

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE de BLIDA 1

Faculté De Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de
MASTER EN GENIE DES PROCEDES
Spécialité : Pharmacie Industrielle

Intitulé du mémoire

**Extraction et caractérisation du mucilage extrait à partir
des écorces de “*Punica granatum*”.**
**Etude de ses propriétés autant qu'agent de suspension et
émulsifiant.**

Présenté par
Amrane Ahlam
Arkam Meriem

Encadré par :
Mme Boutemak Khalida

Année universitaire 2016/2017

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو استخراج وتوصيف المخاط المستخرج من لحاء بونيكاجراناتوم ودراسة خصائصه كعامل تعليق ومستحلب من أجل أن يكون قادرا على تطبيقها في التركيبات الصيدلانية. وأظهرت التوصيفات أن المخاط كان لديه مؤشر تورم يساوي 2.72، و خاصية تدفق جيدة إلى حد ما وقدرة مستحلب جيدة. أظهرت الخصائص الريولوجية سلوك بيسيدوبلسيك . وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن الأنسجة المستخرجة من لحاء بونيكاجراناتوم يمكن أن تستخدم كعامل التعليق. وأظهر تحديد خصائص الاستحلاب المخاط أن المخاط أظهرت طابع بيوسورفاكت

الكلمات المفتاحية: ، المخاط، إستخراج، بونيكاجراناتوم، عامل معلق، مستحلب

ABSTRACT

The objective of this study is to extract and characterize the mucilage extracted from the bark of *Punica granatum* and to study its properties as a suspending agent and emulsifying in order to be able to apply it in pharmaceutical formulations. The characterization showed that the mucilage had a swelling index equal to 2,72 , a fairly good flow property and good emulsion capacity. The rheological properties of the mucilage exhibited pseudoplastic behavior. The results obtained showed that the mucilage extracted from the bark of *Punica granatum* could be used as a suspending agent. The determination of the emulsifying properties of the mucilage showed that the mucilage exhibited the character of a biosurfactant.

Key words: mucilage, extraction, *Punica granatum*, suspending agent, emulsifying

RESUME

L'objectif de cette étude est l'extraction, la caractérisation du mucilage extrait à partir des écorces de *Punica granatum* et étudier ses propriétés autant qu'agent de suspension et émulsifiant afin de pouvoir l'appliquer dans des formulations pharmaceutiques. La caractérisation a montré que le mucilage possède un indice de gonflement égal à 2,72, une propriété d'écoulement assez bonne et une bonne capacité d'émulsion. Les propriétés rhéologiques du mucilage présentaient un comportement pseudoplastique. Les résultats obtenus ont montré que le mucilage extrait à partir des écorces de *Punica granatum* pourra être utilisé autant qu'agent de suspension. La détermination des propriétés émulsifiantes du mucilage a montré que le mucilage présentait un caractère d'un biosurfactant.

Mots clés : mucilage, extraction, *Punica granatum*, agent de suspension, émulsifiant

Remerciements

Au terme de ce travail, on remercie Dieu « Tout Puissant » pour ce qu'il nous a donné comme force pour effectuer ce travail.

On adresse nos profonds remerciements à Madame Khalida BOUTEMAK pour nous avoir permis de réaliser ce travail et nous avoir encadré avec efficacité. On vous remercie sincèrement et de tout notre cœur. Merci pour votre patience inébranlable, votre aide sans limites et votre disponibilité sans relâches sans lesquelles ce travail n'aurait pas pu voir le jour. Vous nous avez soutenu jusqu'à la dernière minute, un soutien et une attention qu'on n'oublierait jamais. On vous exprime ici toute notre gratitude et notre reconnaissance envers tout ce que vous avez fait pour finaliser ce travail.

Nos remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre travail en acceptant de l'examiner et de l'enrichir par leurs propositions.

On tient à remercier le Laboratoire de recherche analyse fonctionnelle au Département De Génies Des Procédés de l'Université de Blida 1 et en premier lieu Monsieur Ali OUABED de nous avoir permis de mener cette étude au sein du laboratoire. On remercie également toutes les personnes du laboratoire et plus particulièrement Madame Linda BELHADJI pour ses nombreux conseils et pour son aide précieuse.

Nos plus vifs remerciements sont également adressés à l'ensemble d'enseignants du Département De Génies Des Procédés de l'Université de Blida 1.

On adresse aussi un grand merci à tous nos chères amies intimes et fidèles et à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Qu'il nous soit enfin permis de remercier nos familles pour leur amour et leur soutien constant. On leur dédie ce mémoire.

A.AMRANE
M.ARKAM

Dédicaces

À mes très chers parents

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être, vous êtes toujours là à me consoler, me soulager et m'encourager, vous êtes La cause de ma réussite dans la vie. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

Je ne pourrai jamais oublier d'exprimer ma profonde gratitude à :

Ma chère sœur Sarra et mes chers frères Hamou et Mohamed

Ma chère belle sœur Amina et mon adorable nièce Mira

Mon beau frère Mohamed

Merci d'être toujours à mes côtés, par votre présence et par votre amour dévoué pour donner du goût et du sens à ma vie. Je prie Dieu, le tout puissant, pour qu'il vous donne bonheur et prospérité.

À celle qui m'a partagé la réalisation de ce travail Meriem

À toute ma famille

À Tous ceux qui m'aiment

À Tous ce que j'aime

Ahlam

Dédicaces

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, que dieu te garde dans son vaste paradis, à toi mon père.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.

A mes chères sœurs Sarah, Madina et Amina pour leurs encouragements permanents et leur soutien moral, je vous souhaite une vie pleine de joie de bonheur et de réussite.

A toute ma chère famille en particulier mes chers grands-parents

A mon fiancé Mohammed, Pour tout l'amour et le soutien que tu m'as offert.

A ma chère amie, mon binôme, Ahlam qui m'accompagne tout au long de cette année pour la réalisation de ce travail.

A mes chers Amis, pour leurs soutiens tout au long du projet.

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce Projet soit possible, je vous dis merci.

Meriem

TABLE DES MATIERES

Introduction.....	01
Chapitre 1: Généralités sur l'espèce <i>Punicagranatum</i>	
1.1 Introduction.....	03
1.2 Classification botanique.....	03
1.2.1 Systématique	03
1.2.2 Noms vernaculaires.....	03
1.2.3 Description botanique.....	04
1.3 Aire de répartition géographique	05
1.4 Composition chimique de <i>Punicagranatum</i>	05
1.5 Usages de <i>Punicagranatum</i>	06
1.5.1 Usages traditionnels.....	06
1.5.2 Usages courants.....	06
1.5.3 Usage médicamenteux.....	06
Chapitre 2: Généralités sur les polysaccharides	
2.1 Introduction.....	07
2.2 Définition	07
2.3 Classification des polysaccharides	07
2.3.1 Polysaccharides bactériens et fongiques.....	08
2.3.2 Polysaccharides d'extraits d'algues.....	08
2.3.3 Polysaccharides animaux.....	08
2.3.4 Polysaccharides végétaux.....	09
2.4 Les Mucilages	09
2.4.1 Définition.....	09
2.4.2 Nature chimique des mucilages.....	09
2.4.3 Applications du mucilage.....	10
2.4.3.1 Applications comme agents émulsifiants et de mise en suspension....	10
2.4.3.2 Applications pharmaceutiques des mucilages.....	10
2.4.3.3 Applications non pharmaceutiques.....	10
2.4.4 Propriétés thérapeutiques du mucilage	11
2.4.4.1 Diminution de la sensation de douleur et du goût.....	11

2.4.4.2 Rétention d'eau et application prolongée de chaleur humide.....	11
2.4.4.3 Pouvoir adsorbant et antidiarrhéique.....	11
2.4.4.4 Action laxative.....	11

Chapitre 3 : matériels et méthodes

3.1	
Matériels	13
3.1.1 Matériel végétal.....	13
3.1.2 Réactifs utilisés	13
3.2 Extraction et isolation du mucilage.....	14
3.3 Calcul du rendement d'extraction.....	14
3.4 Caractérisation du mucilage.....	15
3.4.1 Test de Molisch.....	15
3.4.2 Propriétés organoleptiques	15
3.4.3 Détermination de la solubilité	15
3.4.4 Détermination du pH.....	15
3.4.5 Perte en eau lors du séchage	15
3.4.6 Teneur en cendres.....	16
3.4.7 Indice de gonflement	16
3.4.8 La capacité de rétention d'eau.....	17
3.4.9 Absorption d'huile.....	17
3.4.10 Capacité d'émulsion	17
3.4.11 Propriétés rhéologiques	18
3.4.12 Propriétés d'écoulement de la poudre	18
3.4.13 Analyse spectrale par infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR).....	19
3.4.14 Microscopie électronique à balayage (MEB)	19
3.4.15 Détermination du potentiel Zeta.....	20
3.5 Propriétés de suspension du mucilage.....	20
3.5.1 Préparation de la suspension du mucilage avec du paracétamol	20
3.5.2 Tests réalisés sur la suspension	20
3.5.2.1 Détermination du pH.....	20
3.5.2.2 Mesure du débit d'écoulement.....	21
3.5.2.3 Détermination du volume de sédimentation.....	21
3.5.2.4 Mesure de la viscosité.....	21
3.5.2.5 Redispersion.....	21

3.6 Propriétés émulsifiantes du mucilage.....	21
3.6.1 Mesure de la conductivité	22
3.6.2 Détermination de la tension de surface et de la concentration micellaire critique (CMC).....	22
3.6.3 Pouvoir émulsionnant.....	23
3.7 Application du mucilage dans une émulsion.....	23
3.7.1 Matériels et produits	24
3.7.2 Préparation des émulsions	25
3.7.3 Caractérisation des émulsions	26
3.7.3.1 Aspect macroscopique	26
3.7.3.2 Sens d'émulsion	26
3.7.3.3 Détermination de pH.....	26
3.7.3.4 Examen microscopique.....	26
3.7.3.5 Test de vieillissement accéléré par centrifugation.....	26
3.7.3.6 Etude rhéologique.....	26
3.7.3.7 Etude de stabilité	27

Chapitre 4 : Résultats et discussions

4.1 Extraction du mucilage à partir des écorces de <i>Punicagranatum</i>	28
4.1.1 Rendement d'extraction du mucilage	28
4.2 Caractérisation du mucilage.....	28
4.2.1 Test de Molisch.....	28
4.2.2 Propriétés organoleptiques.....	29
4.2.3 Détermination de la solubilité	30
4.2.4 Détermination du pH, perte en eau lors du séchage et la teneur en cendres....	30
4.2.5 Indice de gonflement.....	31
4.2.6 La capacité de rétention d'eau.....	31
4.2.7 Absorption d'huile	32
4.2.8 Capacité d'émulsion	33
4.2.9 Propriétés rhéologiques du mucilage extrait.....	33
4.2.10 Propriétés d'écoulement de la poudre.....	35
4.2.11 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR).....	36
4.2.12 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	37
4.2.13 Détermination du potentiel Zeta	38

4.3 Propriétés de suspension du mucilage extrait.....	39
4.4 Propriétés émulsifiantes du mucilage extrait.....	40
4.4.1 Mesure de la conductivité	40
4.4.2 Détermination de la tension de surface et de la concentration micellaire Critique (CMC).....	40
4.4.3 Evaluation du pouvoir émulsionnant.....	41
4.5 Application du mucilage dans une émulsion.....	42
4.5.1 Caractérisation des émulsions	42
4.5.1.1 Aspect macroscopique	42
4.5.1.2 Détermination du pH et du sens d'émulsion.....	42
4.5.1.3 Examen microscopique.....	43
4.5.1.4 Test de vieillissement accéléré par centrifugation.....	43
4.5.1.5 Etude rhéologique	44
4.5.1.6 Etude de stabilité	45
Conclusion générale	46

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : différentes parties de <i>Punica granatum</i>	03
Figure 1.2 : Grenadier au tronc tortueux	04
Figure 1.3 : fruit du <i>Punicagranatum</i>	05
Figure 1.4 : Répartition géographique du grenadier en Afrique.....	05
Figure 3.1 : le fruit de <i>Punicagranatum</i> et ses écorces.....	12
Figure 3.2 : Schéma d'extraction du mucilage à partir des écorces du fruit de <i>Punicagranatum</i> ;.....	14
Figure 3.3 : Schéma illustrant la mesure de la tension superficielle.....	22
Figure 4.1 : résultat du test de Molisch..... ;.....	29
Figure 4.2 : le mucilage extrait avant (a) et après le séchage, broyage (b).....	29
Figure 4.3 : Rhéogrammes de la solution de mucilage a différentes concentrations (a) relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement (b) relation entre la viscosité et le taux de cisaillement.....	34
Figure 4.4 : Rhéogrammes de la solution de xanthane a différentes concentrations (a) relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement (b) relation entre la viscosité et le taux de cisaillement.....	34
Figure 4.5 : spectre FTIR du mucilage des écorces de <i>Punicagranatum</i>	36
Figure 4.6 : analyse du mucilage extrait des écorces de <i>Punicagranatum</i> par microscope électronique à balayage (MEB).....	38
Figure 4.7 : aspect des suspensions de paracétamol (a) avec le mucilage extrait (b) avec CMC de sodium.....	39
Figure 4.8 : Courbe de tension de surface en fonction de la concentration du mucilage extrait en solution.....	41
La figure 4.9 : représente l'aspect macroscopique des émulsions préparées.....	42
Figure 4.10 : les images microscopiques des émulsions préparées (a) avec le mucilage extrait et (b) avec tween80 en utilisant un agrandissement de 100 fois.....	43
Figure 4.11 : Aspect des émulsions préparées après centrifugation.....	43
Figure 4.12 : courbe d'écoulement de l'émulsion préparée par le mucilage extrait...	44
Figure 4.13 : courbe d'écoulement de l'émulsion préparée par le tween 80.....	44
Figure 4.14 : aspect des émulsions préparées après stockage à différentes températures pendant 3mois.....	45

