

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire de chimie organique

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie
Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Pharmaceutiques

Présenté par

ARAT Lydia

BAZIZ Tinhinane

Thème

Encapsulation d'un extrait naturel et sa caractérisation

Soutenue le 29/06/2024

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
BELHADJ Nadra	professeure	Université de Bejaia	Présidente
REZGUI Farouk	Professeur	Université de Bejaia	Examineur
HAMMICHE Dalila	Professeure	Université de Bejaia	Encadrante
DEHANE Aicha	Doctorant	Université de Bejaia	Co- Encadrant

Année Universitaire : 2024/2025

Populaire et Démocratique Algérienne République
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Déclaration sur l'honneur
Engagement pour respecter les règles d'authenticité scientifique dans
l'élaboration d'un travail de recherche

Arrêté ministériel n° 1082 du 27 décembre 2020 (*)
fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat

Je soussigné,

Nom : Baziz
Prénom : Tin Hinane
Matricule : 191933003606
Spécialité et/ou Option : Génie pharmaceutique
Département : Génie des procédés
Faculté : Technologie
Année universitaire : 2024/2025

et chargé de préparer un mémoire de (Licence, Master, Autres à préciser) :

Intitulé : Encapsulation d'un extrait naturel et
sa caractérisation

déclare sur l'honneur, m'engager à respecter les règles scientifiques, méthodologiques,
et les normes de déontologie professionnelle et de l'authenticité académique requises dans
l'élaboration du projet de fin de cycle cité ci-dessus.

Fait à Béjaïa le
07.12.2024

Signature de l'intéressé

(*) Lu et approuvé

(*) Arrêté ministériel disponible sur le site www.univ-bejaia.dz/formation (rubrique textes réglementaires)

Populaire et Démocratique Algérienne République
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Déclaration sur l'honneur
Engagement pour respecter les règles d'authenticité scientifique dans
l'élaboration d'un travail de recherche

Arrêté ministériel n° 1082 du 27 décembre 2020 (*)
fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat

Je soussigné,

Nom : Arat
Prénom : Lydia
Matricule : 2020.33.00.91.02
Spécialité et/ou Option : Génie pharmaceutique
Département : Génie des procédés
Faculté : Technologie
Année universitaire : 2024-2025

et chargé de préparer un mémoire de (Licence, Master, Autres à préciser) :

Intitulé : Encapsulation d'un extrait naturel et
..... sa caractérisation
.....

déclare sur l'honneur, m'engager à respecter les règles scientifiques, méthodologiques,
et les normes de déontologie professionnelle et de l'authenticité académique requises dans
l'élaboration du projet de fin de cycle cité ci-dessus.

Fait à Béjaïa le
08.07.2024

Signature de l'intéressé

(*) Lu et approuvé

.....

(*) Arrêté ministériel disponible sur le site www.univ-bejaia.dz/formation (rubrique textes réglementaires)

Remerciements

Nous tenons en premier lieu à remercier le bon dieu tout puissant de nous avoir aidés à surmonter toutes les difficultés de nos études et ce ne sont pas ces quelques mots qui exprimeront nos sentiments les plus sincères.

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à madame HAMMICHE Dalila, notre encadrante, pour sa disponibilité, ses conseils précieux et son accompagnement tout au long de ce travail. Sa rigueur scientifique et son soutien constant ont grandement contribué à la réalisation de ce mémoire.

Nous adressons également nos vifs remerciements à madame DEHANE Aicha, doctorante, pour son aide précieuse, sa bienveillance et son soutien dès les premières étapes de notre travail. Sa présence et ses conseils techniques nous ont été d'une grande utilité.

Nous remercions aussi à l'ensemble des personnels du laboratoire et du département, pour leur accueil, leur assistance et les moyens mis à notre disposition tout au long de la phase expérimentale.

Enfin, nous remercions tous les enseignants de notre parcours pour la qualité de leur enseignement, leur accompagnement durant notre parcours et pour les connaissances qu'ils nous ont transmises au fil des années.

Dédicaces

Je dédie ce travail à ces personnes qui me sont si chers :

À mes très chers parents, aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jours et nuit pour mon éducation et mon bien-être. Je n saurais exprimer ma gratitude seulement par des mots. Puisse Dieu, le très haut, vous accorde santé, bonté, et longue vie.

A Mes chères sœurs et mes chers frères

Pour ses soutiens moral et leur conseil précieux, Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours, que dieu vous protège pour moi.

A ma partenaire de recherche Lydia et sa famille, je vous souhaite tous le bonheur et la joie.

À mes amies avec qui j'ai vécu des beaux moments à l'université.

A tous ceux que j'aime et tous ceux qui ont une place particulière dans mon cœur.

Tinhinane

Dédicaces

A celui ou celle dont la présence invisible a bercé mes pensées et réchauffé mon cœur tout au long de ce voyage, je dédie ce travail.

A mes chers parents, pour leur amour inconditionnel, leur soutien sans faille, et leur confiance qui m'a toujours guidé. Merci d'avoir cru en moi et de m'avoir donné la force d'avancer.

A mes frères et sœurs, compagnons de vie et de souvenirs, merci pour votre soutien, votre complicité et pour être toujours là, dans les bons comme dans les mauvais moments.

A mon amie et partenaire de recherche, qui a su rendre cette expérience plus enrichissante grâce à son soutien et avec qui j'ai partagé d'innombrables moments et souvenirs.

A mes amis et collègues, pour votre présence, vos encouragements, et les moments partagés qui ont rendu ce parcours plus léger et plus agréable. Merci pour votre bienveillance et votre soutien.

Et enfin, à moi-même, pour avoir tenu bon, malgré les doutes et la fatigue. Pour chaque pas, chaque effort, chaque nuit blanche. Je suis fière de ce chemin parcouru.

Du fond de cœur, merci.

Lydia

Liste des Figures

Figure I.1 :	Figuier de barbarie	3
Figure I.2 :	Bouture de cactus à utiliser comme plants (1) Cladodes simples (2) Les cladodes à découper en moitié (3) Les cladodes à découper en quatre (4) Portions de cladodes $\frac{1}{2}$ et $\frac{1}{4}$ [12].	5
Figure I.3 :	Blessures dû au froid (A) et blessures dû aux grêles (B)	7
Figure I.4 :	La mouche <i>Ceratitis capitata</i> Wied	7
Figure I.5 :	Infestation de cochenilles sauvage sur les raquettes de figuier de barbarie	8
Figure I.6 :	Moisissure et pourriture des cladodes	9
Figure I.7 :	Capsules et comprimés préparés à partir des cladodes séchées d' <i>Opuntia</i> au Mexique	12
Figure I.8 :	Evolution du nombre d'articles scientifiques et de brevets publiés par année dans le domaine de la microencapsulation	15
Figure I.9 :	Morphologies d'une microcapsule (a) et d'une microbille (b), vues par la microscopie électronique à balayage (MEB)	16
Figure I.10 :	Schéma de principe du procédé de microencapsulation par coacervation complexe	18
Figure I.11 :	Schéma de principe de la microencapsulation par polycondensation interfaciale : (a) Obtention d'une émulsion avec un monomère A dans les gouttelettes ; (b) Dilution de l'émulsion avec un monomère B dans la phase continue ; (c) Polycondensa	20
Figure I.12 :	Structure de l'alginate	25
Figure II.1 :	Agitation des solutions huileuses.	32
Figure II.2 :	Agitation des solutions alginate	32
Figure II.3 :	Agitation mécanique.	33
Figure II.4 :	Récupération des SN et les microcapsules.	33
Figure II.5 :	Elaboration des microcapsules.	34
Figure II.6 :	Différentes solutions de Ph	34
Figure II.7 :	Solutions préparées.	35
Figure II.8 :	Solutions dans l'incubateur	35
Figure II.9 :	Spectromètre infrarouge.	36
Figure II.10 :	Spectrophotomètre UV-Visible	37

Figure II.11 :	Diffractomètre	38
Figure II.12 :	Analyseur thermique combiné (ATG, DSC)	38
Figure III.1 :	Courbe d'étalonnage de l'huile de grains de figue de barbarie HGFB à $\lambda=278\text{nm}$.	39
Figure III.2.a :	Le spectrophotomètre infrarouge de l'Alginate (Alg) et de la gélatine (Gél).	41
Figure III.2.b :	Le spectre Infrarouge de HGFB (huile), Alg (alginate), Gél (gélatine), Microcapsules (0,5g ; 0,75 et 1g HGFB).	42
Figure III.3 :	Analyse thermique ATG de HGFB (Huile), Alg(Alginate), Gél (gélatine) et Microcapsules (0,5 ; 0,75 et 1g HGFB).	43
Figure III. 4 :	Courbes d'analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) des Microcapsules (0,5 ; 0,75 et 1g de HGFB).	44
Figure III.5.a :	Spectre analyse par diffraction des rayons X de HGFB, Alg (alginate), Gél (gélatine).	46
Figure III.5.b :	Spectre analyse par diffraction des rayons X des microcapsules (0,5g ; 0,75g et 1g).	47
Figure III.6 :	Profil de libération des microcapsules de 0,75g dans des différents milieux de pH.	48

Liste des tableaux

Tableau I.1 :	Composition moyenne (pourcentage en poids par rapport à la masse sèche) de la fleur de la figue de barbarie	9
Tableau I.2 :	Composition chimique du fruit d'Opuntia ficus indica	10
Tableau I.3 :	Principaux composants des cladodes du figuier de Barbarie	10
Tableau II.1 :	Les propriétés physico-chimiques de PEG	30
Tableau II.2 :	Identification du produit	31
Tableau II.3 :	Les Propriétés physico-chimique de HCl	31
Tableau III.1 :	Influence de la concentration de HGFB sur l'efficacité d'encapsulation	39

Liste des abréviations :

CAM : Métabolisme Acide Crassulacéen

Cholestérol LDL : Low-Density-Lipoprotein (Lipoprotéine de Basse Densité)

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

PHA : Polyhydroxyalcanoates

PHB : Polyhydroxybutyrate

PLA : Acide polylactique

PBS : Polybutylène succinate

PCL : Polycaprolactone

PDO : Polydioxanone

PBAT : Poly (butylène adipate-co-téréphtalate)

PEG : Le polyéthylène glycol

AS : Arsenic

Tween 80 : Polysorbate 80

NaOH : Hydroxyde de sodium

NaCl : Chlorure de sodium

KH₂PO₄ : Phosphate monopotassique

HCl : Acide chlorhydrique

SN : Surnageant

SGF : Solution Gastrique Simulée

SIF : Solution Intestinale Simulée (duodénum)

PBS : Solution Tampon Phosphate

KBR : Bromure de potassium

IR : Spectroscopie Infrarouge

UV-Visible : Spectroscopie ultra-violette

DRX : Diffraction des rayons X

DSC : Analyse Calorimétrique différentielle

ATG : Analyse thermogravimétrique

HGFB : Huile de Grains de Figue de Barbarie (HGFB)

EE : Efficacité d'Encapsulation

SPI : Protéines de Soja Isolées

SPS : Polysaccharides de Soja

Alg : Alginate

Gél : Gélatine

Ci : concentration initial

Cr : concentration réel

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : Revue bibliographique	
Partie I : Description du figuier de barbarie	
I.1. Historique et répartition géographique	3
I.2. Pratiques culturelles de la plante	3
I.2.1 Conditions de plantation	4
I.2.2. Technique de multiplication	4
I.3. Maladies et problèmes de rendement	6
I.4. Composition chimique	9
I.4.1. Composition chimique de la fleur	9
I.4.2. Composition chimique des fruites	9
I.4.3. Composition chimique des cladodes	10
I.5. Usages du figuier de Barbarie	11
I.5.1. Usages des fleurs	11
I.5.2. Usages médicaux	11
I.5.3. Usages thérapeutiques et cosmétiques	12
I.5.4. Autres usages	13
I.6. Graine de figue de barbarie	13
I.7. Extraction de l'huile	14
Partie II : Généralités sur L'encapsulation	
II.1. Histoire de l'encapsulation	14
II.2. Définition de l'encapsulation	15
II.3. Intérêt de l'encapsulation	16
II.4. Procédé de l'encapsulation	17
II.4.1. Procédés physico-chimiques	17
II.4.2. Procédés mécaniques	19
II.4.3. Procédés chimiques	19
II.4.4. Autres procédés chimiques	20
II.5. Avantages et inconvénients de l'encapsulation	21
Partie III : Généralités sur les biopolymères	
III.1. Introduction	22
III.2. Les biopolymères	22

III.2.1. Généralité	22
III.2.2. Définition d'un biopolymère	22
III.2.3.Type des biopolymères	23
III.2.4.Propriété des biopolymères	24
III.2.5.Avantage et inconvénient des biopolymères	24
III.2.6. Sodium Alginate	25
III.2.7. Pour quoi l'alginate	25
III.2.8. Application d'alginate dans différents domaines	26
III.2.9.Sodium Alginate dans l'encapsulation (des articles travaux de recherches qui utiliser)	26

Chapitra II : Matériels et Méthodes

II.1. Introduction	29
II.2. Matériaux :	29
II.2.1. Huile de figue de Barbarie	29
II.2.2. Alginate de sodium	29
II.2.3. La gélatine	29
II.2.4. Polyéthylène glycol (PEG 6000)	29
II.2.5. Polysorbate 80 (Tween 80)	30
II.2.6. Hydroxyde de sodium (NaOH)	30
II.2.7. Chlorure de sodium (NaCl)	30
II.2.8. Phosphate monopotassique (KH_2PO_4)	31
II.2.9. Acide chlorhydrique (HCl)	31
II.2.10. Solution de n-hexane	32
II.3. Préparation des capsules	32
II.4 Techniques de caractérisation	35
II.4.1. Spectroscopie Infrarouge (IR)	35
II.4.2. Spectroscopie ultra-violette	36
II.4.3. Diffraction des rayons X (DRX)	37
II.4.4. Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) et analyse thermogravimétrique (ATG)	38

Chapitre III: Résultas et discussions

III.1.Spectroscopie ultraviolet-visible	39
III.2. Spectroscopie par infrarouge (FTIR)	40

III.3. Analyse Thermique	43
III.4. Analyses par Calorimétrie Différentielle à Balayage	44
III.5. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)	45
III.6. Etude de la cinétique de la libération des microcapsules (0,75g de HGFB)	48
Conclusion générale	49
Références bibliographiques :	51
Résumé	61

Introduction

Introduction générale :

Les huiles essentielles sont des substances aromatiques, généralement constituées de composés volatils extraits de végétaux. Leur structure chimique, souvent complexe, peut être partiellement altérée lors des différentes étapes de leur préparation. Ces substances présentent une efficacité notable contre divers microorganismes, y compris certains germes résistants aux antibiotiques. En dépit de la concurrence des composés de synthèse, les huiles essentielles conservent une large gamme d'applications dans les domaines de la chimie, de l'agroalimentaire (condiments, épices), de l'aromathérapie (parfumerie, cosmétique, savonnerie), ainsi que dans le secteur pharmaceutique [1,2].

Parmi ces huiles, celle extraite des graines de figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*) se distingue par sa richesse en composés bioactifs tels que les acides gras essentiels, les stérols et les antioxydants. Ces composés confèrent à l'huile des propriétés hydratantes, cicatrisantes et anti-inflammatoires bien établies. Cette plante, malgré son fort potentiel économique et écologique, reste encore relativement peu valorisée. En plus de ses qualités nutritionnelles, cette huile est également reconnue pour sa teneur en sucres, protéines, vitamines, minéraux et autres substances bioactives telles que les fibres, polyphénols et pigments [2,3].

Cependant, l'exploitation directe de cette huile est limitée par la sensibilité de ses constituants à la lumière, à l'oxygène et à la chaleur, ce qui nuit à leur stabilité et à leur efficacité dans les formulations. Pour surmonter ces limitations, l'utilisation de systèmes porteurs s'est révélée être une stratégie efficace. Ces systèmes permettent non seulement de protéger les molécules actives, mais aussi de masquer certaines propriétés organoleptiques indésirables, tout en améliorant leur stabilité et leur biodisponibilité au sein de matrices biologiques [4].

Parmi les technologies de vectorisation, l'encapsulation est particulièrement prometteuse. Elle consiste à enfermer une substance active (appelée noyau ou phase active) dans un matériau de paroi formant une enveloppe protectrice (ou matrice) [4]. Cette enveloppe assure la protection des composés bioactifs sensibles tels que les antioxydants, les vitamines, les enzymes, les arômes ou encore les extraits naturels, tout en permettant leur libération contrôlée dans le temps et dans des conditions spécifiques, ce qui leur confère une valeur ajoutée importante.

Parmi les différentes méthodes d'encapsulation, la coacervation complexe, utilisant des biopolymères naturels comme l'alginate de sodium et la gélatine, représente une approche écologique, économique et performante. Ces matériaux, biodégradables et biocompatibles, permettent la formation de matrices capables d'encapsuler les substances actives et d'en réguler la libération selon les conditions environnementales [4].

Dans ce contexte, le présent travail vise à encapsuler une huile naturelle, en l'occurrence l'huile de figue de barbarie, à l'aide d'une matrice biopolymérique composée d'alginate de sodium et de gélatine. L'objectif principal est de développer un système de microencapsulation capable de préserver les propriétés de l'huile, d'améliorer sa stabilité thermique et structurale, et de contrôler sa libération selon différents milieux physiologiques.

Pour répondre à cette problématique, le mémoire est structuré comme suit :

Le premier chapitre est dédié aux généralités sur l'huile de figue de barbarie, ses propriétés, ainsi qu'aux principales méthodes d'encapsulation, avec un accent particulier sur la coacervation complexe et les biopolymères utilisés.

Le deuxième chapitre décrit les matériaux utilisés, les étapes de préparation des microcapsules, ainsi que les techniques employées pour leur caractérisation physico-chimique et structurale.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux, leur analyse et leur interprétation, en mettant en évidence l'effet de la quantité d'huile encapsulée sur le rendement d'encapsulation, la stabilité thermique et les profils de libération dans différents milieux simulés.

Enfin, une conclusion générale résume les principaux résultats de l'étude et propose des perspectives pour l'optimisation du procédé ou l'extension de ses applications dans d'autres domaines.

Chapitre I : Revue bibliographique

Partie I : Description du figuier de barbarie

I.1. Historique et répartition géographique :

Le figuier de Barbarie (figure I.1), également connu sous le nom de « Nopal », est une plante originaire du Mexique. Introduit dans le bassin méditerranéen par les Espagnols au XVI^e siècle, il était inconnu en Europe avant les expéditions de Christophe Colomb [5]. Dans un premier temps, il fut cultivé dans les jardins botaniques à titre de curiosité. Cette espèce se propage naturellement par multiplication végétative, ce qui a facilité son implantation rapide autour de la Méditerranée, au point d'en faire un élément emblématique du paysage local. La dissémination du figuier de Barbarie résulte à la fois de l'action humaine des navigateurs transportant des cladodes pour leurs propriétés antiscorbutiques et des oiseaux qui, en consommant les fruits, contribuent à disperser les graines. Dans certains pays comme l'Italie, l'Espagne ou le Mexique, la culture du cactus est aujourd'hui pratiquée de manière intensive et modernisée, soutenue par des programmes de recherche visant à valoriser la production de fruits, de fourrage, ainsi que divers usages industriels [6].



