

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 graines de “*Trigonellafoenum-graecum L*”.  
Etude de ses propriétés autant qu'agent de suspension et  
anti-inflammatoire**

Présenté par

Hidra Sarah

Laidani Meriem

Encadré par :

Mme. Boutemak Khalida

Année universitaire 2018/2019

## ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو استخلاص وتوصيف ودراسة خواص الصمغ من بذور الحلبة، " تريغونيلا فونم - غراكم ل" بالإضافة إلى عامل التعليق وتحديد نشاطه المضاد للالتهابات. أظهر التوصيف أن الصمغ لديه مؤشر تورم يساوي 61.43 % وخاصة تدفق جيدة وقدرة مستحلب جيدة. كما أظهرت دراسة السلوك الريولوجي أن الصمغ عند تراكيز مختلفة (5،3،1،0.5%) أظهر سلوك القص النيوتوني المنخفض وسلوك القص في معدلات القص المتوسطة. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن الصمغ المستخرج من بذور تريغونيلا فونم - غراكم ل" يمكن استخدامه كعامل معلق. تم تقييم النشاط المضاد للالتهابات بواسطة بروتوكولين: ليفي و وينتر، أظهرت النتائج أن الصمغ كان له تأثير مضاد للالتهابات.

الكلمات الرئيسية: الصمغ، الاستخراج، " تريغونيلا فونم - غراكم ل" ، الحلبة ، عامل التعليق ، مضاد للالتهابات

## Abstract

The objective of this study is the extraction, characterization and study of mucilage properties from fenugreek seeds " Trigonella foenum-graecum L " as well as suspension agent and the determination of its anti-inflammatory activity. The characterization showed that the mucilage has a swelling index equal to 61.43%, a good flow property and a good emulsion capacity. The study of rheological behavior showed that mucilage at different concentrations (5-3-1-0.5%) showed Newtonian low shear behavior and shear thinning behavior at intermediate shear rates. The results obtained showed that the mucilage extracted from the seeds of Trigonella foenum-graecum L can be used as a suspending agent. The anti-inflammatory activity was evaluated by two protocols: LEVY and WINTER, the results showed that the mucilage had an anti-inflammatory effect.

Key words: mucilage, extraction, Trigonella foenum-graecum L, fenugreek, suspending agent, anti inflammatory.

## Résumé

L'objectif de cette étude est l'extraction, la caractérisation et l'étude des propriétés du mucilage à partir des graines de fenugrec "*Trigonella foenum-graecum L*" autant qu'agent de suspension et la détermination de son activité anti inflammatoire. La caractérisation a montré que le mucilage possède un indice de gonflement égal à 61.43%, une propriété d'écoulement assez bonne et une bonne capacité d'émulsion. L'étude du comportement rhéologique a montré que le mucilage à différentes concentrations (5-3-1-0.5 %) enregistre un comportement newtonien à faible cisaillement et un comportement rhéofluidifiant aux vitesses de cisaillement intermédiaires. Les résultats obtenus ont montré que le mucilage extrait à partir des graines de *Trigonella foenum-graecum L* pourra être utilisé autant qu'agent de suspension. L'activité anti inflammatoire a été évaluée par deux protocoles : LEVY et WINTER, les résultats ont montré que le mucilage présentait un effet anti inflammatoire.

**Mots clés :** mucilage, extraction, *Trigonella foenum-graecumL*, fenugrec, agent de suspension, anti inflammatoire.

## **Remerciement**

***Nous voudrions tout d'abord remercier le bon DIEU qui nous a donné la force, le courage et la volonté pour compléter ce modeste travail.***

***Une grande part de nos remerciements est destinée à notre honorable enseignante chère promotrice Mme BOUTEMAK Khalida, à qui nous exprimons toutes nos reconnaissances et nos profondes gratitude, tout d'abord d'avoir accepté de nous encadrer en donnant ainsi de chance de travailler auprès d'une professeur de talent et d'une grande compétence, ensuite de nous avoir apporté son aide qui nous a été très précieuse, notamment sa manière d'expliquer en simplifiant tout ce qui apparaît difficile et dure à comprendre. Nous la remercions aussi de son amabilité ; sa modestie et générosité de sa grande disponibilité ; ses orientations ; ses précieux conseils et pour avoir eu la gentillesse de nous conserver sa confiance, qui ont constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené au bon port. Il est rassurant de constater qu'il existe encore des professeures de votre nature qui placent l'apprentissage de leurs étudiants au-dessus de toutes les considérations. Votre approche à l'enseignement et à la vie est digne d'honneur.***

***Nous tenons à remercier aussi CDTA et CRD de SAIDAL qui nous a bien accueilli et aidé pour nos analyses et effectuer l'activité anti inflammatoire***

***Nous remercions Mme BELHADJI Linda pour nous avoir aidés, pour sa patience, pour les informations dispensées pendant tous ces mois de travail. Veuillez trouver ici l'expression de notre reconnaissance et de notre profonde gratitude.***

***Nous exprimons aussi notre reconnaissance et gratitude au chef de notre option 'pharmacie industrielle' Mme HADJ ZIANE Amel pour son efforts à nous garantir la continuité et l'aboutissement de ce programme de Master, c'est avec un grand plaisir nous remercions infiniment, pour nous avoir assuré une formation de qualité, ainsi que tous le corps professoral, et toute le corps administratif du département ' Génie des procédés ' pour tous les efforts fournis durant ces quatre années de formation.***

***Nous remercions Souhaib et Amira pour leurs aides et leurs encouragements.***

***Enfin mes remerciements s'adressent aux membres du jury qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.***

### *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 Khadidja et Hadjer pour leurs encouragements permanents et leur soutien moral, je vous souhaite une vie pleine de joie de bonheur et de réussite.*

*A mes chers frères Hamza , Mohamed Yacine et mon beau frère Ahmed et mon adorable neveu Mohamed Younes pour leurs soutiens infinis et leurs aides incessantes , à qui je souhaite un meilleur avenir.*

*A toute ma chère famille, en particulier mes chères grands-mères*

*A Assia ,Rihab et tous mes chers Amis, pour leurs soutiens tout au long du projet.*

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

*Sans oublier mes camarades de ma promo pharmacie industrielle.*

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

*Sarah*

## *Dédicaces*

*Mes remerciements vont également à mes très chères parents. Tous les mots du monde ne sauraient exprimer l'immense amour que je porte pour vous, ni la profonde gratitude et éternelle reconnaissance que je vous témoigne pour tous les efforts, les sacrifices et le soutien morale et matérielle que vous n'avez jamais cessé de consentir pour mon instruction et mon bien-être. Que dieu tout puissant vous garde et vous procure santé, bonheur et longue vie pour que vous demeuriez le flambeau illuminant le chemin de vos enfants, mes sœurs Fatma zohra et Nour el houda et mon frère Mohamed Amine qui ont le droite recevoir mes chaleureux remerciements pour le courage et le sacrifice qu'ils ont consentis pendant la durée de mes études en leur souhaitant une longue vie pleine de joie et de santé.*

*A Nassim, pour m'avoir épaulé moralement tous les jours dans la construction de ce mémoire*

*A Naima, Imene, Nawel, Hayet et, et tous mes amis qui m'ont de près et de loin soutenu. Sans oublier mon binôme Sarah pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet*

*Meriem*

## TABLE DES MATIERES

Introduction.....	01
<b>Chapitre1: Généralités sur l'espèce <i>Trigonellafoenum –graecum L</i></b>	
1.1 Introduction.....	03
1.2 Classification botanique.....	03
1.2.1 Systématique .....	03
1.2.2 Noms vernaculaires.....	04
1.2.3 Description botanique.....	04
1.3 Distribution géographique du grenadier .....	05
1.4 Composition chimique de graines de <i>Trigonellafoenum –graecumL</i> .....	05
1.5 Usages médicinales.....	06
<b>Chapitre 2: Généralités sur les polysaccharides</b>	
2.1 Introduction.....	07
2.2 Définition .....	07
2.3 Classification des polysaccharides .....	08
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.....	08
2.4 Les Mucilages .....	09
2.4.1 Propriétés thérapeutiques du mucilage .....	09
2.4.1.1 Diminution de la sensation de douleur et du goût.....	09
2.4.1.2 Rétention d'eau et application prolongée de chaleur humide.....	09
2.4.1.3 Pouvoir adsorbant et antidiarrhéique.....	10
2.4.1.4 Action laxative.....	10

2.4.2 Applications du mucilage.....	10
-------------------------------------	----

### **Chapitre 3 : matériels et méthodes**

3.1 Matériels .....	12
3.1.1 Matériel végétal.....	12
3.1.2 Réactifs utilisés .....	13
3.2 Extraction et isolation du mucilage.....	14
3.2.1 Extraction de mucilage .....	14
3.2.2 Isolation de mucilage .....	15
3.3 Calcul du rendement d'extraction.....	17
3.4 Caractérisation du mucilage.....	17
3.4.1 Propriétés organoleptiques.....	17
3.4.2 Test de Molisch.....	17
3.4.3 Détermination des classes phytochimiques .....	17
3.4.4 Détermination de la solubilité .....	19
3.4.5 Détermination du pH.....	19
3.4.6 Perte en eau lors du séchage.....	19
3.4.7 Teneur en cendres.....	20
3.4.8 Dosage de sucre totaux.....	20
3.4.9 Dosage de protéines.....	21
3.4.10 Indice de gonflement .....	21
3.4.11 La capacité de rétention d'eau.....	22
3.4.12 Absorption d'huile.....	22
3.4.13 Capacité d'émulsion .....	22
3.4.14 Propriétés rhéologiques .....	23
3.4.15 Analyse DRX .....	23
3.4.16 Propriétés d'écoulement de la poudre .....	24
3.4.17 Analyse spectrale par infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR).....	24
3.4.18 Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	25
3.4.19 Détermination du potentiel Zeta.....	25
3.5 Propriétés de suspension du mucilage.....	25
3.5.1 Préparation de la suspension du mucilage avec du paracétamol .....	26

3.6 Tests réalisés sur la suspension .....	26
3.6.1 Détermination du pH.....	26
3.6.2 Mesure du débit d'écoulement.....	26
3.6.3 Détermination du volume de sédimentation.....	27
3.6.4 Mesure de la viscosité.....	27
3.6.5 Redispersion.....	27
3.6.6 Etude rhéologique.....	27
3.7 Activité anti inflammatoire de mucilage extrait de <i>Trigonellafoenum</i> – <i>graecum.L</i> .....	28

## Chapitre 4 : Résultats et discussions

4.1 Extraction du mucilage à partir des graines de <i>Trigonellafoenum</i> – <i>graecum.L</i> .....	31
4.1.1 Rendement d'extraction du mucilage .....	31
4.1.2 Propriétés organoleptiques.....	31
4.2 Caractérisation du mucilage.....	32
4.2.1 Test de Molisch.....	32
4.2.2 Analyse chimique sur mucilage extrait de graines de <i>Trigonellafoenum</i> – <i>graecum.L</i> .....	32
4.2.3 Détermination de la solubilité.....	33
4.2.4 Détermination du pH, perte en eau lors du séchage et la teneur en cendres .....	34
4.2.5 Indice de gonflement.....	35
4.2.6 La capacité de rétention d'eau.....	35
4.2.7 Absorption d'huile .....	36
4.2.8 Capacité d'émulsion .....	37
4.2.9 Propriétés rhéologiques du mucilage extrait.....	37
4.2.10 Propriétés d'écoulement de la poudre.....	39
4.2.11 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR).....	41
4.2.12 Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	41
4.2.13 Analyse de diffraction par rayon X (DRX).....	42
4.2.14 Détermination du potentiel Zeta .....	43

4.3 Propriétés de suspension du mucilage extrait de graines de <i>Trigonella foenum – graecum.L</i> .....	43
4.3.1 Etude rhéologique de suspensions.....	45
4.4 L'activité anti inflammatoire .....	45
 Conclusion générale .....	 50

## Liste des figures

<b>Figure 1.1</b> : Graines et feuilles de <i>Trigonella foenum-graecum L</i> (fenugrec).....	04
<b>Figure 1.2</b> : Structure chimique de la 4-hydroxyisoleucine (a) et de la trigonelline (b)....	05
<b>Figure 3.1</b> : Graines de fenugrec lavées et séchées.....	12
<b>Figure 3.2</b> : Ébullition des graines de fenugrec.....	14
<b>Figure 3.3</b> : Filtration des graines de fenugrec.....	15
<b>Figure 3.4</b> :Isolation de mucilage.....	15
<b>Figure 3.5</b> : Schéma d'extraction du mucilage des graines de <i>Trigonella Foenum Graecum L</i> .....	16
<b>Figure 3.6</b> : lot essaie.....	28
<b>Figure 3.7</b> : gavage du mucilage.....	28
<b>Figure 3.8</b> : injection de carragénine.....	29
<b>Figure 4.1</b> : le mucilage extrait après le séchage et broyage.....	32
<b>Figure 4.2</b> : résultat du test de Molisch.....	32
<b>Figure 4.3</b> : résultat du test de solubilité.....	34
<b>Figure 4.4</b> :Rhéogrammes de la solution de mucilage à différentes concentrations relation entre la vitesse de cisaillement et la viscosité.....	38
<b>Figure 4.5</b> : spectre FTIR du mucilage des graines de <i>Trigonellafoenum-graecum.L</i> .....	41
<b>Figure 4.6</b> : Morphologie de surface du mucilage extrait des graines de <i>Trigonellafoenum-graecum.L</i> observée au MEB.....	42
<b>Figure 4.7</b> : Diffraction par rayon X de mucilage extrait de graines de <i>Trigonella foenum graecum.L</i> ).....	43
<b>Figure 4.8</b> :Aspect des suspensions de paracétamol (a) avec le mucilage extrait (b) avec CMC de sodium.....	45
<b>Figure 4.9</b> :courbe d'écoulement de suspension préparée par le mucilage extrait.....	46
<b>Figure 4.10</b> :courbe d'écoulement de suspension préparée par CMC de sodium .....	47

## Liste des tableaux

<b>Tableau 3.1</b> : les réactifs utilisés.....	13
<b>Tableau 4.1</b> : propriétés organoleptiques du mucilage.....	31
<b>Tableau 4.2</b> :analyse chimique du mucilage.....	33
<b>Tableau 4.3</b> : solubilité du mucilage.....	33
<b>Tableau 4.4</b> : pH, perte en eau lors du séchage et la teneur en cendre du mucilage.....	34
<b>Tableau 4.5</b> : Indice de gonflement du mucilage.....	36
<b>Tableau 4.6</b> :capacité de rétention d'eau de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane.....	36
<b>Tableau 4.7</b> :capacité de rétention d'huile de la poudre du mucilage et de la gomme de xanthane.....	36
<b>Tableau 4.8</b> :capacité d'émulsion de la poudre du mucilage et de la gomme xanthane.....	37
<b>Tableau 4.9</b> : Tableau : les valeurs de viscosité calculées par modèle Carreau pour mucilage et xanthane à différentes conctrations.....	39
<b>Tableau 4.10</b> : Tableau : les valeurs de viscosité calculées par modèle Ostwald pour mucilage et xanthane à différentes conctrations.....	39
<b>Tableau 4.11</b> :propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage extrait.....	40
<b>Tableau 4.12</b> : échelle d'aptitude à l'écoulement.....	40
<b>Tableau 4.13</b> : propriétés de suspension du mucilage extrait.....	44
<b>Tableau 4.14</b> : résultats de l'activité anti-inflammatoire (protocole levy).....	47
<b>Tableau 4.15</b> : les résultats de l'activité anti-inflammatoire (protocole de Winter).....	48

## Liste des abréviations

**pH** : potentiel d'hydrogène

**FT-IR** : infrarouge à transformée de Fourier

**MEB**: Microscopie électronique à balayage

**E.P.S**: ExtracellularPolymeric Substances

**GAG** : glycosaminoglycan

**CMC** : carboxymethylcellulose

**R** : rendement

**UV** : ultra violet

**$\rho$**  :densité

**$I_c$**  : Indice de compressibilité

**$I_H$** :Indice de Hausner

**$\eta$**  : viscosité

**F** : sédimentation

**K** : coefficient de cohérence

**n** : d'indice de comportement de flux

## INTRODUCTION

À l'heure actuelle, le monde entier s'oriente vers l'utilisation des produits naturels tels que les polysaccharides naturels, qui possèdent d'excellentes propriétés tels que : biocompatibilité, biodégradabilité, capacité de gonflement élevée, facilité de récupération, faible coût d'extraction, etc. Qui en font un produit très utile dans diverses applications biomédicales

Actuellement, un très grand nombre de polysaccharides ont été isolés à partir de diverses sources de plantes communément disponibles. Ces polysaccharides végétaux ont été utilisés comme produits pharmaceutiques potentiels dans les comprimés, les capsules, les systèmes à matrice contrôlée, les microparticules, les nanoparticules, les préparations ophtalmiques, les gels, les crèmes, les émulsions, les suspensions, etc. [1].