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Composition chimique de <i>Punica granatum</i>	06
Tableau 3.1: les réactifs utilisés.....	13
Tableau 3.2 : matériels utilisés pour la préparation des émulsions.....	24
Tableau3.3: produits utilisés pour la préparation des émulsions.....	24
Tableau 4.1: rendements d'extraction du mucilage.....	28
Tableau4.2: propriétés organoleptiques du mucilage extrait.....	29
Tableau4.3: solubilité du mucilage extrait.....	30
Tableau 4.4: pH, perte en eau lors du séchage et la teneur en cendre du mucilage extrait.....	30
Tableau4.5: indice de gonflement du mucilage extrait.....	31
Tableau4.6 : capacité de rétention d'eau de la poudre du mucilage extrait et de la gomme xanthane.....	32
Tableau 4.7 : absorption d'huile la poudre du mucilage extrait et de la gomme de xanthane.....	32
Tableau 4.8 : capacité d'émulsion de la poudre du mucilage extrait et de la gomme xanthane.....	33
Tableau 4.9 : propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage extrait.....	35
Tableau 4.10: échelle d'aptitude à l'écoulement.....	36
Tableau 4.11: les pics caractéristiques du mucilage extrait.....	37
Tableau 4.12 : propriétés de suspension du mucilage extrait.....	39
Tableau 4.13: les valeurs de la conductivité de mucilage extrait.....	40
Tableau 4.14: pouvoir émulsionnant des émulsions contenant le mucilage extrait à différentes concentrations.....	41
Tableau 4.15 : aspect macroscopique des émulsions préparées.....	42
Tableau 4.16 : le sens et le pH des émulsions préparées.....	42

LISTE DES ABREVIATIONS

- CMC** : Concentration micellaire Critique
- CMC sodium** : Carboxyméthylcellulose de Sodium
- E.P.S** : ExtracellularPolymericSubstances »
- F** : Volume de sédimentation
- FT-IR** : infrarouge à transformée de Fourier
- GAG** : glycosaminoglycanes
- I_c** : Indice de compressibilité
- K** : coefficient de cohérence
- MEB** : Microscopie électronique à balayage
- n**:d'indice de comportement de flux
- NaOH** : L'hydroxyde de sodium
- qsp** : Quantité suffisante pour
- I_H** : Indice de hausner
- TC** : Teneur en cendres
- γ** : Taux de cisaillement
- η_a** : Débit d'écoulement
- % p/v** : pourcentage poids/volume
- ρ_{tassée}** : Densité tassée
- ρ_{vrac}** : Densité vrac
- τ** : Contrainte de cisaillement

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Shriram S Rohokale, Yashwant D Dhanorkar, Vineet Pahuja, Giriraj T Kulkarni. «Characterization of selected polysaccharide hydrogels as pharmaceutical excipients». *Journal of chronotherapy and drug delivery*, vol 3, (2012).
- [2] Wen-Wen Zeng, Lih-Shiuh Lai. « Characterization of the mucilage isolated from the edible fronds of bird's nest fern (*Asplenium australasicum*) ». *Food Hydrocolloids*, (February 2014).
- [3] Bindu r. Nair, fahsa k. S. «isolation and characterization of mucilage from some selected species of abelmoschusmedik. (malvaceae) and their application in pharmaceutical suspension preparation». *International journal of pharmacy and pharmaceutical sciences*, vol 5. (December 2013).
- [4] David M.J. Houston, Joachim Bugert, Stephen P. Denyer, Charles M. Heard. «Anti-inflammatory activity of *Punicagranatum* L. (Pomegranate) rind extracts applied topically to ex vivo skin ». *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*,(November2016).
- [5] Erkan M., Kader A. A. « Pomegranate (*Punicagranatum*L.) ». AkdenizUniversity, Turkey, University of California, Davis, USA,(2011).
- [6] Wald Elodie «le grenadier (*punicagranatum*) : plante historique et évolutions thérapeutiques récentes».thèse de doctorat université Henri Poincaré – Nancy1 faculté de pharmacie,(2009).
- [7] Archana Kumari, Jyotsna Dora, Anil Kumar and Ashok Kumar. « Pomegranate (*Punicagranatum*)-Overview ». *International journal of pharmaceutical and chemical sciences* , (2012).
- [8] Ali-Dellilelucienne. « les plantes médicinales d'ALGERIE ».BERTI editions, Alger,(2013).
- [9] Isabelle Fourasté . « Le Grenadier *Punicagranatum* L. Punicaceae » Faculté des Sciences Pharmaceutiques de Toulouse, (juin 2002)..

- [10] Elhanafi Laila. « Activités antimicrobienne et antioxydante d'extrait aqueux du fruit de *Zizyphus lotus* et de l'écorce du fruit de *Punicagranatum* ». PFE, université sidi Mohamed ben abdellah faculté des sciences et techniques de FES département de biologie, (2012).
- [11] Laurent Francois, Dauvraut Marie. « l'officine ou répertoire général de pharmacie pratique » Labé 1850-992 pages.
- [12] Efstathiou Théo, Nio Christian. « Analyse des polysaccharides ». Vol 1 P3326, (2008).
- [13] Youmbai Asma. « Contribution à l'étude des polysaccharides hydrosolubles de quelques plantes de la famille des *Apiaceae* récoltées dans la région de Ghardaïa (Sahara septentrional Algérien) ». mémoire, Université Kasdimerbah-Ouargla faculté des sciences de la nature et de la vie, (2015).
- [14] Cristina-Mihaela Ignat. « Compatibilité et co-structuration dans des systèmes contenant des scléroprotéines et des polysaccharides ». thèse de doctorat, université de pau et des pays de l'adour, (2012).
- [15] Yves Ruff. « bioolymères dynamiques : oligo-et polysaccharides ». thèse de doctorat, université de starsbourg, (janvier 2008).
- [16] Boual Zakaria. « Contribution à l'étude des polysaccharides de quelques plantes spontanées à caractère médicinal de la région de Ghardaïa (Sahara septentrional Est algérien) ». thèse de magister, Université Kasdi Merbah-Ouargla, (2009).
- [17] Rouabah Kenza, Boulkandoul Bisma. « Des polysaccharides extraits des végétaux et le système immunitaire ». mémoire, Université des Frères Mentouri Constantine Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, (2015).
- [18] Clifford S.C., Arndt S.K., Popp M.H.G., Jones J. « Mucilages and polysaccharides in *Zizyphus* species (*Rhamnaceae*): localization, composition and physiological roles during drought-stress », (2002).
- [19] Vipul D. Prajapati, Girish K. Jani, Naresh G. Moradiya, Narayan P. Randeria. « Pharmaceutical applications of various natural gums, mucilages and their modified forms ». *Carbohydrate Polymers*, vol 1685–1699, (2013).

- [20] Raymond Aellig. «études sur le dosage pharmaceutique de quelques drogues à mucilages ».Thèse de doctorat, l'ecole polytechnique fédérale, zurich
- [21] Biren. N. Shah, Avinash. K. Seth. « Microwave assisted isolation of mucilage from the fruits of *abelmoschusesculentus* ». Hygeia journal for drugs and medicines, (2011).
- [22] SmitaKolhe, TejalKasar, S.N. Dhole and Mohini Upadhye. «Extraction of Mucilage and its Comparative Evaluation as a Binder » .American Journal of Advanced Drug Delivery,(2014).
- [23] Sepu´ lveda E., Sa´ enz C., Aliaga E., Aceituno C.« Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp ». Journal of Arid Environments,(2007).
- [24] Thanatcha R., Pranee A. « Extraction and characterization of mucilage in *Ziziphusmauritaniana*Lam ».International Food Research Journal,(2012).
- [25] Behrooz Alizadeh, BehbahaniFaridehTabatabaei, YazdiFakhriShahidi, Mohammad Ali HesarinejadSeyed Ali, Mortazavi MohebbatMohebbi. «*Plantago major* Seed Mucilage: Optimization of extraction and some physicochemical and rheological aspects».carbohydrates polymers, (2016).
- [26] Neela M. Bhatia¹, Sachin S. Salunkhe, Sachin S. Mali, Sachin S. Gadkari¹, Ashok A.Hajare, Suryakant V. Gaikwad and Raviraj S. Karade. « Extraction and characterization of mucilage from *Lepidium sativum*Linn. Seeds». Scholars Research Library,(2014).
- [27] Rishabha Malviya. «Extraction Characterization and Evaluation of Selected Mucilage as Pharmaceutical Excipient». Polimery w Medycynie, (2011).
- [28] PharmacopéeEuropéenne, Edition 06 tome 01,(2008).
- [29] Fanyi Ma, Yun Zhang, Yanna Yao, Yurong Wen, Weiping Hu, Jie Zhang, Xiuhua Liu, Alan Bell, Carina Tikkanen-Kaukanen. «Chemical components and emulsification properties of mucilage from *Dioscoreaopposita*Thunb».Food Chemistry,(2017).
- [30] Marthe Nganguem. « Approche physico-chimique du pouvoir conservateur du sel: cas du salage de pseudotolithussenegalensis».thèse,(2007).

- [31] Trisha Bal, Padala Narasimha, Shubhranshu Sengupta. « Isolation and analytical studies of mucilage obtained from the seeds of *dilleniaindica*(family *dilleniaceae*) by use of various analytical techniques».asian journal of pharmaceutical and clinical research,(2012).
- [32] Julien TEA. «Évaluation de la coulabilité des poudres-comparaison de methodes de mesure». thèse,université de lorraine,(2015).
- [33] Zouambia Yamina. «fonctionnalisation des polysaccharides en vue de la preparation des derives amphiphiles associatifs etude comparative des proprietesphysicochimiques».thèse de doctorat,(Novembre 2012).
- [34] Ruste Jacky.«Microscopie électronique à balayage- Principe et équipement».technique de l'ingénieur, VOL 3 P865, (2017).
- [35] Marianela .Capitani, Susana M. Nolasco, Mabel C. Tomás. «Effect of Mucilage Extraction on the Functional Properties of Chia Meals».Food Industry, (2013).
- [36] Olivier Allo, pascalle Blanc, Marie-Ange Dalmasso. Pharmacie Galénique B.P. 3^e édition. Les éditions prophyre,(2013).
- [37] Deshmukhy.S., Katares.S., Shyales.S., Bhujbals.D. ,Kadam 1 D.A., Landged.V., Shah j.B., Pawar1. «Isolation and evaluation of mucilage of adansoniadigitalinn as a suspending agent» .journal of pharmaceutics,(2013).
- [38] Ravi kumarm.B., Patil, sachin r., Patil, mahesh s., Paschapur. «evaluation of abelmoschusesculentus mucilage as suspending agent in paracetamol suspension».international journal of pharmtech research,(2009).
- [39] Senthil v., Sripreethi d. «formulation and evaluation of paracetamol suspension from trigonellaFoenumgraecummucilage».journal of advanced pharmacy education & research,(2011).
- [40] Clément SAIDOU. «Propriétés physico-chimiques et fonctionnelles des gommés hydrocolloïdes des écorces de Triumfetta cordifolia (tiliacée) et de Bridelia thermilofia (Euphorbiacée)». Thèse, université de Grenoble, (2012).
- [41] virginie NETO.«Nouvelles méthodes d'élaboration de tensioactifs glycosylés par métathèse croisée et cycloaddition 1,3-dipolaire».thèse, université de limoges, (2007).

[42] Emilio Alberto parutatuarez. «Émulsions inverses très concentrées formulation, comportement rhéologique et modélisation». Thèse, institut national polytechnique de lorraine, (2010).

[43] Jean-Marie FONTENEAU, Philippe KLUSIEWICZ. « Travaux pratique de préparation et conditionnement des médicaments ».2e edition,(2014).

[44] Le Hir A., Chaumeil J.-C., Brossard D. « Pharmacie galénique Bonne pratique de fabrication des medicaments ».9^e édition.

[45] Chabni Malika. « etude de stabilité physique des système disperses » these de doctorat,université Mouloud mammeri de Tizi Ouzou.(mai 2012).

[46] Amit K. Nayak, Dilipkumar Pal, JyotiprakashPradhan ,TaraknathGhorai. « The Potential ofTrigonellafoenum-graecum L. Seed Mucilage as SuspendingAgent».Indian Journal of Pharmaceutical Education and Research, (2012).

ANNEXE 1

Tableau n°1: résultats de la contrainte de cisaillement et du taux de cisaillement du mucilage extrait pour les trois concentrations 5%, 7% et 9%

Taux de cisaillement S⁻¹	contrainte de cisaillement Pa 5%	contrainte de cisaillement Pa 7%	contrainte de cisaillement Pa 9%
0,01	0,01	0,30	4,28
0,01	0,01	0,44	5,81
0,03	0,02	0,63	7,96
0,05	0,04	0,92	10,90
0,08	0,06	1,31	14,70
0,14	0,10	1,82	19,20
0,24	0,17	2,50	24,80
0,42	0,27	3,33	31,50
0,73	0,43	4,48	39,60
1,27	0,64	6,12	49,90
2,21	0,98	8,34	62,50
3,86	1,47	11,30	77,70
6,72	2,28	15,30	96,00
11,70	3,42	20,60	117,00
20,40	5,14	27,30	141,00
35,60	7,55	35,70	168,00
62,10	10,90	46,00	197,00
108,00	15,30	57,80	228,00
189,00	20,80	71,60	260,00
329,00	28,10	87,20	294,00
574,00	37,00	104,00	330,00
1000,00	49,70	123,00	368,00

Tableau n°2 : résultats de la viscosité et du taux de cisaillement du mucilage extrait pour les trois concentrations 5%, 7% et 9%

Taux de cisaillement S⁻¹	Viscosité Pa.S 5%	Viscosité Pa.S 7%	Viscosité Pa.S 9%
0,01	0,85	35,40	501,00
0,01	0,82	29,40	390,00
0,03	0,82	24,40	307,00
0,05	0,85	20,40	242,00
0,08	0,80	16,60	186,00
0,14	0,75	13,30	140,00
0,24	0,72	10,40	104,00
0,42	0,65	7,97	75,40
0,73	0,59	6,15	54,50
1,27	0,51	4,82	39,30
2,21	0,44	3,77	28,30
3,86	0,38	2,92	20,20
6,72	0,34	2,27	14,30
11,70	0,29	1,75	9,99
20,40	0,25	1,34	6,92
35,60	0,21	1,00	4,73
62,10	0,18	0,74	3,18
108,00	0,14	0,53	2,11
189,00	0,11	0,38	1,38
329,00	0,09	0,27	0,89
574,00	0,06	0,18	0,58
1000,00	0,05	0,12	0,37

Tableau n°3 : résultats de la contrainte de cisaillement et du taux de cisaillement du xanthane pour les trois concentrations 0,5%, 1% et 2%