Figure I.1 : Fiquier de barbarie [5].

I.2. Pratiques culturelles de la plante :

Le succès écologique des opuntias, en particulier *Opuntia ficus-indica*, s'explique en grande partie par leur mode spécifique d'assimilation du carbone et de régulation des pertes en eau, qui se déroulent principalement durant la nuit. Comme toutes les plantes à métabolisme CAM (Métabolisme Acide Crassulacéen), le figuier de Barbarie ouvre ses stomates la nuit afin de fixer le CO₂, transformé en acide malique puis stocké dans les vacuoles des cellules du chlorenchyme. Ce mécanisme permet de limiter la perte d'eau, car les températures nocturnes sont plus basses et l'humidité relative plus élevée comparées à celles de la journée. Ainsi, la transpiration des plantes CAM est généralement trois à cinq fois moins importante que celle des plantes à métabolisme C3 ou C4 [7].

- Le figuier de Barbarie, en tant que plante CAM, est cultivé dans une grande diversité d'environnements, tirant parti de son excellente adaptation aux conditions arides et semi-arides [8].

I.2.1 Conditions de plantation :

a. Climat :

Un climat sec, mais modérément chaud, est idéal pour *Opuntia ficus-indica*. Cette plante, grâce à son métabolisme CAM, atteint une photosynthèse optimale lorsque les températures diurnes avoisinent 25 °C et les températures nocturnes autour de 15°C. Des températures plus élevées durant le jour ou plus basses la nuit entraînent une baisse significative de l'assimilation du carbone, ce qui se traduit par une croissance ralentie, une production réduite et une récolte de moindre qualité [9].

Lorsque les températures dépassent 30 °C, l'activité photosynthétique peut chuter jusqu'à 70 %. Si ces températures élevées surviennent aux premiers stades de développement du fruit, elles influencent négativement sa forme. De plus, une chaleur excessive durant la maturation accroît la sensibilité du fruit aux basses températures (< 8 °C) lors du stockage post-récolte. À l'inverse, des températures journalières inférieures à 15°C ralentissent la croissance du fruit, retardent sa maturation et entraînent l'apparition d'une peau plus épaisse, une teneur réduite en solides solubles ainsi qu'une coloration moins intense. Enfin, des températures inférieures à 0 °C, même durant une courte période (4 heures), causent des dommages irréversibles aux tissus des cladodes et des fruits. Bien que la plante montre une grande tolérance à la chaleur, elle demeure sensible aux températures de congélation [9].

b. Période de plantation :

La période idéale pour la plantation varie selon les régions et dépend principalement de la disponibilité du matériel végétal [10]. Au Maroc et en Jordanie, la plantation en automne est privilégiée. Cette période favorise un bon enracinement durant l'hiver, une croissance vigoureuse en été, ainsi qu'une fructification plus précoce [11]. Les nouvelles plantations se réalisent généralement à partir de grandes boutures de tiges composées de 4 à 5 cladodes [10].

I.2.2. Technique de multiplication :

a. Multiplication végétative :

La multiplication végétative du figuier de Barbarie est une méthode simple, rapide, économique, et efficace pour obtenir des plants homogènes, fidèles aux caractéristiques de la

plante mère. Cette technique est particulièrement avantageuse lorsqu'il s'agit de préserver des traits génétiques spécifiques [12]. Les cladodes âgés de deux ans, portant deux ou trois cladodes d'un an, représentent le moyen le plus couramment utilisé pour la multiplication végétative des espèces du genre *Opuntia*. Même les cladodes de moins de 15 cm sont capables de régénérer des tiges et de développer des racines. Par ailleurs, les aréoles des fruits peuvent également donner naissance à de nouveaux plants, car elles ont la capacité de produire des tiges, des fleurs et des racines [12]. Traditionnellement, le figuier de Barbarie est multiplié par bouturage des cladodes (Figure I.2). Les nouvelles plantations sont mises en place à partir de grandes boutures constituées de 4 à 5 cladodes. Après la récolte, ces boutures sont laissées à sécher à l'air libre pendant une période allant d'une semaine à un mois, afin de réduire le risque de pourriture. Lors de la plantation, la partie basale des cladodes est positionnée horizontalement avec une légère inclinaison pour maximiser le contact avec le sol. L'enracinement intervient généralement après 15 jours [12].

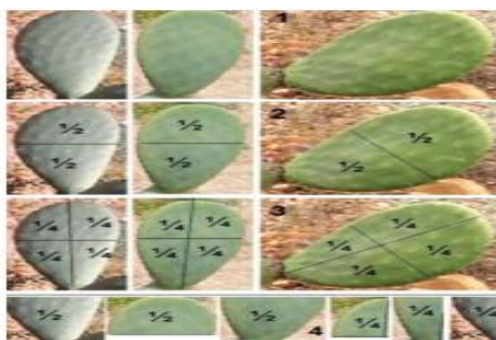


Figure I.2 : Boutures de cactus à utiliser comme plants (1) Cladodes simples (2) Les cladodes à découper en moitié (3) Les cladodes à découper en quatre (4) Portions de cladodes $\frac{1}{2}$ et $\frac{1}{4}$ [12].

b. Multiplication par graine (sexuée) :

La multiplication par semences est moins couramment pratiquée, mais elle présente l'avantage de favoriser l'échange génétique et de préserver la variabilité des espèces [13].

Cette technique se déroule en plusieurs étapes [14] :

- **Ramassage :** Les graines sont extraites de fruits entiers, sains, bien mûrs ou en phase de sénescence. Après lavage et tamisage, elles sont séchées pendant deux jours afin de réduire leur humidité résiduelle. Les restes de pulpe encore attachés aux graines sont ensuite retirés manuellement.

- **Traitement** : Avant le semis, il est recommandé de traiter les graines avec des insecticides et fongicides pour prévenir les attaques d'organismes pathogènes susceptibles de provoquer la décomposition des jeunes racines.
- **Scarification** : Cette opération consiste à fragiliser ou enlever mécaniquement la couche externe dure des graines, laquelle entrave la germination.
- **Stockage** : Les graines sont conservées dans des sacs en papier ou des récipients en plastique, placés dans des environnements frais et secs afin de préserver leur viabilité.
- **Germination** : La température optimale pour favoriser la germination est généralement située entre 25 °C et 35 °C. La radicule perce l'enveloppe de la graine au bout de 3 à 4 jours, mais la germination complète peut s'étaler sur une période allant d'une semaine à 2 mois après le semis [14].

I.3. Maladies et problèmes de rendement :

- **Dessèchement des Opuntias :**

Cette maladie, spécifique aux espèces du genre *Opuntia*, est provoquée par le champignon *Hendersonia opuntiae*. Elle se manifeste par l'apparition de lésions de couleur brun-grisâtre, à l'aspect craquelé et bien délimitées au début. Progressivement, ces lésions s'étendent jusqu'à couvrir entièrement les cladodes, qui prennent alors une teinte brun-rouge avant que la plante ne dépérisse [15].

- **Blessures dues au froid et à la grêle :**

Bien que le figuier de Barbarie présente une certaine résistance au froid, capable de tolérer des gelées allant jusqu'à -5 °C, il demeure sensible aux conditions extrêmes. Pendant la période de croissance des fruits, la plante requiert des températures oscillantes entre 15 °C et 25 °C [16]. En dessous de -5 °C, ainsi qu'en cas de chutes de grêle, des lésions peuvent apparaître sous forme de plaies ou de taches nécrotiques sur les cladodes et les fruits. Ces blessures constituent des portes d'entrée pour les infections bactériennes et fongiques.

Un traitement préventif à base de cuivre, appliqué rapidement après l'événement climatique, permet de limiter les risques d'infection [17].



Figure I.3 : Blessures dû au froid (A) et blessures dû aux grêles (B) [17].

- **La Cératite :**

La cératite, causée par la mouche méditerranéenne des fruits (*Ceratitis capitata* Wied), constitue un ravageur redouté, surtout dans les plantations insuffisamment entretenues. L'infestation se manifeste par l'apparition d'une petite tache au niveau du point de piqûre sur le fruit, tâche qui s'élargit progressivement. Pour contrôler efficacement cet insecte, l'utilisation d'un insecticide de synthèse est recommandée [9].



Figure I.4 : La mouche *Ceratitis capitata* Wied [9].

- **Rouille :**

La rouille, provoquée par *Phyllosticta opuntiae*, se manifeste par l'apparition de petites taches circulaires de couleur jaune-rouille, pouvant s'étendre en plaques irrégulières à l'aspect blanchâtre ou grisâtre. Ce sont principalement les raquettes âgées de deux ans qui sont touchées ; une fois infectées, elles produisent peu de cladodes et finissent par se dessécher. Cette maladie, considérée comme l'un des principaux ennemis des Opuntias, peut être

efficacement maîtrisée par l'application de traitements à base de cuivre ainsi que par l'élimination des raquettes parasitées. [15].

- **Cochenilles et poux des racines :**

Les cochenilles sont des insectes hémiptères phytophages, qui se nourrissent de la sève des feuilles. Certaines espèces, notamment *Dactylopius coccus*, sont également valorisées comme matière première pour la production d'un pigment rouge utilisé dans les industries agroalimentaire et pharmaceutique. Ce pigment naturel, recherché pour ses propriétés organiques, joue un rôle économique important [12]. Les cochenilles du genre *Dactylopius* parasitent plusieurs espèces de cactus, avec une préférence marquée pour *Opuntia ficus-indica* et ses proches variétés. Leur cycle de développement comprend trois stades : l'œuf, la nymphe (mobile), puis l'adulte. La femelle adulte, peu mobile, se fixe sur l'épiderme de la plante pour se nourrir et pond de nombreux œufs minuscules. Leur prolifération est favorisée par des conditions climatiques sèches et chaudes ou par des hivers doux, surtout en cas de mauvaise ventilation, et peut conduire au dépérissement de la plante. Par ailleurs, la cochenille des racines, aussi appelée « poux des racines », attaque la plante au niveau du système racinaire. Lors du rempotage, il est essentiel d'inspecter soigneusement les racines pour détecter la présence d'amas cotonneux blancs caractéristiques, qu'il ne faut pas confondre avec certains éléments du substrat comme la perlite. La lutte contre ces parasites repose sur des traitements à base d'huiles blanches ou d'insecticides tels que le parathion [12].



Figure I.5 : Infestation de cochenilles sauvage sur les raquettes de figuier de barbarie [12].

- **Mildiou et pourriture :**

Cette maladie est causée par un champignon, *Phytophthora cactorum*, qui se propage rapidement et peut causer des dégâts importants. Les premiers symptômes du mildiou se manifestent par l'apparition de vésicules sur l'épiderme, accompagnées d'un état chlorotique prononcé et de taches brunes qui affectent aussi bien les fruits que les cladodes, selon les

variétés. Pour limiter la propagation de la maladie, les mesures préventives recommandées consistent à couper et brûler les parties atteintes de la plante [9].



Figure I.6 : Moisissure et pourriture des cladodes [9].

I.4.Composition chimique :

I.4.1.Composition chimique de la fleur :

Le suc extrait de la fleur d'Opuntia présente une viscosité plus élevée que celui des cladodes (raquettes). Sa composition est similaire à celle de la tige, avec en plus la présence de dérivés flavoniques. Sa teneur en cendres est d'environ 9 %, ces dernières étant constituées majoritairement de silice (30 %) et de chaux (14 %) [18].

Tableau I.1 : Composition moyenne (pourcentage en poids par rapport à la masse sèche) de la fleur de la figue de barbarie [19].

Constituants	Pourcentage %
Cires	9-11
Minéraux (cendres)	7-8
Lignine Klason	2-3
Cellulose	27
Protéines	8-10
Autres polysaccharides	40-45

I.4.2. Composition chimique des fruites :

Les fruits du figuier de Barbarie présentent une valeur nutritionnelle élevée. Ils sont sucrés, juteux et comparables à d'autres fruits courants tels que les oranges, les pommes, les poires ou encore les cerises. Un fruit de figue de Barbarie, de taille moyenne à grande, pèse généralement entre 30 et 150 g. Il est constitué en moyenne de 48 % de pelure, 45 % de pulpe et 7 % de graines [20]. La composition chimique détaillée de ce fruit est présentée dans le Tableau I.2.

Tableau I.2 : Composition chimique du fruit d'Opuntia ficus indica [18].

Composants de fruits	Pourcentage (%)
Eau	84-90
Cendres	0,3-1
Sucres totaux	10-17
Sucres réducteurs	4-14
Fibres	0,02-3,15
Acidité titrable (acide citrique)	0,01-0,12
Protéines	0,21-1,6
Lipides	0,09-0,7
Teneur en vitamines et antioxydants	Par 100 g
Vitamine C	12-81 mg
Vitamine E	111-115 µg
Vitamine K1	53 mg
Caroténoïdes totaux	0,29-2,37 g
➤ Beta-carothène	1,2-3,0 µg
Flavonoïdes :	
➤ Dérivés de Kaempférol	0,11-0,38 g
➤ Dérivés de quercétine	0,98-9 g
➤ Dérivés d'isorhamnétine	0,19-2,41 g
Teneur en sels minéraux	(mg /100g)
Calcium (Ca)	12,8-59
Magnésium (Mg)	16,1-98,4
Potassium	90-220
Phosphate (P ou PO4)	15-32,8
Fer (Fe)	0,4-1,5

I.4.3. Composition chimique des cladodes :

La composition chimique des cladodes varie selon plusieurs facteurs, notamment les conditions édaphiques, la zone de culture, la saison ainsi que l'âge de la plante. En conséquence, les teneurs en éléments nutritifs diffèrent d'une espèce à l'autre, mais aussi entre les variétés.

Ces valeurs restent donc indicatives et ne doivent pas être considérées comme absolues (Tableau I.3) [16].

Tableau I.3 : Principaux composants des cladodes du figuier de Barbarie [16].

Composants	Matière sèche (g/100g)	Poids frais (g/100g)
Eau	-	88-95
Glucides	64-71	3-7
Cendres	19-23	1-2
Fibres	18	1-2
Protéines	4-10	0,5-1
Lipides	1-4	0,2

Les jeunes cladodes présentent des teneurs élevées en glucides, en protéines ainsi qu'en eau. Fait intéressant, une faible fertilisation azotée favorise une augmentation du taux de protéines brutes. Cependant, pour une utilisation en alimentation animale, notamment pour les vaches allaitantes, les doses recommandées en azote sont de l'ordre de 224 kg/ha. Par ailleurs, un apport supplémentaire de 112 kg/ha de phosphates permet de corriger la faible teneur en phosphore des cladodes [16]. Au fil de la croissance, la structure fibreuse se désagrège au niveau du parenchyme tout en se développant dans le cortex. Toutefois, la teneur en protéines totales et en fibres diminue avec l'âge de la plante. Le jus extrait des cladodes présente un pH d'environ 4,6, avec une acidité titrable de 0,45 % et une teneur en matière sèche estimée à 6,9 g/100 g. Les cladodes se distinguent par leur richesse en calcium et en fibres. Sur le plan nutritionnel, elles sont moins riches que les épinards mais plus nutritives que la laitue. Leur forte teneur en eau, variant entre 88 et 95 %, confère aux cladodes une faible valeur calorique, estimée à 27 kcal/100 g [16].

I.5. Usages du figuier de Barbarie :

I.5.1. Usages des fleurs :

Grâce à un calendrier apicole qui s'étend sur sept mois (de mars à septembre), les abeilles profitent de la floraison de l'*Opuntia ficus-indica* pendant trois mois (d'avril à juin), favorisant ainsi le développement de l'apiculture. Les rendements apicoles oscillent généralement entre 1 et 4 litres de miel par ruche. Outre leur intérêt mellifère, les fleurs de figuier de Barbarie sont également reconnues pour leurs vertus médicinales. Les capsules séchées des corolles sont utilisées dans le traitement des troubles prostatiques, notamment l'hypertrophie bénigne de la prostate, ainsi qu'en tant que régulateur diurétique. Par ailleurs, en Sicile, une infusion préparée à partir des fleurs est traditionnellement employée pour soulager les douleurs rénales [21].

I.5.2. Usages médicinaux :

L'*Opuntia ficus-indica* est l'une des plantes les plus prisées en médecine traditionnelle, avec l'utilisation de ses différentes parties à des fins thérapeutiques. Au Maroc, les fruits sont réputés pour leur efficacité contre les coliques et les diarrhées. En Australie et en Afrique du Nord, les jeunes cladodes (appelés *Nopales*) sont utilisés pour leurs propriétés hypoglycémiantes dans le traitement du diabète non insulino-dépendant. En Sicile, comme mentionné précédemment, le thé à base de fleurs est utilisé pour traiter les affections rénales. Le mucilage extrait des raquettes contribue à la réduction du taux de cholestérol total dans le

sang. Les cladodes sont également utilisés pour soulager les inflammations, tandis que les préparations à base de fleurs servent d'agents antidiurétiques. De plus, les protéines végétales abondamment présentes dans le Nopal favorisent l'élimination de l'excès d'eau contenu dans certains tissus cellulaires, aidant ainsi à réduire la rétention hydrique, dont la cellulite constitue l'une des conséquences les plus inesthétiques. Les avancées technologiques récentes ont permis le développement de produits nutraceutiques, notamment sous forme de gélules ou capsules (Figure I.7). Ces alicaments, d'origine naturelle, possèdent des propriétés thérapeutiques ciblant les divers problèmes de santé évoqués ci-dessus [22].



Figure I.7 : Capsules et comprimés préparés à partir des cladodes séchés d'*Opuntia* au Mexique [23].

I.5.3. Usages thérapeutiques et cosmétiques :

La figue de Barbarie est reconnue pour ses vertus antidiarrhéiques et légèrement constipantes, notamment en médecine populaire mexicaine. Elle possède également d'importantes propriétés cicatrisantes et anti-âges. Sous forme d'huile, elle est largement utilisée dans l'industrie cosmétique pour la fabrication de crèmes de jour, soins après-soleil, anti-rides et anti-vergetures. En effet, l'huile de figue de Barbarie est particulièrement riche en vitamines, minéraux et en composés antioxydants, contribuant ainsi à prévenir le vieillissement cutané. Ses propriétés surpasseraient même celles de l'huile d'argan. Elle contient environ 65 % d'acides gras polyinsaturés, nourrissants pour la peau, contre 33 % pour l'huile d'argan. De plus, sa teneur en vitamine E est supérieure à 100 mg/100 g, alors que l'huile d'argan en contient environ 65 mg/100 g. Par ailleurs, la poudre obtenue à partir des raquettes du figuier de Barbarie aurait la capacité, en entrant en contact avec les lipides présents dans l'estomac, de ralentir l'absorption de ces derniers par l'organisme, favorisant ainsi un effet bénéfique dans les régimes de contrôle du poids [24].