Le mucilage est un hydrocolloïde polysaccharidique obtenu généralement à partir des plantes et peut être utilisé dans des préparations pharmaceutiques, cosmétiques et alimentaires pour ses propriétés épaississantes, gélifiantes, émulsifiantes et stabilisante.

Parmi les espèces ayant des vertus thérapeutiques et possèdent de nombreuses applications dans la médecine traditionnelle : nous avons opté pour « *Trigonella foenum –graecum L* », une plante herbacée de la famille des légumineuses ou des fabacées, riche en polysaccharides. Cette espèce est largement utilisée dans la médecine traditionnelle pour le traitement du diabète, de la dysenterie, de la dyspepsie et de la toux chronique [2]. Cependant, le mucilage extrait à partir de l'espèce d'origine algérienne n'a pas été exploitée et étudiée pour ses propriétés fonctionnelle et son activité anti-inflammatoire.

Dans cette optique, nous nous sommes intéressée à étudier les propriétés physico-chimiques et le comportement rhéologique et déterminer ses propriétés en tant qu'agent de suspension ainsi que l'évaluation de l'activité anti-inflammatoire du mucilage extrait à partir des graines de Fenugrec récoltées dans la région des hauts plateaux.

A cet effet, nous avons structuré notre mémoire comme suit :

- La première partie est une recherche bibliographique dans laquelle, nous présenterons des généralités sur l'espèce étudiée et sur les polysaccharides.

- La deuxième partie est une étude expérimentale qui sera consacrée à l'extraction, l'isolation, la caractérisation physico-chimique du mucilage extrait à partir des graines de *Trigonella Foenum graecum* L. et l'évaluation des ses propriétés en tant qu'agent de suspension et étude de son activité anti-inflammatoire.
- A partir de l'interprétation des résultats expérimentaux, nous terminerons par une conclusion générale.

## Chapitre 1

### GENERALITES SUR L'ESPECE *Trigonella foenum –graecum L*

#### 1.1 introduction :

Le fenugrec (*Trigonella foenum-graecum L.*) est une herbacée annuelle appartenant à la famille des fabacées. Il se trouve partout dans le monde, mais il est d'origine méditerranéenne. Cette plante est connue par ses propriétés médicinales, thérapeutiques et nutritionnelles [3].

#### 1.2 Classification botanique :

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

##### 1.2.1 Systématique :

**Règne :** *Plantae*

**Sous- règne :** *Tracheobionta*

**Division:** *Magnoliophyta*

**Sous -division :** *Magnoliophytina*

**Classe:** *Magnoliopsida*

**Sous -classe :** *Rosidae*

**Ordre :** *Fabales*

**Famille:** *Fabaceae*

**Genre :** *Trigonella*

**Espèce :** *Trogonella foenum –graecum L.*



**Figure 1.1** : Graines et feuilles de l'espèce *Trigonella Foenun-graecum*. L (fenugrec) [5]

### 1.2.2 Noms vernaculaires [5] :

- **Nom arabe** : الحلبة
- **Nom français** : fenugrec
- **Nom anglais** : fenugreek

### 1.2.3 Description botanique :

C'est une plante herbacée annuelle de 50 cm de haut, à tige dressée. Elle porte des feuilles longuement pétiolées, alternes, composées à trois folioles ovales et dentées. Les fleurs sont axillaires, isolées ou par deux, jaune pâle, à étendard violet clair à la base et de forme triangulaire (d'où le nom trigonelle). Le fruit est une gousse allongée, arquée, pouvant atteindre 20 cm de long, renfermant 10 à 20 graines dures, de couleur fauve. Celles-ci sont polyédriques (3-5 x 2-3 x 1,5 x 2 mm), aplaties, irrégulièrement arrondies, ridées, épaisses, très coriaces divisées en deux segments inégaux par un sillon oblique et plat et une huile essentielle. L'odeur particulière est due aux nombreux constituants volatils (sesquiterpènes, alcanes, lactones) et à la sotolone (3-hydroxy-4,5-diméthyl-2[5H]-furanone) [4].

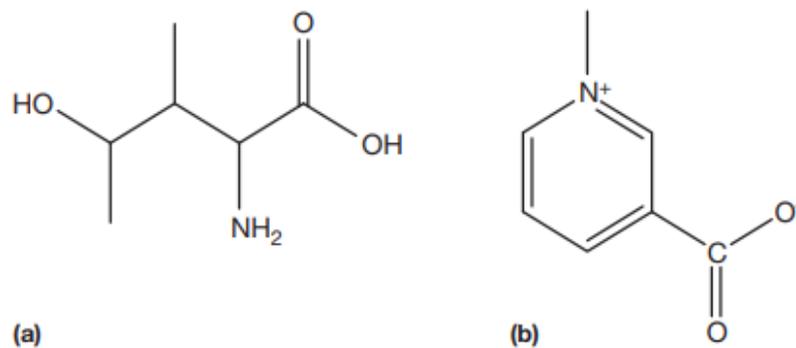
### 1.3 Distribution géographique de *Trigonellafoenum-graecum L* :

Le fenugrec est originaire d'Afrique du Nord, du Moyen-Orient et d'Inde, il est aussi largement répandu autour de bassin méditerranéen. Les producteurs de fenugrec sont l'Inde, l'Iran, le Népal, le Bangladesh, le Pakistan, l'Argentine, l'Égypte, la France, l'Espagne, la Turquie, l'Algérie, le Maroc et la Chine [6].

### 1.4 Composition chimique des graines de fenugrec :

Les graines de fenugrec sont une source riche de polysaccharides tels que le galactomannane. Ils sont aussi une source de saponines telles que la diosgénine, la yamogénine, la gitogénine, la tigogénine et les néotigogènes.

Environ 30% du poids de la graine est constitué de protéines ; 5,5–7,5%, de lipides comprenant l'acide linoléique et acidelinoléique; et 15% de galactomannanes. Le fenugrec contient environ 4 à 8% de saponines et environ 1% d'alcaloïdes contribuant à l'amertume, à la stimulation gastrique et à un appétit accru. Environ 0,6% du poids de la graine est un acide aminé non protéogène, la 4-hydroxyisoleucine 0,1-0,15%, un pseudo-alcaloïde, la trigonelline (figure 1.2). Les graines de fenugrec contiennent 50% de fibres (30% de fibres solubles et 20% de fibres insolubles) pouvant ralentir l'absorption post-prandiale du glucose, ceci peut être un mécanisme secondaire pour son effet hypoglycémique [5].



**Figure 1.2** : Structure chimique de la 4-hydroxyisoleucine (a) et de la trigonelline (b) [5].

### 1.5 Usages médicinales :

Le fenugrec compte parmi les plus anciennes plantes médicinales et culinaires. Ses Graines, grâce à leurs composés chimiques, se révèlent être d'une grande valeur alimentaire

et présentent de multiples vertus phytothérapeutiques [7], il est utilisé pour :

- Stimuler l'appétit, soulager les troubles digestifs et respiratoires, et redonner de l'énergie aux convalescents et aux personnes déprimées. Il est également utilisé pour favoriser la production du lait maternel.
- Lutter contre la chute des cheveux.
- Traiter les ulcères, la goutte, les douleurs musculaires et l'eczéma.
- Prévenir l'apparition de certains types de cancers, en particulier du colon, du sein, et de la vésicule biliaire.
- Arrêter la constipation.
- Eliminer les infections et les inflammations des voies respiratoires.
- Soigner les blessures cutanées et les douleurs rhumatismales [8].

En médecine populaire, ces graines sont utilisées par voie interne comme émoullient dans les inflammations des voies respiratoires supérieures, comme fortifiant et pour favoriser la digestion. La médecine traditionnelle attribue à la drogue des propriétés hypoglycémiantes et galactagogues.

Des tests effectués chez l'animal montrent qu'un extrait aqueux administré par voie orale accélère la guérison des ulcères gastriques et présente un effet immuno modulateur

De plus, la médecine traditionnelle attribue au fenugrec des propriétés hypoglycémiantes. Cette activité a été démontrée chez l'animal et chez l'homme [9].

En Europe, la graine de fenugrec est traditionnellement utilisée par voie orale pour faciliter la prise de poids et par voie externe comme émoullient sous forme de cataplasme dans le traitement des inflammations locales : furoncles, abcès et eczémas.

## **Chapitre 2 :**

### **GENERALITES SUR LES POLYSACCHARIDES ET LE MUCILAGE**

#### **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). Ils sont fortement utilisés dans l'industrie agroalimentaire et pharmaceutique, pour leurs propriétés technologiques, physiologiques et pharmaceutiques, sont des acteurs importants dans l'économie mondiale [7].

#### **2.2 Définition des polysaccharides:**

Les polysaccharides sont des polymères constitués d'un ou plusieurs types de molécule monosaccharidique. 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 [10].

Les polymères constitutifs des mucilages sont en général des xylanes ou des dérivés pectiques et renferment le plus souvent des oses neutres (xylose, arabinose, galactose, rhamnose,...) et des acides uroniques (acide galacturonique, acide glucuronique).

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). En effet, les interactions polysaccharides-protéines ont un rôle primordial dans de nombreux processus physiologiques et pathologiques (thrombose, inflammation, métastases, stérilité...) [10].

## **2.3 Classification :**

Les polysaccharides sont subdivisés en plusieurs classes [11,12] :

### **2.3.1 Les 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 «Extracellular Polymeric 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 Les polysaccharides 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, les propriétés hémostatiques et anti-gastrites, les propriétés anti-inflammatoires et anticoagulantes. Parmi les polysaccharides d'extraits d'algues : l'alginate, le fucoïdane, les carraghénanes et le laminarane ayant des propriétés gélifiantes ou épaississantes. Les alginates d'algues marines sont très utilisés dans l'industrie agro-alimentaire et pharmaceutique.

### **2.3.3 Les 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 Les 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 les mucilages. Ces deux dernières classes ou catégories, sont des mélanges de polysaccharides hétérogènes qui forment en contact de l'eau des gels [11-12]. L'intérêt important d'utilisation des polysaccharides végétaux, et notamment dans le cas des gommes (exsudats) végétales est dû à leurs diverses propriétés structurelles et fonctions dans les produits alimentaires, les produits pharmaceutiques, les cosmétiques, les textiles et les produits biomédicaux [10].

## **2.4 Le mucilage :**

Les hydrocolloïdes polysaccharidiques, y compris les mucilages, les gommes et les glucanes, sont abondants dans la nature et se trouvent couramment dans de nombreuses plantes supérieures. Ces polysaccharides constituent une classe structurellement diverse de macromolécules biologiques possédant une large gamme de propriétés physicochimiques largement utilisées pour des applications en pharmacie et en médecine. Les mucilages sont trouvés dans les rhizomes, les racines et les endospermes de graines [7].

### **2.4.1 Les propriétés thérapeutiques de 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 [13].

#### **2.4.1.1 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.

#### **2.4.1.2 Rétention d'eau et application prolongée de la 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.

#### **2.4.1.3 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.

#### **2.4.1.4 Action laxative :**

Cette action est due aux propriétés qu'ont les substances mucilagineuses de retenir l'eau, de gonfler sous son action et de créer ainsi une certaine pression de gonflement. Elles provoquent par voie réflexe l'augmentation des mouvements péristaltiques, ce qui contribue à faciliter l'élimination des selles [13].

#### **2.4.2 Les applications du mucilage :**

- 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 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 [13].
- En galénique , les mucilages sont utilisés, mélangées 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 [10-15].

- 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...[14].

## Chapitre 3

### MATERIELS ET METHODES

La présente étude a pour but de réaliser :

- L'extraction du mucilage à partir de grains de fenugrec,
- La caractérisation physico-chimique du mucilage,
- Une formulation et évaluation d'une suspension à base du paracétamol et mucilage,
- L'étude de l'activité anti-inflammatoire du mucilage.

#### 3.1 Matériels :

##### 3.1.1 Matériel végétal :

La matière végétale est constituée des graines de fenugrec. L'espèce a été récoltée en automne 2018 de la région de Djelfa. Les graines ont été lavées ensuite 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 :** Graines de fenugrec

### 3.1.2 Réactifs :

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

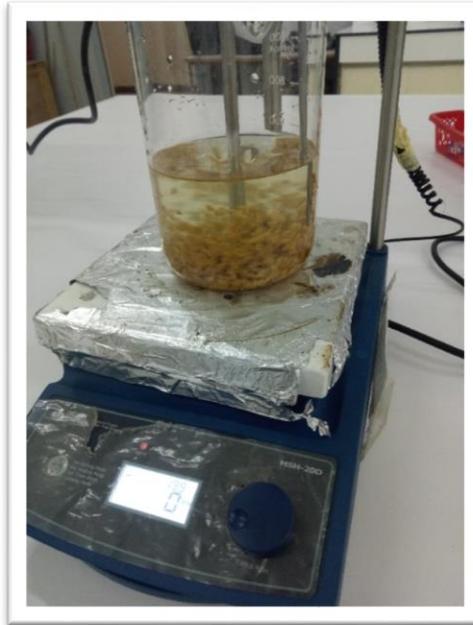
**Tableau 3.1** : les réactifs utilisés

<b>Produit</b>	<b>Marque</b>	<b>Pureté %</b>
Ethanol	Honeywell	96
Méthanol	Sigma-Aldrich	99
Acétone	Applichem Panreac	99
Chloroforme	Applichem panreac	99
Acide sulfurique	Biochemchemo pharma	96-98
Paraffine liquide	Ficher chemical	99
Carboxymethylcellulose de sodium	Sigma-Aldrich	-
Acide benzoïque	-	-
Hydroxyde de sodium	Sigma-Aldrich	98
1-Naphtol ( $\alpha$ )	Fluka AG	97
Xanthane	-	-
Ammoniac	panreac	
Chlorure d'aluminium	-	
Chlorure de fer	-	
Anhydride acétique	-	
Chlorure de mercure	-	
Iodure de potassium	-	
Sulfate de cuivre	-	
Iode	-	

## 3.2 Extraction et isolation du mucilage :

### 3.2.1 Extraction :

Les graines sont macérées pendant 24 h dans l'eau distillée ensuite elles sont portées à l'ébullition pendant 1h. Les particules mise en ébullition sont séparées par filtration en utilisant un tissu de mousseline. Le filtrat est retiré, ensuite, il est porté au réfrigérateur pour refroidir.