Taux de cisaillement S⁻¹	contrainte de cisaillement Pa 0,5%	contrainte de cisaillement Pa 1%	contrainte de cisaillement Pa 2%
0,01	0,61	1,01	3,80
0,01	0,90	1,77	6,59
0,02	1,24	2,95	10,80
0,03	1,60	4,68	16,80
0,05	1,96	6,89	23,60
0,07	2,27	9,13	28,10
0,12	2,57	10,70	30,10
0,19	2,87	11,90	31,40
0,30	3,20	12,90	33,40
0,49	3,56	14,00	36,30
0,79	3,96	15,20	39,70
1,27	4,44	16,60	43,70
2,04	4,97	18,60	48,60
3,29	5,49	20,40	53,90
5,30	6,13	22,50	58,90
8,53	6,62	24,40	63,00
13,70	7,15	26,10	65,50
22,10	7,69	27,30	67,00
35,60	8,26	28,30	68,30
57,40	9,15	29,20	69,90
92,40	10,20	30,30	72,80
149,00	11,60	32,00	77,00
240,00	13,40	34,40	82,90
386,00	15,90	38,40	89,70
621,00	19,50	44,20	96,20
1000,00	24,10	52,70	110,00

Tableau n°4 : résultats de la viscosité et du taux de cisaillement du xanthane pour les trois concentrations 0,5%, 1% et 2%

Taux de cisaillement S⁻¹	Viscosité Pa.S 0,5%	Viscosité Pa.S 1%	Viscosité Pa.S 2%
0,01	90,00	1090,00	4120,00
0,01	82,90	1100,00	4090,00
0,02	71,30	1050,00	3850,00
0,03	57,10	956,00	3440,00
0,05	43,30	807,00	2770,00
0,07	31,20	614,00	1890,00
0,12	21,90	414,00	1160,00
0,19	15,20	264,00	696,00
0,30	10,50	164,00	424,00
0,49	7,27	102,00	265,00
0,79	5,02	63,30	166,00
1,27	3,50	39,80	105,00
2,04	2,43	25,50	66,80
3,29	1,67	16,10	42,50
5,30	1,16	10,20	26,60
8,53	0,78	6,34	16,30
13,70	0,52	3,88	9,74
22,10	0,35	2,33	5,72
35,60	0,23	1,38	3,34
57,40	0,16	0,82	1,96
92,40	0,11	0,49	1,17
149,00	0,08	0,30	0,71
240,00	0,06	0,18	0,44
386,00	0,04	0,12	0,27
621,00	0,03	0,08	0,17
1000,00	0,02	0,05	0,11

Tableau n°5:valeurs de la tension superficielle du mucilage extrait

Tension superficielle Mn/m	Concentration %
69,9894	0,01
68,8032	0,05
66,1928	0,1
63,2753	0,25
60,0200	0,5
58,1715	0,75
57,5785	1
57,1197	2
57,9335	3

Tableau n°6 : résultats du volume de sédimentation observé pendant 10jours pour les suspensions préparées avec les 2 agents de suspension : le mucilage extrait et le tween 80

		Volume de sédimentation									
Agent de suspension	Concentration %	Jour 1	Jour 2	Jour 3	Jour 4	Jour 5	Jour 6	Jour 7	Jour 8	Jour 9	Jour 10
Mucilage extrait	0,5	0,9	0,95	1	1,1	1,17	1,19	1,2	1,2	1,2	1,2
	1	1,1	1,2	1,3	1,36	1,4	1,45	1,48	1,5	1,5	1,5
	1,5	1,4	1,5	1,55	1,6	1,7	1,77	1,79	1,8	1,8	1,8
	2	1,5	1,6	1,66	1,7	1,7	1,8	1,9	2	2	2
Tween 80	0,5	0,8	0,85	0,9	1	1,15	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
	1	1	1,1	1,2	1,2	1,3	1,33	1,4	1,4	1,4	1,4
	1,5	1,35	1,4	1,44	1,5	1,5	1,6	1,7	1,7	1,7	1,7
	2	1,42	1,5	1,5	1,6	1,66	1,75	1,79	1,8	1,8	1,8

Tableau n°7 : résultats du test de redispersion observé après chaque 5 jours pendant 20 jours des suspensions avec les 2 agents de suspension : le mucilage extrait et le tween 80

		Redispersion			
Agent de suspension	Concentration %	Jour 1	Jour 5	Jour 10	Jour 15
Mucilage extrait	0,5	2	2,1	2	2
	1	2,3	2,4	2,4	2,4
	1,5	2,7	2,8	2,8	2,8
	2	3,1	3	3	3
Tween 80	0,5	2	2	2	2
	1	2,2	2,3	2,3	2,3
	1,5	2,5	2,6	2,6	2,6
	2	2,9	2,9	2,85	2,9

Tableau n°8 : résultats de la viscosité et du taux de cisaillement des émulsions préparées par les deux agents émulsifiants : le mucilage extrait et le tween 80

Taux de cisaillement S ⁻¹	Viscosité Pa.S	
	Mucilage extrait	Tween 80
0,045	136	205,000
0,239	42,1	49,900
0,728	20,8	20,500
2,210	10,8	8,950
3,860	7,88	6,070
6,720	5,75	4,170
11,700	4,18	2,890
20,400	3,03	2,040
35,600	2,19	1,460
62,100	1,59	1,070
108,000	1,16	0,784
189,000	0,853	0,585
329,000	0,63	0,442
574,000	0,461	0,337

ANNEXE 2



Montage à reflux

Mucilage
Eau + Ethanol





pH-mètre



Etuve



Four



Centrifugeuse



Ultra turax



conductimètre



Rhéomètre



Tensiomètre



Densi-tape



Tamiseuse



Microscope électronique à balayage



Microscope optique

INTRODUCTION

Aujourd'hui, le monde entier se tourne vers la recherche de solutions de rechange appropriées pour les composés synthétiques utilisés dans les industries pharmaceutiques à partir de sources naturelles.

Les polysaccharides ont été proposés comme les premiers biopolymères à se former sur terre. Ce sont des glucides complexes contenant un ou plusieurs monosaccharides. Les polysaccharides naturellement disponibles sont préférés aux polymères synthétiques en raison de leur non toxicité, de leurs faibles coûts, de leur biodégradabilité et de leur disponibilité abondante [1].

Les mucilages sont des hydrocolloïdes polysaccharidiques obtenus généralement à partir de différentes sources de plantes et peuvent être utilisés dans les préparations alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques pour plusieurs applications telles que épaississants, agents gélifiants, agents stabilisants, agents de suspensions et agents liants [2].

Avec l'augmentation de la demande de mucilages naturels, il est devenu nécessaire d'explorer des sources nouvelles et meilleures de mucilage pour répondre aux exigences [3].

Cependant, aucune étude n'a été réalisée sur les mucilages et leurs effets biologiques issus de *Punicagranatum* qui est une plante médicinale de la famille des *Punicaceae*.

Punicagranatum (grenade), un fruit largement cultivé dans tous les pays méditerranéens, est connue pour ses vertus thérapeutiques ainsi que ses écorces qui sont utilisées depuis longtemps en médecine traditionnelle [4].

L'objectif principal de cette étude est l'extraction et la caractérisation du mucilage extrait à partir des écorces de *Punica granatum* et la détermination de ses propriétés autant qu'agent de suspension et émulsifiant.

A cet effet, la démarche adoptée pour cette étude est la suivante :

-La première partie est une étude bibliographique dans laquelle, on présentera la matière végétale, son utilisation et des généralités sur les polysaccharides et les mucilages.

-La seconde partie est une étude expérimentale qui sera consacrée à l'extraction et l'isolation du mucilage à partir des écorces de *Punica granatum*, détermination de ses caractéristiques physico-chimiques et son application autant qu'agent de suspension et émulsifiant.

Chapitre 1

GENERALITES SUR L'ESPECE *PUNICA GRANATUM*

1.1 Introduction

La grenade, *Punica granatum*, appartient à la famille des *Punicaceae*, représente l'un des plus anciens fruits comestibles connu. Le nom de grenade dérive du nom latin du fruit *Malum granatum* qui signifie pomme granuleuse [5].

Depuis des milliers d'années, le grenadier, *Punica granatum*, ses fruits ainsi que ses graines, son écorce et ses fleurs, sont utilisés, pour leurs propriétés médicinales. Toutes les parties de l'arbre de grenade sont utilisées dans la médecine traditionnelle pour soigner les maladies gastro-intestinales et les infections parasitaires. La peau de grenade séchée était traditionnellement recommandée pour le traitement de divers troubles tels que la colite, les maux de tête, les aphtes et les ulcères [6].

1.2 Classification botanique

La classification botanique du grenadier est la suivante [7]:

1.2.1 Systématique

- Règne : *plantae*
- Division : *Magnoliophyta*
- Classe : *Magnoliopsida*
- Ordre : *Myrtales*
- Familles : *Punicaceae*
- Genre : *Punica*
- Espèce : *Punicagranatum*

1.2.2 Noms vernaculaires

- Nom arabe : الرمان
- Nom français : Grenadier.
- Nom anglais : Pomegranate.
- Nom espagnol: Granado Cultivado, Mangrano.
- Nom italien : Granato.



Figure 1.1 : différentes parties de *Punica granatum* L.

1.2.3 Description botanique

Le grenadier est un arbre ou arbuste buissonnant de 2 à 5 m de hauteur, il a un tronc tortueux, à écorce grisâtre, qui se ramifie en branches irrégulières, légèrement épineuses au sommet. Les feuilles, généralement opposées, luisantes, simples, entières et non stipulées, sont soit isolées, soit groupées en verticilles sur le même pied. Les fleurs, d'une couleur rouge pourpre ou écarlate, d'aspect froissé, portées par un court pédoncule, solitaires à l'aisselle des feuilles ou réunies par groupe de deux ou trois au sommet des branches. Elles s'ouvrent du mois de mai au juillet.

Les fleurs sèches sont sans odeur et possèdent une saveur âpre et astringente, elles donnent à la salive une teinte violacée. Le fruit est globuleux de couleur rouge brune, il a une grosseur d'une orange, surmonté du calice desséché. Il s'agit d'une baie cortiquée à péricarpe dur, divisé en plusieurs loges dont les graines ont un tégument externe rouge, pulpeux, succulent, acidulé, sucré et un tégument interne dur [8,9].

L'écorce du fruit du grenadier est également appelée *malicorium*, représente environ 50% du poids total du fruit. Elle est généralement utilisée séchée, sous la forme de morceaux brunâtres ou vert rougeâtre à l'extérieur, un peu verruqueux, brillants, jaunâtres sur la face intérieure concave, portant souvent l'empreinte des graines qui y étaient appliquées. Ces fragments sont de consistance coriace. Ils sont formés d'un parenchyme de cellules à parois minces, au milieu desquelles on distingue des groupes de cellules pierreuses et des faisceaux fibro-vasculaires. La saveur de l'écorce de grenade est amère et astringente [6].



Figure 1.2 : Grenadier au tronc tortueux.



Figure 1.3 : fruit du *punicagranatum*.

1.3 Aire de répartition géographique

Le grenadier est fortement représenté au moyen-Orient, sa terre d'origine. Il est aussi beaucoup cultivé dans le bassin méditerranéen : Espagne, Grèce, Algérie, Tunisie et Maroc. On le rencontre plus rarement dans le midi de la France, au Portugal, en Bulgarie.

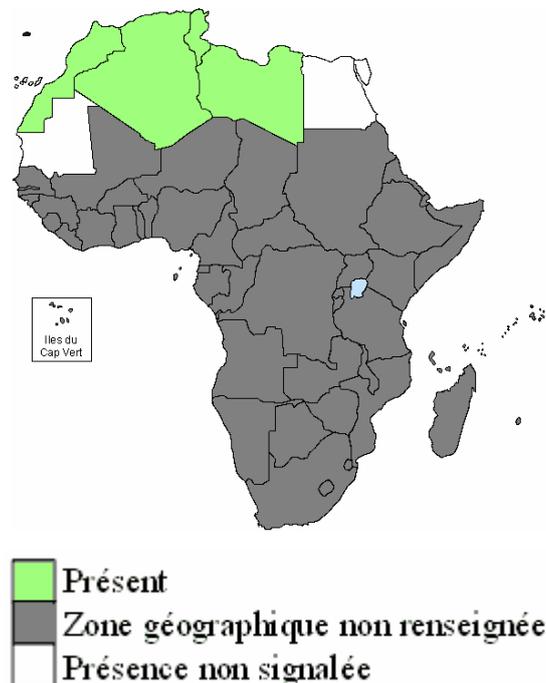


Figure 1.4 : Répartition géographique du grenadier en Afrique.

1.4 Composition chimique

Punica granatum est une bonne source de protéines, fibres, sucres simples, oligo-éléments et minéraux et même des métabolites secondaires [10,11].

Tableau 1.1 : Composition chimique de *Punica granatum*L. [10,11].

Organe végétal	Composition chimique
Ecorce du fruit	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes • Tannins • Acides polyphénoliques • Mucilage
Feuilles	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes • Tannins
Graines	<ul style="list-style-type: none"> • Acides gras insaturés • Acides gras saturés • Tannins • Stérol

1.5 Usages de *Punica granatum* [9]

1.5.1 Usages traditionnels

Connu depuis l'Antiquité, le Grenadier ne fut vraiment utilisé en Europe qu'à partir du siècle dernier. Les fleurs soignent les diarrhées tenaces, les leucorrhées, en bain de bouche, les aphtes et les gingivites. L'écorce de la racine est connue pour être un puissant vermifuge particulièrement efficace contre le ténia.

1.5.2 Usages courants

En alimentation, le fruit est consommé à maturité en automne et en hiver. Les graines et leur enveloppe rougeâtre sont séparées du reste et consommées avec du sucre.

En cosmétologie, l'écorce du Grenadier se retrouve dans les huiles de massages.

1.5.3 Usage médicinal

L'écorce du fruit, riche en tanins, trouve un emploi comme astringent et antiradicalaire. Les graines de Grenadier combattent les fièvres et les diarrhées. Elles contiennent du potassium et de la vitamine C.

En florithérapie, le Grenadier est décrit comme remède aux troubles de la féminité.

Chapitre 2

GENERALITES SUR LES POLYSACCHARIDES

2.1 Introduction

Les polysaccharides sont les macromolécules les plus abondantes sur terre et dans les océans. Ces macromolécules sont les éléments structuraux majeurs de la paroi des végétaux (ex : cellulose, carraghénanes, alginates). Ils ont un rôle essentiel dans le stockage de l'énergie (ex : amidon, laminarine).

