortex



Tensiomètre

Conductimètre



**I
r**



Centrifugeuse



**Mi
op**



Annexe 02

Tableau des résultats de, contrainte de cisaillement et du taux de cisaillement pour mucilage 01 pour les trois concentrations

	Taux de cisaillement 1/s	Contrainte de cisaillement 01 pas	Contrainte de cisaillement 02 pas	Contrainte de cisaillement 03 pas
1	0,000998	0	0	2,37
2	0,00161	0	0	6,75
3	0,00259	0	0	12
4	0,00417	0	0	18,2
5	0,00672	0	0	24,8
6	0,0108	1,63	2,16	35,5
7	0,0174	2,24	3,13	39,2
8	0,0281	3,04	4,45	48,3
9	0,0452	4,02	6,18	59,2
10	0,0728	5,28	8,5	72
11	0,117	6,81	11,5	86,7
12	0,189	8,59	15,4	104
13	0,304	10,3	20,1	123
14	0,489	11,9	25,7	146
15	0,788	13,3	32	169
16	1,27	15	39,6	186
17	2,04	14,6	49,4	194
18	3,29	17,8	61,4	181
19	5,3	23,5	76,2	179
20	8,53	28,2	95,9	191
21	13,7	35,9	119	221
22	22,1	44,6	147	243
23	35,6	54,9	180	285
24	57,4	69,3	215	285
25	92,4	86,5	257	304
26	149	108	303	321
27	239	132	356	349
28	386	161	418	395
29	621	194	490	415
30	1000	239	574	495

Tableau des résultats de, contrainte de cisaillement et du taux de cisaillement pour mucilage 02 pour les trois concentrations

	Taux de cisaillement 1/s	Contrainte de cisaillement 01 pas	Contrainte de cisaillement 02 pas	Contrainte de cisaillement 03 pas
1	0,000998	0	10.1	19.7
2	0,00161	0	24.1	0
3	0,00259	0	41.3	0
4	0,00417	0	58.8	0
5	0,00672	0	73.9	0
6	0,0108	12.9	87.6	82.7
7	0,0174	13.6	101	87.9
8	0,0281	14.7	116	93.9
9	0,0452	17.2	134	101
10	0,0728	19.2	154	109
11	0,117	21.6	178	120
12	0,189	24.8	207	134
13	0,304	28.7	242	152
14	0,489	33.5	281	174
15	0,788	39.4	327	202
16	1,27	47.1	376	236
17	2,04	55.9	425	274
18	3,29	63.3	473	318
19	5,3	68.7	516	366
20	8,53	71.1	559	404
21	13,7	72.9	540	258
22	22,1	78.6	519	178
23	35,6	87.3	471	148
24	57,4	100	357	158
25	92,4	113	343	124
26	149	125	267	146
27	239	139	263	172
28	386	156	251	215
29	621	189	251	99.4
30	1000	192	215	99.4

Tableau: valeurs de tension superficielle du mucilage 01

Concentration g/l	0.0003	0.0006	0.012	0.0018	0.0024	0.003	0.0036	0.0042
Tension superficielle mN/m	64.801 2	63.207 4	60.630 3	59.816 6	58.101 1	58.21 2	58.000 1	58.026 61

Tableau: valeurs de tension superficielle du mucilage 02

Concentration g/l	0.0003	0.0006	0.012	0.0018	0.0024	0.003	0.0036	0.0042
Tension superficielle mN/m	59,613 0	57,103 7	56,289 9	55,272 6	54,187 5	54,119 7	54,119 7	54,119 7

Tableau: valeurs de l'index d'émulsion du mucilage 01

Volume (ml) (mucilage/eau)	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5
Index E24 %	46.1	46.7	47	47	46.2	47	47	47

Tableau: valeurs de l'index d'émulsion du mucilage 02

Concentration	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5
Index E24 %	46	46.1	46.4	46.8	47	47	47	47

Tableau des résultats de viscosité et du taux de cisaillement pour mucilage 01 pour les trois concentrations

	Taux de cisaillement 1/s	Viscosité 01 Pas.s	Viscosité 02 Pas.s	Viscosité 03 Pas.s
1	0,0728	0,373	0,373	0,373
2	0,117	0,601	0,601	0,601
3	0,189	0,968	0,968	0,968
4	0,304	1,56	1,56	1,56
5	0,489	2,51	2,51	2,51
6	0,788	4,04	4,04	4,04
7	1,27	6,51	6,51	6,51
8	2,04	10,5	10,5	10,5
9	3,29	16,9	16,9	16,9
10	5,3	27,2	27,2	27,2
11	8,53	43,8	43,8	43,8
12	13,7	70,5	70,5	70,5
13	22,1	113	113	113
14	35,6	183	183	183
15	57,4	294	294	294

Tableau des résultats de viscosité et du taux de cisaillement pour mucilage 02 pour les trois concentrations

	Taux de cisaillement 1/s	Viscosité 01 Pas.s	Viscosité 02 Pas .s	Viscosité 03 Pas.s
1	0,0728	0,373	0,373	0,373
2	0,117	0,601	0,601	0,601
3	0,189	0,968	0,968	0,968
4	0,304	1,56	1,56	1,56
5	0,489	2,51	2,51	2,51
6	0,788	4,04	4,04	4,04
7	1,27	6,51	6,51	6,51
8	2,04	10,5	10,5	10,5
9	3,29	16,9	16,9	16,9
10	5,3	27,2	22,1	27,2
11	8,53	43,8	43,8	43,8
12	13,7	70,5	70,5	70,5
13	22,1	113	113	113
14	35,6	183	187	183
15	57,4	294	294	294

Tableau des résultats de viscosité et du taux de cisaillement pour l'émulsion 01, émulsion 02 et référence

Taux de cisaillement 1/s	Viscosité 01 Pas.s	Viscosité 02 Pas.s	Viscosité 03 Pas.s
0,000997	864	704	367
0,00161	1 170	912	458
0,00259	1 280	972	454
0,00418	1 260	936	396
0,00672	1 160	830	314
0,0108	976	683	231
0,0174	782	520	162
0,0281	611	388	111
0,0452	475	285	74,2
0,0728	356	209	50,4
0,117	264	152	34,4
0,189	195	111	23,7
0,304	143	81,2	16,4
0,489	105	59,1	11,5
0,788	75,8	43	8,19
1,27	54,8	31,3	5,9
2,04	39,5	22,9	4,37
3,29	28,3	16,9	3,31
5,3	20,2	12,4	2,45
8,53	14,4	9,17	1,88
13,7	10,2	6,76	1,44
22,1	7,29	4,98	1,11
35,6	5,19	3,69	0,863
57,4	3,69	2,72	0,674
92,4	2,63	2,01	0,528
149	1,88	1,49	0,417
239	1,35	1,1	0,329
386	0,967	0,807	0,261
621	0,697	0,589	0,208