**Figure 3.2** : Ébullition des graines de fenugrec

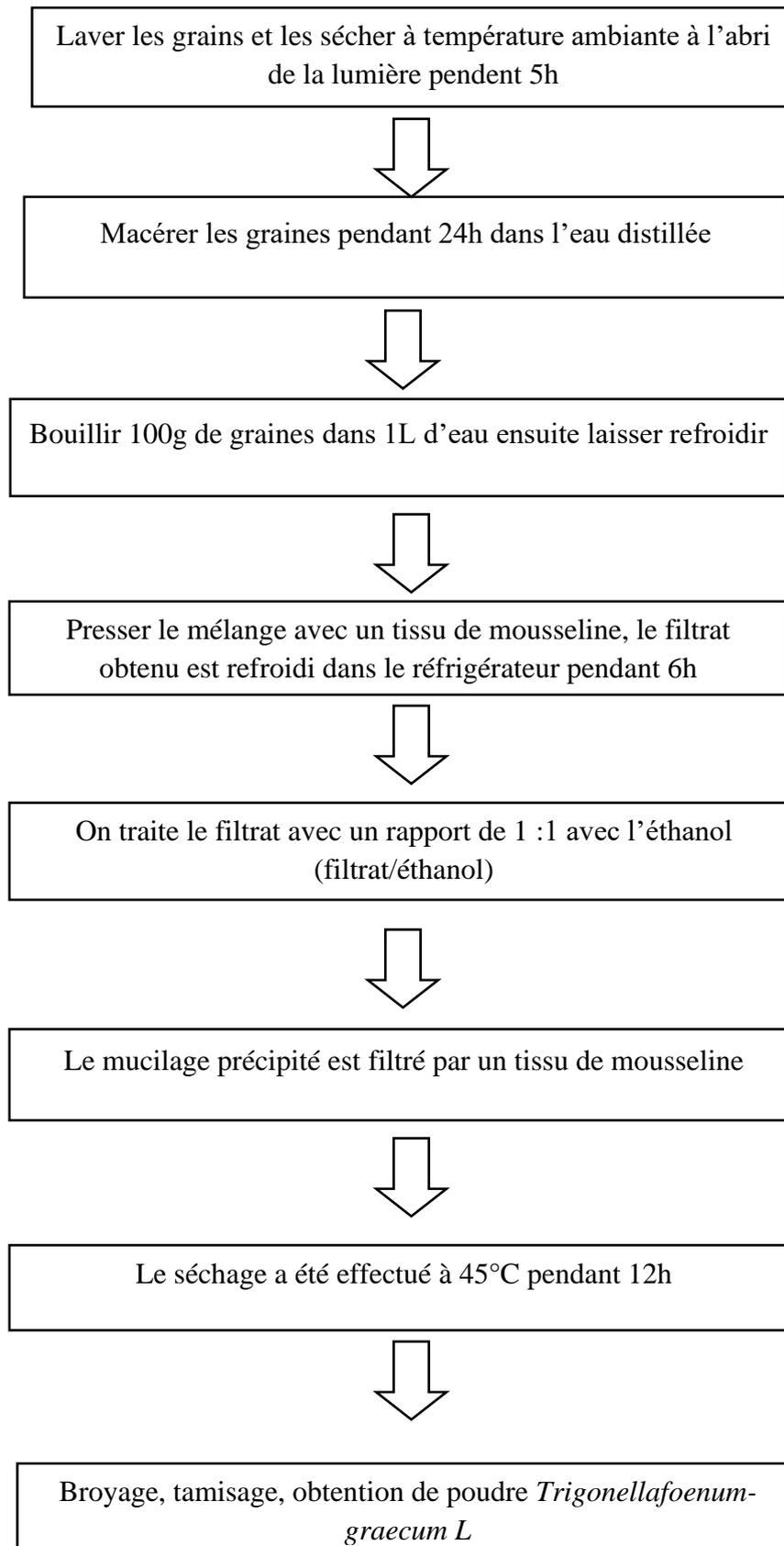
### 3.2.2 Isolation de mucilage :

Le filtrat a été traité avec de l'alcool éthylique (1 :1). Le mucilage précipité est filtré sur un tissu de mousseline ; ensuite il a été séché dans le four à une température de 45°C pendant 12h. Le produit obtenu a été broyé en poudre, tamisé et pesé.



**Figure 3.3** : Filtration des graines de fenugrec **Figure 3.4** : Isolation de mucilage

Le schéma suivant (figure 3.5) présente les différentes étapes de l'extraction du mucilage.



**Figure 3.5** : Schéma d'extraction du mucilage des graines de *Trigonella Foenum graecum* L.

### 3.3 Calcul du rendement :

Le rendement a été exprimé en pourcentage de la masse de matière isolée séchée par rapport à la masse de la matière brute entière fraîche en utilisant la formule suivante [1] :

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

Avec :

$m_0$  : masse initial des graines de *Trigonella foenum-graecum L* (g) ;

$m_1$  : masse du mucilage extrait(g).

### 3.4 Caractérisation du mucilage :

#### 3.4.1 Propriétés organoleptiques :

Les propriétés organoleptiques sont toutes ces descriptions des caractéristiques physiques de la matière en général, telles que le goût, la texture, l'odeur, et la couleur.

#### 3.4.2 Test de Molisch :

La présence de mucilage dans le matériau extrait a été évaluée 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 côtés du tube, la présence du mucilage a été vérifiée par l'apparition d'une couleur rouge-violacé [16].

#### 3.4.3 Détermination des classes phytochimiques :

La détermination des classes phytochimiques a été effectuée sur le mucilage extrait. Il s'agit d'une analyse qualitative basée sur des réactions de coloration et/ou de précipitation [6-17].

- **flavonoïdes :**

5ml d'extrait sont traités avec quelques gouttes d' $\text{AlCl}_3$  (1%). La présence de flavonoïdes est confirmée par l'apparition d'une couleur jaune A.

- **Tanins**

A 1 ml de chaque extrait, nous avons ajouté 250  $\mu\text{l}$  de  $\text{FeCl}_3$  (1%). La présence des tanins est indiquée par une coloration verdâtre (tanins catéchiques) ou bleu-noirâtre (tanins galliques).

- **Quinones libres**

A 1 ml d'extrait, nous avons ajouté 0,1 ml d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 10 %.

L'apparition d'une couleur qui vire au jaune, rouge ou violet indique la présence des quinones libres

- **Coumarines**

Nous avons divisé le volume de 2 ml de l'extrait en deux. A un volume, nous avons additionné 0,1 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  (10 %). L'autre volume est gardé comme témoin. L'apparition d'une fluorescence après observation sous UV à 366nm indique la présence de coumarines.

- **Anthraquinones**

A 1 ml de l'extrait, nous avons ajouté 1 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  (10 %). L'apparition d'une coloration violette, après agitation, indique présence des anthraquinones.

- **Anthocyanes**

A 1 ml de l'extrait, nous avons ajouté 1 ml d' $\text{HCl}$  (2N). Si la coloration s'accroît par acidification, puis vire au bleu-violacée par addition d'ammoniac, cela indique la présence des anthocyanes.

- **Alcaloïdes**

Dans deux tubes contenant 0,5 ml d'extrait, nous avons ajouté 0,5 ml de réactif de Mayer dans le premier tube et 0,5 ml de réactif de Wagner dans le second. L'apparition d'un précipité blanc ou marron respectivement indique la présence des alcaloïdes.

### **Terpénoïdes**

Test de Libermann-Burchard : A 1 ml d'extrait, nous avons ajouté 0,1 ml d'anhydride acétique et 0,1 ml d'acide sulfurique. L'apparition d'une couleur mauve, verte ou violette indique la présence des terpénoïdes.

Test de slakowski : A 1 ml d'extrait, nous avons ajouté 0,4 ml de chloroforme et 0,6 ml d'acide sulfurique. La présence des terpénoïdes est révélée par l'apparition de deux phases et une couleur marron à l'interphase.

- **Saponines**

10 ml de chaque extrait est agité pendant 15 secondes. Une mousse persistante pendant 20min confirme la présence des saponines.

### **3.4.4 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 :

0,1g de poudre de mucilage sec a 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 [18].

### **3.4.5 mesure du pH :**

Le mucilage a été pesé et dissous dans l'eau pour obtenir une solution à 1% p / v. Le pH de la solution a été déterminé en utilisant un pH-mètre numérique (HANNA) [19].

### **3.4.6 Perte en eau lors du séchage :**

Une quantité de mucilage a été pesée et séchée dans un four à air chaud à 105 ° C et le poids a été contrôlés à intervalles de 10 minutes, jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Le pourcentage de Perte en eau lors du séchage de mucilage a été calculé en utilisant l'équation suivante [19] :

$$\text{perte en eau lors du séchage (\%)} = \frac{p_i - p_f}{p_i} \times 100 \quad \text{Eq (2)}$$

Avec :

$P_i$  : Poids de mucilage avant séchage.

$P_f$  : Poids de mucilage après séchage.

### 3.4.7 Teneur en cendres :

Le taux de cendres est une indication de la teneur de la matière organique qui rentre dans la composition de mucilage. Le taux de cendre a été déterminé selon la norme (NF M 03-002)

#### Mode opératoire

Une masse de 1g de la poudre de mucilage est séchée dans l'étuve pendant 5 heures puis placé dans un creuset en céramique. Ce creuset est mis par la suite dans un fourde marque Nabertherm (Germany) réglé à 550°C pendant 45 min. Une fois la carbonisation est terminée, le creuset est ensuite retiré du four, refroidi à l'air libre puis pesé. Le taux de cendre est calculé par la formule suivante [20] :

$$C(\%) = \frac{p_0 - p_1}{p_0} \times 100 \quad \text{Eq (3)}$$

Avec :

$P_0$ : Le poids du creuset remplis avant carbonisation en(g).

$P_1$  : Le poids du creuset remplis après carbonisation en(g).

### 3.4.8 Dosage des sucres totaux :

Dosage des sucres totaux par la méthode de Dubois :

La méthode de Dubois peut détecter les quantités des sucres totaux dans le milieu réactionnel au cours de la fermentation.

#### Principe :

En effet, en milieu acide et à chaud, les oses neutres donnent des dérivés du furfural (l'hydroxyméthylfurfural dans le cas d'un hexose et d'un furfural dans le cas d'un pentose), ces dérivés se condensent avec le phénol pour donner un complexe de couleur jaune brun. Les termes « Sucres totaux » ou « oses neutres » sont utilisés pour désigner les monosaccharides neutres entrant dans la composition des polysaccharides. La couleur varie selon le taux des sucres totaux présentés dans le milieu de réaction. L'absorbance est lue à la longueur d'onde 490 nm par un spectrophotomètre [21-22].

### **Mode opératoire :**

Dans une série de tube à essai, un volume de 0.5 ml de milieu de l'extrait a été introduit après chaque prélèvement. Un volume de 0.5 ml de phénol 5% a été rajoutée, ensuite 2.5 ml d'acide sulfurique concentré a été rajoutée aussi. Les tubes ont été laissés au repos pendant 10 minutes, ensuite ils ont été placés dans un bain-marie à une température de 30°C pendant 20 minutes. Enfin les tubes ont été agités pendant 10 à 20 min. L'absorbance est lue à la longueur d'onde 490 nm par un spectrophotomètre UV de type (HITACHI U5100, Japon).

### **3.4.9 Dosage des protéines :**

La méthode de Kjeldahl a été utilisée pour déterminer la teneur en azote.

Cette méthode peut être décomposée en trois principales étapes [23] :

**Digestion :** c'est la décomposition de l'azote en échantillons organique en utilisant une solution d'acide concentrée. Elle est accomplie en faisant bouillir un échantillon homogène dans l'acide sulfurique concentré. Le résultat final est une solution de sulfate d'ammonium.

**Distillation :** c'est l'ajout d'un excès de base à la digestion acide on mélange pour convertir  $\text{NH}_4^+$  à  $\text{NH}_3$ , suivi d'une ébullition et condensation du  $\text{NH}_3$  dans une solution réceptrice.

**Trituration :** pour quantifier la quantité d'ammoniac dans la solution de réception.

### **3.4.10 Indice de gonflement :**

L'indice de gonflement est le volume (ml) absorbé par le gonflement de 1 g de la substance dans des conditions spécifiques. L'indice de gonflement du mucilage a été déterminé en ajoutant 25 ml d'eau. Dans 1 g de mucilage séché prélevé dans une éprouvette graduée de 50 ml. Le mélange a été agité toutes les 10 minutes pendant 1 heure. Ensuite la solution est mise en repos pendant 24h à température ambiante, puis le volume occupé par le mucilage a été mesuré et l'indice de gonflement a été calculé à l'aide de la formule suivante [24] :

$$\text{Indice de gonflement}\% = \frac{V_2 - V_1}{V_2} * 100 \quad (\text{Eq 4})$$

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.

### 3.4.11 La capacité de rétention d'eau :

La poudre de mucilage a été utilisée pour déterminer sa capacité de rétention d'eau et la comparer avec la gomme xanthane comme référence selon le mode opératoire suivant [25] :

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 :

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

### 3.4.12 Absorption d'huile

La capacité d'absorption de l'huile du mucilage a été déterminé selon le protocole suivant [25] et la comparer avec la gomme xanthane :

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 :

$$\text{Absorption d'huile} = \frac{\text{poids de l'échantillon huile absorbé} - \text{poids de l'échantillon sec}}{\text{poids de l'échantillon sec}} \quad (\text{Eq 6})$$

### 3.4.13 Capacité d'émulsion :

La capacité d'émulsion a été déterminée en utilisant la poudre de mucilage et la comparer avec la gomme xanthane selon le mode opératoire suivant [25] :

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/min 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 :

$$\text{capacité d'émulsion(\%)} = \frac{\text{Hauteur de la couche émulsionnée}}{\text{Hauteur de la couche entière}} \times 100 \quad (\text{Eq 7})$$

### 3.4.14 Propriétés rhéologiques :

Le comportement rhéologique du mucilage à été étudié en utilisant un rhéomètre de marque Anton Paar MCR 302 et le comparer avec la gomme xanthane en adoptant le protocole suivant [25] :

La poudre de mucilage a été dissoute dans de l'eau distillée pour préparer une solution de mucilage de concentration de 5%, 3% ,1% et 0.5% (p/v). Ensuite, la solution a été maintenue à 4°C pendant 12 heures. Le protocole à été répétée en utilisant la gomme xanthane (concentration de 0.5%, 1% et 1.5% (p/v)).

### 3.4.15Analyse DRX :

L'analyse de la poudre de mucilage a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre Siemens D8 Advance (Endeavour, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Allemagne) avec Co-Karadiation. Les diffractogrammes ont été pris entre 2 et 80 (2q) et avec une taille de pas de 0,05 (2q) avec un temps de balayage de 2S. Les diffractrogrammesont été obtenus à 25°C en utilisant une tension d'accélération de40 kV et un courant de 40 mA [26].

### 3.4.16 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 le protocole suivant [16-27-28] :

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.

$$\text{Densité vrac } \rho_{\text{vrac}}(\text{g/ml}) = \frac{\text{poids de la poudre sèche}}{\text{volume vrac}} \quad (\text{Eq 8})$$

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

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

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

$$\text{Indice de compressibilité } I_c = \frac{\rho_{\text{tassée}} - \rho_{\text{vrac}}}{\rho_{\text{tassée}}} \quad (\text{Eq 10})$$

$$\text{Indice de Hausner } I_H = \frac{\rho_{\text{tassée}}}{\rho_{\text{vrac}}} \quad (\text{Eq 11})$$

### **3.4.17 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 œuvre 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 [29].

#### **➤ Préparation des échantillons**

Le mucilage sous forme de poudre fine est mélangé avec 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'ondes comprises entre 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$ , à l'aide d'un spectrophotomètre FTIR de marque Shimadzu FT/IR-8900 [27,30].

### **3.4.18 Microscopie électronique à balayage (MEB) :**

La microscopie électronique à balayage MEB 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 [30].

La morphologie du mucilage des graines de *Trigonella foenum-graecum L* a été évaluée en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB) de type JEOL JSM 6360 LV, sous une tension électrique de 15 Kv [31].

### **3.4.19 Détermination du potentiel Zeta :**

Le potentiel zêta de la solution de mucilage (0,1%, p / v) a été déterminé en utilisant la technique de diffusion dynamique de la lumière (Zetasizer Nano, Malvern Instrument, UK) à 25°C et à pH = 7 [32].