Les polysaccharides fortement utilisés dans l'industrie agroalimentaire et pharmaceutique, pour leurs propriétés technologiques, physiologiques et pharmaceutiques, sont des acteurs importants dans l'économie mondiale [12].

2.2 Définition

Les polysaccharides sont des polymères biologiques constitués d'un ou plusieurs types de molécules monosaccharidiques, ayant pour formule générale $[C_x(H_2O)_y]_n$. Les polysaccharides constitués de mêmes types d'oses sont nommés les glycanes. Chaque polysaccharide est caractérisé par un degré de polymérisation bien déterminé et un type de liaison entre les monomères. Le glucose, le fructose, le galactose sont parmi les monomères constitutifs. Il existe aussi du mannose, de l'arabinose, du xylose et du rhamnose [13,14].

Les polysaccharides sont présents chez tous les êtres vivants, dans les végétaux, dans les animaux et dans les microorganismes (bactéries, champignons, algues) [15].

Les propriétés des polysaccharides, sont largement exploitées dans différents secteurs industriels, aussi bien en industrie agro-alimentaire (comme agents texturants) que dans le domaine pharmaceutique (substances biocompatibles, thérapeutiques) [13].

2.3 Classification des polysaccharides

Les polysaccharides sont subdivisés en plusieurs classes [16,17]:

2.3.1 Polysaccharides bactériens et fongiques

Certains micro-organismes vivent et se développent sous forme agrégée. Les biofilms sont une très bonne illustration de ce type d'organisation. Ce phénomène naturel que

l'on trouve à la fois chez les micro-organismes de type eucaryotes et procaryotes résulte généralement de la fixation des micro-organismes sur une matrice à l'aide de composés ou substances polymériques extracellulaires, communément appelées en anglais «ExtracellularPolymeric Substances» (E.P.S). Les polysaccharides sont considérés comme leur principale composante. Leur rôle est impliqué dans l'adhésion des bactéries aux surfaces, l'agrégation des cellules, la reconnaissance cellulaire, la protection cellulaire, la rétention en eau, la fixation des composés organiques ou inorganiques.

2.3.2 Polysaccharides d'extraits d'algues

Les parois cellulaires de l'ensemble des algues contiennent outre la cellulose et l'hémicellulose, une forte proportion de polysaccharides anioniques. Ces polysaccharides désignés sous le nom de phycocolloïdes, ont une composition chimique variée suivant les groupes d'algues. Ils possèdent de nombreuses propriétés et applications telles que les propriétés antitumorales et antivirales des carraghénanes, les propriétés hémostatiques et anti-gastrites des alginates, les propriétés anti-inflammatoires et anticoagulantes des fucoïdanes. Parmi les polysaccharides d'extraits d'algues, l'alginate, le fucoïdane et le laminarane, ayant des propriétés gélifiantes ou épaississantes sont retrouvées dans les algues brunes. Les alginates d'algues marines sont très utilisés dans l'industrie agro-alimentaire et pharmaceutique.

2.3.3 Polysaccharides animaux

Les polysaccharides animaux appartiennent à la famille des glycosaminoglycanes (GAG) et sont issus des protéoglycanes. Ces polymères sont soit impliqués dans la structure des tissus conjonctifs, soit dans des mécanismes de communications cellulaires via leurs propriétés fonctionnelles. Ces polymères sont constitués de résidus neutres (glycosamine) et acides (acide glucuronique et/ou acide iduronique) plus ou moins sulfatés, unis par des liaisons glycosidiques

2.3.4 Polysaccharides végétaux

Les sources de polysaccharides végétaux sont multiples. Ainsi, on distingue les polysaccharides de structure (cellulose, pectines), les polysaccharides de réserve (amidon), les gommes et les exsudats comme (gomme arabique), et enfin les mucilages. Ces deux dernières classes ou catégories, sont des mélanges de polysaccharides hétérogènes qui forment en contact de l'eau des gels.

2.4 Les mucilages

2.4.1 Définition

Les mucilages sont des hydrocolloïdes polysaccharidiques constituent une classe structurellement diversifiée de macromolécules biologiques avec une large gamme de propriétés physico-chimiques [18]. Ce sont de composition hétérogène formés à partir des sucres, de l'arabinose, Galactose, glucose, mannose, xylose et unités d'acide uronique [3] et qui sont fréquemment utilisés comme épaississant, liant, Émulsifiants, agent de suspension et de stabilisation dans des produits pharmaceutiques. Les mucilages sont intéressants pour la préparation de formulations pharmaceutiques, en raison de leurs hautes capacités de gonflement à l'eau, non-toxicité, faible coût et leurs disponibilités [19].

Le mucilage est une substance polysaccharidique présente chez de nombreux végétaux. Cette substance gonfle au contact de l'eau et forme une solution visqueuse parfois collante.

2.4.2 Nature chimique

Les mucilages, en raison de leur nature polysaccharidique, produisent un nombre indéfini de monosaccharides lors de l'hydrolyse. Selon le type de produits d'hydrolyse obtenus, ils peuvent être ensuite classés en pentosanes (par exemple xylane) et en hexosanes (par ex. Amidon et cellulose).

Les mucilages sont généralement des esters d'acide sulfurique, le groupe ester étant un polysaccharide complexe. Les mucilages sont étroitement liés aux hémicelluloses dans la composition, sauf que les sucres produits par les hémicelluloses sont le glucose, le mannose et le xylose, tandis que celles produites par les mucilages sont le galactose et l'arabinose [19].

2.4.3 Applications du mucilage

2.4.3.1 Applications comme agents émulsifiants et de mise en suspension

Les mucilages peuvent agir comme émulsifiant et agents suspendant. Ils stabilisent les émulsions Huile / eau en formant un film multi-moléculaire autour de chaque globule

d'huile et ainsi retarder la coalescence par la présence d'une barrière hydrophile entre les phases huile et eau.

Les mucilages augmentent la résistance à la couche d'hydratation formée autour des particules en suspension, la liaison hydrogène et les interactions moléculaires. Les mucilages naturelles sont des colloïdes hydrophiles, qui augmentent la viscosité de la phase continue et permettent aux particules solides de rester en suspension pendant un temps suffisant [19].

2.4.3.2 Applications pharmaceutiques des mucilages

En galénique, les mucilages sont utilisés, mélangés à d'autres médicaments, pour diminuer l'action irritante de ces derniers, pour corriger le goût ou encore pour empêcher la résorption trop rapide, on les utilise également souvent dans la fabrication des comprimés comme Liant et désintégrant, dans la préparation des émulsions comme stabilisateurs en tant que colloïdes protecteurs ainsi que dans les bases de pommades, pâtes dentifrices, et comme agent de suspension qui réduit effectivement le taux de décantation et permet une redispersion facile des particules [13, 14].

2.4.3.3 Applications non pharmaceutiques

En bactériologie, on utilise couramment certaines substances mucilagineuses comme milieux de cultures (Agar-Agar, gélatine). En technique, on les utilise dans l'imprimerie, dans la fabrication du papier, de la colle, d'émulsions techniques telles les huiles à parquet, les émulsions de goudron...

Dans l'industrie alimentaire, elles trouvent une application dans la préparation de sauces, gelées, pâtisseries...

2.4.4 Propriétés thérapeutiques du mucilage

Les propriétés thérapeutiques des mucilages sont dues aux propriétés qu'ont ces substances de s'hydrater, de gonfler et de donner des solutions visqueuses et des gels. On peut les classer comme suit [20]:

2.4.4.1 Diminution de la sensation de douleur et du goût

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

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

2.4.4.2 Rétention d'eau et application prolongée de chaleur humide

On utilise très fréquemment les drogues à mucilages sous forme de cataplasmes dont le but est de produire une accumulation de chaleur et d'humidité, surtout sur les inflammations d'origine infectieuse et aussi d'origine rhumatismale, en provoquant ainsi une hyperémie locale qui permet au corps de mieux lutter contre les bactéries et les autres causes de la maladie.

2.4.4.3 Pouvoir adsorbant et antidiarrhéique

De par leur nature colloïdale, les mucilages sont doués d'un certain pouvoir adsorbant sur beaucoup de substances. On peut ainsi les utiliser pour empêcher la résorption de poisons par l'intestin.

Les propriétés antidiarrhéiques 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. D'autre part on explique également cette action en pensant qu'une forte dose de drogues mucilagineuses agit comme un «bouchon» chassant devant lui le foyer d'infection diarrhéique.

2.4.4.4 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.

Chapitre 3

MATERIELS ET METHODES

La présente étude a pour objectifs de réaliser :

- L'extraction du mucilage à partir des écorces de « *Punica granatum* » ;
- Une caractérisation physico-chimique du mucilage extrait ;
- Détermination des propriétés du mucilage autant qu'agent de suspension ;
- Détermination des propriétés du mucilage autant qu'agent émulsifiant ;
- Application du mucilage dans une émulsion.

3.1 Matériels

3.1.1 Matériel végétal

La matière végétale est constituée des écorces de *Punica granatum* (grenade). L'espèce a été récoltée en automne 2016. Les écorces ont été séchées à température ambiante, à l'abri de la lumière et dans des endroits bien aérés et conservées dans des sacs propres afin de servir à l'extraction.

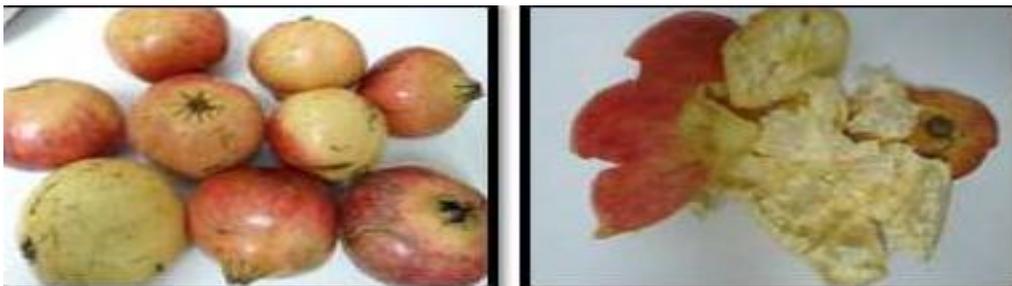


Figure 3.1 : le fruit de *Punica granatum* et ses écorces.

3.2 Réactifs

Les produits utilisés au cours de cette étude sont présentés dans le tableau 3.1

Tableau 3.1: les réactifs utilisés.

Produit	Marque	Pureté %
Ethanol	Honeywell	96
Méthanol	Sigma-Aldrich	99
Acétone	ApplichemPanreac	99
Chloroforme	Applichempanreac	99
Acide sulfurique	Biochemchemopharma	96-98
Paraffine liquide	Ficher chemical	99
Tween80	Sigma-Aldrich	99
Carboxymethylcellulose de sodium	Sigma-Aldrich	-
Carbopol 940	Lubrizol	-
Acide benzoïque	-	-
Hydroxyde de sodium	Sigma-Aldrich	98
1-Naphtol (α)	Fluka AG	97
Xanthane	-	-

3.2 Extraction et isolation du mucilage

Les écorces de *Punica granatum* (50g) ont été broyées puis macérées dans de l'eau distillée avec un rapport de (1:7) pendant 24h, ensuite bouillies pendant 1h sous reflux avec agitation. Le mélange est laissé au repos pendant 2h, puis il a été pressé dans un tissu de mousseline pour récupérer le filtrat. Un volume d'éthanol a été ajouté au filtrat avec des rapports de (1:1, 1:2 et 1:3) et conservé au réfrigérateur pendant 24h. Après filtration, Le résidu a été séché pendant 48h à une température de 37°C [21, 22, 23, 24].

Les différentes étapes de l'extraction du mucilage à partir des écorces de *Punica granatum* sont représentées sur le schéma suivant (figure 3.2).

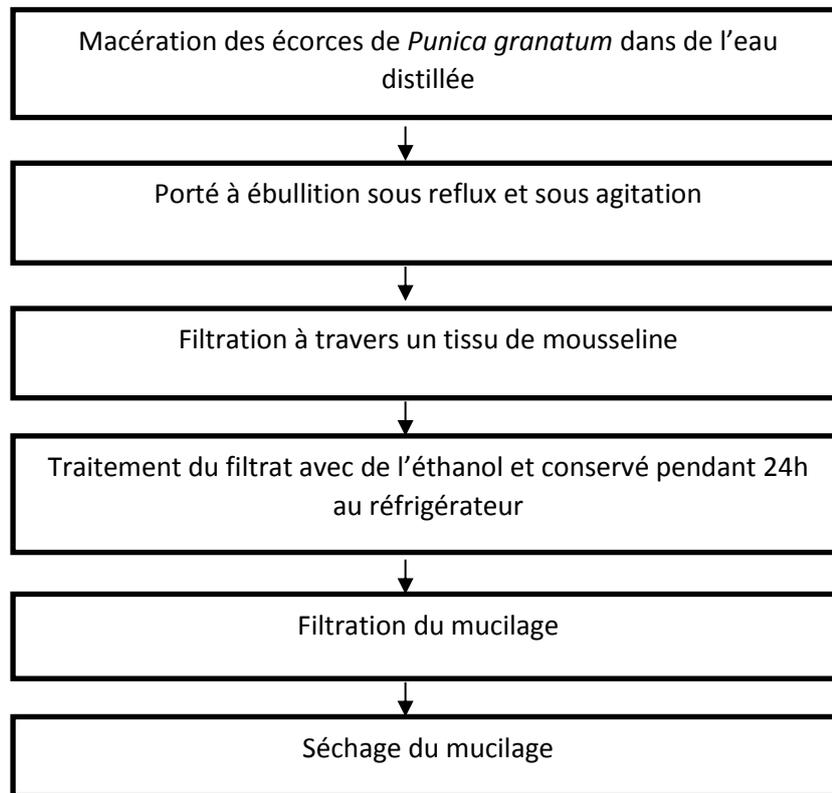


Figure 3.2: Schéma d'extraction du mucilage des écorces de *Punica granatum*.

3.3 Calcul du rendement

Le rendement d'extraction est défini comme étant le rapport entre la masse du mucilage extrait en poudre (g) et la masse initiale des écorces de *Punica granatum* (g) [2,25].

Le rendement est exprimé selon l'équation suivante :

$$R (\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (\text{Eq1})$$

Avec :

m_0 : masse initial des écorces de *Punica granatum* (g) ;

m_1 : masse du mucilage extrait(g).