I.5.4. Autres usages [22] :

- **Engrais vert** : Les résidus issus des raquettes, des fruits ainsi que des autres parties de la plante sont valorisés sous forme de fertilisants organiques. Ces résidus, riches en matière organique, améliorent la structure et la fertilité des sols.
- **Haies défensives** : Les cactus épineux d'**Opuntia ficus-indica** sont couramment utilisés pour constituer des haies défensives, servant à protéger les jardins, les vergers ou encore les bosquets d'oliviers, en particulier en Afrique du Nord, ainsi que dans certaines régions d'Italie et d'Espagne. Ces haies délimitent les parcelles tout en jouant un rôle efficace dans la lutte contre l'érosion des sols.
- **Bois de chauffage** : Les opuntias sont également appréciés comme source de bois de chauffage, produisant une flamme longue et éclairante. Traditionnellement, certaines communautés, notamment les populations indigènes, utilisent les cladodes séchées comme torches lors de cérémonies religieuses.
- **Applications biotechnologiques** : Le genre **Opuntia** présente un intérêt croissant dans le domaine biotechnologique. Plusieurs applications ont été développées, notamment l'isolement enzymatique, la transformation génétique ainsi que les techniques de culture tissulaire *in vitro*. Ces avancées offrent de nouvelles perspectives pour la valorisation industrielle de cette plante.

I.6. Graine de figue de barbarie :

Les substances naturelles issues des graines de figue de barbarie ont des intérêts multiples. En effet, la graine est riche en matières grasses, elle peut être exploitée pour l'extraction des huiles à usage alimentaire, pharmaceutique, médical et cosmétique. Les graines de la figue de barbarie peuvent être utilisées comme source d'huile comestible vue leur richesse en acide gras essentiels. L'addition de la poudre de graines dans l'alimentation permet de diminuer la concentration en glucose sérique, d'augmenter le glycogène dans le foie et la muscle squelettique, et de réduire significativement le taux de cholestérol LDL, contribuant ainsi à une protection contre le diabète, les maladies cardiovasculaires et l'athérosclérose. Elles contiennent également une albumine majeure, ainsi que des stérols et des tocophérols qui leur confèrent un pouvoir antioxydant intéressant pour des applications en cosmétologie, notamment en améliorant l'élasticité de la peau, le métabolisme cellulaire et la restauration de la structure cutanée [25].

I.7. Extraction de l'huile :

L'huile extraite des graines de figue de Barbarie (*Opuntia ficus-indica*) suscite un intérêt croissant en raison de sa composition unique et de ses nombreuses propriétés bénéfiques, tant sur le plan nutritionnel que cosmétique et thérapeutique. Riche en acides gras essentiels, notamment en acide linoléique (oméga-6), en phytostérols, en vitamine E (principalement sous forme de tocophérols) ainsi qu'en composés phénoliques, cette huile se distingue par ses effets antioxydants, hydratants et régénérants. Son extraction, qui constitue une étape cruciale pour la valorisation de cette ressource, doit être réalisée avec soin afin de préserver l'intégrité de ses composés bioactifs. C'est dans cette optique qu'une méthode douce et respectueuse, telle que la pression à froid, est privilégiée [26].

La méthode d'extraction retenue dans le cadre de notre travail est l'extraction par pression à froid. Celle-ci consiste à faire passer les graines dans une presse à vis, générant une pression mécanique progressive à une température ne dépassant pas 60 °C. L'huile obtenue est ensuite décantée, pesée, puis conservée à une température de -20 °C afin de préserver ses qualités. Cette technique présente l'avantage majeur de conserver la richesse en acides gras essentiels ainsi qu'en antioxydants naturels, limitant ainsi l'altération des propriétés nutritionnelles et fonctionnelles de l'huile [27].

Partie II : Généralité sur l'encapsulation

II.1.Histoire de l'encapsulation :

En 1931, les chimistes Bungenburg de Jong et Kass ont découvert le phénomène de coacervation, un processus physique permettant la formation de systèmes colloïdaux. Cette découverte a ouvert la voie aux premières tentatives d'encapsulation [28].

L'application industrielle des microparticules encapsulées remonte aux années 1950, lorsque Green et Schleicher ont développé une technique basée sur des polymères naturels, tels que la gélatine (protéine) et la gomme arabique (polysaccharide), par coacervation complexe. Cette méthode a notamment été utilisée dans la fabrication du papier carbone, permettant de reproduire un texte ou une image sous l'effet d'une légère pression, grâce à l'encapsulation de colorants [29].

À la fin des années 1950, la technologie de la microencapsulation a commencé à s'imposer dans le domaine pharmaceutique, notamment pour la formulation de médicaments

analgésiques à libération prolongée. Elle a également trouvé des applications industrielles, par exemple dans la fabrication de colles.

Par la suite, la microencapsulation est devenue un domaine de recherche en plein essor, tant sur le plan académique qu'industriel, avec des applications variées, incluant l'encapsulation d'agents médicaux et non médicaux tels que les antibiotiques, les vitamines et les probiotiques [30].

Aujourd'hui, la microencapsulation représente un champ de recherche particulièrement dynamique, comme en témoigne le nombre croissant d'articles scientifiques et de brevets publiés à ce sujet (Figure I.8) [30].

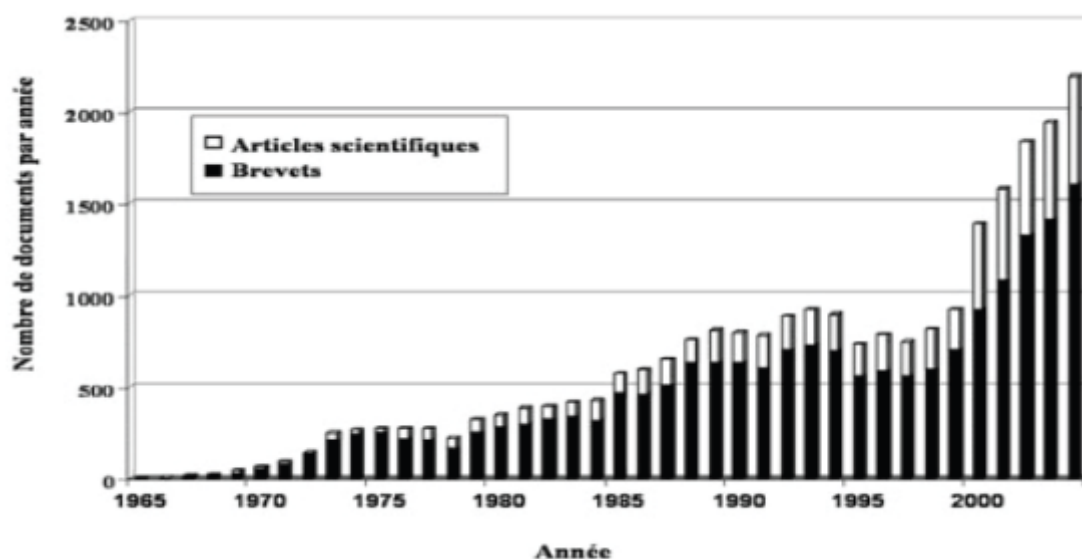


Figure I.8 : Evolution du nombre d'articles scientifiques et de brevets publiés par année dans le domaine de la microencapsulation [30].

II.2. Définition de l'encapsulation :

L'encapsulation, développée depuis plus de soixante ans, regroupe l'ensemble des technologies visant à préparer des microparticules individualisées constituées d'un matériau enrobant, renfermant un principe actif sous forme solide, liquide ou gazeuse. La taille de ces particules peut varier de quelques nanomètres à plusieurs millimètres. Ce procédé permet de protéger le principe actif de son environnement, notamment de l'oxygène, de l'humidité de l'air, de la chaleur et de la lumière [31].

L'encapsulation joue un rôle majeur dans divers secteurs industriels, notamment pharmaceutique, cosmétique et agroalimentaire, car elle améliore non seulement la stabilité chimique des substances actives, mais permet également de contrôler leur libération de manière ciblée et prolongée [31].

On distingue généralement deux types d'encapsulation, selon la structure finale des particules (Figure I.9) :

Les microcapsules : microparticules creuses constituées d'un noyau liquide entouré d'une membrane polymérique réticulée ;

Les microbilles : microparticules pleines ou matricielles, dans lesquelles le principe actif est dispersé de manière homogène dans la matrice [32].

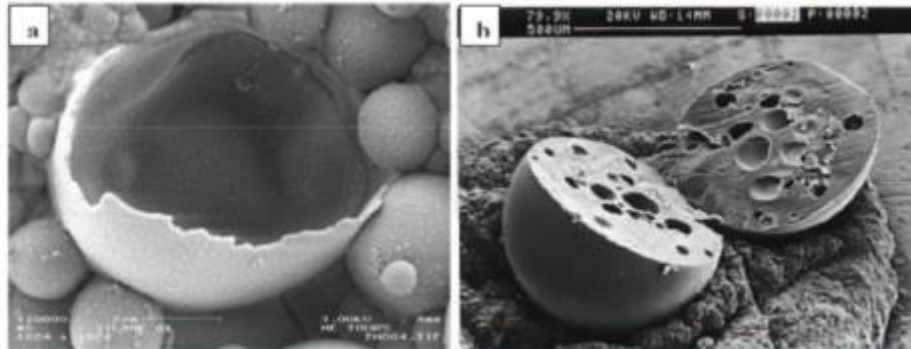


Figure I.9 : Morphologies d'une microcapsule (a) et d'une microbille (b), vues par la microscopie électronique à balayage (MEB) [33].

II.3. Intérêt de l'encapsulation :

L'encapsulation présente de nombreux avantages et répond à plusieurs objectifs techniques et fonctionnels, notamment :

- La protection du principe actif contre les dégradations physiques (précipitation, cristallisation) et chimiques (oxydation), induites par l'exposition à des facteurs environnementaux tels que l'oxygène, la lumière, l'humidité ou la température [34].
- La transformation de liquides en solides : lors de l'encapsulation d'un produit liquide, celui-ci peut être converti en une poudre de granulométrie variable, ce qui facilite sa manipulation, son conditionnement et son transport [34].
- La modification de la masse volumique d'un liquide : l'encapsulation permet d'altérer la densité apparente d'un produit, rendant possible, par exemple, la flottation d'un liquide dense ou la submersion d'un liquide léger [34].
- La réduction de la volatilité des substances possédant une forte tension de vapeur, comme les arômes, permettant ainsi une meilleure rétention dans les formulations alimentaires [34].

- La libération contrôlée du principe actif, un aspect essentiel dans les formes pharmaceutiques, notamment pour obtenir des effets prolongés ou retardés dans l'organisme [34].
- Elle est utile pour empêcher l'incompatibilité entre les substances actives et les excipients [35].
- C'est une technique qui a été largement utilisée pour masquer les propriétés organoleptiques telles que le goût et l'odeur de nombreux médicaments et améliore ainsi la compliance du patient [35].
- Elle peut fournir une barrière entre les matériaux bioactifs sensibles et l'environnement [36].

II.4.Procédé de l'encapsulation :

II.4.1. Procédés physico-chimiques :

La coacervation est une technique d'encapsulation qui peut être classée en coacervation simple (impliquant un seul biopolymère) ou coacervation complexe (impliquant deux ou plusieurs biopolymères portant des charges opposées), selon le nombre de polymères utilisés. Dans la coacervation simple, la séparation de phases est généralement induite par l'ajout de sels inorganiques ou de solvants miscibles à l'eau, provoquant ainsi une désolvatation partielle du polymère [37].

• Coacervation complexe :

La coacervation complexe repose sur la désolvatation simultanée de deux poly électrolytes hydrosolubles de charges opposées, généralement induite par une modification du pH du milieu aqueux. La structure du coacervat obtenu est plus complexe, car elle résulte de l'interaction de deux polymères distincts.

Le processus de microencapsulation par coacervation complexe se déroule selon les étapes suivantes (Figure I.10) [38] :

1. Dispersion du principe actif (sous forme liquide ou solide) dans une solution aqueuse contenant les deux polymères (phase a).
2. Induction de la coacervation par ajustement du pH, de manière à équilibrer les charges positives et négatives des polymères. Cette interaction électrostatique entraîne la formation d'un coacervat mixte (phase b).
3. Adsorption des gouttelettes de coacervat à la surface du principe actif, formant un enrobage progressif (phase c).

4. Formation d'un enrobage continu autour du noyau (phase d).
5. Stabilisation de l'enrobage par réticulation des macromolécules constitutives du coacervat, assurant ainsi la solidité et la durabilité de la capsule (phase e)

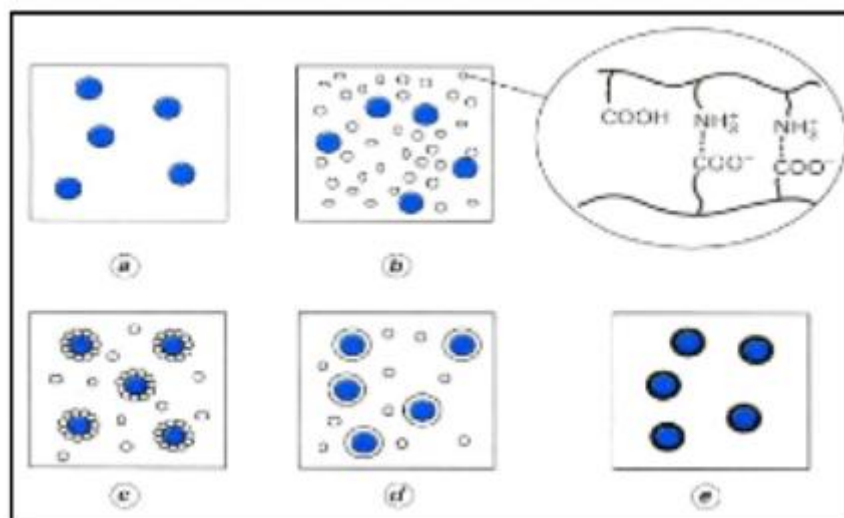


Figure I.10 : Schéma de principe du procédé de microencapsulation par coacervation complexe [38].

La microencapsulation par coacervation complexe est largement exploitée dans divers secteurs industriels. Dans le domaine pharmaceutique, elle est notamment utilisée pour l'encapsulation de paraffine liquide et d'huiles essentielles employées en aromathérapie.

• Évaporation émulsion-solvant :

Cette méthode est adaptée à l'encapsulation de principes actifs hydrophiles ou hydrophobes. Elle se déroule en deux étapes principales :

Émulsification d'une solution polymérique organique dans une phase aqueuse (ou inversement, selon la polarité du noyau à encapsuler) ;

Évaporation du solvant organique, entraînant la précipitation du polymère autour du principe actif [39].

Cette technique présente l'avantage de permettre la formation de nanoparticules de taille contrôlée, tout en préservant l'intégrité des substances encapsulées grâce à des conditions de traitement douces.

• Gélification ionique :

La gélification ionique est une méthode simple, économique et respectueuse de l'environnement, car elle ne nécessite ni solvants organiques ni traitements à haute température. Dans ce procédé, des polymères naturels comme l'alginate sont couramment utilisés en raison de leur biocompatibilité, leur non-toxicité, leur faible coût, ainsi que leurs propriétés gélifiantes et stabilisantes [40].

II.4.2. Procédés mécaniques :

- **Nébulisation-séchage par atomisation**

Dans cette technique, une solution ou une émulsion du complexe principe actif-polymère est passée sous pression à travers un orifice de buse, conduisant à son atomisation et formation de gouttelettes uniformes. Ces gouttelettes sont finalement séchées par le gaz de séchage qui est généralement l'air, pour enfin obtenir des microparticules sèches facilement récupérables [39]. Ce processus est rapide, continu en une seule étape, combine le séchage et l'encapsulation. Cependant, il présente des inconvénients tels que le coût élevé, la limitation de la viscosité et le faible rendement des petits lots de production [41].

- **Procédé d'enrobage en lit fluidise :**

Le procédé d'enrobage en lit fluidise s'applique exclusivement à des matières actives constituées de particules solides (granules, cristaux). Des matières actives liquides peuvent néanmoins être encapsulées après absorption par des supports particuliers poreux. Le mouvement aléatoire des particules assure un recouvrement satisfaisant des particules. C'est une méthode qui permet de contrôler la température et l'humidité durant l'encapsulation. Cependant, un mauvais contrôle de ces paramètres peut entraîner l'enrobage partiel des particules. Parmi les inconvénients de ce procédé on peut citer l'agglomération des particules encapsulées et le temps mis pour l'encapsulation pouvant atteindre plusieurs heures [42].

- **Extrusion-sphéronisation :**

La technique d'Extrusion-sphéronisation peut être utilisée pour l'encapsulation de poudres de matières actives dans des polymères thermoplastiques, dont la viscosité à l'état fluide permet de préparer des microcylindres homogènes et réguliers [30].

II.4.3. Procédés chimiques :

- **Polycondensation interfaciale :**

La polycondensation interfaciale met en jeu 2 monomères ayant des groupes fonctionnels complémentaires (A et B), chacun soluble dans une des phases d'un système diphasique.

L'encapsulation de principes actifs peut être réalisée par cette méthode via un protocole en deux étapes (figure I.11). Dans un premier temps une émulsion est préparée, la phase dispersée contenant l'espèce à encapsuler ainsi qu'un monomère. Puis cette émulsion est diluée afin d'apporter le second monomère en phase continue. La réaction démarre alors à l'interface des gouttelettes. On obtient en fin de réaction une membrane à l'interface des gouttelettes qui renferment l'espèce à encapsuler [43].

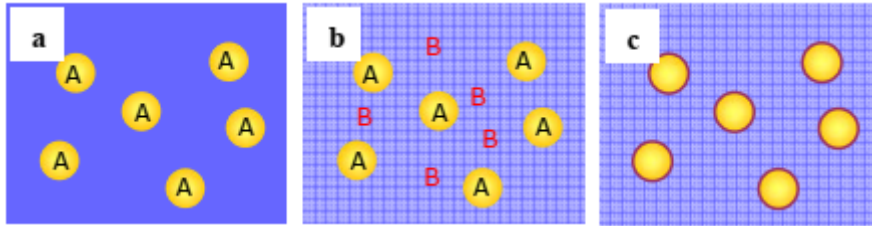


Figure I.11 : Schéma de principe de la microencapsulation par polycondensation interfaciale : (a) Obtention d'une émulsion avec un monomère A dans les gouttelettes ; (b) Dilution de l'émulsion avec un monomère B dans la phase continue ; (c) Polycondensation des monomères A et B à l'interface des gouttelettes pour former la membrane des microcapsules [43].