### **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.

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

Un système de suspension pharmaceutique thermodynamiquement instable devrait se stabiliser en ajoutant un agent de suspension approprié. Un certain nombre de gommes végétales ont été utilisées autant qu'agent de suspension dans les formulations de suspension [33-34].

#### **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 $\mu$ 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 à la suspension comme conservateur. Les suspensions doivent être stockées à l'abri de la lumière.

Le procédé a été répété en utilisant l'agent de suspension : la poudre de carboxyméthylcellulose de sodium (CMC sodium) (0.5, 1, 1.5 et 2g) [34-35-36]

### **3.6 Tests réalisés sur les suspensions [9-34] :**

#### **3.6.1 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.

#### **3.6.2 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.

$$\text{Débit d'écoulement } \eta_a(\text{ml/s}) = \frac{\text{volume de la solution sans la pipette (ml)}}{\text{temps d'écoulement (s)}} \quad (\text{Eq 12})$$

### 3.6.3 Détermination du volume de sédimentation :

Chaque suspension (50 ml) a été stockée dans une éprouvette graduée de 50 ml pendant 4 jours à 35 ° C. Les observations ont été faites toutes les 24 heures pendant 4 jours. Le volume de sédimentation, F (%), a été calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$F(\%) = \frac{V_u}{V_0} \times 100 \quad (\text{Eq 13})$$

Avec :

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

$V_0$  : volume initial de la suspension.

### 3.6.4 Mesure de la viscosité :

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

### 3.6.5 Redispersion :

Le volume fixé 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, le tube est retiré ensuite il est secoué vigoureusement pour redistribuer les sédiments. Les observations ont été enregistrées et la présence de dépôts, dans le cas échéant, a été enregistrée.

### 3.6.6 Etude rhéologique :

Ce test consiste à étudier la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de suspensions préparées avec le CMC de sodium et le mucilage pour différentes concentrations (0,5-2%).

### 3.7 Etude de l'activité anti inflammatoire de mucilage extrait de *Trigonella foenum – graecum*L :

Pour la détermination de l'activité anti-inflammatoire on a effectué deux protocoles :

- **Protocole de Levy [37] :**
  - 1) Constitution des 3 lots de 5 souris (lot témoin T / lot essaie / lot référence)



**Figure 3.6 : lot essaie**

- 2) A  $T_0$  on administre les 3 lots :
  - Lot témoin : 0.5ml/s d'eau distillée
  - Lot essaie : 0.5ml/s la solution de mucilage de fenugrec 100mg/kg
  - Lot référence : 0.5ml/s d'ibuprofène à 200mg/kg



**Figure3.7 : gavage du mucilage**

- 3) A  $T_0 + 30\text{min}$ , on injecte la solution de carragénine à tous les lots au niveau de la patte postérieure au milieu de l'aponévrose plantaire gauche ; sous un volume de 0.025ml pour chaque souris.



**Figure 3.8** : injection de carragénine

- 4) 4 heures après l'injection de carragénine, on sacrifie les animaux par dislocation cervicale. On coupe les pattes à hauteur de l'articulation. Ensuite, on pèse les pattes à l'aide d'une balance de précision.
- 5) On calcule le pourcentage d'œdème et le pourcentage d'inhibition par les relations suivantes :

$$\% \text{ œdème} = \frac{PG-PD}{PD} * 100 \text{Eq (14)}$$

PG : patte gauche

PD : patte droite

$$\% \text{ inhibition} = \frac{OT-OE}{OT} * 100 \text{Eq (15)}$$

OT : œdème du lot témoin

OE : œdème du lot essaie

- **Protocole de Winter [38-39]**

1) On constitue 3 lots de 5 souris de 23-27g (Lot témoin T-, lot référence T+, lot essai T<sub>E</sub>). Les souris sont mises à jeun pendant 16h. Ensuite, nous avons mesuré l'épaisseur initiale de la patte gauche des animaux à l'aide d'un pied à coulisse digital à T<sub>0</sub>. L'administration des produits a été réalisée :

- Lot T- : reçoit 0.5ml/souris d'eau distillée.
- Lot T+ : reçoit 0.5ml/souris d'ibuprofène 400 mg.
- Lot T<sub>E</sub> : reçoit 0.5ml/souris de solution de mucilage 1%.

Des injections d'une solution de carragénine sont effectuées au niveau de la patte postérieure gauche au milieu de l'aponévrose du coussinet plantaire sous un volume de 0.1 ml ou 0.025 ml pour chaque souris des lots à T<sub>0</sub> + 30 min.

Après une heure de l'injection, on mesure l'épaisseur de l'œdème chaque 1h pendant 4h à l'aide d'un pied à coulisse digital

**Expression de résultats :**

a) Pourcentage d'œdème pour chaque 1h suivant la formule :

$$\% \text{ d'œdème} = \frac{Eth - Et_0}{Et_0} * 100 \quad \text{Eq (16)}$$

E<sub>0</sub> : épaisseur d'œdème de la patte à temps initial

E<sub>th</sub> : épaisseur d'œdème de la patte par heure

b) Pourcentage d'inhibition d'œdème suivant la formule :

$$\% \text{ inhibition} = \frac{\% OT - \% OE}{\% OT} * 100 \quad \text{Eq (17)}$$

% O<sub>T</sub> : pourcentage d'œdème du groupe témoin

% O<sub>E</sub> : pourcentage d'œdème du groupe essai

% O<sub>R</sub> : pourcentage d'œdème du groupe référence.

## Chapitre 4

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

Après avoir décrit dans le chapitre précédent, toutes les méthodes expérimentales utilisées, nous présentons dans ce 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 graines de fenugrec :

##### 4.1.1 Rendement d'extraction du mucilage :

Les résultats montrent que le rendement moyen obtenu après 3 essais est égale à 7% avec les paramètres opératoires suivants : un rapport de graine de fenugrec /eau de 1 :10, temps de macération égale à 24h, le rapport de filtrat/éthanol 96% 1 :1.

##### 4.1.2 Propriétés organoleptiques :

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

**Tableau 4.1** : propriétés organoleptiques du mucilage.

<b>Couleur</b>	Marron foncé
<b>Odeur</b>	Caractéristique
<b>Texture</b>	Rugueux et irrégulier



**Figure 4.1 :** mucilage extrait à partir des graines de fenugrec après le séchage et le broyage.

## **4.2 Caractérisation du mucilage :**

### **4.2.1. Test de Molisch :**

Le mucilage extrait a été confirmé par le test de Molisch positif.



**Figure 4.2 :** résultat du test de Molisch.

### **4.2.2 Analyse chimique :**

Les résultats des tests chimiques réalisés sur le mucilage sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.2:** Analyse chimique

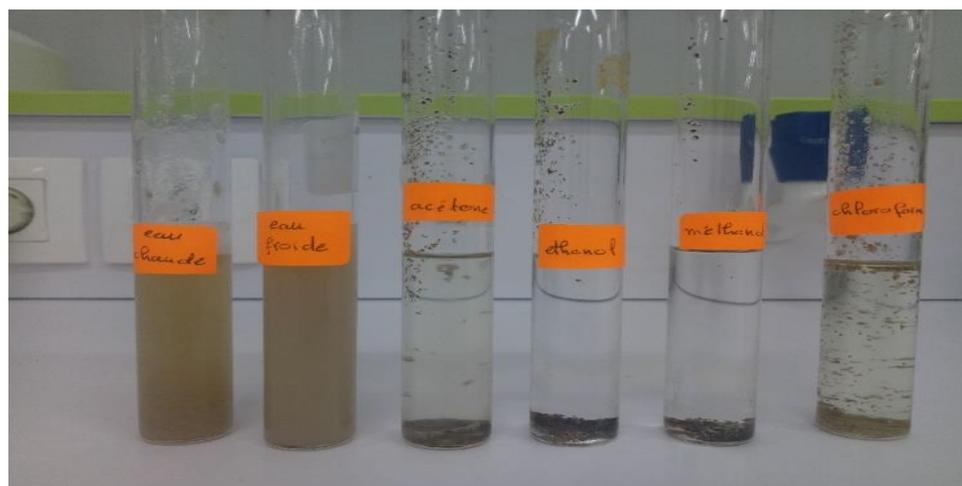
<b>Métabolite</b>	<b>Test</b>	<b>Mucilage</b>
Mucilage	Molish	+
Alcaloïdes	Mayer Wagner	+
Saponines	mousse	+
Flavonoïdes	AlCl <sub>3</sub>	+
Tanins	FeCl <sub>3</sub>	-
Quinones libres	NaOH	+
Coumarines	NH <sub>4</sub> OH	-
Anthraquinones	NH <sub>4</sub> OH	-
Anthocyanes	HCl NH <sub>4</sub> OH	-
Terpénoïdes	Libermann- Burchad Slakowski	- +
Sucres totaux	Dubois	+
Protéines	Kjeldahl	+

**4.2.3 Détermination de la solubilité :**

Les résultats de solubilité du mucilage dans les différents solvants sont mentionnés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.3 :** solubilité du mucilage.

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



**Figure 4.3** : résultat du test de solubilité

Les résultats montrent que le mucilage extrait à partir des graines de fenugrec est soluble dans l'eau chaude, l'eau froide et insoluble dans la plupart des solvants organiques. Les résultats obtenus sont similaires à ceux du mucilage de légume de gombo [19].

#### **4.2.4 Mesure du pH , la perte en eau lors du séchage, la teneur en cendres, la teneur en protéine et dosage des sucres totaux :**

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.

<b>Mucilage extrait</b>	<b>pH</b>	<b>Perte en eau (%)</b>	<b>Teneur en cendres (%)</b>	<b>Teneur en protéine (%)</b>	<b>Dosage des sucres totaux (%)</b>
<i>Graines de fenugrec</i>	6,6	14.42	5.6	5	68.12
<i>A.esculentus</i>	5.8	15	5.2		
<i>A.caillei</i>	5,4	9	5,6		
<i>A.angulosus</i>	6.4	13	6.3		
<i>A.manihot</i>	5,2	12	5,6		
<i>A.moschatus</i>	5,6	8	4,8		

Le mucilage extrait des graines de fenugrec possède un pH de 6,6 qui est presque neutre 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 [40]. La perte en eau lors du séchage du mucilage extrait était de 14.42%. Ce taux d'humidité est compatible avec les résultats obtenus par BINDU et FAHSA (2012).

La teneur en cendres varie en fonction de l'origine de la matière première utilisée et reflète la teneur en matières organiques en mucilage. La teneur en cendres du mucilage extrait est de 5.6%, ceci nous permet de dire que les graines de fenugrec sont riches en matières minérales.

La teneur en protéine du mucilage de *trigonella foenum* est de 5%. Alors que celle obtenue du mucilage d'*Opuntia monacantha* est de l'ordre de 3.55 % [41].

#### 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/V2)*100	La moyenne de l'indice de gonflement
1	8ml	23ml	65.21	61.43%
2	10ml	25ml	60	
3	9ml	22ml	59.09	

L'indice de gonflement du mucilage extrait des graines de *fenugrec* est de 61.43% ;ce résultat est très proche de celui obtenu des graines de *Abelmoschus angulosus* qui est 66.5 [9].

#### 4.2.6 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'échantillons sec)
<b>mucilage des graines de fenugrec</b>	18
<b>Gomme de Xanthane</b>	Forme un gel

La capacité de rétention d'eau du mucilage extrait est de 18 (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 (Pavithra Kalegowda, Attar Singh Chauhan, Shashirekha Mysore Nanjaraj Urs, la capacité de rétention d'eau de mucilage de *Opuntia dillenii* est de 4 (g d'eau /g de poids d'échantillon sec). En comparant ce résultat avec le nôtre, la capacité de rétention d'eau de *Trigonella foenum* est grande [40].

#### 4.2.7 Capacité de rétention 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 :** capacité de rétention d'huile de la poudre du mucilage et de la gomme de xanthane

Echantillon	Absorption d'huile (g huile/g poids d'échantillons sec)
<b>mucilage des graines de fenugrec</b>	0.86
<b>Gomme de Xanthane</b>	0.4

Le mucilage extrait possède une capacité d'absorption d'huile de 0.86 (g d'huile / g de poids d'échantillon sec) qui est supérieure à celle de la gomme de xanthane (0.4 g d'huile / g de poids d'échantillon sec).

Selon l'étude réalisée par (Farhat Rashid, Sarfraz Hussain, Zaheer Ahmed 2017), l'absorption d'huile est de 6,26 (g d'huile / g de poids d'échantillon sec). En comparant ce résultat avec le nôtre, on constate que notre mucilage possède une faible capacité de d'absorption d'huile [42].

#### 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 %
<b>mucilage des graines de fenugrec</b>	83
<b>Gomme de Xanthane</b>	79

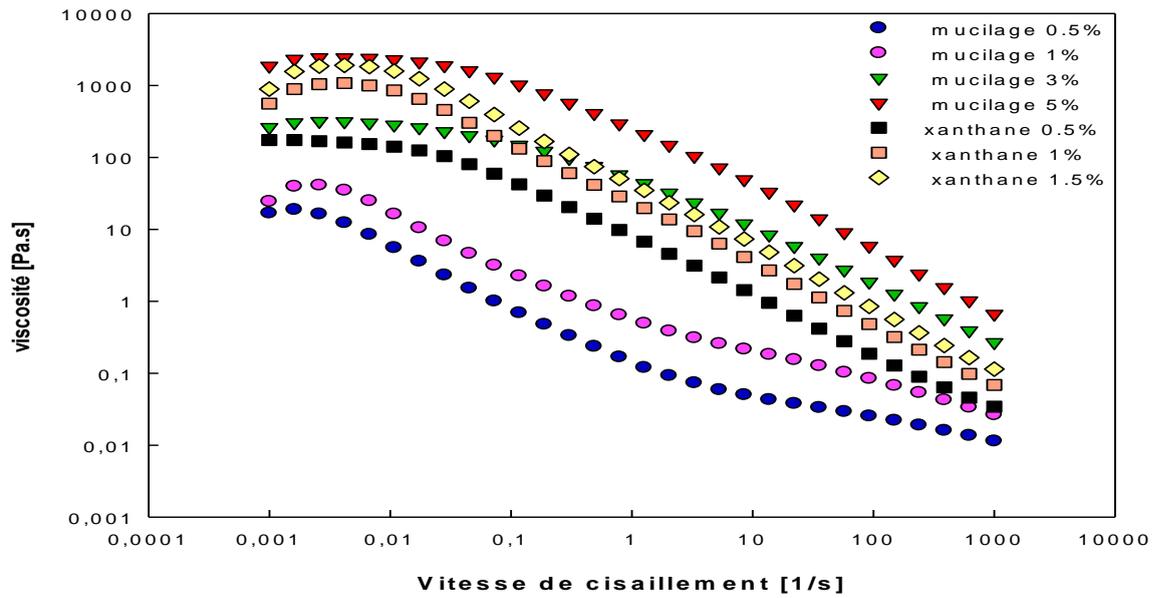
La capacité d'émulsion est liée à la stabilité du produit, car elle peut améliorer la formation des petites gouttelettes et réduire leur vitesse de fusion.

Le mucilage des graines de fenugrec possède une capacité d'émulsion égale à 83%, supérieur 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 de était de l'ordre de 91,21% [42].

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

#### 4.2.9 Propriétés rhéologiques du mucilage extrait :

La courbe d'écoulement du mucilage extrait à (0.5%,1%,3%et 5%) et de la gomme xanthane à (0,5% et 1%) est représentée dans le **figure 4.4** .



**Figure 4.4 :** Rhéogrammes de la solution de mucilage à différentes concentrations

L'effet de la vitesse de cisaillement appliqué sur la viscosité des solutions de mucilage à différentes concentrations est illustré à la Fig. 4.4.