3.4 Caractérisation du mucilage

3.4.1 Test de Molisch

La présence de mucilage dans le matériau extrait a été confirmée par le test de Molisch. Quelques gouttes d'alpha naphthol alcoolique sont ajoutées à la solution de mucilage, ensuite quelques gouttes d'acide sulfurique concentré sont ajoutées sur les cotés du tube, la présence du mucilage a été vérifiée par l'apparition d'une couleur rouge-violacé [26].

3.4.2 Propriétés organoleptiques

Les propriétés organoleptiques du mucilage tel que la couleur, l'odeur et la texture ont été évaluées.

3.4.3 Détermination de la solubilité

La solubilité du mucilage a été déterminée dans l'eau chaude, l'eau froide, l'éthanol, l'acétone, le méthanol et le chloroforme selon le protocole suivant [27,28] :

0,1g de poudre de mucilage sec à été ajouté à 10 ml de solvant, la solution est agitée pendant 1 min puis placée dans une enceinte thermostatée à une température égale à $25,0 \pm 0,5$ °C pendant 15 min.

3.4.4 Mesure du pH

Une dispersion à 1% (p/v) de l'échantillon a été secouée dans de l'eau distillée pendant 5 min. La mesure du pH a été effectuée à l'aide d'un pH-mètre de marque HANNA instruments HI2210, en utilisant une électrode en verre [3, 29].

3.4.5 Perte en eau lors du séchage

Dans cette méthode une quantité de mucilage a été pesée et séchées à 105°C pendant 2h.

Après 2h, le mucilage a été pesé et le poids de l'eau perdu lors du séchage a été déterminé selon la formule suivante [26] :

$$P_i - P_f = P_q \quad (\text{Eq 2})$$

Avec :

- P_i : Poids de l'échantillon avant séchage ;
 P_f : Poids de l'échantillon après séchage ;
 P_q : Quantité de l'eau perdue dans l'échantillon.

Le pourcentage de perte d'humidité lors du séchage à été calculé selon la formule suivante :

$$\text{perte en eau lors du séchage (\%)} = \frac{P_q}{P_f} \times 100 \quad (\text{Eq 3})$$

3.4.6 Teneur en cendres

La teneur en matière organique du mucilage est déterminée après calcination selon le protocole suivant

1g d'échantillon a été séché dans l'étuve à 105°C jusqu'à stabilisation du poids de la matière sèche. Après l'obtention de la matière sèche, les creusets et leurs contenus sont portés dans un four de marque Nabertherm (Germany) à 500°C pendant 3h. Ces creusets ont été ensuite pesés après avoir été refroidis dans un dessiccateur [30].

La teneur en cendres est déterminée selon la formule suivante :

$$\text{TC (\%)} = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0} \times 100 \quad (\text{Eq 4})$$

Avec:

- P_0 : poids du creuset vide ;
 P_1 : poids du creuset + échantillon séché à l'étuve ;
 P_2 : poids du creuset + résidu calciné.

3.4.7 Indice de gonflement

1g de mucilage a été ajouté à 25ml d'eau distillée dans une éprouvette de 25ml et secoué toutes les 10min pendant 1h, ensuite la solution est mise en repos pendant 24h à température ambiante. Après repos, le volume occupé par le mucilage a été mesuré. L'indice de gonflement à été calculé en utilisant la formule suivante [31] :

$$\text{Indice de gonflement} = \frac{V_2}{V_1} \quad (\text{Eq 5})$$

Avec :

V_1 : le volume occupé par le mucilage avant l'hydratation ;

V_2 : le volume occupé par le mucilage après l'hydratation.

Le procédé a été répété trois fois et la valeur moyenne a été calculée.

3.4.8 La capacité de rétention d'eau

La poudre de mucilage a été utilisée pour déterminer sa capacité de rétention d'eau et la comparée avec la gomme xanthane comme référence selon le mode opératoire suivant [24] :

On ajoute 25ml de l'eau distillée à 0,25 g du mucilage, l'ensemble est mélangé à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 15 min suivi par une centrifugation à 10000 tours/min pendant 30 min. Le surnageant a été retiré, les échantillons humides ont été pesés ensuite ils sont utilisés pour calculer la capacité de rétention d'eau selon l'équation suivante:

$$\text{capacité de rétention d'eau} = \frac{\text{poids de l'échantillon humide} - \text{poids de l'échantillon sec}}{\text{poids de l'échantillon sec}} \quad (\text{eqt6})$$

(g d'huile / g de poids d'échantillon sec)

3.4.9 Absorption d'huile

La poudre de mucilage a été utilisée pour déterminer sa capacité d'absorption de l'huile et la comparée avec la gomme xanthane selon le protocole suivant [24] :

0,5 g d'échantillon est additionné à 10 ml d'huile raffinée, mélangés à l'aide d'un agitateur à hélice de marque WiseStir HS-30D pendant 1 min, l'ensemble est maintenu à température ambiante pendant 30 minutes puis centrifugés à 10000 tours/min pendant 30 min et le surnageant a été retiré.

Le poids de l'échantillon absorbé par l'huile à été pesé et l'absorption d'huile à été calculée selon l'équation suivante:

$$\text{Absorption d'huile} = \frac{\text{poids de l'échantillon huile absorbé} - \text{poids de l'échantillon sec}}{\text{poids de l'échantillon sec}} \quad (\text{Eq7})$$

(g d'huile / g de poids d'échantillon sec)

3.4.10 Capacité d'émulsion

La capacité d'émulsion a été déterminée en utilisant la poudre de mucilage comparée avec la gomme xanthane selon le mode opératoire suivant [24] :

1g d'échantillon dissous dans 50 ml d'eau distillée, on lui a ajouté 50 ml d'huile raffinée. L'émulsion a été préparée à l'aide d'un homogénéisateur de marque IKA R104 pendant 1min ensuite centrifugée à 4100 tours par minute pendant 5 minutes à l'aide d'une centrifugeuse de marque SIGMA 3-30K.

La capacité d'émulsion a été déterminée selon l'équation suivante:

$$\text{capacité d'émulsion}(\%) = \frac{\text{Hauteur de la couche émulsionnée}}{\text{Hauteur de la couche entière}} \times 100 \quad (\text{Eq 8})$$

3.4.11 Propriétés rhéologiques

Le comportement rhéologique du mucilage a été étudié en utilisant un rhéomètre de marque Anton Paar MCR 302 et le comparer avec la gomme xanthane en adoptant le protocole suivant [24] :

La poudre de mucilage a été dissoute dans de l'eau distillée pour préparer une solution de mucilage de concentration de 5%, 7% et 9% (p/v). Ensuite, la solution a été maintenue à 4°C pendant 12 heures. Le protocole a été répété en utilisant la gomme xanthane (concentration de 0.5%, 1% et 2% (p/v)).

3.4.12 Propriétés d'écoulement de la poudre

Malgré l'utilisation très importante des poudres dans de nombreux secteurs industriels, leurs comportements restent encore difficiles à appréhender. Or la bonne conduite d'un procédé dépend principalement du comportement des poudres et en particulier de son écoulement. En effet, l'écoulement des poudres conditionne fortement la bonne mise en œuvre d'un procédé. Par exemple, dans le secteur pharmaceutique, une poudre qui présente un mauvais écoulement peut entraîner, lors des différentes étapes de fabrication des difficultés à obtenir un produit fini présentant les qualités requises et donc conduire à des non conformités. Pour prédire le comportement d'une poudre et évaluer sa capacité à s'écouler, l'indice de compressibilité et l'indice de Hausner sont déterminés selon la méthode suivante [22, 26,32]:

10g de poudre de mucilage a été introduite dans une éprouvette de 100 ml et placée sur un instrument appelé densi-tape de marque ERWEKA. Ensuite les poudres ont été soumises au tassement jusqu'à l'obtention d'un volume constant. La mesure de la densité apparente et tassée a été déterminée afin de pouvoir calculer par la suite l'indice de compressibilité et l'indice de Hausner.

La densité vrac est obtenue en divisant le poids de l'échantillon par le volume de l'échantillon contenu dans l'éprouvette.

$$\text{Densité vrac } \rho_{\text{vrac}}(\text{g/ml}) = \frac{\text{poids de la poudre sèche}}{\text{volume vrac}} \quad (\text{Eq 9})$$

La densité tassée est calculée en divisant le rapport du poids de la poudre sèche à son volume tassé.

$$\text{Densité tassée } \rho_{\text{tassée}}(\text{g/ml}) = \frac{\text{poids de la poudre sèche}}{\text{volume tassée}} \quad (\text{Eq 10})$$

L'indice de compressibilité et l'indice de Hausner sont définis par les expressions suivantes

$$\text{Indice de compressibilité } I_c = \frac{\rho_{\text{tassée}} - \rho_{\text{vrac}}}{\rho_{\text{tassée}}} \quad (\text{Eq 11})$$

$$\text{Indice de Hausner } I_H = \frac{\rho_{\text{tassée}}}{\rho_{\text{vrac}}} \quad (\text{Eq 12})$$

3.4.13 Analyse spectrale par infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

La spectroscopie infra-rouge est une méthode d'analyse physique rapide, simple à mettre en oeuvre et ne nécessitant que peu de quantité de matière à analyser. Basée sur les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule, elle peut être employée tout aussi facilement sur des échantillons bruts ou purifiés [33].

➤ Préparation des échantillons

Le mucilage extrait sous forme de poudre fine est mélangé à du bromure de potassium KBr qui a la particularité d'être transparent à l'infrarouge dans le domaine exploré. Ce mélange solide (1 mg de produit pour 100 mg de KBr) sert à la réalisation d'une pastille translucide par compression qui sera placée délicatement sur un support spécifique et analysée par transmission.

Les spectres d'absorption infrarouge sont enregistrés dans la gamme de nombres d'onde comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} , à l'aide d'un spectrophotomètre FTIR de marque Jasco FT/IR-4100 [26,29].

3.4.14 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage MEB (ou « Scanning Electron Microscopy » SEM) est une technique puissante d'observation de la morphologie des surfaces. Elle est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ [34].

La morphologie du mucilage des écorces de *Punicagranatum* a été évaluée en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB) de type JEOL JSM 60-63 LV, sous une tension de électrique de 10 Kv [29,35].

3.4.15 Détermination du potentiel Zeta

Le potentiel Zêta est un représentant de la charge de particules [31]. Le potentiel Zêta a été déterminé en utilisant l'appareil Nanotraccwave instrument (Microtrac Inc., PA, USA).

3.5 Propriétés de suspension du mucilage

Les suspensions sont des préparations liquides constituées par un ou plusieurs solides, de taille inférieure à 50 micromètres, dispersés sous forme de fines particules dans un milieu appelé phase dispersante, externe ou continue [36].

Les propriétés de la suspension sont habituellement mesurées en termes de volume de sédimentation, de débit, d'analyse granulométrique, de pH, de capacité à redisperser en suspension et de viscosité.

3.5.1 Préparation de la suspension du mucilage avec du paracétamol

La poudre du mucilage (0.5, 1, 1.5 et 2 g) et 5 g Paracétamol de marque PARALGAN 500mg préalablement pesé et tamisé ($50\mu\text{m}$) ont été triturés avec 50 ml d'eau distillée pour obtenir une pâte lisse. Le mélange a été transféré dans une fiole de 100 ml, complété au volume requis avec de l'eau distillée, puis secoué vigoureusement pendant

2 min. 0,1% p / v d'acide benzoïque a été ajouté a la suspension comme conservateur. Les suspensions doivent être stockées à l'abri de la lumière.

Le procédé à été répété en utilisant l'agent de suspension : la poudre de carboxyméthylcellulose de sodium (CMC sodium) (0.5, 1, 1.5 et 2g) comme référence [3, 37,38, 39].

3.5.2 Tests réalisés sur la suspension

3.5.2.1 Mesure du pH

Une dispersion à 1% p / v de l'échantillon a été secouée dans de l'eau distillée pendant 5 min et le pH a été mesuré.

3.5.2.2 Mesure du débit d'écoulement

Le débit d'écoulement est mesuré en déterminant le rapport entre le volume de la suspension dans la pipette de 10 ml et le temps requis pour l'écoulement de la suspension.

$$\text{Débit d'écoulement } \eta_a(\text{ml/s}) = \frac{\text{volume de la solution sans la pipette (ml)}}{\text{temps d'écoulement (s)}} \quad (\text{Eq 13})$$

3.5.2.3 Détermination du volume de sédimentation

Chaque suspension (50 ml) a été stockée dans un tube de 50 ml pendant 10 jours à 35 °C et à l'abri de la lumière. Des observations ont été faites toutes les 24 heures pendant 10 jours.

Le volume de sédimentation, F (%) a été alors calculé en utilisant l'équation suivante :

$$F(\%) = \frac{V_u}{V_0} \times 100 \quad (\text{Eq 14})$$

Avec :

V_u : volume ultime de l'échantillon d'essai (mucilage + paracétamol) ;

V_0 : volume initial de la suspension.

3.5.2.4 Mesure de la viscosité

La viscosité a été mesurée à l'aide du viscosimètre. La viscosité de l'échantillon a été déterminée à 25°C. Toutes les mesures ont été répétées trois fois et la valeur moyenne a été calculée.

3.5.2.5 Redispersion:

Le volume fixe de chaque suspension (50 ml) a été conservé dans des tubes calibrés stockés à température ambiante pendant 20 jours. A des intervalles réguliers de 5 jours, un tube a été secoué pour observer la facilité de redispersibilité des sédiments et la présence de dépôts. Les observations ont été enregistrées.

3.6 Propriétés émulsifiantes du mucilage

Un agent émulsifiant agit normalement comme agent actif de surface et permet la miscibilité de deux liquides immiscibles. Leur action émulsifiante résulte de la présence simultanée dans la molécule, de groupes qui attirent de l'huile (groupes hydrophobes) et de groupes qui attirent de l'eau (groupes hydrophiles). Leurs actions comme agents émulsifiants et stabilisants des émulsions se manifestent par :

- la diminution de la tension superficielle des émulsions à l'interface huile/eau;
- la formation d'une couche rigide et cohérente autour des globules d'huile. Une concentration élevée en agent émulsifiant est nécessaire pour former une couche visqueuse qui permet une bonne stabilisation des émulsions ;
- la stabilisation des dispersions par diminution de l'énergie libre totale de surface qui limite la coalescence et la floculation [40].