- **Polymérisation interfaciale :**

Cette technique, combine une émulsion eau dans huile (E /H) ou huile dans eau (H/E) et une réaction chimique entre deux réactifs à l'interface de la phase dispersée. La phase dispersée contient un solvant, un principe actif et le monomère A. Elle peut soit aqueuse, soit organique [30].

La phase continue est constituée d'un solvant et d'un monomère B, le déroulement d'une polymérisation interfaciale appliquée à la formation de microparticules. Au départ l'émulsion se fait en l'absence du monomère B. Ce dernier n'est introduit qu'à partir du moment où l'émulsion est stabilisée. La réaction de polymérisation peut ensuite débiter [30].

II.4.4. Autres procédés chimiques :

Les autres procédés chimiques de microencapsulation sont des procédés basés sur la polymérisation radicalaire ou anionique en milieu dispersé. Il s'agit des procédés de polymérisation en : Emulsion, Microsuspension, Dispersion, Miniémulsion, Microémulsion.

Les particules obtenues présentent des tailles comprises entre quelques dizaines de nanomètres et quelques dizaines de micromètres, et sont le plus souvent de type matriciel (nanosphères ou microsphères).

Les deux procédés utilisés dans ce travail sont la microencapsulation par évaporation de solvant et la polycondensation interfaciale [38].

II.5. Avantages et inconvénients de l'encapsulation :

a- Avantages de l'encapsulation :

L'encapsulation présente de nombreux avantages pour la formulation et la conservation des ingrédients alimentaires, notamment :

- Prévention des interactions indésirables avec d'autres composants chimiques : par exemple, la microencapsulation d'acides organiques comme l'acide citrique ou l'acide ascorbique permet de préserver leurs propriétés physicochimiques et leur teneur en nutriments.
- Protection des ingrédients sensibles (vitamines, antioxydants, enzymes, arômes, etc.) contre les conditions ambiantes (lumière, chaleur, humidité, oxygène) et les procédés de transformation, afin de prolonger leur durée de conservation.
- Libération contrôlée des substances actives encapsulées, selon des paramètres définis (temps, pH, température...), ce qui permet une action ciblée.
- Amélioration de la biodisponibilité des composés bioactifs, en facilitant leur absorption dans le système digestif.
- Modification des propriétés physicochimiques des ingrédients : conversion de solutions en poudres fines, réduction des coûts de production, amélioration de la fluidité, prévention de l'agglomération, et ajustement de la densité apparente des particules.
- Masquage des goûts et odeurs désagréables, améliorant ainsi l'acceptabilité sensorielle des produits alimentaires [44].

b-Inconvénients de l'encapsulation :

Malgré ses nombreux avantages, l'encapsulation présente aussi certaines limitations :

- Altération possible des propriétés des ingrédients encapsulés, notamment lors du procédé (chaleur, solvants, réactifs...).
- Libération non maîtrisée dans des conditions particulières (pH extrême, interactions imprévues avec d'autres composants alimentaires...).

- Problèmes de stabilité à long terme, pouvant entraîner la dégradation de la capsule ou du principe actif au fil du temps.

Partie. III : Généralité sur les biopolymères

III.1. Introduction :

Les polymères issus de la pétrochimie sont considérés comme non biodégradables. Par exemple, plusieurs siècles sont nécessaires pour minéraliser totalement le polyéthylène. Cependant pour être utilisable, un matériau ne doit pas être seulement biodégradable, mais aussi avoir des propriétés mécaniques indispensables à son usage. Les matériaux biodégradables seront donc fabriqués soit à base de polymères naturels modifiés afin d'en améliorer les propriétés mécaniques, soit à base de polymères synthétiques susceptibles d'être attaqués par les microorganismes [45].

Il existe différents types de polymères :

Les polymères naturels obtenus à partir de sources végétales ou animales auxquels appartiennent toutes les familles de polysaccharides (cellulose, amidon...) et de protéines (laine, soie...).

Les polymères semi-synthétiques (régénérés) issus de modifications chimiques des macromolécules naturelles : exemple les matières plastiques à base de caséine, les plastiques à base de cellulose.

Les polymères synthétiques produits de monomères qui n'existent pas dans la nature ; cependant, on peut remarquer que les structures réalisées par la synthèse sont souvent proches de celles des polymères naturels [46].

III.2. Les biopolymères :

III.2.1. Généralité :

Depuis quelques années, un intérêt croissant est porté sur les polymères biodégradables, en raison des stocks pétroliers qui sont amenés à diminuer à moyen terme, mais aussi en raison des problèmes de recyclage des polymères issus du pétrole. La valorisation de la biomasse est ainsi une solution très sérieusement envisagée pour répondre aux besoins du marché en matière plastique. Deux voies peuvent être envisagées : l'utilisation de la biomasse comme

source de matière première pour l'industrie chimique et l'utilisation de la biomasse comme charge dans la production des matériaux composites [47].

III.2.2. Définition d'un biopolymère :

Les polymères issus des plantes ou biopolymères constituent la plupart du temps les parois cellulaires des végétaux comme la cellulose et la lignine. Ils servent également de réserve aux plantes en vue de leur croissance. On peut citer dans ce cas l'exemple de l'amidon. Ces polymères sont extraits directement des plantes. Des monomères simples peuvent être également obtenus à partir des plantes après transformations chimiques et/ou enzymatiques de ces molécules. Par polymérisation de ces monomères, des polymères que l'on dit issus du végétal sont obtenus. Les micro-organismes, par fermentation des molécules issues des plantes, produisent des polymères classés également comme biopolymères [48].

III.2.3. Type des biopolymères :

Les biopolymères sont des polymères produits à partir de matières premières renouvelables, telles que les plantes, les micro-organismes ou certaines substances animales. Ils sont généralement biodégradables et biocompatibles, ce qui les rend particulièrement intéressants pour les applications médicales, pharmaceutiques, alimentaires et environnementales. On peut les classer en plusieurs catégories [49,50].

a. Biopolymères naturels :

Ce sont des polymères directement extraits de sources biologiques, sans modification chimique majeure. Ils comprennent :

Polysaccharides : cellulose, hémicellulose, amidon, alginate, agar, pectine, chitosane.

Protéines naturelles : collagène, gélatine, kératine, soie, caséine.

b. Biopolymères biosynthétisés par des micro-organismes :

Ces polymères sont produits par fermentation microbienne à partir de matières premières végétales ou de déchets organiques.

Polyhydroxyalcanoates (PHA), dont le polyhydroxybutyrate (PHB), produits par des bactéries.

Polysaccharides bactériens : cellulose bactérienne, dextrane, xanthane.

c. Biopolymères synthétisés à partir de monomères biosourcés :

Ces polymères sont obtenus par polymérisation de monomères issus de la biomasse (via des transformations chimiques ou enzymatiques).

Acide polylactique (PLA) : obtenu par polymérisation de l'acide lactique (issu de la fermentation du glucose ou de l'amidon).

Polybutylène succinate (PBS) : issu de la condensation de l'acide succinique biosourcé et du 1,4-butanediol.

d. Polymères pétrochimiques biodégradables :

Bien qu'issus de ressources fossiles, certains polymères sont conçus pour être biodégradables. Ils ne sont pas biosourcés mais entrent dans certaines classifications élargies.

Polycaprolactone (PCL)

Polydioxanone (PDO)

Poly (butylène adipate-co-téréphtalate) (PBAT).

III.2.4. Propriété des biopolymères :

Les biopolymères présentent des propriétés particulières et intéressantes pour des applications médicales ; citons :

a. Biodégradabilité :

La biodégradabilité est un processus naturel de décomposition de la matière organique, elle permet d'apprécier l'impact d'un produit organique sur l'environnement [51].

Les biopolymères sont synthétisés dans les plantes ou les animaux par voie enzymatique et sont de ce fait dégradés rapidement dans un milieu biologique. La biodégradabilité de la plupart des biopolymères est due à la présence de liaisons facilement clivables comme les liaisons esters ou amides, conduisant à la formation de molécules simples et de fragments de plus petite taille [52].

b. Biocompatibilité :

Un matériau biocompatible est un matériau qui est capable d'assurer une fonction avec une réponse appropriée et sans effets indésirables sur l'environnement biologique dans lequel il est appelé à fonctionner. Les biopolymères par leur origine naturelle, remplissent logiquement cette fonction [51,52].

c. Biorésorbabilité :

La biorésorbabilité est la capacité à se dégrader naturellement dans le corps humain, c'est une propriété recherchée dans les applications médicales. Les biopolymères ont cette aptitude et se dégradent naturellement dans l'organisme humain par hydrolyse enzymatique et libèrent des molécules assimilables et non toxiques [52, 53].

III.2.5. Avantage et inconvénient des biopolymères :

a. Principaux avantages des biopolymères :

Les principaux avantages, [54] que présentes les biopolymères sont :

- Neutralité en termes de cycle CO₂,
- Gestion de fin de vie facilitée par le compostage,
- Panel varié de biopolymères disponibles,
- Issus de ressources abondamment renouvelables,
- Transformables par les processus traditionnels (extrusion, extrusion gonflage, injection, thermoformage),
- Haute valeur ajoutée.

b. Inconvénients des biopolymères :

Ils présentent aussi [54] des inconvénients comme :

- Prix de vente élevé (coût + faible production),
- Propriétés physique parfois limitées,
- Flou normatif et législatif concernant la notion de biodégradabilité (secteur du polymère peu structuré internationalement),
- Compostage industriel des déchets bio-polymérique peu développé.

III.2.6. Sodium Alginate :

L'alginate de sodium ou polymannuronate sodique, de formule (C₆H₇NaO₆)_n, est un additif alimentaire (E401), utilisé dans les boissons, constitué d'alginate et de sodium. Il se présente sous forme de poudre blanche à blanc crème, inodore et sans saveur, très soluble dans l'eau. Il s'agit d'une longue molécule synthétisée à partir de l'acide alginique, extraite d'algues brunes, constituée d'unités glucidiques formant une chaîne [55].

III.2.7. Pour quoi l'alginate :

L'alginate qui est un copolymère de la famille des polysaccharides constitué de deux monomères : l'acide guluronique (bloc G) et l'acide manuronique (bloc M). Il est utilisé dans l'encapsulation grâce à ses propriétés d'épaississant, de stabilisant et de gélifiant.

Généralement présent dans les algues brunes, l'alginate est utilisé dans l'industrie textile, l'industrie agroalimentaire et la pharmaceutique [56].

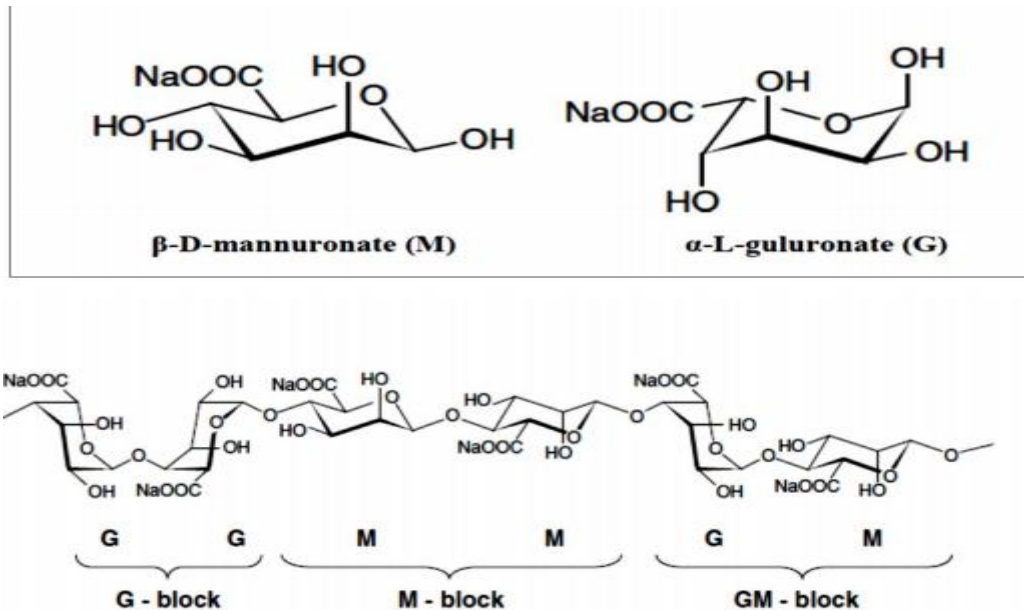


Figure I.12 : Structure de l'alginate [57]

III.2.8. Application d'alginate dans différents domaines :

L'alginate possède plusieurs propriétés uniques, telles que la viscosité élevée dans les solutions aqueuses, la biocompatibilité, la biodégradabilité, l'antimicrobien et a donc été utilisée dans de nombreux domaines tels que les industries pharmaceutique, alimentaire, cosmétique et textile [58, 59].

- **Application médicale et pharmaceutiques :**

Les alginates sont largement utilisés dans les applications médicales comme échafaudages, encapsulation cellulaire, cicatrisation des plaies et pour la libération contrôlée de médicaments. La présence de composés bioactifs tels que les acides aminés, les flavonoïdes, les phénols, les alcaloïdes et la structure même de l'alginate confèrent aux produits des propriétés antimicrobiennes, antioxydants, anticancéreuses et immunostimulantes. L'alginate peut être utilisé comme vecteur de médicament, en raison de sa fabrication sous une large gamme de formes telles que des nanoparticules, des films, des mousses ou des fibres [60].

- **Application alimentaire :**

En termes d'application alimentaire, l'alginate peut être utilisé comme revêtement comestible pour maintenir la saveur, augmenter la barrière à l'eau, prévenir la contamination microbienne, réduire l'oxydation des graisses et donc prolonger la durée de conservation des aliments [61].

L'alginate de sodium est considéré comme un régulateur glycémique pour réguler la prise alimentaire et l'appétit [59]. L'organisation des Nations Unies pour l'alimentation et

l'agriculture et l'organisation mondiale de la santé ont certifié l'alginate comme l'un des additifs alimentaires les plus sûrs [59, 62].

- **Application en cosmétiques :**

Dans le cas des cosmétiques, les microparticules d'alginate ne sont pas encore très populaires, mais en tant que systèmes d'origine naturelle montrant en outre un effet hydratant et protecteur sur la peau, leur application ne cesse de croître. Actuellement, dans le cas des produits de soins de la peau, les AMP sont utilisés comme supports, à la fois pour protéger les composés actifs instables et pour augmenter l'efficacité des produits. De plus, les AMP sont utilisées pour enfermer des substances à odeur désagréable et, par conséquent, pour obtenir des produits avec peu ou pas d'odeur [63].

III.2.9.Sodium Alginate dans l'encapsulation (des articles travaux de recherches qui utiliser) :

L'alginate de sodium est largement utilisé comme matériau d'encapsulation dans divers domaines, notamment la pharmaceutique, l'alimentaire et la cosmétique, en raison de sa biocompatibilité, sa biodégradabilité et ses propriétés gélifiantes douces. Voici quelques exemples de travaux de recherche récents illustrant son application :

- Encapsulation de probiotiques : Thị-Thanh-Trúc Phùng et al démontré que l'alginate de sodium est un matériau prometteur pour l'encapsulation de probiotiques extrêmement oxygène-sensibles, grâce à ses excellentes propriétés de barrière à l'oxygène et son comportement optimal de libération dans des fluides gastro-intestinaux simulés [64].
- Systèmes d'administration de médicaments : Joanne Lai et al a mis en évidence les avancées récentes dans les systèmes d'encapsulation à base d'alginate pour l'administration ciblée de médicaments. Les formulations telles que les microparticules, les nanoparticules et les hydrogels permettent un chargement de médicament personnalisé, une stabilité accrue et des cinétiques de libération prolongée [65].
- Microencapsulation de *Bifidobacterium bifidum* : Narmin Nezamdoost-Sani et al a utilisé l'alginate de sodium pour microencapsuler *Bifidobacterium bifidum*, augmentant ainsi la viabilité des cellules et offrant une efficacité d'encapsulation de 94,56 % [66].

- Administration de médicaments pour le diabète : Mohammad Arshad et al a résumé les recherches sur l'efficacité des systèmes de délivrance de médicaments à base d'alginate pour transporter des médicaments hypoglycémisants oraux, des phytochemicals et de l'insuline dans le traitement de l'hyperglycémie [67].

Hydrogels à base d'alginate pour l'encapsulation d'enzymes : Une revue de 2023 a présenté divers systèmes d'encapsulation à base d'alginate pour la stabilisation des enzymes, explorant leurs applications dans différentes industries [68].

Ces études illustrent la polyvalence de l'alginate de sodium en tant que matériau d'encapsulation, offrant des solutions innovantes pour améliorer la stabilité, la biodisponibilité et la libération contrôlée de divers agents bioactifs dans de multiples applications industrielle.

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1. Introduction :

Ce chapitre détaille les matériaux utilisés ainsi que les protocoles expérimentaux mis en œuvre pour l'élaboration d'un système d'encapsulation à base de biopolymère l'alginate de sodium, incorporant un extrait naturel d'huile de figue de Barbarie. L'objectif de cette étude est de développer une capsule capable de protéger l'extrait, d'améliorer sa stabilité au cours du temps, et d'assurer une libération contrôlée et efficace de ses composés actifs.

II.2. Matériaux :

II.2.1. Huile de figue de Barbarie :

L'huile de figue de Barbarie (*Opuntia ficus-indica*), commercialisée sous la marque Golden Brand Herbal Oil, a été utilisée dans cette étude. Elle se présente sous forme d'un liquide huileux conditionné dans un flacon en verre ambré, ce qui assure une protection efficace contre la lumière. Reconnue pour sa richesse en composés bioactifs, cette huile a fait l'objet d'analyses visant à évaluer ses propriétés chimiques ainsi que son comportement lors de la libération après encapsulation.

II.2.2. Alginate de sodium :

L'alginate de sodium est un biopolymère naturel extrait principalement des algues brunes (*Phaeophyceae*). Il est largement utilisé dans les systèmes d'encapsulation en raison de ses excellentes propriétés gélifiantes, notamment en présence d'ions sodium (Na^+), avec lesquels il forme un gel stable. L'alginate de sodium utilisé dans cette étude est un produit du laboratoire HIMEDIA, fabriqué en France (CAS : 9005-38-3), référencé sous le numéro GRM7494-500G, avec le numéro de lot 0000582713.

II.2.3. La gélatine :

La gélatine est une macromolécule naturelle issue de l'hydrolyse partielle du collagène, extraite principalement de la peau et des os d'animaux. Elle est appréciée pour ses propriétés gélifiantes et filmogènes, ce qui la rend largement utilisée dans les industries pharmaceutique et alimentaire. Dans le cadre de cette étude, la gélatine utilisée est de qualité bactériologique, référencée sous le numéro de lot L158791503.