La viscosité est l'un des paramètres importants pour évaluer la qualité d'un polymère utilisé comme stabilisant et épaississant dans les formulations alimentaires et pharmaceutiques. Les solutions du mucilage enregistrent un comportement newtonien à faible cisaillement et un comportement rhéofluidifiant aux vitesses de cisaillement intermédiaires. Un comportement similaire a également été observé dans le mucilage de chia [40]. Cette propriété de la pseudo-plasticité est importante pour déterminer la stabilité des émulsions alimentaires et conférer une sensation en bouche légère et non visqueuse aux produits alimentaires [40].

Les données rhéologiques expérimentales des solutions de mucilage ont été correctement adaptées au modèle de Carreau et les paramètres sont rassemblés dans le tableau 4.9. suivant l'Eq (18) avec  $K$  : constante de Carreau et  $P$  : exposant de Carreau.

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{(1 + (K\dot{\gamma})^2)^P} \quad \text{Eq (18)}$$

À des fins de comparaison, les courbes de viscosité du xanthane à différentes concentrations ont été étudiées. Des solutions de xanthane à 0,5%, 1 % et 1,5% ont été ajoutées à la figure 4.4. L'échantillon de mucilage présentait une courbe de viscosité apparente très proche de celle obtenue pour la gomme de xanthane.

**Tableau 4.9:** les valeurs de viscosité calculées par modèle Carreau pour mucilage et xanthane à différentes concentrations.

	Concentration %	N	K	p	R <sup>2</sup>
Mucilage	5	271.4704	17.29944	0.392208	0.99147
	3	34.01301	-14.5906	0.333850	0.98701
	1	33.1115	430.3057	0.326085	0.92307
	0.5	21.70932	627.0011	0.390637	0.98350
Xanthane	1.5	1390.771	55.87297	0.431738	0.95114
	1	827.2336	66.21774	0.424599	0.96352
	0.5	161.6602	-42.9963	0.405515	0.99739

**Tableau 4.10 :** les valeurs de viscosité calculées par modèle d'Ostwald pour le mucilage et xanthane à différentes concentrations.

	Concentration %	N	K	R <sup>2</sup>
Mucilage	5	65.88189	0.410930	0.62561
	3	15.49673	0.488642	0.77999
	1	0.748354	0.466984	0.95208
	0.5	0.202380	0.388832	0.61807
Xanthane	1.5	18.20425	0.322363	0.69663
	1	11.02757	0.316992	0.76294
	0.5	3.864871	0.354380	0.88545

#### 4.2.10 Propriétés d'écoulement de la poudre

Les propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage extrait des graines de *Trigonella foenum-graecum.L*) sont indiquées dans les tableaux 4.11 et 4.12.

**Tableau 4.11** : propriétés d'écoulement de la poudre du mucilage extrait.

	Mucilage de <i>Trigonella foenum- graecum.L)</i>
<b>Densité vrac g/ml</b>	0.576
<b>Densité tassée g/ml</b>	1.081
<b>Indice de compressibilité</b>	0.467
<b>Indice de Hausner</b>	1.876

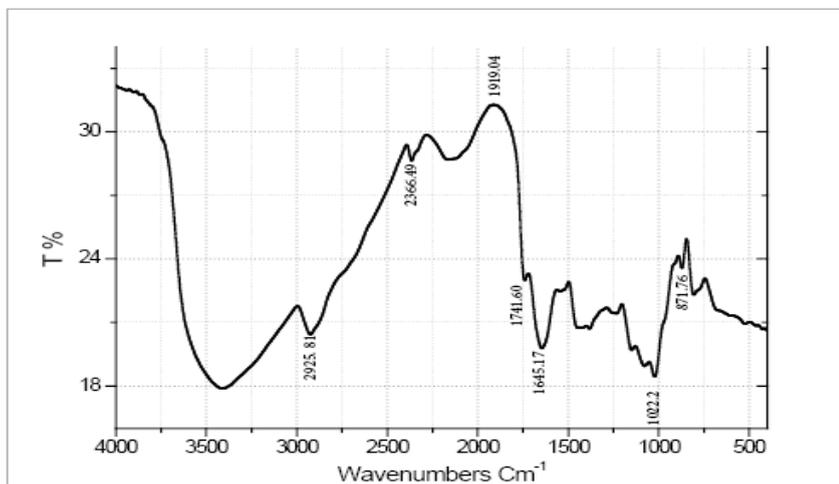
**Tableau 4.12** : échelle d'aptitude à l'écoulement [43].

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

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.

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

Le spectre FTIR du mucilage des graines de fenugrec est représenté sur la figure suivante :

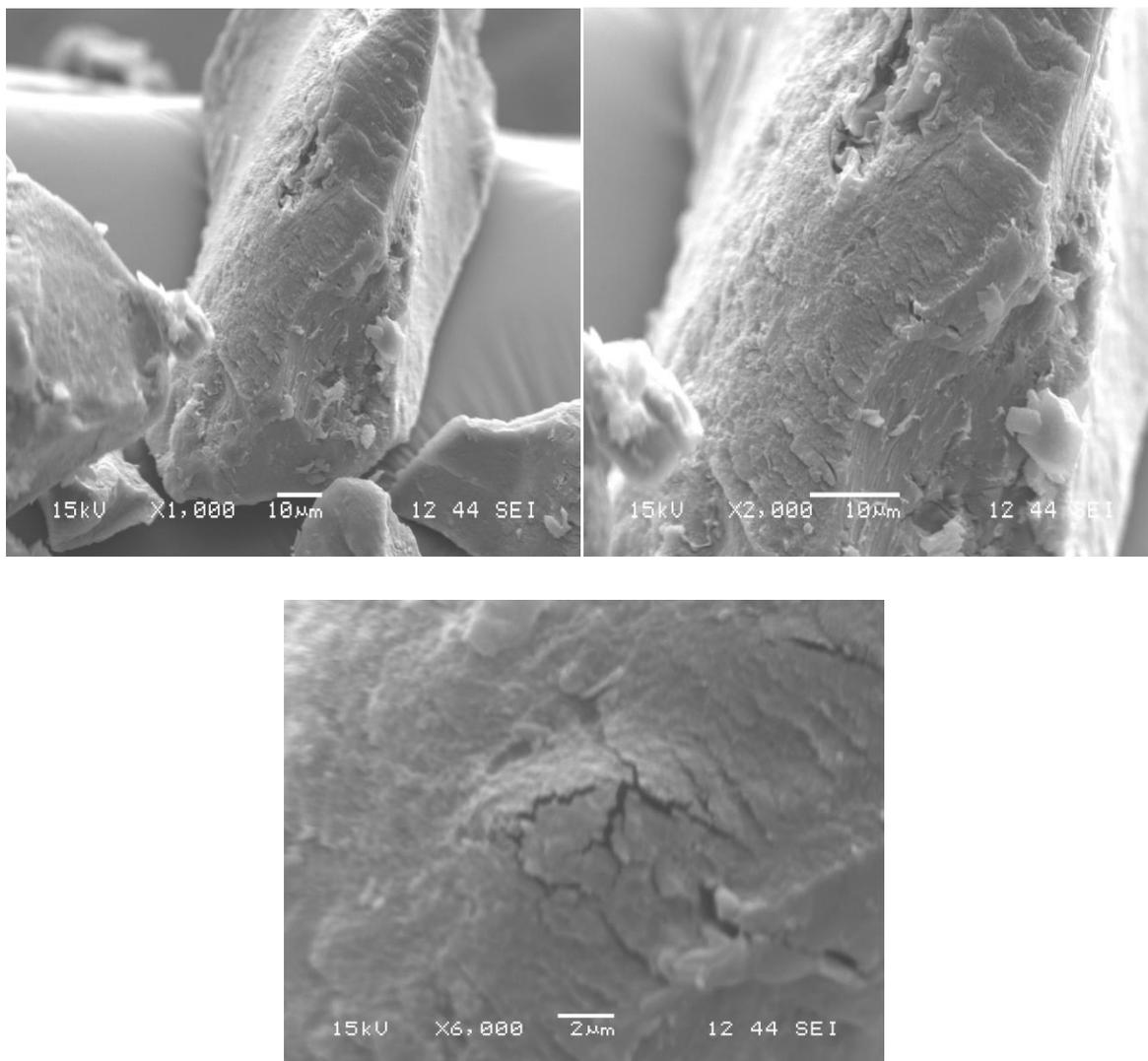


**Figure 4.5 :** spectre FTIR du mucilage des graines de *Trigonella foenum-graecum.L*

Le spectre FTIR du mucilage est typique des polysaccharides (Fig. 4.5), contenant des pics dans la région située entre 3300 et 1800 cm<sup>-1</sup> correspondant à l'absorption d'étirement O-H due aux liaisons hydrogène inter et intramoléculaires (3300 cm<sup>-1</sup>) et l'absorption C- H (2925 cm<sup>-1</sup>), qui comprend généralement des bandes de CH, CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub>. Les pics compris entre 1200 et 800 cm<sup>-1</sup> sont généralement spécifique de polysaccharides, cette région présente des vibrations d'étirement C-OH et des vibrations C-O-C des liaisons glycosidiques .

#### 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.

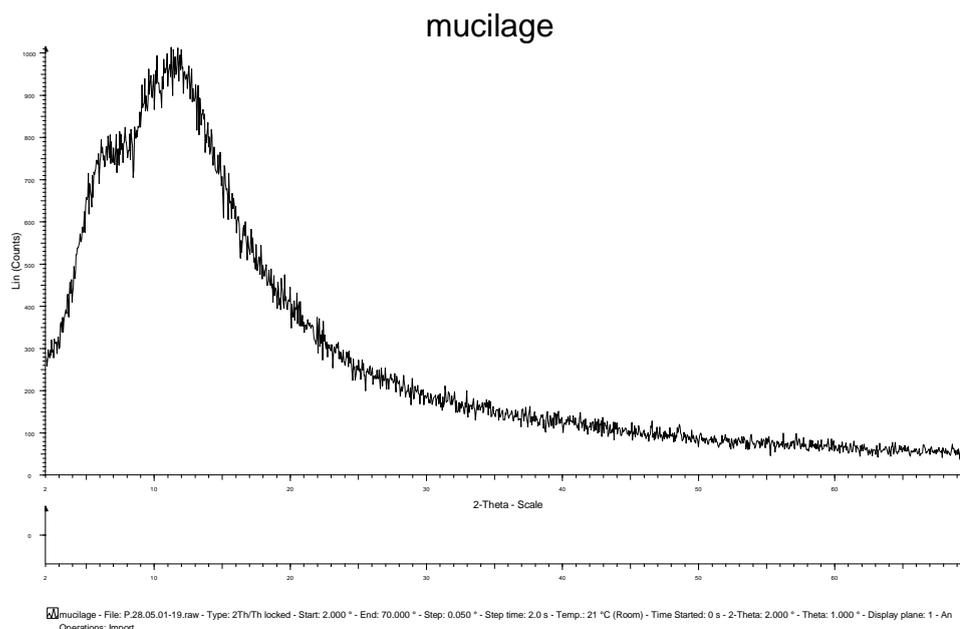


**Figure 4.6 :** Morphologie de surface du mucilage extrait des graines de *Trigonella foenum-graecum.L* observée au MEB

Des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur notre échantillon, avec des différents agrandissements (X6000 , X2000 ,X1000 ).Sur chacune de ces images, on observe des surfaces homogènes avec une structure compacte.

#### 4.2.13 Analyse DRX :

La diffraction aux rayons X des particules de mucilage de graines de *Trigonella foenum-graecum.L* a été réalisée. La Figure 4.7 montre que le mucilage possède une structure amorphe.



**Figure 4.7 :** diffraction par rayon X de mucilage extrait de graines de *Trigonellafoenumgraecum.L)*

#### 4.2.14 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 *fenugrec* est négative et égale à 73.9 en valeur absolue, correspondant à une zone de stabilité.

### 4.3 Propriétés de suspension du mucilage extrait :

Les suspensions étaient préparées avec une concentration fixe de paracétamol mais avec des concentrations variables de mucilage (0.5 à 2,0% p / v) ainsi que l'agent de suspension CMC de sodium. Les suspensions préparées ont également été évaluées sur la base de l'analyse de la viscosité, du débit et de la redispersibilité.

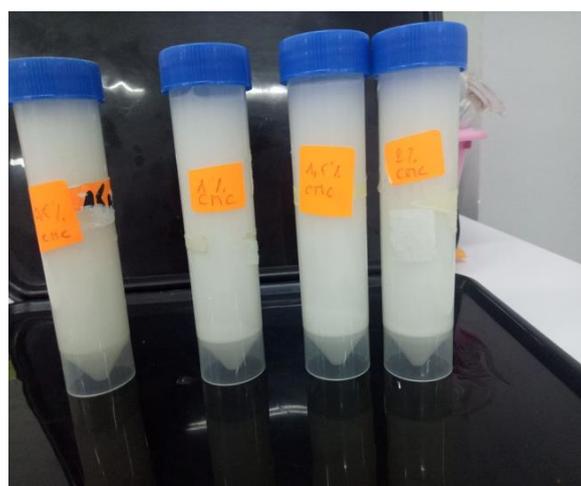
Les résultats des propriétés de suspension du mucilage extrait sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.13:** propriétés de suspension du mucilage extrait à partir des graines de *trigonella foenum* .

Agent de suspension	Concentration (%)	Volume de sédimentation (%)	Débit d'écoulement (ml/s)	pH	Redispartition (ml)
<b>Mucilage extrait</b>	0,5	1.06	0,35	5	2.1
	1	1.16	0,08	4.83	2,4
	1,5	1.48	0,03	5.11	2,8
	2	1.76	0,014	5.05	3.1
<b>CMC de sodium</b>	0,5	0.97	0.73	6.33	2.1
	1	1.13	0.75	5.93	2,3
	1,5	1.27	0.76	6.34	2,6
	2	1.47	0.76	6.33	2,9



(a)



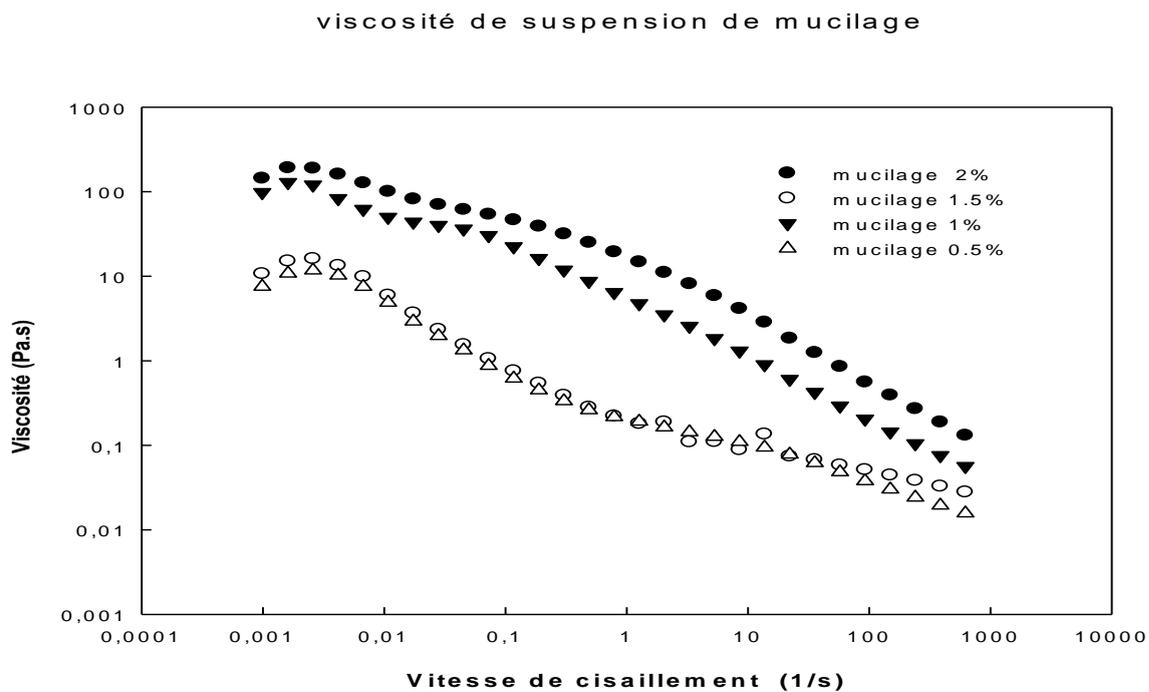
(b)

**Figure 4.8:** Aspect des suspensions de paracétamol (a) avec le mucilage extrait à partir de *trigonella foenum* (b) avec CMC de sodium.