Les propriétés émulsifiantes du mucilage sont déterminées par les tests suivants :

3.6.1 Mesure de la conductivité

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

On prépare des solutions du tensioactif à différentes concentrations (0,01%, 0,05%, 0,1%, 0,25%, 0,5% et 0,75%, 1% p/v) et en mesure leurs conductivités à l'aide d'un conductimètre de type HANNA EC214.

3.6.2 Détermination de la tension superficielle et de la concentration micellaire critique (CMC)

La tension superficielle peut être déterminée par plusieurs méthodes parmi lesquelles nous avons choisi une méthode consistant à mesurer les tensions superficielles en fonction de la concentration. Ces tensions sont déterminées par la méthode statique [41] qui consiste à plonger une lame de surface connue dans une solution de tensioactif afin de mouiller l'intégralité de la lame. On remonte ensuite celle-ci jusqu'à ce que l'extrémité inférieure affleure exactement la surface du liquide. Chaque mesure a été répétée 3 fois.

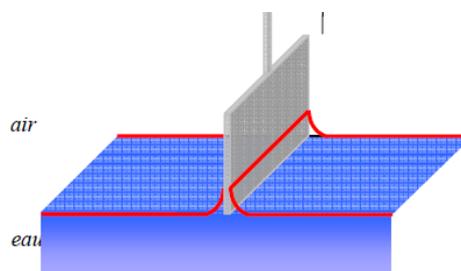


Figure 3.3 : Schéma illustrant la mesure de la tension superficielle.

Lorsque le tensioactif est en concentration suffisante, les molécules de tensioactif en excès s'autoassocient en solution sous forme d'agrégats appelés micelles et cette concentration est appelée concentration micellaire critique qui est déterminée à partir de la courbe de variation de la tension superficielle en fonction de la concentration du mucilage en solution.

La tension superficielle a été déterminée en utilisant un tensiomètre de marque Tensiomat K100 (KRUSS, Allemagne) à 20,0°C. Différentes concentrations de solution de mucilage (0,01%, 0,05%, 0,1%, 0,25%, 0,5% et 0,75%, 1%, 2%, 3% p/v) ont été placées dans des béchers de 50 ml. Tous les échantillons (50 ml) ont été préparés par dissolution du mucilage dans de l'eau distillée sous agitation constante et à une température de 20 ° C ± 1 pendant 24 h [25].

3.6.3 Pouvoir émulsionnant

Le pouvoir émulsionnant du mucilage extrait des écorces de *Punica granatum* a été déterminé en adoptant le protocole suivant :

Des émulsions contenant diverses quantités de mucilage ont été préparées en ajoutant 20 ml d'huile de paraffine à 20 ml de solution de mucilage à différentes concentrations (0,5% ,1%, 1,5% ,2% et 3% (p/v)), suivies d'une homogénéisation à l'aide d'un homogénéisateur ULTRA-TURAX IKA® T10basic pendant 2 min. Les émulsions ont été versées dans des tubes calibrés et stockés à 25°C pendant 24h.

Après 24h, le pouvoir émulsionnant est calculé par l'équation suivante [2] :

$$\text{Pouvoir émulsionnant (\%)} = \frac{V_e}{V_t} \times 100 \quad (\text{Eq 16})$$

Avec :

V_e : Volume de la couche émulsionnée ;

V_t : le volume entier de l'émulsion.

3.7 Application du mucilage dans une émulsion

Les émulsions sont des dispersions sous forme de gouttes d'au moins une phase liquide dans une autre, stabilisées par des tensioactifs adsorbés à l'interface.

Afin de vérifier les propriétés émulsifiantes du mucilage isolé par extraction, une application a été réalisée dans une émulsion pour évaluer et observer le comportement du mucilage autant qu'agent émulsifiant [42].

3.7.1 Matériels et produits

Tableau 3.2 : matériels utilisés pour la préparation des émulsions.

Matériel	Modèle
Plaque d'agitation	HotplateStirrerLabTech®
Agitateur à hélice	wiseStir (HS-30D)
Homogénéisateur rotor/stator	ULTRA-TURAX IKA® T10basic
pH-mètre	HANNA instruments HI2210
Centrifugeuse	SIGMA (3-30K)

Conductimètre	HANNA instruments EC214
Rhéomètre	Anton Paar (MCR302)
Microscope optique	MICRO AUSTRIA

Tableau 3.3 : produits utilisés pour la préparation des émulsions.

Produit	Rôle
Paraffine liquide	Base huileuse de l'émulsion
Eau distillée	Base aqueuse de l'émulsion
Tween 80	Emulsifiant
Mucilage	Emulsifiant
Carbopol	Epaississant
Solution de NaOH	Neutralisant

3.7.2 Préparation des émulsions

Deux émulsions ont été réalisées une avec le mucilage obtenu par l'extraction et la deuxième avec le tween 80. L'ensemble de la manipulation est réalisée à température ambiante.

Il s'agit de préparer deux phases l'une aqueuse et l'autre huileuse puis les mélanger en obtenant une émulsion stable [43].

Préparation de l'émulsion contenant le mucilage comme agent émulsifiant

➤ Phase aqueuse

Disperser le carbopol (0.6g) et le mucilage (1g) dans de l'eau distillée (qsp 100g) sous une forte homogénéisation 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**

Huile de paraffine liquide (30g).

➤ **Emulsification**

Verser la phase huileuse sur la phase aqueuse contenant l'agent émulsionnant (mucilage), sous une faible homogénéisation pendant 20 min.

Préparation de l'émulsion contenant le tween 80 comme agent émulsifiant

➤ **Phase aqueuse**

Disperser le carbopol (0.6g) dans de l'eau distillée (qsp 100g) sous une forte homogénéisation 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 tween 80 (1g) pendant 5 min.

➤ **Emulsification**

Verser la phase aqueuse sur la phase huileuse contenant l'agent émulsionnant (tween 80), sous une faible homogénéisation pendant 20 min.

3.7.3 Caractérisation des émulsions

Une émulsion se caractérise par des critères principaux : l'aspect macroscopique, le sens, l'examen microscopique, l'étude rhéologique et la stabilité [44].

3.7.3.1 Aspect macroscopique

L'analyse macroscopique est basée sur une visualisation à l'œil nu des émulsions. Elle consiste à observer l'aspect des émulsions formulées.

3.7.3.2 Sens d'émulsion

Méthode par dilution : une émulsion huile/eau peut être diluée avec de l'eau mais pas avec une huile. C'est l'inverse pour l'émulsion eau/huile.

Méthode par colorant : on ajoute à l'émulsion un colorant hydrosoluble (bleu de méthylène) :

-si l'émulsion est de type huile /eau la coloration se propage dans l'émulsion ;

-si l'émulsion est de type eau/huile elle ne s'tend pas.

3.7.3.3 Détermination de pH

La valeur du pH est souvent importante dans les émulsions. Cette détermination se fait avec de pH mètres.

3.7.3.4 Examen microscopique

L'examen microscopique des émulsions préparées a été effectué directement après l'émulsification à l'aide d'un microscope optique. Pour une meilleure dispersion de gouttelettes, l'échantillon est placé entre une lame et une lamelle. Cette analyse nous permet d'avoir une idée sur la taille des globules internes des émulsions.

3.7.3.5 Test de vieillissement accéléré par centrifugation

Le test de centrifugation a une vitesse de 2000 tr/min pendant 5min pour forcer l'instabilité (phénomène de crémage). Ce test permet de prédire si les émulsions peuvent résister aux conditions de stockage dans le temps.

3.7.3.6 Etude rhéologique

Ce test consiste à étudier la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.

3.7.3.7 études de stabilité

Les émulsions préparées ont été stockées à des températures de 4°C, 25°C et 40°C pendant 3mois.

Chapitre 4

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Après avoir décrit dans le chapitre précédent, toutes les méthodes expérimentales utilisées, nous présentons dans le présent chapitre les résultats obtenus ainsi que les interprétations et les conclusions que nous en avons tirées.

4.1. Extraction et isolation du mucilage à partir des écorces de *Punica granatum*

4.1.1 Rendement d'extraction du mucilage

Les rendements du mucilage extrait selon la variation des différents paramètres sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.1: rendements d'extraction en mucilage.

écorces/eau distillée	Temps de macération	Temps d'ébullition	Filtrat/éthanol	Rendement %
1 :7	24h	1h	1 :1	8,6
1 :7	24h	1h	1 :2	11,8
1 :7	24h	1h	1 :3	12

Les résultats montrent que le meilleur rendement obtenu est égale à 12% avec les paramètres opératoires suivants : un rapport d'écorces/eau de 1 :7, temps de macération égale à 24h, le rapport de filtrat/éthanol 1 :3.

4.2 Caractérisation du mucilage

4.2.1 Test de Molisch

La présence du mucilage dans le matériau extrait a été confirmée en effectuant le test de Molisch. Le test était positif par l'apparition d'une couleur rouge violacée d'où la présence du mucilage.



Figure 4.1: résultat du test de Molisch.

4.2.2 Propriétés organoleptiques

Les propriétés organoleptiques du mucilage extrait sont résumées dans le tableau suivant:

Tableau 4.2 : propriétés organoleptiques du mucilage.

Couleur	Marron foncé
Odeur	Inodore
Texture	Rugueux et irrégulier

(a)

(b)



Figure 4.2: le mucilage extrait (a) avant séchage, (b) après le séchage et broyage.

4.2.3 Détermination de la solubilité

La solubilité du mucilage dans les différents solvants (tableau 4.3) a été déterminée.

Tableau 4.3 : solubilité du mucilage.

Solvants	Solubilité
Eau froide	Gonfle et forme un gel
Eau chaude	Se dissout formant une solution colloïdale
Ethanol	Insoluble
Méthanol	Insoluble
Acétone	Insoluble
Chloroforme	Insoluble

Les résultats montrent que le mucilage extrait à partir des écorces de *Punica granatum* est soluble dans l'eau chaude, gonfle dans de l'eau froide et insoluble dans la plupart des solvants organiques. Les résultats obtenus sont similaires à ceux du mucilage du fruit d'*Hibiscusesculentus*[27].

4.2.4 Mesure du pH et détermination de la perte en eau lors du séchage et la teneur en cendres

Le pH, la perte en eau lors du séchage et la teneur en cendres du mucilage ont été déterminés et présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.4: pH, perte en eau lors du séchage et la teneur en cendre du mucilage.

Mucilage extrait	pH	Perte en eau (%)	Teneur en cendres (%)	Référence
Ecorces de <i>Punicagranatum</i>	5,6	16	5,4	
<i>Abelmoschuscaillei</i>	5,4	9	5,6	[3]
<i>Abelmoschusesculentus</i>	5,8	15	5,2	
<i>Abelmoschusangulosus</i>	6,4	13	6,3	
<i>Abelmoschus manihot</i>	5,2	12	5,6	
<i>Abelmoschusmoschatus</i>	5,6	8	4,8	

Le mucilage extrait des écorces de *Punicagranatum* possède un pH de 5,6 qui est légèrement acide et qui est compatible avec les pH du mucilage des autres espèces. La valeur du pH a une grande influence sur la viscosité des solutions des polymères et par conséquent sur la stabilité des suspensions pharmaceutiques. Les solutions sont plus visqueuses à pH 6-11 et la viscosité est considérablement réduite si le pH est inférieur à 3 ou supérieure à 11[45].

La perte en eau lors du séchage du mucilage extrait était de 16%. Ce taux d'humidité qui semble élevé en le comparant avec les résultats obtenus par BINDU et FAHSA (2012), Cette différence peut être justifiée d'un côté par le type de séchage utilisé et d'un autre côté par le type de broyage, c'est-à-dire la taille des particules du mucilage. La teneur en cendres varie en fonction de l'origine de la matière première utilisée et reflète la teneur en matière organique en mucilage [33]. La teneur en cendres du mucilage extrait est de 5,4%, ceci nous permet de dire que les écorces de *Punica granatum* sont riches en matière minérale.

4.2.5 Indice de gonflement

Les résultats de l'indice de gonflement sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.5: Indice de gonflement du mucilage.

Essais	Volume occupé par le mucilage avant l'hydratation (V1)	Volume occupé par le mucilage après l'hydratation (V2)	Indice de gonflement (V2/V1)	La moyenne de l'indice de gonflement
1	8ml	24ml	3	2,72
2	9ml	25ml	2,77	
3	10ml	24ml	2,4	

L'indice de gonflement du mucilage extrait des écorces de *Punica granatum* est de 2,72 ;ce résultat est très proche de celui obtenu des graines de *Dillenia indica* qui a une valeur de 3 [31].

4.2.6 La capacité de rétention d'eau

Les résultats de la capacité de rétention d'eau de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane sont présentés dans tableau suivant :

Tableau 4.6: capacité de rétention d'eau de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane.

Echantillon	Capacité de rétention d'eau (g eau/g poids d'échantillon sec)
mucilage des écorces de <i>Punica granatum</i>	5,08
Gomme de Xanthane	Forme un gel

La capacité de rétention d'eau du mucilage extrait est de 5,08 (g d'eau /g de poids d'échantillon sec), au contraire à la gomme de xanthane qui ne peut pas être mesurée pour sa capacité de rétention de l'eau car elle forme un gel en présence de l'eau qui ne peut pas être séparée à un taux de centrifugation élevé.

Selon le travail réalisé par Thanatcha et Pranee (2011), la capacité de rétention d'eau est de 11,77(g d'eau /g de poids d'échantillon sec). En comparant ce résultat avec le notre, on constate que notre mucilage à une faible capacité de rétention d'eau [24].

4.2.7 Absorption d'huile

Les résultats de l'absorption d'huile de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.7: absorption d'huile la poudre du mucilage et de la gomme de xanthane.

Echantillon	Absorption d'huile (g huile/g poids d'échantillon sec)
mucilage des écorces de <i>Punica granatum</i>	1,3
Gomme de Xanthane	0,94

Le mucilage extrait possède une capacité d'absorption d'huile de 1,3(g d'huile / g de poids d'échantillon sec) qui est supérieure à celle de la gomme de xanthane (0,94 g d'huile / g de poids d'échantillon sec).

Selon l'étude réalisée par Thanatcha et Pranee (2011), l'absorption d'huile est de 4,76 (g d'huile / g de poids d'échantillon sec). En comparant ce résultat avec le notre, on constate que notre mucilage a une faible capacité de d'absorption d'huile [24].