II.2.4. Polyéthylène glycol (PEG 6000) :

Le polyéthylène glycol (PEG), de formule chimique générale $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$, est l'un des polymères hydrosolubles et biocompatibles les plus couramment utilisés dans les domaines biomédical et pharmaceutique.

Dans cette étude, le PEG 6000 utilisé est un produit d'origine française, fourni par BIOCHEM Chemopharma, identifié sous le numéro de lot L516600500-0714-011. Ses principales propriétés physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau II.1 : les propriétés physico-chimiques de PEG.

Forme	Crème
pH de la solution à 5%	4,5 à 7,5
Couleur de la solution (20%)	Blanc
Point de congélation	56°C à 66°C
Arsenic (AS%)	Max 0,0003
Métaux lourds (en Pb%)	Max 0,0005
Cendres sulfatées %	Max 0,1
Masse molaire	5000- 7000 g/mol

II.2.5. Polysorbate 80 (Tween 80) :

Le Polysorbate 80, également connu sous le nom de Tween 80, est un tensioactif polymérique et un émulsifiant non ionique, de formule brute $C_{64}H_{124}O_{26}$. Dans cette étude, le Tween 80 utilisé est un produit fabriqué en France par Merck KGaA (CAS : 9005-65-6), dont le siège est situé à 64271 Darmstadt, Allemagne. Il est référencé sous le numéro de lot S8193487 248. Ce produit est une marque déposée, enregistrée par Coda Americas LLC, et doit être conservé à une température inférieure ou égale à 30 °C.

II.2.6. Hydroxyde de sodium (NaOH) :

L'hydroxyde de sodium (NaOH) est une base forte capable d'augmenter significativement le pH des solutions aqueuses. Le produit utilisé dans cette étude est d'origine européenne, conditionné en Algérie par le laboratoire CLCM (CAS : 1310-73-2), sous le numéro de lot CC3999.P0323 et la référence CL3999.1K. Il possède une masse molaire de 39,997 g/mol, une température de fusion de 5 °C, et une température d'ébullition de 30 °C.

II.2.7. Chlorure de sodium (NaCl) :

Le chlorure de sodium (NaCl), couramment appelé sel de table, est un composé ionique utilisé dans diverses préparations de solutions.

Le produit utilisé dans cette étude est d'origine française, avec une masse molaire de 58,44 g/mol.

Tableau II. 2 : Identification du produit.

Nom de produit	Chlorure de sodium
Référence/Code Produit	319581000
Numéro CAS	7647-14-5
Numéro de lot	L31581000-0714-011
Aalyse (ex Cl) (Après ignition)	Min 99,5%
Perte au séchage à 105°C	Max 1,0%
pH (5% solution)	Max 7,0%
Sulfate (SO ₄)	Max 0,02%
Plomb (Pb)	Max0,0005%
Potassium(K)	Max 0,02%
Fer (Fe)	Max 0,002%
Ammonium (NH ₄)	Max 0,0005%

II.2.8. Phosphate monopotassique (KH₂PO₄) :

Le phosphate monopotassique (KH₂PO₄) est un sel minéral utilisé comme source de potassium et de phosphore, notamment dans la préparation de milieux nutritifs ou de solutions tampons. Le produit utilisé dans cette étude est fabriqué au Canada, référencé sous le numéro 316090500, avec le numéro de lot B7778-77-0-0508-011. Il possède une masse molaire de 136,09 g/mol.

II.2.9. Acide chlorhydrique (HCl) :

L'acide chlorhydrique (HCl) est une solution aqueuse d'hydrogène chloruré, reconnue pour son fort pouvoir acide et corrosif. Il est couramment utilisé dans les laboratoires et les industries pour l'ajustement du pH des milieux réactionnels. Le HCl utilisé dans cette étude est un produit fabriqué en Autriche, identifié sous le numéro de lot 10185792.

Tableau II. 3 : Les Propriétés physico-chimique de HCl.

Forme	HCl
Masse Molaire	36,46 g/mol
Points	40°C
Points de congélation	-35°C
Densité (20°C)	1,190 g/cm ³
Pression de vapeur (25°C)	965 hPa
Concentration	11,9 mol/l

II.2.10. Solution de n-hexane :

Le n-hexane est un solvant organique apolaire couramment utilisé pour l'extraction des composés lipophiles en raison de sa faible polarité et de son point d'ébullition modéré. Il est particulièrement adapté à l'extraction d'huiles essentielles ou de substances grasses issues de matrices végétales.

II.3. Préparation des capsules :

Afin de protéger et valoriser l'extraît huileux, nous avons opté pour la technique d'encapsulation [4], qui permet non seulement d'améliorer la stabilité de l'huile, mais aussi d'en contrôler la libération et de faciliter son incorporation dans diverses formulations. Les étapes de la préparation des microcapsules sont décrites ci-dessous :

Dans cette étude, trois quantités d'huile ont été testées : 0,5g, 0,75g et 1g. Pour chaque échantillon, 8 mL d'eau distillée ont été ajoutés, puis les mélanges ont été agités à température ambiante pendant 24 heures.



Figure II.1 : Agitation des solutions huileuses.

En parallèle, trois portions de 0,75 g d'alginate ont été pesées puis dispersées dans 10 mL d'eau distillée. Chaque mélange a été agité jusqu'à obtention d'une solution homogène, puis maintenu à une température de 40 °C afin de favoriser la dissolution complète du polymère.



Figure II. 2 : Agitation des solutions d'alginate.

Ensuite, trois quantités de 0,75 g de gélatine ont été pesées et incorporées dans les mélanges huile/eau distillée précédemment préparés. Chaque solution a été soumise à une agitation continue jusqu'à obtention d'un mélange homogène.

Les solutions huile/gélatine ainsi obtenues ont ensuite été mélangées aux solutions d'alginate. À ce mélange, ont été ajoutés 1 g de PEG 6000, 1 g de Tween 80, ainsi que deux gouttes d'acide chlorhydrique (HCl) de concentration 0,95mol/l. L'ensemble a été agité mécaniquement afin d'assurer une bonne dispersion des composants et de favoriser la formation des microcapsules.

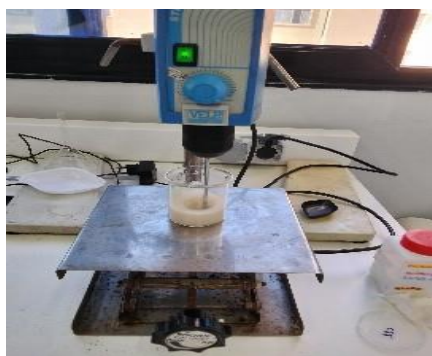


Figure II.3 : Agitateur mécanique.

Après la formation des microcapsules, les solutions ont été filtrées. Le surnageant (SN) a été récupéré dans des flacons stériles hermétiquement fermés, tandis que les microcapsules ont été déposées dans des boîtes de Pétri, puis placées dans une étuve afin d'assurer un séchage optimal.

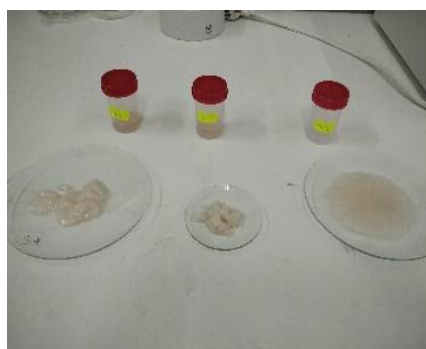


Figure II.4 : Récupération des SN et les microcapsules.

Une fois le séchage complet, les microcapsules ont été collectées puis stockées dans des conditions appropriées en vue des analyses ultérieures.



Figure II.5 : Elaboration des microcapsules..

Afin d'évaluer l'efficacité et le site de libération des microcapsules, différentes solutions tamponnées à pH contrôlé ont été préparées :

Solution à pH 1,2 : (SGF) solution gastrique simulée

Solution à pH 6,8 : (SIF) solution intestinale simulée (duodénum)

Solution à pH 7,4 : (PBS) solution tampon phosphate (simulant les fluides physiologiques, comme le sang ou le milieu extracellulaire)

- Pour obtenir un pH de 1,2 : une solution a été préparée en dissolvant 2 g de NaCl et 11 mL d'acide chlorhydrique (HCl) dans 750 mL d'eau distillée.
- Pour le pH 6,8 : la solution tampon a été obtenue en dissolvant 6,8 g de KH_2PO_4 et 0,92 g de NaOH dans 1 L d'eau distillée.
- Pour le pH 7,4 : une solution a été préparée à partir de 1 M de KH_2PO_4 dissous dans 250 mL d'eau distillée, puis ajustée avec 1 M de NaOH (195,5 mL), pour un volume final de 445,5 mL.



Figure II.6 : Différentes solutions de pH.

Un volume de 100 mL de chacune des solutions tamponnées à pH 1,2 (SGF), pH 6,8 (SIF) et pH 7,4 (PBS) a été transféré dans des erlenmeyers. Ensuite, trois échantillons de microcapsules, chacun pesant 1 g et correspondant à celles préparées avec 0,75 g d'huile

(formulation ayant présenté la meilleure efficacité), ont été introduits dans les différentes solutions.



Figure II.7 : Solutions préparées.

Les erlenmeyers ont été placés dans un incubateur afin de maintenir une température constante, propice à l'étude de la cinétique de libération de l'huile encapsulée dans les différents milieux à pH contrôlé.



Figure II.8 : Solutions dans l'incubateur.

À des intervalles de temps réguliers, des aliquotes ont été prélevées des solutions pour évaluer la libération de l'huile encapsulée. L'analyse a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible.

II.4 Techniques de caractérisation :

II.4.1. Spectroscopie Infrarouge (IR) :

La spectroscopie infrarouge est une technique sensible, rapide et non destructive, permettant d'analyser la composition chimique d'un matériau. Elle repose sur la détection des modes de vibration caractéristiques des liaisons interatomiques présentes dans une molécule. Cette technique est utilisée pour :

Identifier des groupements fonctionnels spécifiques dans une matrice polymère, détecter la présence d'adjuvants ou de contaminants, suivre la cinétique de dégradation chimique à travers l'apparition ou la disparition de certaines bandes d'absorption. Les vibrations moléculaires détectées se divisent principalement en deux types :

Les elongations (ν), les déformations angulaires (δ), chacune pouvant être symétrique ou asymétrique selon la nature du mouvement atomique [69].



Figure II.9 : Spectromètre infrarouge.

- **Préparation des échantillons :**

L'échantillon est préparé en mélangeant de manière homogène environ 80 mg de bromure de potassium (KBr) avec 2 mg de l'échantillon à analyser sous pression de 60KN durant 2 min. Le mélange est ensuite finement broyé afin d'obtenir une poudre homogène, puis introduit dans un moule et soumis à une pression élevée à l'aide d'une presse hydraulique. Cette opération permet d'obtenir une pastille translucide à base de KBr, dans laquelle l'échantillon est dispersé. Le KBr, étant transparent aux rayons infrarouges, sert de support neutre permettant l'analyse des bandes d'absorption spécifiques de l'échantillon par spectroscopie infrarouge. Notre analyse est effectuée dans des conditions de plage de 4000 à 400 cm^{-1} avec résolution de 4 cm^{-1} .

II.4.2. Spectroscopie ultra-violette :

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative utilisée pour mesurer l'absorbance (ou densité optique) d'une substance chimique en solution. Plus la concentration de cette substance est élevée, plus l'absorbance de la lumière est importante, conformément à la loi de Beer-Lambert. L'absorbance des solutions est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre, préalablement étalonné à la longueur d'onde λ correspondant au maximum d'absorption de l'espèce chimique étudiée. La loi de Beer-Lambert stipule que, pour une longueur d'onde donnée, l'absorbance d'une solution est proportionnelle à la concentration de l'espèce absorbante et à la longueur du trajet optique (généralement 1 cm), selon la relation :

$$A = \varepsilon \cdot C \cdot l$$

A : est l'absorbance ou la densité optique (sans unité) de la solution pour une longueur d'onde λ .

C : (en mol.m⁻³) est la concentration de l'espèce absorbante.

l : (en m) est la longueur du trajet optique.

ε : (en mol⁻¹.m²) est le coefficient d'extinction molaire de l'espèce absorbante en solution. Il rend compte de la capacité de cette espèce à absorber la lumière, à la longueur d'onde λ [70].



Figure II.10 : Spectrophotomètre UV-Visible.

- **Préparation de la solution :**

Des solutions d'huile à différentes concentrations ont été préparées par dissolution dans des volumes précis de n-hexane. Ces solutions ont ensuite été soumises à une analyse spectrophotométrique UV-Visible afin de déterminer la longueur d'onde d'absorption maximale de l'huile. En parallèle, trois solutions de surnageants (SN) issus du processus d'encapsulation ont été préparées. À ces dernières, trois autres solutions ont été ajoutées, contenant chacune une petite quantité des microcapsules correspondantes à leur surnageant respectif. Toutes les solutions ont été placées en centrifugeuse afin d'assurer un mélange homogène. Une fois ce mélange effectué, elles ont été analysées par spectrophotométrie UV-Visible dans une gamme de longueurs d'onde allant de 200 à 400 nm, dans le but d'évaluer l'efficacité du processus d'encapsulation. L'efficacité d'encapsulation a été calculée selon l'équation suivante :

$$EE \% = \frac{C_{encapsulée}}{C_i} * 100 .$$

II.4.3. Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X est une technique qui permet d'identifier les phases cristallines et fournit des informations la cristallinité et les paramètres cristallographiques. Sa théorie de fonctionnement est basée sur l'interaction d'un faisceau de rayons X d'une longueur d'onde donnée avec un atome ou un groupe d'atomes qui se répète de manière irrégulière dans les trois dimensions de l'espèce de réseau cristallin observé. Les rayons X de longueur d'onde est susceptible de se refléter sur les plans réticulaires déterminés par la loi de Bragg suivant un angle [71]. Les conditions de cette analyse sont définies avec les paramètres suivants :

Une taille de pas minimum pour l'axe oméga de $0,0001^\circ$ et pour l'axe Phi de $0,1^\circ$. Le rayonnement incident utilisé était une combinaison des longueurs d'onde K-Alpha1 ($1,5405\text{\AA}$) et K-Alpha2 ($1,5444\text{\AA}$), avec une ration K-Alpha1 de 0,5. Le générateur du tube rayon X fonctionnait à une tension de 45kV et un courant de 40mA. Les résultats en un total de 2856 points acquis. Le type de scan utilisé était continu, avec angle de départ pour l'axe Phi de $330,7^\circ$ et temps d'acquisition par pas de 27,540 secondes.



FigureII.11 : Diffractomètre.

II.4.4. Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) et analyse thermogravimétrique (ATG) :

La calorimétrie à balayage différentiel est une technique servant à étudier les transitions thermiques d'un matériau (fusion, transition vitreuse, cristallisation, ...). Cette mesure consiste à déterminer la variation de flux thermique émis ou par un échantillon lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. Lors d'une chauffe ou d'un refroidissement, toute transformation intervenant dans un matériau est accompagnée d'un échange de chaleur [72]. Les échantillons analysés sont soumis à des conditions de température allant de 30°C à 700°C avec un pas de $10^\circ\text{C}/\text{min}$.



Figure II. 12 : Analyseur thermique combiné (ATG, DSC).

Chapitre III :

Résultats et discussions

III.1.Spectroscopie ultraviolet-visible :

L'évaluation de l'efficacité d'encapsulation de l'huile de grains de figue de barbarie (HGFB) a été réalisée à une longueur d'onde de 278 nm, conformément établie (Figure III.1). Les résultats obtenus, présentés dans le tableau III.1, mettent en évidence l'influence de la concentration initiale d'huile sur le taux d'encapsulation (EE%).

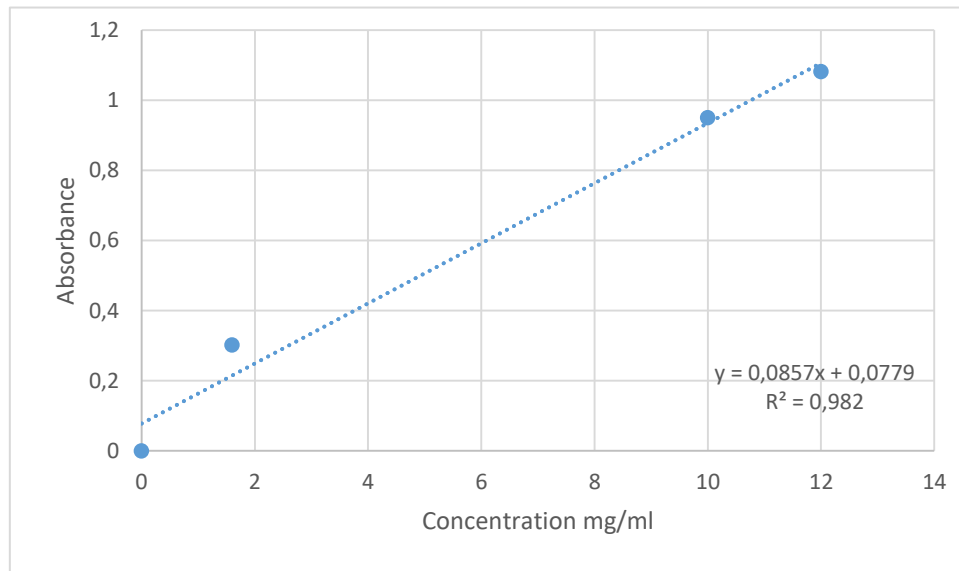


Figure III.1 : Courbe d'étalonnage de l'huile de grains de figue de barbarie HGFB à $\lambda=278\text{nm}$.

Le tableau 1 illustre la variation du taux d'encapsulation (EE%) en fonction de concentration de l'huile.

Tableau III.1 : Influence de la concentration de HGFB sur l'efficacité d'encapsulation.

Ci (HGFB) mg/ml	25	37,5	50
Cr (HGFB) mg/ml	23,37	33,28	49,36
EE%	88,76 $\pm$ 2	93,51 $\pm$ 2	98,73 $\pm$ 2

Dans cette étude, l'efficacité d'encapsulation de l'huile de Grains de figue de Barbarie (HGFB) a montré une augmentation avec la concentration en huile, atteignant 88,76 % pour 0,5 g et 93,51 % pour 0,75 g. Bien qu'une efficacité maximale de 98,73 % ait été observée à 1 g, le taux d'amélioration d'efficacité d'encapsulation de 5,5% passant de 0,75 g à 1 ne justifie pas nécessairement que c'est la meilleure formulation.