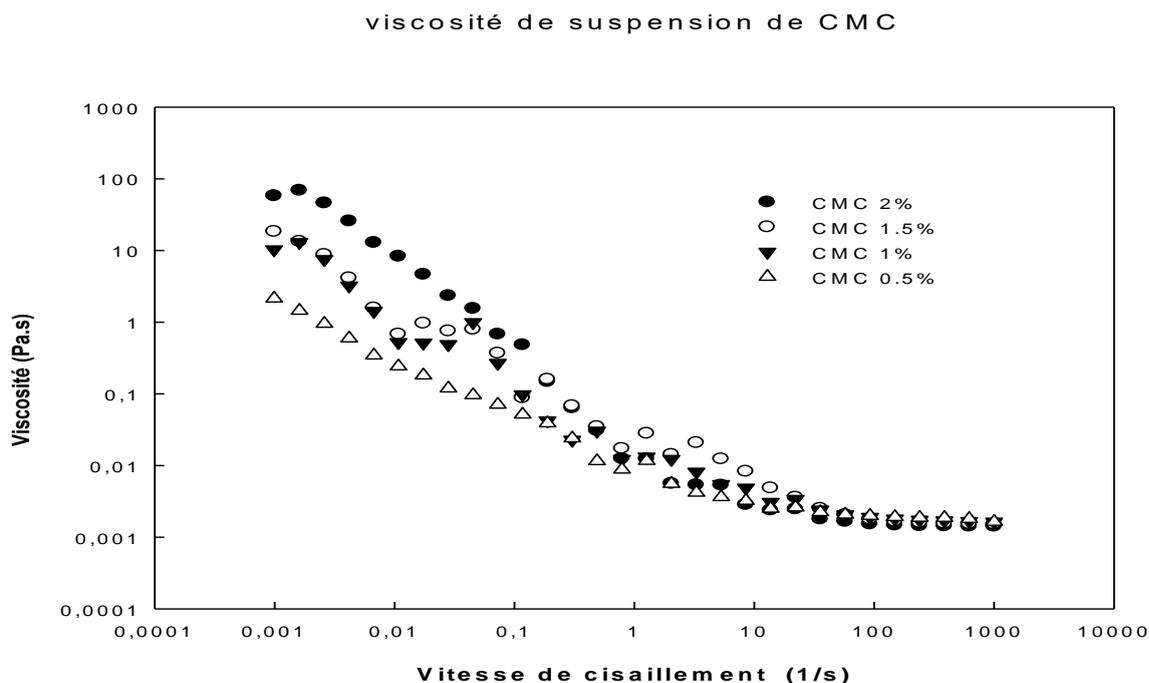
Les résultats ont montré que le pH des suspensions constituées de mucilage de *Trigonella foenum-graecum.L* et de CMC de sodium variait à des concentrations considérées, indiquant ainsi le caractère acide des suspensions. Ainsi que la viscosité et était directement proportionnelles à la concentration des agents de suspension. L'inverse était le cas pour le débit. Ces suspensions ont été secouées des intervalles de 5 jours pendant 20 jours 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 [37].

### 4.3.1 Etude rhéologique de suspensions :

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



**Figure 4.9:** courbe d'écoulement de suspension préparée par le mucilage extrait à partir des graines de fenugrec .



**Figure 4.10** : courbe d'écoulement de l'émulsion préparée par le CMC

Le comportement rhéologique des suspensions préparées avec mucilage de *Trigonella foenum-graecum*. Let avec le CMC de sodium montre que les suspensions ont un comportement pseudoplastique et que leur viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement, propriété essentielle de la formulation de la suspension.

Mucilage de *Trigonella foenum-graecum*. *L* se rapproche de celle d'*Abelmoschus Esculentus* [37].

#### 4.4 L'activité anti inflammatoire :

##### Resultats :

Les resultats obtenus a partir du protocole du levy sont :

**Tableau 4.14** : résultats de l'activité anti-inflammatoire (protocole levy)

	Lot témoin	Lot référence	Lot essai
%d'oedeme	30.46	21.58	25.98
% d'inhibition			29.15

Les résultats obtenus a partir du protocole de Winter sont :

**Tableau 4.15 : les résultats de l'activité anti-inflammatoire (protocole de Winter)**

	<b>h<sub>1</sub></b>	<b>h<sub>2</sub></b>	<b>h<sub>3</sub></b>	<b>h<sub>4</sub></b>
<b>%d'œdème Lot témoin</b>	25.66	33.62	45.13	44.25
<b>% d'œdème Lot référence</b>	5.17	12.07	8.62	2.59
<b>%d'œdème Lot essai</b>	7.02	16.67	18.42	14.04
<b>%d'inhibition lot essai</b>	72.64	50.42	59.18	68.27

Au cours du suivi des souris témoins et des souris traitées par administration orale pendant les quatre heures après l'injection de la carragénine ,nous avons noté une augmentation du volume de la patte des souris de tous les lots. Cependant, l'augmentation du volume de la patte chez les groupes témoins a été plus importante que les groupes traités. Ce qui prouve bien que la carragénine à induit une réaction inflammatoire engendrant un oedème.

A cet effet, l'augmentation du volume de l'oedème de la patte postérieure gauche en fonction du temps a permis d'apprécier l'importance de l'effet anti-inflammatoire de l'extrait testé. En effet, l'injection de la carragénine provoque la libération de plusieurs médiateurs chimiques qui sont responsables du processus inflammatoire. Cette réponse inflammatoire est bi phasique dont la phase initiale, qui dure environ une heure, est due à la libération de l'histamine et de la sérotonine, la bradykinine est libérée au cours de la deuxième phase (1,5– 3 heures), et la biosynthèse des prostaglandines intervient au-delà de la troisième heure. Ces médiateurs augmentent la perméabilité des capillaires de la région. En conséquence, l'exsudat s'échappe de la circulation sanguine vers l'espace interstitiel. Cet exsudat est la cause de l'oedème localisé, qui, à son tour, comprime les terminaisons nerveuses et détermine ainsi une sensation de douleur la carragénine provoque l'inflammation locale lorsqu'il est injecté dans l'aponévrose de la plante du pied. Par ailleurs, l'administration de l'extrait par gavage prévient de façon significative l'augmentation du volume de la patte des souris après l'administration de la carragénine. Dans cette étude, cet effet sera observable par la faiblesse du pourcentage d'augmentation

de l'oedème. En effet, le mucilage extrait avalé par les souris, une heure avant de provoquer l'oedème, joue un rôle préventif en limitant la taille de l'oedème .

## CONCLUSION GENERAL

Cette étude avait pour objectif l'extraction, la caractérisation et la détermination des propriétés en tant qu'agent de suspension du mucilage extrait à partir des graines de *Trigonella foenum-graecum. L.*

Le mucilage extrait était confirmé en effectuant le test de Molisch , le test positifs ce qui indique 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 rhéofluidifiant . 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. L'analyse de DRX montre que le mucilage extrait est de nature amorphe. La valeur du potentiel zêta du mucilage de *Trigonella foenum-graecum. L* est négative et égale à 73.9 en valeur absolue, correspondant à une zone de stabilité excellente.

L'étude des propriétés du mucilage autant qu'agent de suspension a montré que le mucilage possède des bonnes propriétés même à une concentration inférieure (0.5-2% p/v) ainsi le mucilage de *Trigonella foenum graecum L* présente les meilleures possibilité de mise en suspension en raison de son haut viscosité, il peut également être utilisé notamment dans les domaines pharmaceutiques.

L'étude de l'activité anti-inflammatoire du mucilage par la méthode de LEVY et WINTER a montré un pourcentage de réduction de l'oedème important. Ces résultats prouvés par cette présente étude semblent très prometteuses dans le domaine pharmaceutique et ouvrent de vastes perspectives pour la poursuite et la continuité de ce travail .

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Nayak, A. K., Palb, D., & Santra, K. «Screening of polysaccharides from tamarind, fenugreek and jackfruit seeds as pharmaceutical excipients». (2015). International Journal of Biological Macromolecules, 79, 756–760].
- [2] Shubham Verma, Nitin Kumar and Pramod K Sharma «Extraction and Evaluation of *Trigonella Foenum graecum* Linn & *Linum usitatissimum* Seed Mucilage»  
Department of Pharmacy, School of Medical and Allied Sciences,  
Galgotias University, Greater Noida, G. B. Nagar. U. P. (India) Global Journal of Pharmacology 8 (4): 510-514, 2014 ISSN 1992-0075
- [3] M. Rahmani · F. Toumi-Benali · L. Hamel · M. M. Dif Aperçu ethnobotanique et phytopharmacologique sur *Trigonellafoenumgraecum* .L. Lavoisier SAS 2015
- [4] Ghedira, K., Goetz, P., & Le Jeune, R.: *Trigonellafoenum-graecum* L. (*Fabaceae ex. Leguminosae*). Laboratoire de pharmacognosie, faculté de pharmacie de Monastir, rue Avicenne, 5000 Monastir, Tunisie *Phytothérapie*, 8(3), 180–184. (2010).
- [5] A., Islam M.S. Spice-derived bioactive ingredients: Potential agents or food adjuvant in the management of *Diabetes mellitus* .Frontiers in Pharmacology, Volume 9, (2018).
- [6] Mokhtari Imène «Recherche d'effet inhibiteur des extraits bruts des graines de *Trigonella foenum-graecum*.L vis-à-vis de l'alpha amylase ». Laboratoire Antibiotiques Antifongique : Physico-chimie, Synthèse et Activité Biologique.
- [7] Harchane, H., El Addas, H., Amsaguine, S., El Amrani, N., Radallah, D. (2012). Effets de l'extrait aqueux des graines du fenugrec (*Trigonellafoenumgraecum*) sur l'amélioration du profil lipidique et la prise de poids chez le rat. *Phytothérapie*, 10 (6) ,357-362.
- [8] Yadav, R., Tiwari, R., Chowdhary, P., & Pradhan, C. K. (2011). A pharmacognostical monograph of *Trigonellafoenum-graecum* seeds. *Screening*, 1, 6.

[9] Bindur. Nair\* and Fahsak. S. « Isolation and characterization of mucilage from some selected species of *Abelmoschus Medik* (Malvaceae ) and their application in pharmaceutical suspension» .International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences vol5.(December 2013).ISSN- 0975-1491.

[10] 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) ».

[11] BOUAL Zakaria Thème Contribution à l'étude des polysaccharides de quelques plantes spontanées à caractère médicinal de la région de Ghardaïa (Sahara septentrional Est algérien)

[12] Rouabah Kenza, Boulkandoul Besma. « 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).

[13] Raymond Aellig. « études sur le dosage pharmaceutique de quelques drogues à mucilages ». Thèse de doctorat, l'école polytechnique fédérale, zurich.

[14] 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).

[15] 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).

[16] Neela M. Bhatia<sup>1</sup>, Sachin S. Salunkhe, Sachin S. Mali, Sachin S. Gadkari<sup>1</sup>, Ashok A. Hajare, Suryakant V. Gaikwad and Raviraj S. Karade. « Extraction and characterization of mucilage from *Lepidium sativum* Linn. Seeds ». Scholars Research Library, (2014).

[17] [ Nanna Ramaswamy , Talari Samatha, Panchala Srinivas and Rudroju Shyamsundara Chary Plant Biotechnology Research Group, Department of Biotechnology, Kakatiya University, Warangal, (A.P.) – India.]

[18] Rishabha Malviya. « Extraction Characterization and Evaluation of Selected Mucilage as Pharmaceutical Excipient ». Polimery w Medycynie, (2011). Pharmacopée Européenne, Edition 06 tome 01, (2008)

- [19] Uzma Farooq, RishabhaMalviya and Pramod Kumar Sharma «Extraction and Characterization of Okra Mucilage as Pharmaceutical Excipient» Department of Pharmacy, School of Medical and Allied Sciences,Galgotias, , India. Academic Journal of Plant Sciences 6 (4): 168-172, 2013 ISSN 1995-8986
- [20]Jean Rodier ,Bernard Legube,, Nicole Merlet et coll.« L'ANALYSE DE L'EAU »9eme édition ,Dunod, Paris, 2009 , 1579 p ISBN 978-2-10-054179-9
- [21] Hyun-BeomSeo · Hyun-Joo Kim · Oh-Kyu Lee · Ji-Hye Ha · Hyeon-Yong Lee · Kyung-Hwan Jung,7 November 2008 ,” Measurement of ethanol concentration using solvent extraction and dichromate oxidation and its application to bioethanol production process J IndMicrobiolBiotechnol vol36 N°285–292
- [22] J.Faerber. Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique (2004). P. 5.
- [23] Zacchi,G, 2007. A comparison between simultaneous saccharification and fermentation and separate hydrolysis and fermentation using steam-pretreated corn stover. ProcessBiochemistry 42 ,834-839
- [24] Trisha Bal, Padala Narasimha, Shubhranshu Sengupta. « Isolation and analytical studies of mucilage obtained from the seeds of *dillenia indica* (family *dilleniaceae*) by use of various analytical techniques». asian journal of pharmaceutical and clinical research,(2012).
- [25] Thanatcha, R. and \*Pranee, A. «Extraction and characterization of mucilage in *Ziziphus mauritiana Lam*». International Food Research Journal,(2012).]
- [26] Erik Alpizar-Reyes , Hector Carrillo-Navas , Raquel Gallardo-Rivera, Victor Varela-Guerrero , Jose Alvarez-Ramirez , C\_esarP\_erez-Alonso «Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica L.*) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid».
- [27] Smita Kolhe, TejalKasar, S.N. Dhole and Mohin iUpadhye. «Extraction of Mucilage and its Comparative Evaluation as a Binder » .American Journal of Advanced Drug Delivery,(2014).

- [28] Julien TEA. «Évaluation de la coulabilité des poudres-comparaison de méthodes de mesure». thèse, université de Lorraine, (2015).
- [29] Singh<sup>1,\*</sup>, Sunil B. Bothara<sup>2</sup> / Shree H. N «Physico-chemical and structural characterization of mucilage isolated from seeds of *Diospyros melonoxylon* Roxb. » India.
- [30] 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 *Dioscorea opposita* Thunb». Food Chemistry, (2017).
- [31] Marianela .Capitani, Susana M. Nolasco, Mabel C. Tomás. «Effect of Mucilage Extraction on the Functional Properties of Chia Meal». Food Industry, (2013).
- [32] Behrooz Alizadeh Behbahani, Farideh Tabatabaei Yazdi, Fakhri Shahidi, Mohammad Ali Hesarinejad, Seyed Ali Mortazavi, Mohebbat Mohebbi «*Plantago major* Seed Mucilage: Optimization of extraction and some physicochemical and rheological aspects» POBox: 91775-1163 Mashhad, Iran.
- [33] Olivier Allo, Pascale Blanc, Marie-Ange Dalmaso. Pharmacie Galénique B.P. 3<sup>e</sup> édition. Les éditions prophre, (2013).
- [34] Senthil v., Sripreethi d. «formulation and evaluation of paracetamol suspension from *Trigonella foenum-graecum* .L mucilage». journal of advanced pharmacy education & research, (2011).
- [35] Deshmukhy.S., Kataras.S., Shyales.S., Bhujbals.D. , Kadam 1D.A., Landged.V., Shah j.B., Pawar<sup>1</sup>. «Isolation and evaluation of mucilage of *Adansonia digitata* Linn as a suspending agent» .journal of pharmaceutics (2013).
- [36] Ravi kumar M.B.Patil, Sachin R., Patil, Mahesh S., Paschapur. « evaluation of *Abelmoschus esculentus* mucilage as suspending agent in paracetamol suspension». international journal of pharmtech research, Vol.1, No.3, pp 658-665 (2009).
- [37] L. Levy «Carrageenan paw edema in the mouse » Life Sciences Vol. 8, Part I, pp. 801-808, 1989.
- [38] G. Sindhu M. Ratheesh G.L. Shyni, Bala Nambisan, A. Helen «Anti-inflammatory and antioxidative effects of mucilage of *Trigonella foenum graecum*. L (Fenugreek) on adjuvant induced arthritic rats, Thiruvananthapuram-695581, India.