4.2.8 Capacité d'émulsion

Les résultats de capacité d'émulsion de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.8: capacité d'émulsion de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane.

Echantillon	Capacité d'émulsion %
mucilage des écorces de <i>punicagranatum</i>	75
Gomme de Xanthane	87

La capacité d'émulsion est liée à la stabilité du produit, car elle peut améliorer la formation des petites gouttelettes et réduire leur vitesse de fusion [24].

Le mucilage des écorces de *Punica granatum* possède une capacité d'émulsion égale à 75%, inférieure à la capacité d'émulsion de la gomme de xanthane qui a un rôle stabilisant et épaississant.

En comparant nos résultats avec d'autres études, ils ont trouvé que la capacité d'émulsion du mucilage des graines d'*OcimumcanumSims* était de l'ordre de 74,41% [24] et la capacité d'émulsion du mucilage de *Ziziphus mauritiana lam* était égale à 52,22% [24].

On peut alors conclure que notre mucilage possède une bonne capacité d'émulsion ;

4.2.9 propriétés rhéologiques du mucilage extrait

Les courbes d'écoulement du mucilage extrait à (5%, 7%, et 9%) et de la gomme xanthane à (0,5% ,1% et 2%) sont représentées dans les figures (4.3, 4.4).

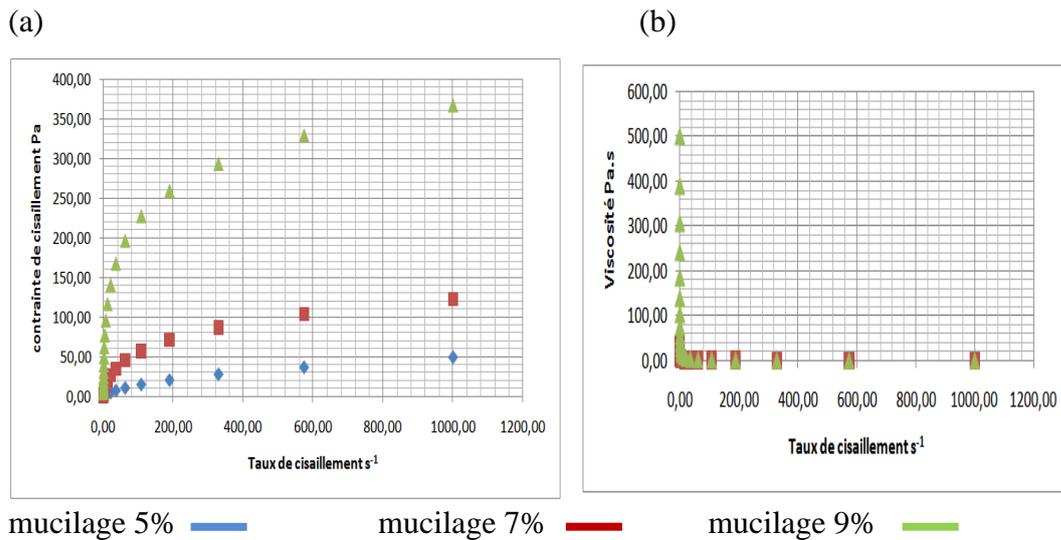


Figure 4.3: Rhéogrammes de la solution de mucilage a différentes concentrations (a) relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement (b) relation entre la viscosité et le taux de cisaillement.

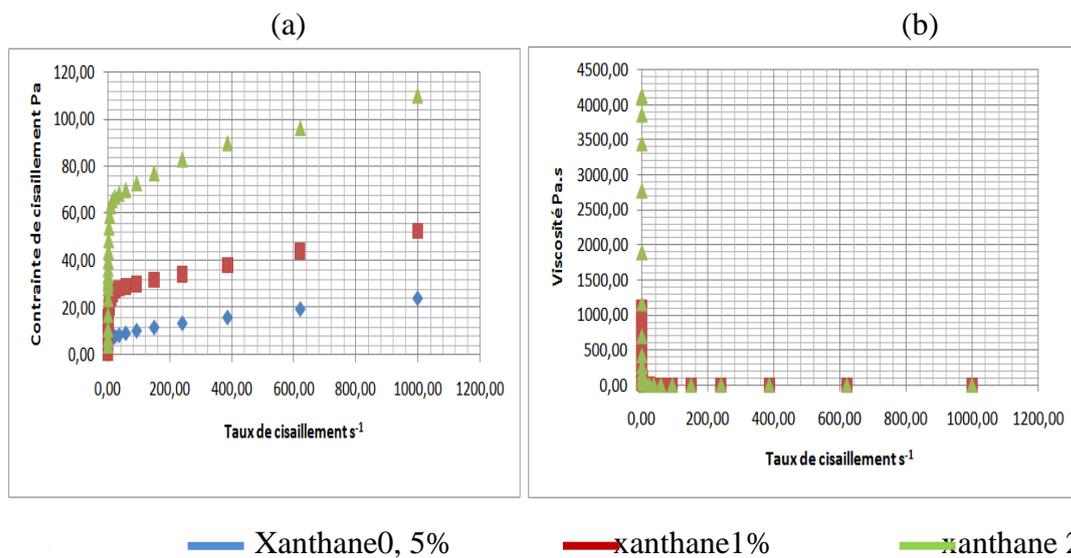


Figure 4.4 : Rhéogrammes de la solution de xanthane a différentes concentrations (a) relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement (b) relation entre la viscosité et le taux de cisaillement.

Ces courbes obéissent à loi de puissance (Ostwald-De-Waele) Eq(16), les résultats sont exprimés en valeurs de coefficient de cohérence (K) et d'indice de comportement de flux (n) comme indiqué dans l'équation suivante :

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

On a constaté que la solution du mucilage à une concentration de 5%, 7% et 9% (p/v) présentait un comportement d'écoulement pseudoplastique, comme le montre la figure 4.3 La viscosité de la solution de mucilage serait plus élevée suite à l'augmentation de

la concentration. Plus le taux de cisaillement est élevé, plus la contrainte de cisaillement augmente et Viscosité de la solution mucilagineuse diminue.

Le comportement d'écoulement de la solution de mucilage était semblable à la solution de gomme xanthane qui était pseudoplastique prédite par le modèle de loi de puissance (Ostwald-de-Waele) comme le montre la figure 4.4 [24].

4.2.10 Propriétés d'écoulement de la poudre

Les propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage extrait des écorces de *Punica granatum* sont indiquées dans les tableaux 4.9 et 4.10

Tableau 4.9: propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage extrait.

	Mucilage de <i>Punica granatum</i>	Mucilage d' <i>Hibiscus esculentus</i> [27]
Densité vrac g/ml	0,59	0,57
Densité tassée g/ml	0,71	0,69
Indice de compressibilité	16,90	17.39
Indice de Hausner	1,20	1,21

Selon les résultats obtenus des propriétés d'écoulement du mucilage de *Punica granatum* et en les comparants aux valeurs du mucilage d'*Hibiscus esculentus*, on remarque qu'elles sont similaires.

D'après l'échelle d'aptitude à l'écoulement décrite par la Pharmacopée Européenne citée dans le tableau 4.10, on peut conclure que le mucilage extrait des écorces de *Punica granatum* possède de propriétés d'écoulement assez bonnes.

Tableau 4.10 : échelle d'aptitude à l'écoulement [28].

Indice de compressibilité	Aptitude à l'écoulement	Indice de Hausner
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

4.2.11 : La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

Le spectre FTIR du mucilage des écorces de *Punica granatum* est représenté sur la figure suivante :

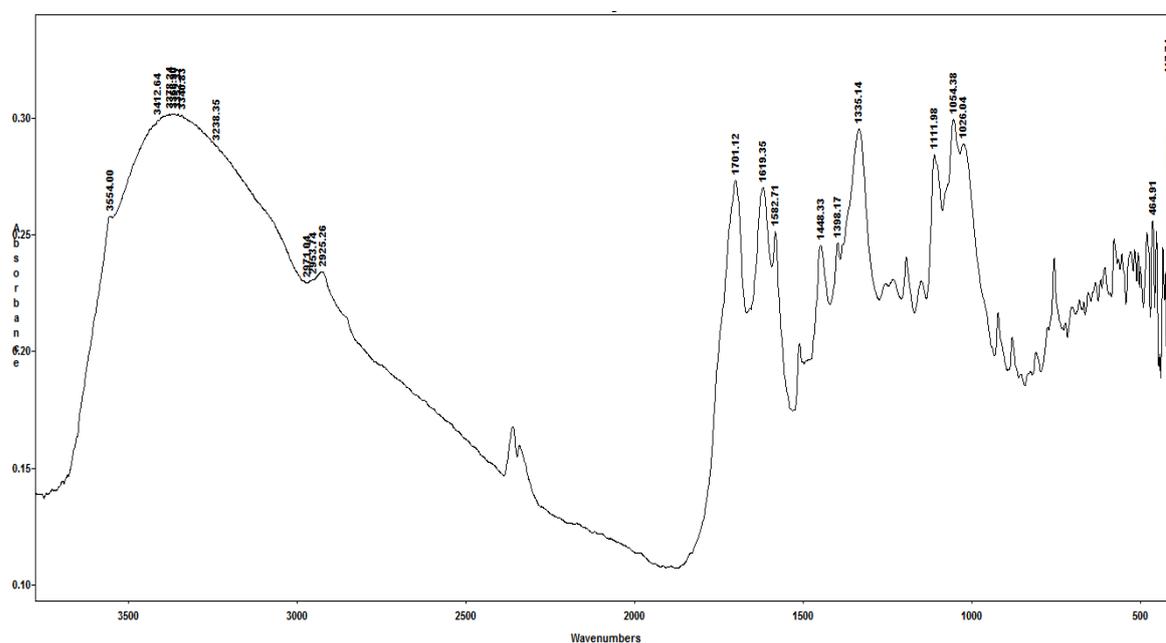


Figure 4.5 : spectre FTIR du mucilage des écorces de *Punica granatum*.

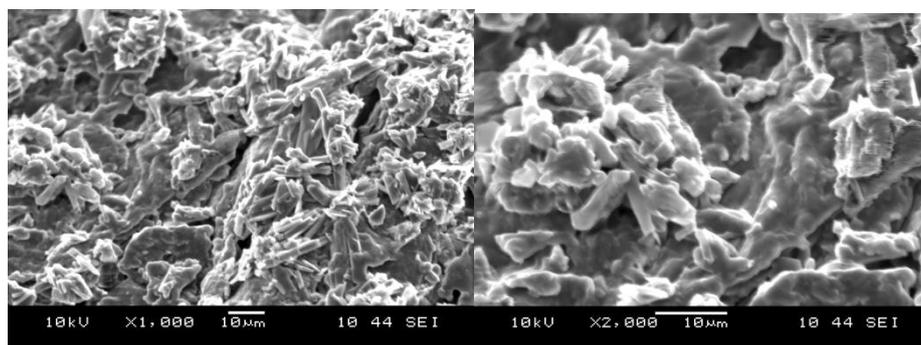
Tableau 4.11: les pics caractéristiques du mucilage extrait.

Nombre d'onde du mucilage (cm ⁻¹)	Nombre d'onde Références (cm ⁻¹)	Liaison	Groupement
3412,79-3372,51	3400-3200	-OH	Alcools
2925,40	2925	-CH ₂	Alcane
1618,78	1675-1600	C=C	Alcènes
1330,13-1365,96	1370-1300	C-NO ₂	Groupement nitro (aromatique)
1234,64	1300-1200	C-O	Acides
1101,67-1028,36	1150-1020	C-O	Ethers

Le spectre a montré des pics caractéristiques de -OH entre 3412,79 et 3372,51 cm⁻¹, -CH₂ à 2925 cm⁻¹, C=C à 1618,78 cm⁻¹, groupement aromatique entre 1330,13-1365,96 cm⁻¹, acide à 1234,64 et un groupement d'éther entre 1101,67-1028,36 cm⁻¹. Cette étude a démontré que le mucilage extrait des écorces de *Punica granatum* possède les liaisons caractéristiques d'un mucilage [25, 26,46].

4.2.12 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les images illustrées sur la figure 4.6 sont prises au moyen d'un microscope électronique à balayage.



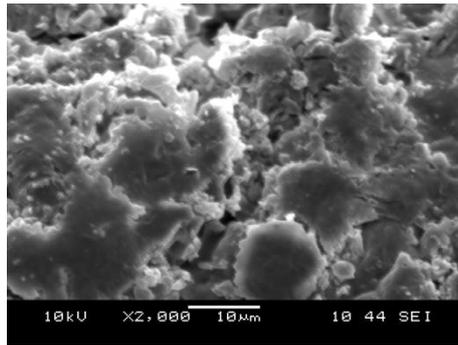


Figure 4.6 : Morphologie de surface du mucilage extrait des écorces de *Punica granatum* observé au microscope électronique à balayage (MEB).

Des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur notre échantillon. Des micrographies ont été réalisées avec des différents agrandissements (X2000, X1000 et X2000).

La morphologie de surface du mucilage extrait a été observée au moyen du MEB. Sur chacune de ces images, on peut observer une morphologie globulaire, lorsque le polymère s'amasse au milieu de l'image et au zoom X2000. Les particules possèdent une forme dendrite et parfois elles ont une forme sphérique.

Des études antérieures montrent que la topographie de surface, la structure et les propriétés des polysaccharides peuvent être influencé par les conditions d'extraction, de purification et de préparation [27,35].

4.2.13 Détermination du potentiel Zêta

Le potentiel Zêta représente la charge électrique qu'une particule acquiert grâce au nuage d'ions qui l'entourent quand elle est en suspension ou en solution. Sa mesure apporte donc une compréhension des causes de dispersion, d'agrégation ou de floculation et une solution d'amélioration de la formulation de dispersions, d'émulsions ou de suspensions. Lorsque le potentiel Zêta tend vers zéro, les forces inter-particulaires diminuent. Les forces attractives deviennent alors prépondérantes et les particules s'agrègent et le système se déstabilise. Pour obtenir une suspension stable, le potentiel Zêta devra être le plus élevé (en valeur absolue). Nous considérons habituellement qu'une suspension est stable lorsque le potentiel Zêta est supérieur à 30 mV en valeur absolue. La stabilité est jugée très bonne lorsque le potentiel Zêta est supérieur à 60Mv. La valeur du potentiel zêta du mucilage de *Punica granatum* est négative et égale à 34.67 ± 1.68 en valeur absolue, correspondant à une zone de stabilité.