Une charge lipidique excessive peut en effet entraîner une saturation du système encapsulant, une surcharge des polymères et potentiellement une libération prématurée ou moins contrôlée du composé actif. Le dosage de 0,75 g représente un compromis optimal, assurant une efficacité d'encapsulation élevée tout en maintenant un bon équilibre entre la charge d'huile et les propriétés physico-chimiques des microcapsules. Ce taux apparaît donc comme le plus prometteur pour des investigations ultérieures. Ces observations sont cohérentes avec des études récentes qui soulignent l'importance d'optimiser la concentration en huile pour maximiser l'efficacité d'encapsulation sans compromettre la stabilité des microcapsules. Par exemple, Rahim et al. (2022) ont démontré que des conditions de séchage par atomisation optimisées permettaient d'obtenir une efficacité d'encapsulation de 83,77 % pour des mélanges d'huiles de chia et de poisson, tout en maintenant la qualité oxydative des microcapsules [73].

De même, Chen et al. (2022) ont observé que la combinaison de protéines de soja isolées (SPI) et de polysaccharides de soja (SPS) en tant que matériaux de paroi offrait une efficacité d'encapsulation élevée (63,55 %) pour l'huile de graines d'argousier, mettant en évidence l'importance du choix des matériaux d'encapsulation [74].

Enfin, Izadi-Najaf Abadi et al. (2022) ont optimisé l'encapsulation de l'huile de graines de Balangu, obtenant une efficacité d'encapsulation significative en ajustant les conditions d'émulsification et de séchage, ce qui souligne l'importance de l'optimisation des paramètres de processus pour garantir la qualité des microcapsules [75].

III.2. Spectroscopie par infrarouge (FTIR) :

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (Figure III.2.a) a été réalisée pour l'alginate (Alg) et la gélatine (Gél).

Pour le spectre IR de l'alginate [76] : Les régions des groupements fonctionnels ont montré des pics d'onde à :

- Large bande autour de $3200-3400\text{cm}^{-1}$ qui représente typiquement des vibrations d'étirement des liaisons O-H, dans l'alginate, cela est principalement dû aux nombre des groupes hydroxyle (-OH) présents dans la structure polyccharidique.
- Bande dans la région de 2920 cm^{-1} : Cette bande correspond aux vibrations d'étirement des liaisons C-H, présents dans le squelette carboné de l'alginate.

- Bande dans la région de $1400-1600\text{ cm}^{-1}$ ces bandes sont très importantes pour identifier les groupements carboxylate (COO^-) de l'alginate.

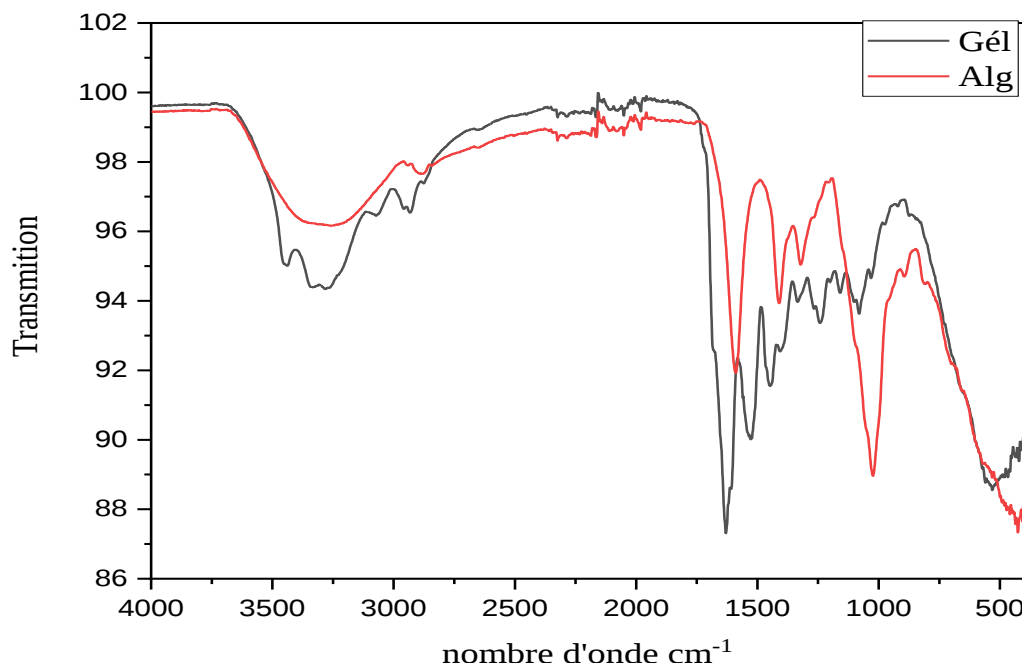


Figure III.2.a : Le spectrophotomètre infrarouge de l'Alginate (Alg) et de la gélatine (Gél).

L'étude de spectre FTIR de gélatine montre des pics importants. Le pic à 3294 cm^{-1} est dû à l'étirement O-H et à la vibration de N-H. Les pics à 1641 et 1544 cm^{-1} sont attribués respectivement au groupe carbonyle (amide I) et à la vibration d'étirement N-H. Les pics observés à 1452 , 1399 et 1230 cm^{-1} sont attribués respectivement à l'étirement C-N et N-H, à la flexion O-H et à l'amide-III [77].

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (Figure III.2.b) a été réalisée les différents composants : l'huile HGFB, l'alginate de sodium (Alg), la gélatine (Gél) ainsi que les microcapsules obtenues avec différentes quantités d'huile (0,5g ; 0,75g ; 1g).

Le spectre de l'huile (HGFB) [78] montre de bandes caractérisées :

- Vers 3000 cm^{-1} : Bande due à la vibration d'élongation des liaisons C-H des doubles liaisons (présentes des acides gras insaturés).
- Vers 2850 cm^{-1} et 2950 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique des groupes $-\text{CH}_2-$ présente dans les acides gras.

- Une bande forte autour de 1740 cm^{-1} liée à l'élongation du groupe carbonyle $\text{C}=\text{O}$ des triglycérides, les principaux composants des huiles végétale.
- Vers 1460 cm^{-1} et 1375 cm^{-1} : Bandes dues aux vibrations de déformation des groupes de $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$.
- Entre 1160 et 1090 cm^{-1} : Bandes associées aux vibrations $\text{C}-\text{O}$ des liaisons ester.

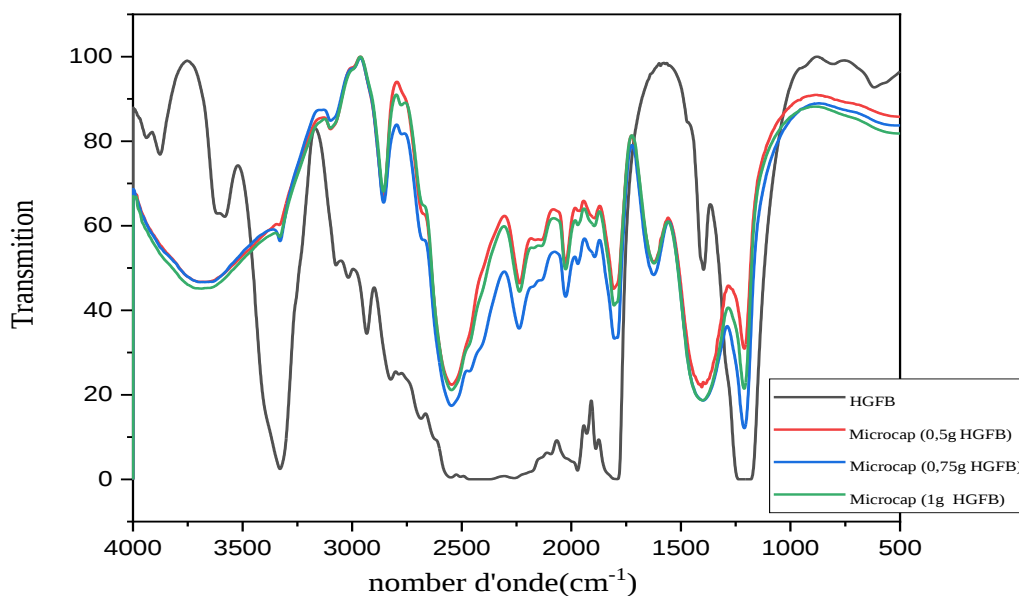


Figure III.2.b : Le spectre Infrarouge de HGFB (huile), Alg (alginate), Gél (gélatine), Microcapsules (0,5g ; 0,75 et 1g HGFB).

L'analyse FTIR des microcapsules contenant différentes concentrations d'huile de grains de figue de Barbarie (HGFB) (0,5 g ; 0,75 g et 1 g) révèle des variations d'intensité des bandes d'absorption, reflétant l'influence de la concentration d'huile sur la structure chimique des microcapsules. Les bandes caractéristiques de l'huile, telles que celles associées aux liaisons $\text{C}-\text{H}$ ($\sim 2920\text{ cm}^{-1}$) et aux liaisons ester (entre 1160 et 1090 cm^{-1}), présentent une intensité plus marquée à 0,75 g, suivie de celui 1g puis 0.5g. Cette variation indique une meilleure interaction

moléculaire entre l'huile et la matrice polymérique à la concentration intermédiaire, suggérant une encapsulation plus efficace et homogène. Bien que l'échantillon à 1g présente une quantité d'huile plus élevée, l'intensité moins importante pourrait refléter une saturation de la matrice ou une dispersion moins uniforme. Cette tendance suggère une incorporation plus importante de l'huile dans la matrice polymérique. Les pics caractéristiques de l'alginate,

notamment les bandes O-H ($3200-3400\text{ cm}^{-1}$) et COO^- ($1400-1600\text{ cm}^{-1}$), restent présents dans tous les échantillons, mais leur intensité relative diminue avec l'augmentation de la concentration en huile, indiquant une possible interaction entre l'huile et la matrice d'alginate. Concernant la gélatine, les bandes observées à 3294 cm^{-1} , 1634 cm^{-1} , 1541 cm^{-1} , 1452 cm^{-1} , 1399 cm^{-1} et 1230 cm^{-1} sont également présentes et montrent des variations d'intensité en fonction de la composition des microcapsules. Ces variations peuvent être attribuées à des interactions entre la gélatine, l'alginate et l'huile encapsulée. Notamment, la concentration de 0,75 g de HGFB semble offrir un équilibre optimal, avec des bandes FTIR plus prononcées, suggérant une encapsulation et une dispersion efficaces de l'huile dans la matrice polymérique. Cette observation est cohérente avec des études antérieures qui ont montré que des concentrations intermédiaires d'huile peuvent favoriser une meilleure interaction entre les composants de la microcapsule, améliorant ainsi la stabilité et l'efficacité d'encapsulation [78,79, 80].

III.3. Analyse Thermique:

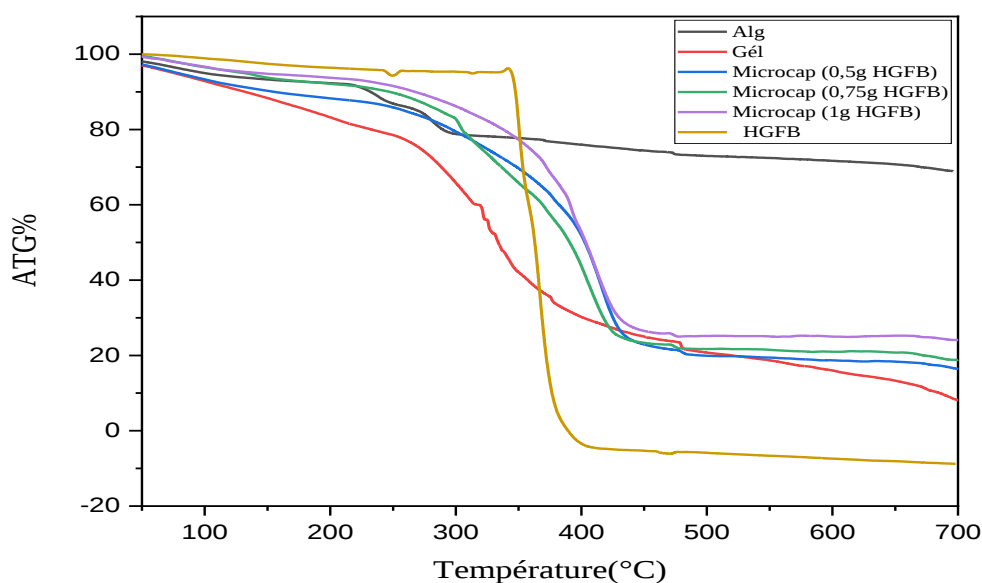


Figure III.3 : Analyse thermique ATG de HGFB (Huile), Alg(Alginate), Gél (gélatine) et Microcapsules (0,5 ; 0,75 et 1g HGFB).

L'analyse thermogravimétrique (ATG) (Figure III.3) a permis d'évaluer la stabilité thermique des microcapsules contenant de l'huile de grains de figue de Barbarie (HGFB). L'alginate et la gélatine utilisées comme agents d'encapsulation, présentent une première perte de masse entre 30 °C et 150 °C, due à l'évaporation de l'eau, suivie d'une dégradation majeure entre 230 °C et 380 °C. L'huile de HGFB seule montre une dégradation significative à partir de

300 °C et se décompose presque complètement avant 450 °C. En revanche, les microcapsules enrichies en HGFB, notamment à 1 g, présentent un comportement thermique nettement amélioré, avec un début de dégradation retardé (à partir de 239 °C), une perte de masse plus lente, et une quantité résiduelle plus importante en fin d'analyse. Cette amélioration est attribuée à l'effet protecteur de la matrice polymérique, qui agit comme une barrière thermique, isolant l'huile de l'environnement extérieur. L'augmentation de la concentration en HGFB influence également le profil de dégradation, renforçant la contribution thermique de l'huile sans compromettre la stabilité globale. Ces résultats confirment que l'encapsulation est une stratégie efficace pour améliorer la résistance thermique de l'huile de figue de Barbarie [81,78].

III.4. Analyses par Calorimétrie Différentielle à Balayage :

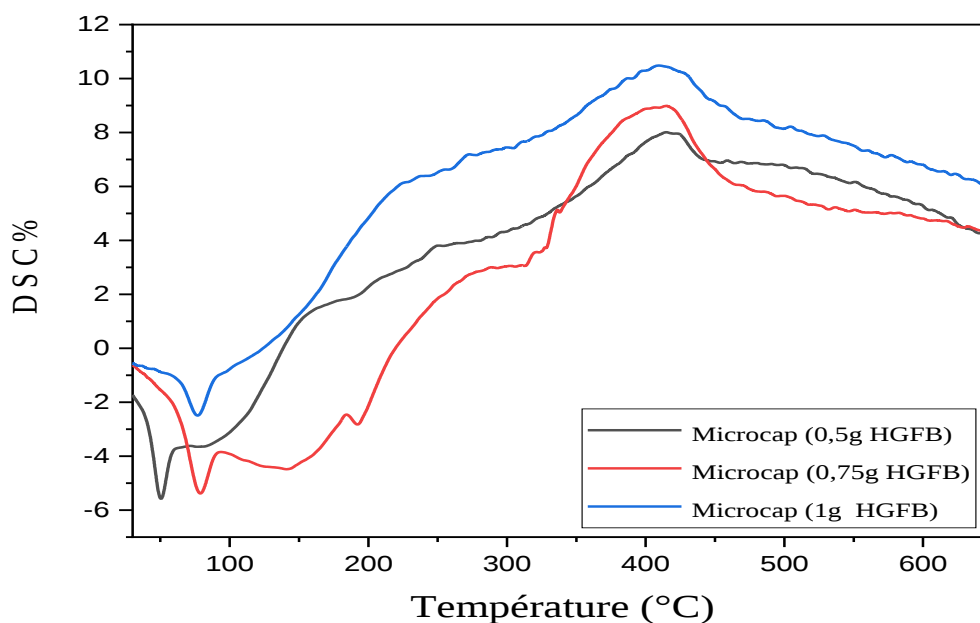


Figure III. 4 : courbes d'analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) des Microcapsules (0,5 ; 0,75 et 1g de HGFB).

L'analyse DSC des microcapsules (Figure III.2) révèle deux transitions thermiques majeures. Un premier pic endothermique, observé entre 50 °C et 100 °C pour les trois échantillons, correspond probablement à l'évaporation de l'eau résiduelle. Ce phénomène est moins marqué dans les microcapsules contenant 1 g d'huile, traduisant une hydrophobicité plus élevée comparée à celles contenant 0,5 g et 0,75 g. La zone thermique la plus significative se situe entre 350 °C et 470 °C, où un large pic est enregistré pour toutes les microcapsules. Toutefois, celle contenant 1 g d'huile présente un pic plus intense et légèrement déplacé vers

des températures plus élevées, indiquant une meilleure stabilité thermique. La microcapsule avec 0,75 g d'huile présente un comportement intermédiaire, tandis que celle à 0,5 g montre une transition moins prononcée, suggérant une structure moins résistante à la chaleur.

Bien que la stabilité thermique maximale soit atteinte avec 1 g d'huile, la formulation contenant 0,75 g constitue un compromis optimal entre hydrophobicité, stabilité thermique et efficacité d'encapsulation (93,5 %). Elle présente des performances thermiques satisfaisantes, ce qui en fait une candidate idéale pour les études de libération contrôlée. Ainsi, l'augmentation de la teneur en huile encapsulée améliore non seulement l'hydrophobicité, mais également la stabilité thermique globale des microcapsules. En conclusion, l'analyse DSC montre que si la stabilité thermique tend à croître avec la concentration en huile, une dose modérée comme 0,75 g permet d'obtenir un excellent équilibre entre performance thermique et efficacité d'encapsulation. Des résultats similaires ont été rapportés par d'autres auteurs utilisant des biopolymères naturels, Otálora et al soulignant que l'efficacité globale ne dépend pas uniquement de la quantité d'actif incorporé, mais aussi du choix judicieux des polymères encapsulant [82].

III.5. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX) :

La Figure III.5.a présente les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X (DRX) pour différents échantillons : l'alginate, la gélatine, l'huile de figue de Barbarie (HGFB), ainsi que la Figure III.5.b présente les résultats des microcapsules contenant respectivement 0,5 g ; 0,75 g et 1 g d'huile.