[39] Ez Zoubi Yassine, Bousta Dalil, El Mansouri Latifa, BoukhiraSmahan, SihamLebtar, AchourSanae, Farah Abdellah. « Phytochemical Screening, Anti-inflammatory Activity and Acute Toxicity of Hydro-ethanolic, Flavonoid, Tannin and Mucilage Extracts of *Lavandulastoechas* L. from Morocco.» *International Journal of Pharmacognosy and Phytochemical Research* 2015; 8(1); 31-37 ISSN: 0975-4873.

[40] Pavithra Kalegowda, Attar Singh Chauhan, Shashirekha Mysore NanjarajUrs «*Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior » *Department of Fruit and Vegetable Technology, CSIR-Central Food Technological Research Institute, Mysuru-570 020, Karnataka, India Carbohydrate Polymers* 157 (2017) 1057.

[41] Melina Dick , Lucas Dal Magro , Rafael Costa Rodrigues , Alessandro de Oliveira Rios , Simone Hickmann Flôres«Valorization of *Opuntia monacantha* (Willd.) Haw. cladodes to obtain a mucilage with hydrocolloid features» *Physicochemical and functional performanceBiotechnology, Bioprocess and Biocatalysis Group, Institute of Food Science and Technology, International Journal of Biological Macromolecules Brazil* 123 (2019) 900–909.

[42] Farhat Rashid, Sarfraz Hussain, Zaheer Ahmed « Extraction purification and characterization of galactomannan from fenugreek for industrial utilization. » *Department of Home and Health Sciences,Allama Iqbal Open University (AIOU), Islamabad (Pakistan)* S0144-8617(17)31171.

[43] *Pharmacopéen Européenne, Edition 06 tome 01(2008).*

## Annexe 1

**Tableau n°1** : résultats de viscosité et du taux de cisaillement du mucilage extrait pour les concentrations 5%, 3%, 2.5%, 2%, 1.5%.

<b>Taux de cisaillement S<sup>-1</sup></b>	<b>Viscosité Pa.s 5%</b>	<b>Viscosité Pa.s 3%</b>	<b>Viscosité Pa.s 2.5%</b>	<b>Viscosité Pa.s 2%</b>	<b>Viscosité Pa.s 1.5%</b>
0,000998	1870	263	25,8	10,8	27,5
0,00161	2330	306	32,2	17	35,5
0,00259	2450	318	35,1	19,4	35,4
0,00418	2440	315	36,9	20,8	29,4
0,00673	2400	303	38,1	21,5	20
0,0108	2300	284	38,5	21,4	13,1
0,0174	2130	260	38,3	20,5	7,57
0,0281	1890	230	37,8	19,4	4,2
0,0452	1610	202	37,2	18,4	2,56
0,0728	1310	176	36	17	1,59
0,117	1020	149	34,1	15,4	1,01
0,189	772	123	31,6	13,5	0,68
0,304	568	97,7	28,5	11,6	0,444
0,489	410	75,6	25	9,75	0,294
0,788	294	57,8	21,5	8,29	0,191
1,27	209	43,6	17,9	6,87	0,124
2,04	148	32,1	14,6	5,6	0,0811
3,29	104	23,5	11,6	4,52	0,0555
5,3	72	16,9	9,03	3,58	0,0364
8,53	49,3	12	6,89	2,79	0,0252
13,7	33	8,43	5,14	2,13	0,018
22,1	21,9	5,83	3,75	1,61	0,0128
35,6	14,1	4,01	2,68	1,19	0,00994
57,4	9,07	2,73	1,9	0,87	0,00853
92,4	5,86	1,86	1,33	0,628	0,007
149	3,74	1,26	0,93	0,45	0,00604
239	2,4	0,851	0,645	0,322	0,00534
386	1,56	0,575	0,448	0,229	0,00479
621	1,02	0,391	0,311	0,164	0,0044
1000	0,665	0,269	0,216	0,118	0,00412

**Tableau n° 2** : résultats de viscosité et du taux de cisaillement du mucilage extrait pour les concentrations 1%, 0.75%, 0.5%, 0.25%.

<b>Taux de cisaillement S<sup>-1</sup></b>	<b>Viscosité Pa.s 1%</b>	<b>Viscosité Pa.s 0.75%</b>	<b>Viscosité Pa.s 0.5%</b>	<b>Viscosité Pa.s 0.25%</b>
0,000998	24,2	1,42	16,6	27,5
0,00161	39,1	1,01	18,7	35,5
0,00259	40,6	0,712	16,2	35,4
0,00418	34,6	0,517	12,2	29,4
0,00673	24,7	0,385	8,42	20
0,0108	16,1	0,302	5,51	13,1
0,0174	10,4	0,256	3,56	7,57
0,0281	6,82	0,219	2,3	4,2
0,0452	4,59	0,177	1,5	2,56
0,0728	3,14	0,149	1	1,59
0,117	2,23	0,128	0,683	1,01
0,189	1,61	0,109	0,474	0,68
0,304	1,16	0,0949	0,331	0,444
0,489	0,859	0,0851	0,234	0,294
0,788	0,642	0,0753	0,166	0,191
1,27	0,489	0,0679	0,119	0,124
2,04	0,383	0,065	0,092	0,0811
3,29	0,309	0,0631	0,073	0,0555
5,3	0,255	0,0585	0,0584	0,0364
8,53	0,214	0,0555	0,0497	0,0252
13,7	0,181	0,0522	0,0426	0,018
22,1	0,153	0,0485	0,0375	0,0128
35,6	0,126	0,0442	0,0331	0,00994
57,4	0,102	0,0396	0,0291	0,00853
92,4	0,0838	0,0349	0,0252	0,007
149	0,0668	0,0302	0,0219	0,00604
239	0,0533	0,0258	0,0188	0,00534
386	0,0422	0,0217	0,0159	0,00479
621	0,0333	0,0181	0,0135	0,0044
1000	0,0263	0,015	0,0113	0,00412

**Tableau n° 3** : résultats de la viscosité et du taux de cisaillement du xanthane pour les concentrations 5%, 3% et 2.5%, 2%, 1.5%.

Taux de cisaillement S <sup>-1</sup>	Viscosité Pa.s 5%	Viscosité Pa.s 3%	Viscosité Pa.s 2.5%	Viscosité Pa.s 2%	Viscosité Pa.s 1.5%
0,000998	10300	3940	3860	4300	889
0,00161	14300	5680	5020	6020	1560
0,00259	15500	6410	5400	6760	1860
0,00417	14000	6310	5180	6650	1900
0,00672	10800	5260	4260	5540	1820
0,0108	6990	3720	2950	3820	1580
0,0174	4230	2410	1880	2390	1240
0,0281	2600	1520	1160	1410	890
0,0452	1640	940	700	847	604
0,0728	1080	600	453	547	394
0,117	740	394	309	370	255
0,189	521	259	212	252	166
0,304	366	177	143	170	110
0,489	252	123	102	118	74,2
0,788	171	85,7	70,9	83	50,8
1,27	117	60,2	48,8	57,1	34,7
2,04	80	42,3	33,8	39,9	23,4
3,29	56,1	29,5	23,5	27,8	16
5,3	39	20,2	16,2	19,3	10,8
8,53	26,2	13,7	11	13,2	7,33
13,7	17,8	9,27	7,36	9,08	4,79
22,1	11,6	6,07	4,81	6,09	3,13
35,6	7,63	3,91	3,15	4,03	2,03
57,4	4,79	2,5	2,06	2,62	1,31
92,4	3,11	1,61	1,35	1,71	0,851
149	2,02	1,05	0,889	1,12	0,558
239	1,34	0,685	0,585	0,732	0,364
386	0,902	0,451	0,384	0,483	0,243
621	0,607	0,297	0,255	0,322	0,165
1000	0,41	0,194	0,173	0,219	0,114

**Tableau n°4** : résultats de la viscosité et du taux de cisaillement du xanthane pour les trois concentrations 1%, 0.75% et 0.5%,0.25%.

<b>Taux de cisaillement S<sup>-1</sup></b>	<b>Viscosité Pa.s 1%</b>	<b>Viscosité Pa.s 0.75%</b>	<b>Viscosité Pa.s 0.5%</b>	<b>Viscosité Pa.s 0.25%</b>
0,000998	559	206	174	41,8
0,00161	890	268	174	85,1
0,00259	1040	290	168	103
0,00417	1080	293	161	109
0,00672	1000	284	153	107
0,0108	852	262	141	98,7
0,0174	651	226	125	85
0,0281	456	181	104	68,8
0,0452	303	136	80,5	53
0,0728	199	99,8	59,3	39,3
0,117	132	70,8	42,2	28,5
0,189	89	49,4	29,5	20,3
0,304	60,3	34,2	20,4	14,3
0,489	41,5	23,7	14	10
0,788	28,6	16,3	9,78	7,09
1,27	19,7	11,1	6,75	4,96
2,04	13,7	7,41	4,57	3,42
3,29	9,42	5,01	3,13	2,35
5,3	6,32	3,31	2,14	1,62
8,53	4,12	2,19	1,43	1,12
13,7	2,68	1,43	0,952	0,761
22,1	1,74	0,935	0,63	0,515
35,6	1,13	0,609	0,416	0,349
57,4	0,736	0,4	0,278	0,234
92,4	0,483	0,264	0,187	0,159
149	0,319	0,177	0,128	0,109
239	0,212	0,12	0,0892	0,076
386	0,143	0,0826	0,0635	0,0539
621	0,0981	0,0579	0,0459	0,0387
1000	0,0687	0,0421	0,0343	0,0287

**Tableau n°5** : résultats du volume de sédimentation observé pendant 10jours pour les suspensions préparées avec les 2 agents de suspension : le mucilage extrait et CMC

**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	0,7	0,75	0,8	0,8	0,9	1	1,1	1,2
1	0,8		0,85	0,9	0,95	1	1,2	1,4	1,5	1,5	1,5
1,5	1		1	1,3	1,3	1,5	1,6	1,7	1,8	1,8	1,8
2	1,3		1,5	1,66	1,7	1,75	1,8	1,9	2	2	2
CMC	0,5	0,65	0,7	0,8	0,85	0,9	1	1,2	1,2	1,2	1,2
	1	0,8	0,9	1	1,1	1,1	1,2	1,3	1,3	1,3	1,3
	1,5	1	1,1	1,1	1,2	1,3	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
	2	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,55	1,6	1,7	1,7	1,7

**Tableau n°6** : résultats du test de redispersion observé après chaque 5jours 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	2
	1	2,3	2,5	2,5	2,4
	1,5	2,7	2,9	2,8	2,9
	2	3,1	3,2	3	3
CMC	0,5	2	2,1	2	2,2
	1	2,2	2,4	2,5	2,3
	1,5	2,5	2,6	2,7	2,6
	2	2,9	2,9	2,9	2,9

**Tableau n°7**:Les resultats obtenus a partir du protocole du levy sont :

Pour lot témoin les resultats sont :

Nombre de souris	Poids patte droite (g)	Poids patte gauche (g)
S <sub>1</sub>	0.076	0.115
S <sub>2</sub>	0.062	0.109
S <sub>3</sub>	0.089	0.103

S <sub>4</sub>	0.084	0.125
S <sub>5</sub>	0.068	0.095
Moyenne	0.0758	0.109
% d'oedeme	30.46	

**Tableau n° 8 :** Les resultats obtenus a partir du protocole du levy sont :

Pour lot de référence les résultats sont :

Nombre de souris	Poids patte droite (g)	Poids patte gauche (g)
S <sub>1</sub>	0.130	0.160
S <sub>2</sub>	0.120	0.160
S <sub>3</sub>	0.125	0.170
S <sub>4</sub>	0.150	0.20
S <sub>5</sub>	0.170	0.155
Moyenne	0.139	0.169
% d'oedeme	21.58	

**Tableau n° 9 :** Les resultats obtenus a partir du protocole du levy sont :

Pour lot essai les resultats sont :

Nombre de souris	Poids patte droite (g)	Poids patte gauche (g)
S <sub>1</sub>	0.131	0.175
S <sub>2</sub>	0.127	0.125
S <sub>3</sub>	0.126	0.177

S <sub>4</sub>	0.137	0.173
S <sub>5</sub>	0.180	0.114
Moyenne	0.127	0.160
%d'oedeme	25.98	
% d'inhibition	29.15	

**Tableau n°10:** Les resultats obtenus a partir du protocole de Winter sont :

pour lot témoin l'épessur d'oedeme en (mm) est présenté dans le tableau suivant

Souris	T <sub>0</sub>	T <sub>1h</sub>	T <sub>2h</sub>	T <sub>3h</sub>	T <sub>4h</sub>
S <sub>1</sub>	1.11	1.48	1.57	1.79	1.65
S <sub>2</sub>	1.17	1.48	1.49	1.63	1.77
S <sub>3</sub>	1.12	1.41	1.58	1.63	1.75
S <sub>4</sub>	1.12	1.31	1.34	1.35	1.33
S <sub>5</sub>	1.12	1.40	1.59	1.81	1.66
Moyenne	1.13	1.42	1.51	1.64	1.63
%d'oedeme		25.66	33.62	45.13	44.25

**Tableau n°11 :** Les resultats obtenus a partir du protocole de Winter sont :

Pour lot de référence l'épaisseur d'oedeme en (mm) est présenté dans le tableau suivant :

Souris	T <sub>0</sub>	T <sub>1h</sub>	T <sub>2h</sub>	T <sub>3h</sub>	T <sub>4h</sub>
S <sub>1</sub>	1.15	1.19	1.21	1.18	1.18
S <sub>2</sub>	1.18	1.25	1.34	1.36	1.24
S <sub>3</sub>	1.17	1.26	1.37	1.30	1.22
S <sub>4</sub>	1.12	1.20	1.23	1.21	1.17
S <sub>5</sub>	1.20	1.18	1.39	1.27	1.16
Moyenne	1.16	1.22	1.30	1.26	1.19
%d'oedeme		5.17	12.07	8.62	2.59

**Tableau n°12** :Les resultats obtenus a partir du protocole de Winter sont :

Pour lot essai l'épaisseur d'oedeme en (mm) est présenté dans le tableau suivant :

Souris	T <sub>0</sub>	T <sub>1h</sub>	T <sub>2h</sub>	T <sub>3h</sub>	T <sub>4h</sub>
S <sub>1</sub>	1.11	1.28	1.35	1.39	1.36
S <sub>2</sub>	1.18	1.22	1.26	1.24	1.19
S <sub>3</sub>	1.14	1.21	1.39	1.32	1.29
S <sub>4</sub>	1.09	1.17	1.25	1.30	1.27
S <sub>5</sub>	1.17	1.23	1.40	1.43	1.37
Moyenne	1.14	1.22	1.33	1.35	1.30
%d'oedeme		7.02	16.67	18.42	14.04
%d'inhibition		72.64	50.42	59.18	68.27