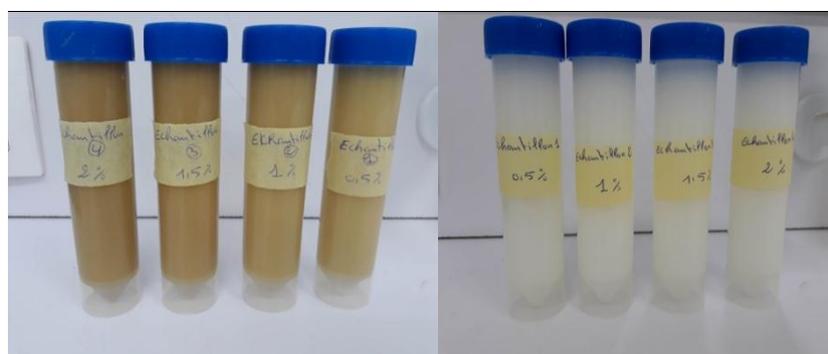
4.3 Propriétés de suspension du mucilage extrait

Les suspensions de paracétamol ont été préparées en utilisant du mucilage isolé à différentes concentrations, soit 0,5%, 1%, 1,5% et 2%(p/v) et des suspensions similaires ont été préparées avec du CMC de sodium. Les propriétés de la suspension ont été évaluées en utilisant les différents paramètres tels que le pH, le volume de sédimentation, le débit, les valeurs de redispersion et également la viscosité de la suspension.

Les résultats des propriétés de suspension du mucilage extrait sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 4.12: propriétés de suspension du mucilage extrait.

Agent de suspension	Concentration (%)	Volume de sédimentation (%)	Débit d'écoulement (ml/s)	pH	Redispersion (ml)	Viscosité (poise)
Mucilage extrait	0,5	1,2	0,42	5,7	2	0,75
	1	1,5	0,36	5,4	2,4	0,90
	1,5	1,8	0,25	5,3	2,8	1,03
	2	2	0,18	5,2	3	1,4
CMC de sodium	0,5	1,2	0,62	7,4	2	0,70
	1	1,4	0,52	7,5	2,3	0,80
	1,5	1,7	0,49	7,6	2,6	0,87
	2	1,8	0,47	7,7	2,9	0,90



(a)

(b)

Figure4.7: Aspect des suspensions de paracétamol (a) avec le mucilage extrait (b) avec CMC de sodium.

Le volume de sédimentation s'est révélé directement proportionnels à la concentration de l'agent de suspension (mucilage et CMC de sodium) alors que le débit d'écoulement était inversement proportionnel. Les valeurs de pH étaient légèrement acides pour les suspensions de mucilage et neutres pour les suspensions de CMC de sodium. Ces suspensions ont été secouées a des intervalles de 5jours pendant 20jours pour évaluer la redispersibilité du paracétamol. Puisque les suspensions produisent des sédiments lors du stockage, elles doivent être facilement dispersable de manière à assurer une administration posologique plus uniforme du médicament après l'agitation. On a observé que la redispersibilité des suspensions avec des concentrations faibles était plus rapides que celle de concentrations plus élevées. Cette observation peut être attribuée à la viscosité plus élevée de ces formulations avec une concentration plus élevée d'agents de suspension.

4.4 Propriétés émulsifiantes du mucilage extrait

4.4.1 Mesure de la conductivité

Tableau 4.13 : les valeurs de la conductivité de mucilage extrait.

Concentration (%p/v)	0,01	0,05	0,1	0,25	0,5	0,75	1
Conductivité (μs/cm)	24,3	93,9	180	364	705	1018	1300

Les résultats du tableau 4.13 montrent des valeurs de conductivités électriques élevées et différentes des valeurs nulles ce qui mène à conclure que le mucilage extrait est ionique.

4.4.2 Détermination de la tension superficielle et de la concentration micellaire critique (CMC)

La tension superficielle du mucilage extrait à diverses concentrations est représentée sur la Figure suivante :

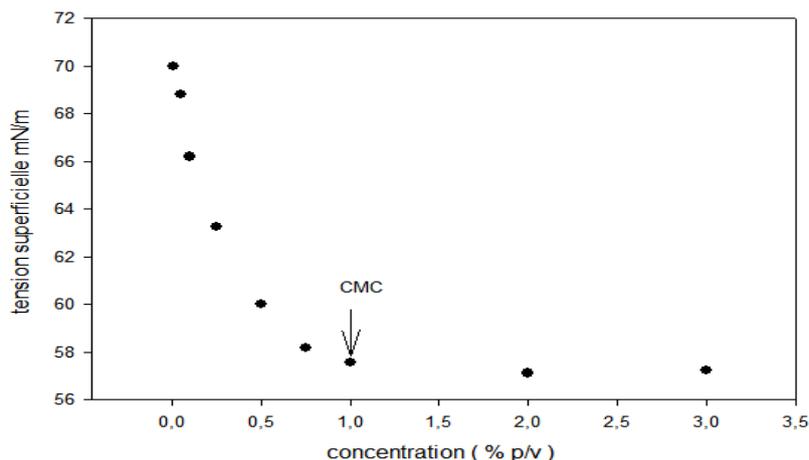


Figure 4.8: Courbe de tension de surface en fonction de la concentration du mucilage extrait en solution.

D'après la courbe représentant la tension superficielle en fonction de la concentration du mucilage en solution, On a constaté que la tension superficielle diminue avec l'augmentation de la concentration du mucilage jusqu'à ce qu'elle se stabilise à une concentration de 1%(p/v). Cette concentration est dite la concentration micellaire critique (CMC) [2].

4.4.3 Evaluation du pouvoir émulsionnant

Un mélange formé de l'huile de paraffine (phase organique), eau (phase aqueuse) et le mucilage extrait à afin de tester l'efficacité de ce mucilage autant que tensioactif. Le mélange est laissé pendant 24h.

Après 24h, le calcul de le pouvoir émulsionnant du mucilage extrait est réalisé et les résultats sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.14: le pouvoir émulsionnant des émulsions contenant le mucilage extrait à différentes concentrations.

Concentration en mucilage (%)	0,5	1	1,5	2	3
Pouvoir émulsionnant (%)	67,5	75,7	80	97,5	100

Diverses concentrations du mucilage extrait ont montré un pouvoir émulsionnant prononcé (67,5% 100%), le pouvoir émulsionnant du mucilage extrait a augmenté avec l'augmentation de la concentration de mucilage jusqu'à atteindre le 100% pour une concentration en mucilage de 3%. En comparant nos résultats avec ceux obtenus par Wen-Wen Zeng et Lih-Shiuh Lai (2012), on peut dire que le mucilage extrait possède un bon pouvoir émulsionnant [2].

4.5 Application du mucilage dans une émulsion

4.5.1 Caractérisation des émulsions

4.5.1.1 Aspect macroscopique



La figure 4.9: représente l'aspect macroscopique des émulsions préparées

Tableau 4.15 : aspect macroscopique des émulsions préparées.

Test	Émulsion avec le mucilage extrait	Emulsion avec le tween 80
Examen macroscopique	Emulsion lisse de couleur beige visqueuse	Emulsion lisse de couleur blanche très visqueuse

4.5.1.2 Détermination du pH et du sens d'émulsion

Tableau 4.16 : le sens et le pH des émulsions préparées.

Emulsion préparée	Avec le mucilage extrait	Avec le tween 80
Sens d'émulsion	Huile/eau	Huile/eau
pH	6,7	6,9

4.5.1.3 Examen microscopique

L'examen microscopique a permis d'identifier les systèmes obtenus.

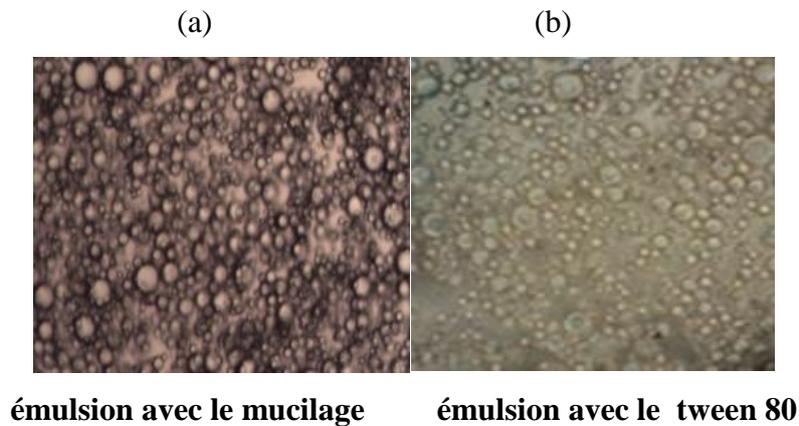


Figure 4.10 : les images microscopiques des émulsions préparées (a) avec le mucilage extrait et (b) avec tween80 en utilisant un agrandissement de 100 fois.

Les émulsions préparées, sont caractérisé par des distributions de tailles de gouttelettes similaires. Les photos montrent clairement l'existence des deux populations caractérisées par de grosse et de petites gouttelettes. Cette polydispersité provoque des instabilités dans les systèmes à long terme à savoir le phénomène de coalescence.

4.5.1.4 Test de vieillissement accéléré par centrifugation



Figure 4.11: Aspect des émulsions préparées après centrifugation

Les émulsions préparées ont été soumises à une vitesse de centrifugation de 2000tr/min pendant 5min. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 4.11

Le test de centrifugation montre que les deux émulsions préparées ont gardé une bonne stabilité par l'absence de phénomènes de crémage ou sédimentation. Donc on peut dire que le mucilage extrait possède de bonnes propriétés émulsifiantes.

4.5.1.5 Etude rhéologique

Les courbes de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement sont montrées sur les figures suivantes :

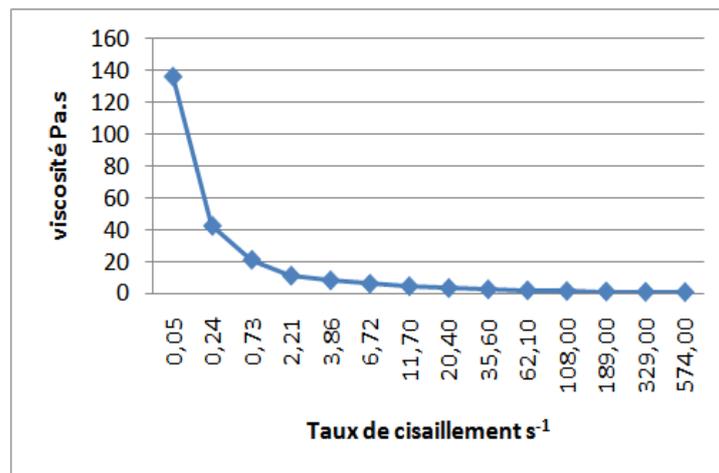


Figure 4.12: courbe d'écoulement de l'émulsion préparée par le mucilage extrait

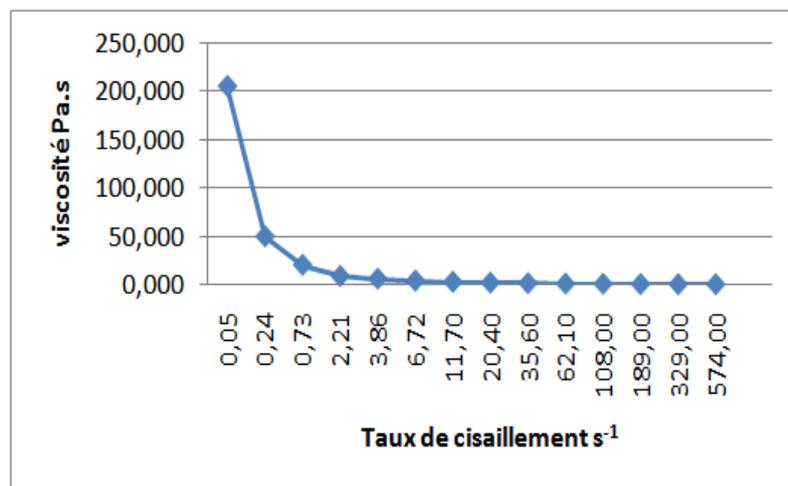


Figure 4.13: courbe d'écoulement de l'émulsion préparée par le tween 80.

Les émulsions préparées sont considérées comme des fluides non newtoniens avec un comportement rhéofluidifiant dans lequel la viscosité diminue en fonction de l'augmentation de la vitesse de cisaillement.

4.5.1.6 Etude de stabilité

La stabilité des émulsions préparées a été étudiée en fonction du temps pour une période allant d'une journée jusqu'à 3 mois à différentes températures. Selon les résultats obtenus, les émulsions sont stable pendant 3 mois à 4°C, 25°C et 40°C. Cette observation nous permet de conclure que le mucilage est un bon stabilisant.



Figure 4.14: Aspect des émulsions préparées après stockage à différentes températures pendant 3 mois.

CONCLUSION GENERALE

Cette étude avait pour objectif l'extraction, la caractérisation et la détermination des propriétés autant qu'agent de suspension et agent émulsifiant du mucilage extrait à partir des écorces de *Punica granatum*.

Le mucilage extrait était confirmé en effectuant le test de Molisch, le test positif la présence de mucilage. Il a présenté de bonnes propriétés de gonflement et une bonne capacité d'émulsion. L'étude rhéologique de la solution de mucilage a montré qu'il possédait un comportement d'écoulement pseudoplastique. De plus, le mucilage possède des propriétés d'écoulement assez bonne qui est probablement approprié pour une formulation de compression directe. L'analyse structurale par FTIR a indiquée la présence des liaisons caractéristiques d'un mucilage. La valeur du potentiel zêta du mucilage de *Punicagranatum* est négative et égale à 34.67 ± 1.68 en valeur absolue, correspondant à une zone de stabilité.

L'étude des propriétés du mucilage autant qu'agent de suspension a montré que le mucilage possède des bonnes propriétés et a la potentialité d'être utilisé dans la formulation des produits pharmaceutiques.

L'étude des propriétés émulsifiantes du mucilage a permis d'enregistrer des valeurs de conductivités élevées d'où un mucilage ionique, une concentration micellaire critique de 1% (p/v) et un bon pouvoir émulsifiant (> 60%). L'émulsion obtenue à partir du mucilage extrait a présentée une grande stabilité, d'où le mucilage extrait des écorces *Punica granatum* pourrait être considéré comme un bon émulsifiant naturel.