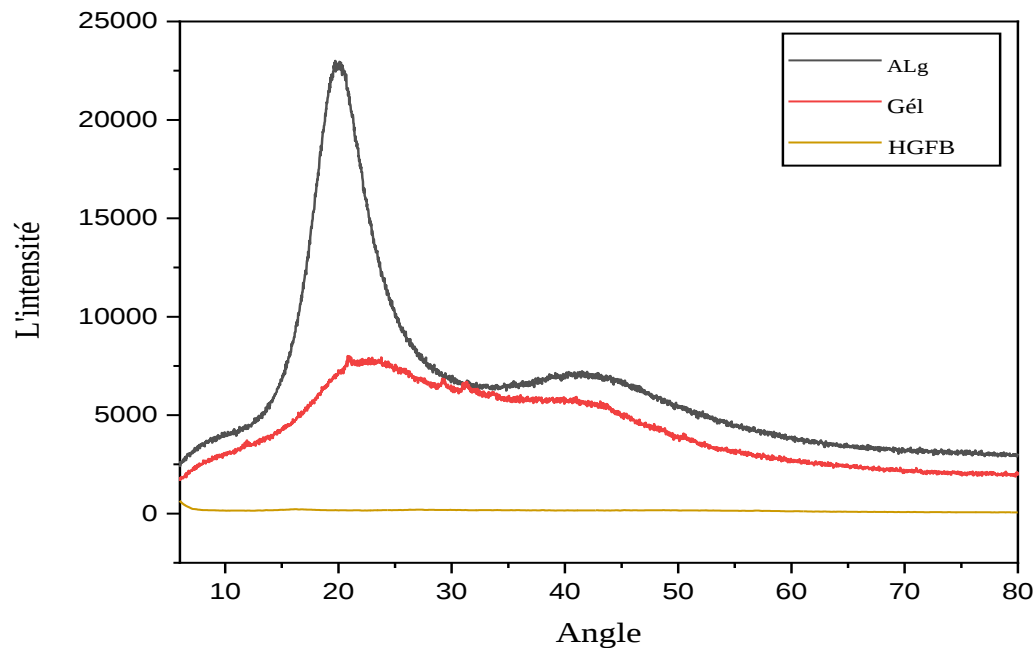


Figure III.5.a : Spectre analyse par diffraction des rayons X de HGFB, Alg (alginate), Gél (gélatine).

Cette analyse met en évidence des différences notables dans la structure cristalline des matériaux, permettant de distinguer les phases cristallines des phases amorphes. L'interprétation détaillée de chaque courbe est présentée ci-dessus. Alginate de sodium : Un pic distinct apparaît autour de $2\theta \approx 13^\circ$ à 24° , indiquant une structure semi-cristalline. Ce signal caractéristique reflète la présence de zones ordonnées au sein de la matrice polymérique, typiques des polysaccharides comme l'alginate, qui présentent à la fois des régions cristallines et amorphes [83]. Pour la gélatine : la courbe présente un modèle de diffraction amorphe [84], sans structure cristalline définie. Les pics sont très faibles, ce qui est typique des matériaux amorphes. Huile (HGFB) : Le diffractogramme présente un profil amorphe, sans pics cristallins distincts, mais plutôt un signal diffus à faible angle. Ce comportement est typique des huiles essentielles ou des extraits végétaux, qui tendent à adopter une structure désorganisée et amorphe.

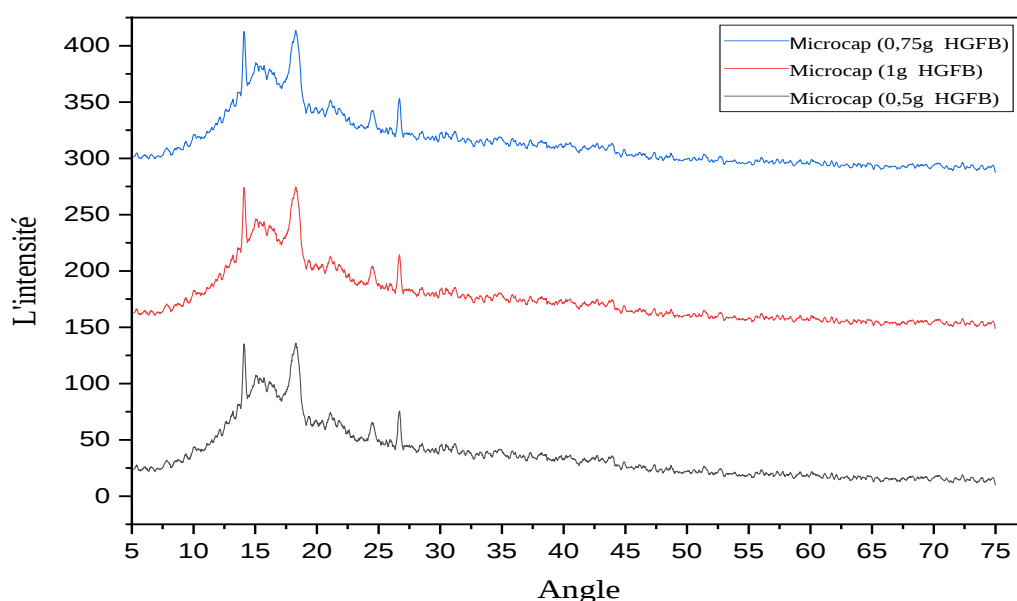


Figure III.5.b : Spectre analyse par diffraction des rayons X des microcapsules (0,5g ; 0,75g et 1g).

L'analyse DRX des microcapsules contenant différentes concentrations d'huile de figue de Barbarie (0,5 g ; 0,75 g et 1 g) Figure III.5.b confirme l'encapsulation de l'huile de figue de Barbarie, comme en témoigne la présence simultanée des pics caractéristiques de l'alginate et de la gélatine dans les courbes des microcapsules. Ensuite, on observe que les trois courbes correspondant aux différentes concentrations d'huile (0,5 g ; 0,75 g et 1 g) présentent un profil globalement similaire, indiquant une structure comparable, bien que de légères variations d'intensité ou de largeur des pics soient notées en fonction de la quantité d'huile encapsulée. L'augmentation de la quantité d'huile entraîne une perte de cristallinité progressive, ce qui confirme une meilleure dispersion de l'huile dans la matrice mais aussi un effet plastifiant de l'huile sur la structure des microcapsules. Cela peut influencer la libération contrôlée et la stabilité du système. Ces observations sont cohérentes avec des études récentes soulignant l'effet plasticifiant des huiles dans les biopolymères et leur influence sur la cristallinité et la performance des microcapsules [85, 86, 87].

III.6. Etude de la cinétique de la libération des microcapsules (0,75g de HGFB) :

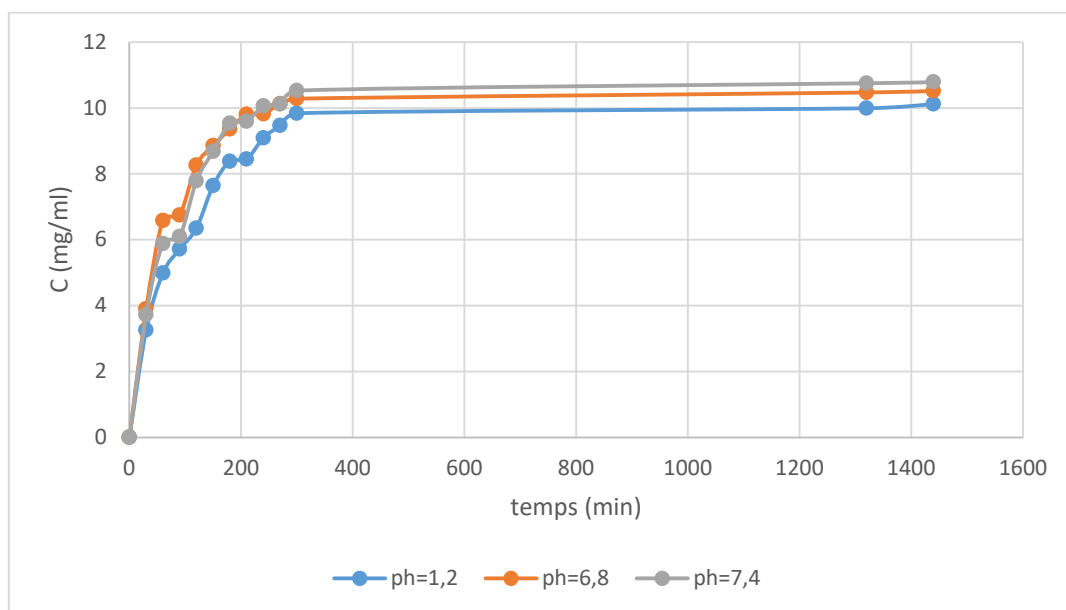


Figure III.6 : Profil de libération des microcapsules de 0,75g dans des différents milieux de pH.

La figure III.6 présente le profil de libération de l'huile encapsulée à partir des microcapsules contenant 0,75 g d'huile dans trois milieux simulant différentes conditions physiologiques : un pH acide (pH 1,2 – SGF), un pH intestinal (pH 6,8 – SIF) et un pH colique (pH 7,4 – PBS). La cinétique de libération montre deux phases distinctes : Phase initiale (0 à 200 minutes) : Une libération rapide est observée à pH 6,8 et 7,4, principalement attribuée à la diffusion de l'huile faiblement retenue ou adsorbée en surface de la matrice polymérique. Ce comportement est typique des systèmes biopolymériques encapsulant des huiles essentielles, comme rapporté par Abd El-Mageed et al. (2022), qui ont observé une libération rapide initiale due à la faible interaction entre l'huile et les polymères en surface [88]. Phase prolongée (400 à 1440 minutes): La libération devient plus lente et contrôlée, en particulier à pH 6,8 et 7,4. Cela s'explique par une désintégration progressive du réseau alginate-gélatine sous l'effet du pH, permettant un relargage plus ciblé et soutenu de l'huile encapsulée. Ce mécanisme est en accord avec les travaux d'Arfat et al. (2021), qui ont montré que les systèmes à base d'alginate-gélatine assurent une protection en milieu gastrique et une libération adaptée en conditions intestinales [89]. À pH 1,2 ; la libération reste un peu faible tout au long de l'expérimentation, mettant en évidence la capacité gastroprotectrice de la matrice, qui reste compacte et peu perméable en milieu acide. Cette stabilité est renforcée par la forte efficacité d'encapsulation observée (93,51 %), indiquant que le système encapsulant

est apte à protéger l'huile dans l'environnement gastrique tout en permettant une libération contrôlée au niveau intestinal et colique, comme souhaité pour les applications orales ciblées.

Conclusion générale

Conclusion générale :

Ce travail de recherche a permis d'explorer avec succès le potentiel de l'encapsulation de l'huile précieuse de figue de barbarie à l'aide d'une matrice biopolymérique constituée d'alginate de sodium et de gélatine. Cette stratégie s'est révélée efficace pour protéger les composés bioactifs sensibles contenus dans l'huile, ouvrant ainsi des perspectives prometteuses pour des applications dans les domaines de la cosmétique, de l'agroalimentaire et de la pharmaceutique.

Les différentes analyses menées sur les matières premières ainsi que sur les microcapsules obtenues ont permis de caractériser de manière approfondie leurs propriétés physico-chimiques, structurales et fonctionnelles.

Les analyses thermogravimétriques (ATG) et calorimétrique différentielle à balayage (DSC) ont fourni des informations essentielles sur la stabilité thermique des composants. Il a été observé que l'huile pure commence à se dégrader aux alentours de 300 °C, tandis que son encapsulation dans une matrice à base d'alginate et de gélatine confère aux microcapsules une meilleure résistance thermique.

La spectroscopie infrarouge (IR) a permis d'identifier les groupements fonctionnels caractéristiques de l'huile, de l'alginate et de la gélatine, confirmant leur présence conjointe au sein des microcapsules, et validant ainsi le succès de l'encapsulation. L'analyse UV-Visible a été utilisée pour évaluer la présence et la concentration relative des composés bioactifs, montrant que les microcapsules préparées avec 0,75 g d'huile présentent les meilleurs résultats en termes de rendement d'encapsulation et de libération contrôlée, en raison d'un équilibre optimal entre l'huile, l'alginate et la gélatine.

La diffraction des rayons X (DRX) a fourni des données structurales sur la nature cristalline ou amorphe des échantillons, renforçant la compréhension de l'organisation moléculaire au sein de la matrice encapsulante. Les résultats obtenus confirment la bonne incorporation de l'huile dans le réseau biopolymère.

Bien que l'efficacité d'encapsulation soit globalement élevée, une concentration excessive de l'huile peut, dans certains cas, altérer la qualité des microcapsules, mettant en évidence l'importance du dosage optimal. En somme, cette étude a permis de démontrer la faisabilité de l'encapsulation de l'huile de figue de barbarie via une méthode de coacervation complexe utilisant des biopolymères naturels. Les résultats obtenus confirment l'efficacité de

cette approche comme stratégie innovante de valorisation d'une ressource naturelle à haute valeur ajoutée. Des études complémentaires sont néanmoins recommandées afin d'optimiser les paramètres du procédé et d'envisager des applications ciblées dans l'industrie.

Références bibliographique

Références bibliographiques :

- [1] Bakkali. F, Avertebeck. S, Avertebeck. D, Idaomar. M. Biological effects of essential oils – A review. Food and Chemical Toxicology, 46(2), 446–475, 2008.
<https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>
- [2] Elfalleh.W, Hannachi.H, Tlili.N, Yahia.Y, Nasri. N, Ferchichi. A. Total phenolic contents and antioxidant activities of pomegranate peel, seed, leaf and flower. Journal of Medicinal Plants Research, 5(19), 4728–4735,2011
- [3] Bellache. R, Hammiche .D, Boukerrou .A et al. Prickly pear seed oil (PPSO) encapsulated by biodegradable polymer Poly-hydroxy-butyrate-co-valerate (PHBV). Materials Today: Proceedings, 16(1), 22-26, 2022.<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.11.441>
- [4] Xiao.J, Yu.H, Yang.J. Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic,Arabian journal of chemistry, 3(3), 266109, 2010.
- [5] Meridja. A, Moussa. A.N, Chetouane. H, Extraction et caractérisation des huiles essentielles et/ou des composés phénolique d’Opuntia ficus-indica et de Syzygium Aromaticum, Mémoire de master, Université Ibn Khaldoun–Tiaret, 2018-2019
- [6] Msaddak .L, Propriétés techno-fonctionnelles et substances bioactives de deux ingrédients alimentaires : cladodes du figuier de barbarie et feuilles de vigne, thèse de doctorat, Université de Gabès, 2018.
- [7] Khellaf. B et Zimouche. I, L’utilisation du figuier de barbarie (Opuntia ficusindica) comme base pour des produits cosmétiques Innovants, Mémoire de Master, Université Abdelhafid Boussouf- Mila, 2022-2023.
- [8] Benattia. F, Analyse et application des extraits de pépins de figues de barbarie, Thèse de doctorat, Université Aboubekr belkaid Tlemcen, 2017.
- [9] Ahmed ben Yahia. A, Etude de la composition et Intérêt des Cladodes du Fiquier de Barbarie dans l’industrie agroalimentaire, Mémoire de Master, Université Aboubakr Belkaid, 2022-2023.
- [10] Salmaoui.S, Contribution à la valorisation des résidus Agro-Alimentaires cas des graines de figues de barbarie (opuntia ficus indica) et des grignons d’olives, thèse de doctorat, université de Sultan moulay slimane, 2017.

- [11] Ghlouci. F.Z, étude de l'impact écologique causé par les ravages du *Dactylopius coccus* sur les opuntias de la région de Tlemcen, mémoire de master, université de Tlemcen, 2023.
- [12] Assifer. A, Figuier de Barbarie (*Opuntia ficus-indica*) : Projet d'entrepreneuriat, extraction d'huile de pépins, Mémoire de Master, Université des Frères Mentouri Constantine, 2018- 2019.
- [13] Rebman .J.P, Pinkava .D.J. *Opuntia cacti of North America : An overview*. Flor Entom, 84(4), 474-482,2001. <https://doi.org/10.2307/3496374>
- [14] Reggane. L, Étude bibliographique sur la valorisation biotechnologique des Cladodes du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*), Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de tizi ouzou, 2020-2021.
- [15] Hadjkouider. B, Approche de caractérisation et d'identification des espèces du genre *Opuntia* (sous genre platy opuntia) dans les zones steppiques et perspectives d'amélioration, Mémoire de Magister, Université Saad Dahleb de Blida, 2008.
- [16] Boutakiout. A, Etude physico-chimique, biochimique et stabilité d'un nouveau Produit : jus de cladode du figuier de Barbarie marocain (*Opuntia ficus-indica* et *opuntia megacantha*), Thèse de doctorat, Université d'Angers, 2017.
- [17] Tamine Milouda, Production d'acide lactique par *Lactococcus lactis* subsp. *lactis* sur Jus De figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*), thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif 1,2019.
- [18] Feugang. J, Konarski. P, Zou. D, Stintzing. F,Zou. C. Nutritional and medicinal use of Cactus pear (*Opuntia* spp.) cladodes and fruits. *Frontiers in Biosci*, 11,2574-2589,2006.<http://dx.doi.org/10.2741/1992>
- [19] Achacha. M, Valorisation des biomatériaux extraits des raquettes et des pépins de figue de barbarie dans le traitement des eaux usées, Spécialité : gestion des changements environnementaux en méditerranéen, Mémoire de master, Université Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi-Bordj Bou Arreridj, 2022.
- [20] Benkikaia. B, Chebira. I, Production de substances bioactives par *Aspergillus repens* sur milieu à base d'extrait de Figues de Barbarie (*Opuntia ficus-indica*), Mémoire de Master, Université des frères Mentouri Constantine, 2014-2015.
- [21] Habibi. Y, Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la

- figue de barbarie Les polysaccharides pariétaux : caractérisation et modification chimique, Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier et Université Cadi Ayyad, 2004.
- [22] Djebbari. N, Valorisation du fruit de la figue de barbarie (*Opuntia ficus indica* L.) de deux zones, une zone humide (Ait Yahya Moussa, Tizi Ouzou) et une zone semi-aride (Mdoukal Batna) par la fabrication de vinaigre, Mémoire de Master ,Université Mohammed Khider de Biskra, 2021- 2022.
- [23] Nobel. P.S. *Cacti : Biology and Uses*. California, États-Unis : University of California Press, 1963-265,2002.
<https://doi.org/10.1525/california/9780520231573.001.0001>
- [24] Melek. M, Abdoulmoumouni. B, Utilisation des cladodes du Figuier de barbarie dans le traitement des faux uses, Mémoire de Master, Université Djilali Bounaama-Khemis Miliana, 2019-2020.
- [25] Maha Borchani. C. M, Contribution à la valorisation de la pulpe, de la peau et du tourteau de graines de figue de barbarie (*opuntia* spp), Thèse de Doctorat, Ecole nationale d'ingénieurs de sfax, 2022.
- [26] Nassar .A.G. Chemical composition and functional properties of prickly pear (*Opuntia ficus-indica*) seeds flour and protein concentrate. *World Journal of Dairy Food Sciences*, 3(1), 11-16, 2008. [https://idosi.org/wjdfs/wjdfs3\(1\)/2.pdf](https://idosi.org/wjdfs/wjdfs3(1)/2.pdf)
- [27] Nitiéma .Y.S, Son .G, yé .S, Nébié.R .C. Optimisation des paramètres d'extraction à froid de l'huile d'*azadirachta indica* A.juss et effet sur quelques caractéristiques chimiques de l'huileextraite, *biotechnol.agronomie.société.environement*, 16(4), 423-428, 2012.
https://www.researchgate.net/publication/315671763_Optimisation_des_parametres_d%27extraction_a_froid_de_l%27huile_d%27Azadirachta_indica_AJuss_et_effets_sur_quelques_caracteristiques_chimiques_de_l%27huile_extraite
- [28] Gbassi. G.K, Aspects physicochimiques de l'encapsulation et de la désencapsulation des probiotiques, Thèse de doctorat, université de strasbourg, 2010.
- [29] Bensaber. A, Microencapsulation d'un antihypertenseur (Hydrochlorothiazide) par des polymères biodégradables (PLA/PVPK30), caractérisation physico-chimique et pharmacocinétique, Mémoire de Master, Université Yahia Fares De Médéa, 2021-2022.
- [30] Ayachi. N, Elaboration de microcapsules biodégradables en vue d'une libération