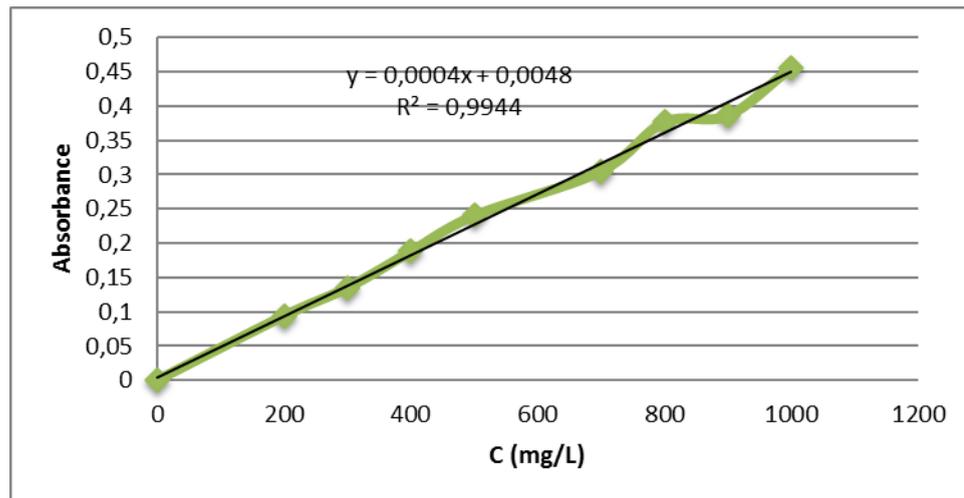
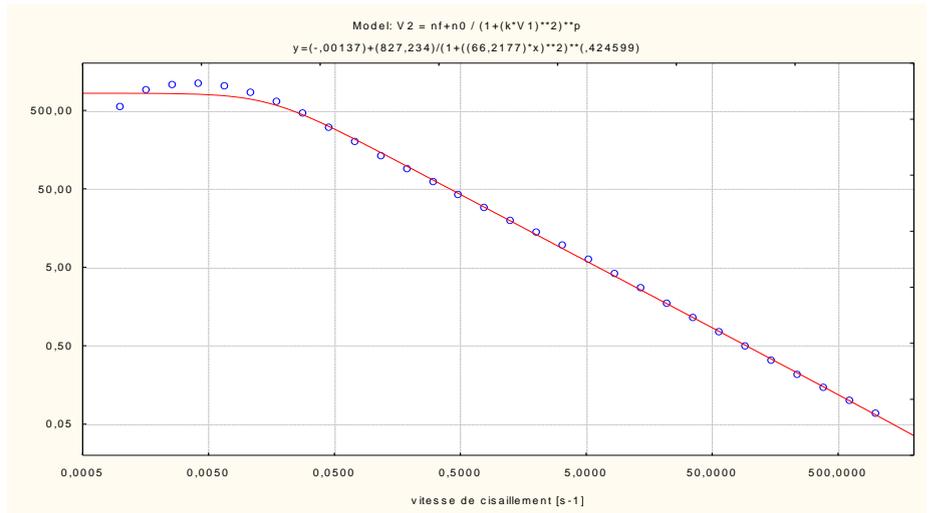
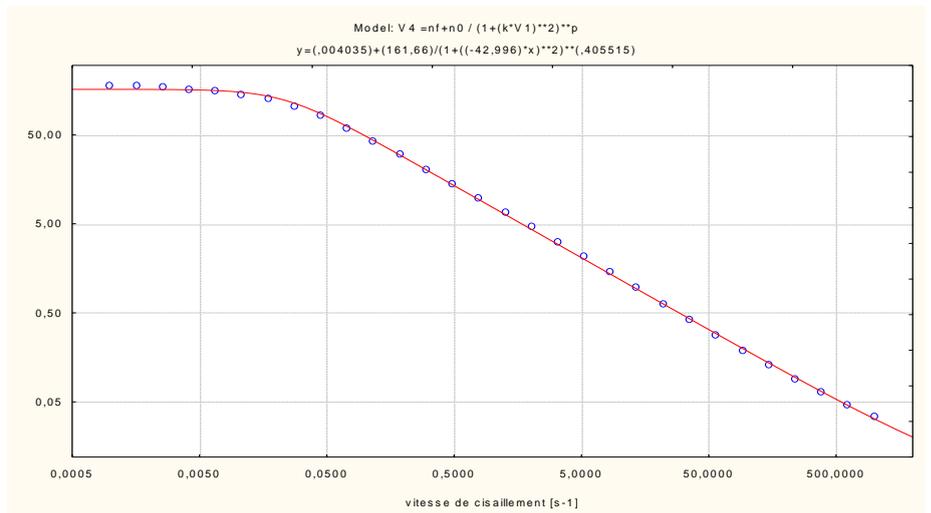


Figure : Courbe d'étalonnage des sucres totaux

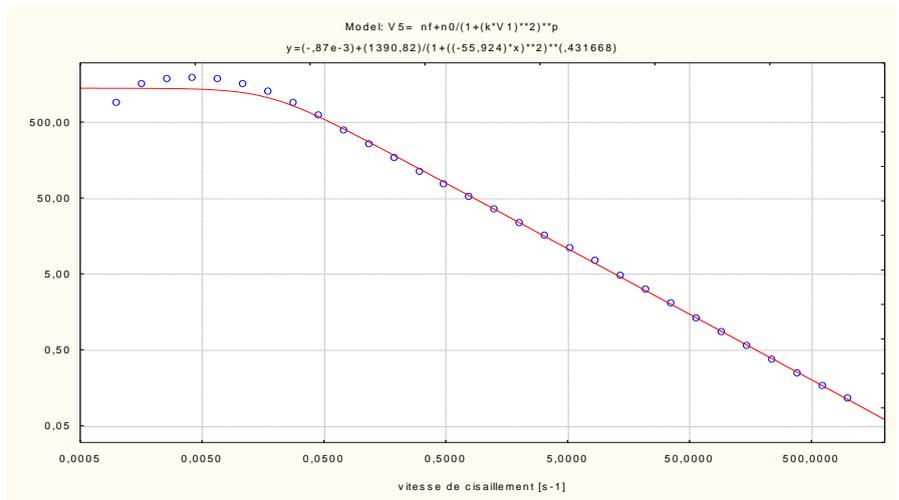
**Xanthane 1% :**



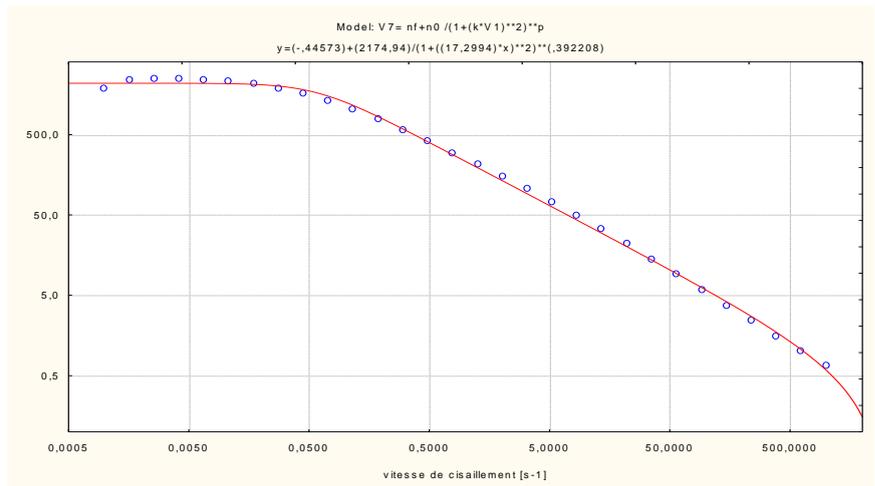
### Xanthane 0.5 %



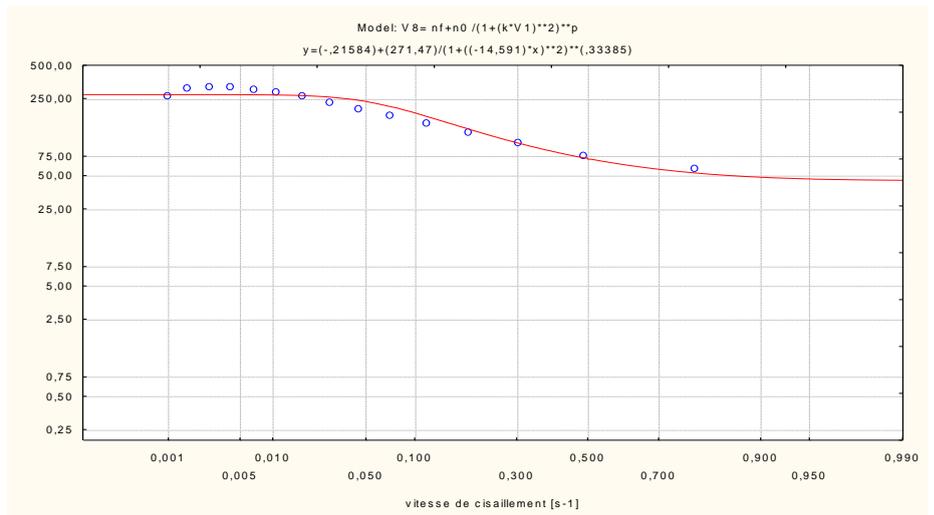
### Xanthane 1.5%



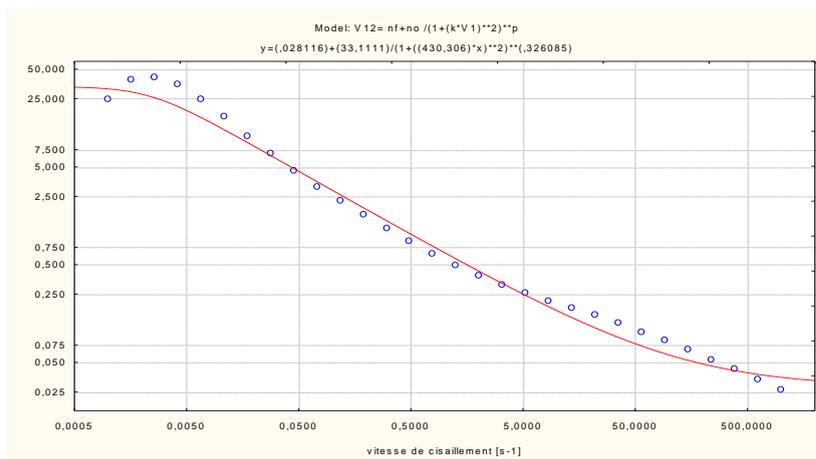
### Mucilage 5%



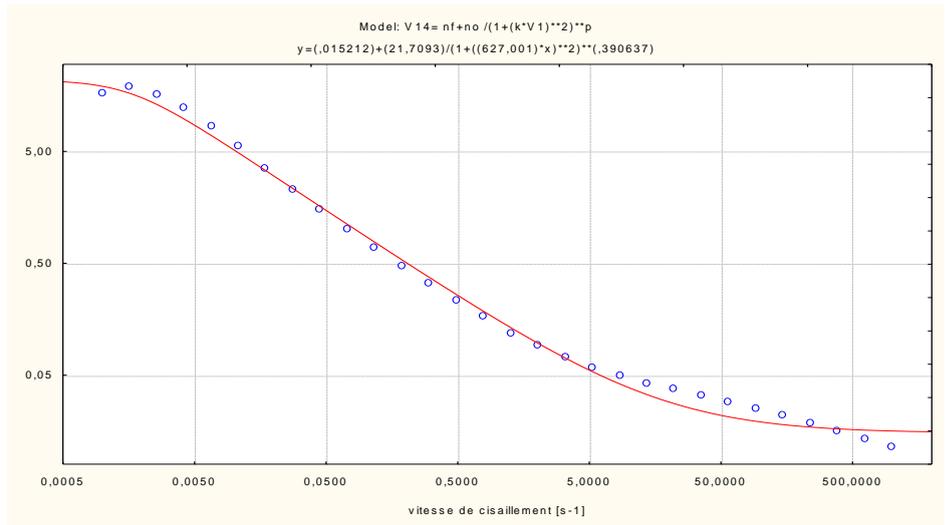
### Mucilage 3%



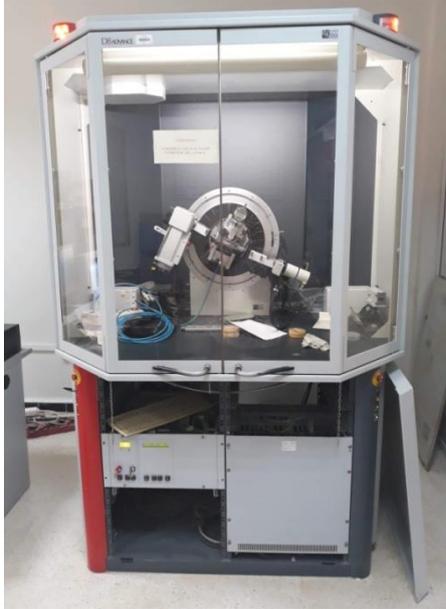
### Mucilage 1%



### Mucilage 0.5 %



## ANNEXE 2



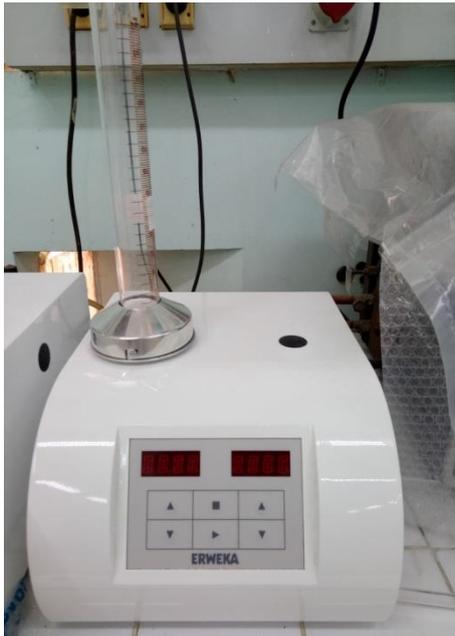
**Diffractomètre DRX**



**Spectrophotomètre IR**



Microscope électronique à balayage Voluménoètre Tensiomètre



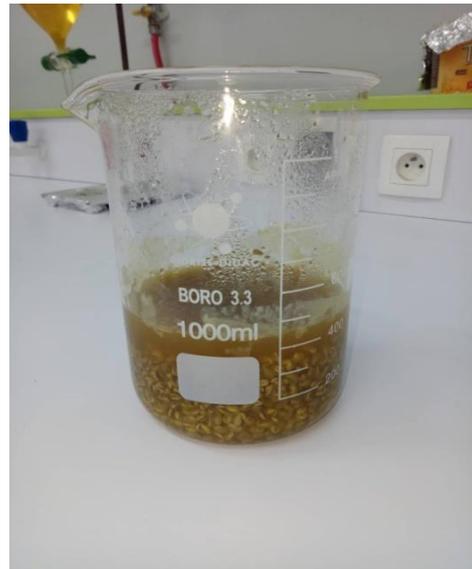
Densi-tape



Centrifugeuse



**Ultra Turrax**

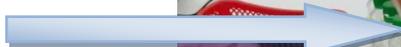


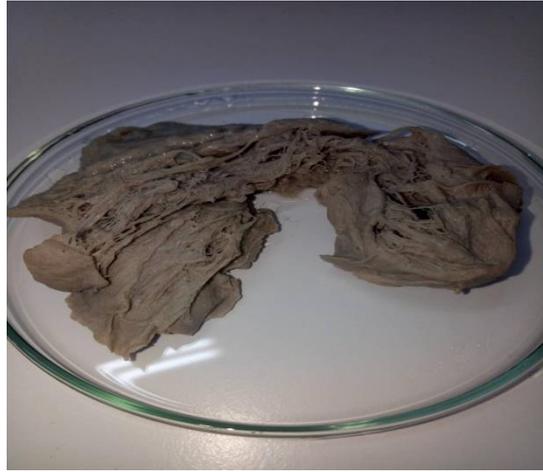
**Graines de fenugrec bouillies**

**mucilage**



**eau + ehtanool 96%**





**Mucilage extract**