- prolongée de principe actif hydrosoluble appartenant à la famille des antihypertenseurs, Thèse de Doctorat, université Saad Dahleb de Blida 1 ,2020.
- [31] N'nabinty. S, Valorisation des déchets de l'industrie oléicole : encapsulation des composés phénoliques de grignon d'olive et étude de l'influence de l'encapsulation sur leurs effets antioxydant et anti diabétique, Thèse de Doctorat, Université Mohammed V-Agdal, 2022.
- [32] Louni. S, Déformation plastique dans des empilements de capsules, Mémoire de Projet de Fin d'Etudes pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état, Ecole Nationale Polytechnique, 2018.
- [33] Rais. I, Melikaoui. S, Formulation d'un système d'encapsulation à application pharmaceutique, Mémoire de Master, Université de Médéa, 2022-2023.
- [34] Sebaoui. O, Modélisation et optimisation de l'extraction de la pectine à partir du zeste de citron et de son utilisation dans l'encapsulation des composés phénoliques des margines de l'industrie oléicole, Thèse de Doctorat, Université Mouloud Mammeri de Tizi ousou, 2018.
- [35] Assas. N, Elaboration et caractérisation de microparticules chargées de principe actif thérapeutique par encapsulation, Optimisation et modélisation des transferts de matières, thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif 1,2019
- [36] Sennouci. H, Etude des activités biologiques de l'huile essentielle de *Ammoides verticillata*, en combinaison avec les huiles essentielles de *curcuma longa* et *allium sativum* et micro-encapsulation de l'HE de *Ammoides verticillata* en vue d'une lutte biologique, Thèse de doctorat, Université Aboubakr Belkaid Tlemcen, 2019-2020
- [37] Benyelles. M, Encapsulation des polyphénols de la parche de café Et évaluation de leurs effets métaboliques chez le rat wistar obèse, Thèse de Doctorat, Université Aboubakr belkaid Tlemcen, 2023-2024.
- [38] Zeghouani. N.N, Bentazir. D, Encapsulation de molécules biologiquement actives dans des systèmes complexes à base de biopolymères, Mémoire de Master, Université Frères Mentouri Constantine 1, 2021-2022.
- [39] Ayyaril .S.S, Shanableh .A, Bhattacharjee .S, Rawas-Qalaji .M, Cagliani .R, Shabib .A.G, Khan. M. Recent progress in micro and nano-encapsulation techniques for environmental applications : A review. Results in Engineering, 18, 101094, 2023.
<https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.101094>

- [40] Kurtulbaş .E, Albarri .R, Torun .M, Şahin. S. Encapsulation of Moringa oleifera leaf extract in chitosan-coated alginate microbeads produced by ionic gelation. Food Bioscience, 50,102152, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102158>
- [41] Belasli. S, Microparticules polymériques : optimisation de l'approche d'encapsulation et caractérisations physicochimiques, Mémoire En vue de l'obtention du Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie, Université mouloud Mammeri, 2019–2020.
- [42] Bedie. K, Microencapsulation de composes nutraceutiques dans des complexes proteines-polysaccharides, thèse de Doctorat, Université Laval, 2008.
- [43] Theron. F, Conception et mise en œuvre d'un procédé intensifié continu de microencapsulation par polycondensation interfaciale, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2009.
- [44] Boukezzoula. A, Préparation et caractérisation physico-chimique des nanoparticules à base d'extrait de grenade et évaluation des activités biologique, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif 1, 2025.
- [45] Grima. S, Biodégradation de matériaux polymères à usage agricole : Etude e mise au point d'une nouvelle méthode de test, Analyse des produits de dégradation et impact environnemental, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2022
- [46] Bouzid. L, Modélisation Moléculaire des copolymères PMMA-PS, Thèse de doctorat, Université des sciences et de la technologie Mohamed Boudiaf, 2012.
- [47] Seyni. A, Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériau composite à charge dégradable produits par co-broyage, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008.
- [48] Kadi. M, Mekideche. R, Modification chimique de la gomme Agar et son utilisation comme excipient pharmaceutiques, Mémoire de master, Université Dr Yahia Fares de Médéa, 2020.
- [49] Chatal. V, Biomatériaux, Dossier : Tout savoir sur la recherche, 2006.
- [50] Schimidt. R, Comportement des matériaux dans les milieux biologique :

- applications en médecine et biotechnologie, Presses Polytechniques et Universitaires, Paris, 7, 1999.<https://www.mollat.com/livres/1432965/rainer-schmidt-traite-des-materiaux-vol-7-comportements-des-materiaux-dans-les-milieus-biologiques-applications-en-medecine-et-biotechnologie>
- [51] Behloul. L, Hamdaoui. L, Effet d'un Renfort Biodégradable sur les Propriétés Physico-mécaniques d'un Biopolymère PHBV, Thèse de doctorat, Université A-Mira, 2015.
- [52] Holy. N. R, Paquot. M, Philippe. D, Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique. Biotechnologie. Agronomy. Society and Environnement, 10 (3), 185-196,2006. https://www.researchgate.net/publication/26440472_Les_polymeres_issus_du_vegetal_materiaux_a_proprietes_specifiques_pour_des_applications_ciblees_en_industrie_plastique
- [53] Mansouri. M, Etude des propriétés thermique et mécaniques de biopolymères sous faisceau d'électrons, Thèse de doctorat, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, 2017.
- [54] Boukerrou. A, Hammiche. D, Effet D'un Renfort Biodégradable Sur Les Propriétés Physico-Mécaniques D'un Biopolymère Phbv, Mémoire de Master, Université A. Mira- Bejaia, 2015
- [55] Donno .D, Cerutti .A, Prgomet .I, Mellano .M, Beccaro .G, Foodomics for mulberry fruit (Morus spp.) : Analytical fingerprint as antioxidants and health properties determination tool. Food Research International, 69, 179-188, 2015.
- [56] Mokrani. N, Préparation et étude du comportement de membranes bio-polymères Alginate de sodium/chitosane, Mémoire de Master, Université M'Hamed Bougara, 2013.
- [57] Palluault. V, Nouveaux traitements de surface respectueux de l'environnement par des gels polymères réticulables : Application à la préparation des surfaces d'usage dans le secteur aéronautique, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2010.
- [58] Huang .X, Xiao .Y, Lang .M. J. C. P. Micelles/sodium-alginate composite gel beads : A new matrix for oral drug delivery of indomethacin, Carbohydrate polymers, 87(1), 790-798, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.08.067>
- [59] Saji .S, Hebden .A, Goswami .P, Du .C, A brief review on the development of alginate extraction process and its sustainability, Sustainability, 14(9), 5181, 2022.

- <https://doi.org/10.3390/su14095181>
- [60] Barbu. A, Neamtu .B, Zăhan .M, Iancu .G.M, Bacila .C, V. M, Current trends in advanced alginate-based wound dressings for chronic wounds. Journal of personalized Medicine, 11(9), 890, 2021. <https://doi.org/10.3390/jpm11090890>
- [61] Kadam. S. U, Tiwari .B.K, O'Connell .S, O'Donnell .C. P. J. S. S, Effect of ultrasound pretreatment on the extraction kinetics of bioactives from brown seaweed (*Ascophyllum nodosum*), 50(5), 670-675, 2015. <https://doi.org/10.1080/01496395.2014.960050>
- [62] Midegue. M, Aoula. S, Formulation et étude de stabilité d'un gel Hydratant à base d'un biopolymères d'origine des algues marines , Mémoire de Master, Université Saad Dahleb-Blida 1, 2023.
- [63] Letocha .A, Miastkowska .M, Sikora .E. J. P, Preparation and characteristics of alginate microparticles for food. pharmaceutical and cosmetic applications. Polymers, 14, (18), 3834, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14183834>
- [64] Thị-Thanh-Trúc Phùng et al, Sodium Alginate as a promising encapsulating material for extremely-oxygen sensitive probiotics. Food Hydrocolloids 160, (3), 110857, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2024.110857>
- [65] Joanne Lai et al, Alginate-Based Encapsulation Fabrication Technique for Drug Delivery : An Updated Review of Particle Type, Formulation Technique, Pharmaceutical Ingredient, and Targeted Delivery System. Pharmaceutics, 16(3), 370, 2024. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics16030370>
- [66] Narmin Nezamdoost-Saniet al, Alginate and derivatives hydrogels in encapsulation of Probiotic bacteria: An updated review. Food Bioscience, 52,102433,2023 <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2023.102433>
- [67] Mohammad Arshad Javed Shaikh et al, Sodium alginate-based drug delivery for diabetes management: A review. International Journal of Biological Macromolecules, 236, 123986, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.123986>
- [68] Yilun Weng a, Guangze Yang et al, Historical Perspective; Alginate-based materials for enzyme encapsulation, Advances In Colloid and Interface Science, 318, 102957,2023. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2023.102957>
- [69] Ouameur. A. A, Etude structurale des interactions entre les polyamines endogènes et

- les acides nucléiques : Les significations biologiques, Mémoire de Master, Université du Québec à Trois-Rivières, 2006.
- [70] Allag. C, Allaoua. A, Abdelkadousa. R, Belarbi. R, Mise au point et optimisation des nanoparticules polymérisées pour l'encapsulation d'un antibiotique : A propos du métronidazole, Mémoire de master, Université Mouloud Mameri Tizi-Ouzou, 2022
- [71] Mokrane. A, Riazi. F, Synthèse et caractérisation des biocomposites à base d'argile et biopolymère (amidon et chitosane), Mémoire de master, Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib ,2022/2023.
- [72] Hammache. D, Ibbari. A, Elaboration et caractérisation d'in composite à renfort biodégradable, Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, 2017-2018.
- [73] Rahim. M.A, Imran. M, Khan. M.K, Ahmad. M.H, Ahmad. R.S. Impact of spray drying operating conditions on encapsulation efficiency, oxidative quality, and sensorial evaluation of chia and fish oil blends, Journal of food processing and preservation, 45(12),16248,2021. <https://doi.org/10.1111/jfpp.16248>
- [74] Zhang. H, Song. G, Ma. W, Guo. M, Xiao. L, Dan. L, Yu. Y, Wei. Q, Zhou.Z, Li. L, Li. L. Microencapsulation protects the biological activity of sea buckthorn seed oil. Food Science Technology, 9(3), 104389, 2022. <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.1043879>
- [75] Izadi-Najaf Abadi. P, Ahmadi-Dastgerdi. A. Optimization of Emulsification and Microencapsulation of Balangu (Lallemantia royleana) Seed Oil by Surface Response Methodology. Food science and technology, 93, 5898937, 2022. <https://doi.org/10.1155/2022/5898937>
- [76] Le, N. T. A. Upcycling of fruit processing byproducts for enhancing food Preservation and delivery, thèse de doctorat, Nanyang Technological University, Singapore, 2024. <https://hdl.handle.net/10356/183067>
- [77] Roy. S, Min. S.J, Rhim. J. W. Essential Oil-Added Chitosan/Gelatin-Based Active Packaging Film: A Comparative Study. Journal of composite Materials, 57(7), 126-136, 2023. <https://doi.org/10.3390/jcs7030126>
- [78] Bellache. R, Hammiche .D, Boukerrou .A et al. Prickly pear seed oil (PPSO) encapsulated by biodegradable polymer Poly-hydroxy-butyrate-co-valerate

- (PHBV).Materials Today: Proceedings, 78(3), 2022.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.11.441>
- [79] Figueroa-Enriquez. C, Rodríguez-Félix. F, Castro. D, Nunez. D. Coating of Sodium Alginate with gelatin Nanoparticles and Pitaya Extract (*Stenocereus thurberi*): Physicochemical and Antioxidant Properties. Wiley, Journal of Food Quality, 2025.
<http://doi.org/10.1155/jfq/5756522>
- [80] Susiany. L, Lucciano. B, Preparation and characterization of alginate and gelatin microcapsules containing *Lactobacillus Rhamnosus*. Anais da Academia Brasileira de Ciências 89(AHEAD), 2017. <https://doi.org/10.1590/0001-3765201720170071>
- [81] Hu. G Wang .D, Sun. L, Corazzin. M, 4ORCID, Sun .X, Dou.L, Zhang.M, Zhao. L, Ye .J. Purification and Structure Identification of a Calcium-Binding Peptide from Sheep Bone Protein Hydrolysate. Foods, 11(17), 2655, 2022. <https://doi.org/10.3390/foods11172655>
- [82] Otálora. M. C, Wilches-Torres. A, Gómez Castaño. J.A. Spray-Drying Microencapsulation of Andean Blueberry (*Vaccinium meridionale* Sw.) Anthocyanins Using Prickly Pear (*Opuntia ficus indica* L.) Peel Mucilage or Gum Arabic: A Comparative Study. Foods, 12, 1811, 2023.
<https://doi.org/10.3390/foods12091811>
- [83] Bhagyaraj. S, Krup. I. Alginate-mediated synthesis of hetero-shaped silver nanoparticles and their hydrogen peroxide sensing ability. Molecules, 25(3), 435,2020.
- [84] Fawale. O. S, Abuibaid .A, Hamed. F, Kittiphattanabawon, P. Maqsood. S. Molecular, Structural, and Rheological Characterization of Camel Skin Gelatin Extracted Using Different Pretreatment Conditions. Foods, 10, 1563, 2021
- [85] Mohamed. H.E, et al. Effect of essential oil concentration on structure and properties of biopolymer-based microcapsules. Carbohydrate Polymers, 260, 117807, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117807>
- [86] Sahraei.R, et al. Plasticization and crystallinity reduction in biopolymer matrices loaded with lipid compounds: A physicochemical study. International Journal of Biological Macromolecules, 227, 879–887, 2023.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.01.102>
- [87] Ahmed. T. A, et al. Structural and thermal behavior of oil-loaded gelatin–alginate microcapsules for oral delivery. Food Hydrocolloids, 134, 108021, 2022.

<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.108021>

- [88]** Abd El-Mageed. M. M, et al. Encapsulation of essential oils using biopolymeric systems for controlled release in gastrointestinal tract. Journal of Molecular Liquids, 357, 119102, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.119102>
- [89]** Arfat. Y. A, et al. Biopolymer-based encapsulation of natural bioactives for targeted delivery in the gut: A review. Food Hydrocolloids, 113, 106461,2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106461>

Résumé

Ce travail de recherche a porté sur l'encapsulation de l'huile de graines de figue de Barbarie au sein d'une matrice bio-polymérique composée d'alginate de sodium et de gélatine, en utilisant la technique de coacervation complexe. L'objectif principal était de développer un système de micro-encapsulation capable de protéger les composés bioactifs de l'huile, d'en améliorer la stabilité thermique et structurale, et d'en contrôler la libération dans divers milieux physiologiques.

Les analyses physico-chimiques réalisées (ATG, DSC, IR, DRX, UV-Visible) ont permis de caractériser à la fois les matières premières et les microcapsules obtenues, en évaluant notamment la stabilité thermique, l'organisation structurale, la présence des groupes fonctionnels, ainsi que le rendement d'encapsulation. Les résultats les plus satisfaisants ont été obtenus avec une charge en huile de 0,75 g (35 mg/ml), révélant un bon équilibre entre les composants de la matrice.

Cette étude a démontré la faisabilité et l'efficacité de l'encapsulation de l'huile de figue de Barbarie par une méthode innovante de conservation faisant appel à des biopolymères naturels, ouvrant ainsi des perspectives prometteuses pour la valorisation de cette ressource. Des recherches complémentaires seront nécessaires pour optimiser le procédé et élargir ses applications potentielles dans le domaine industriel.

Mots-clés : Encapsulation, Extrait Naturel, Alginate de Sodium-Gélatine, Huile De Figue De Barbarie, Libération Contrôlée.

Abstract

This research focused on the encapsulation of prickly pear seed oil within a biopolymeric matrix composed of sodium alginate and gelatin, using the complex coacervation technique. The main objective was to develop a microencapsulation system capable of protecting the bioactive compounds of the oil, enhancing its thermal and structural stability, and controlling its release in various physiological environments.

Physicochemical analyses (TGA, DSC, FTIR, XRD, and UV-Visible) was performed to characterize both the raw materials and the resulting microcapsules, evaluating thermal stability, structural organization, the presence of functional groups, and encapsulation efficiency. The most satisfactory results were obtained with an oil load of 0.75 g (35mg/mL), indicating a well-balanced composition of the encapsulating matrix.

This study demonstrated the feasibility and effectiveness of encapsulating prickly pear seed oil using an innovative preservation method based on natural biopolymers, opening promising perspectives for the valorization of this resource. Further research is need to optimize the process and broaden its potential industrial applications.

Keywords: Encapsulation, Natural Extract, Sodium Alginate-Gelatin, Prickly Pear Seed Oil, Controlled Release.

ملخص

ركز هذا البحث على تغليف زيت بذور التين الشوكي داخل مصفوفة بوليمرية حيوية مكونة من ألجينات الصوديوم والجيلاتين، باستخدام تقنية التغليف المعقد. كان الهدف الرئيسي هو تطوير نظام تغليف دقيق قادر على حماية المركبات النشطة بيولوجيًا في الزيت، وتحسين استقراره الحراري والبنوي، والتحكم في إطلاقه في بيئات فسيولوجية مختلفة.

مكثنا التحاليل الفيزيائية والكيميائية التي أجريت (TGA, DSC, IR, XRD, UV-Visible) من توصيف كل من المواد الخام والكبسولات الدقيقة الناتجة، لا سيما من خلال تقييم الاستقرار الحراري، والتنظيم البنوي، ووجود المجموعات الوظيفية، بالإضافة إلى كفاءة التغليف. تم الحصول على أفضل النتائج عند تحميل زيت بلغ 0.75 غ (35 ملغ/مل)، مما أظهر توازنًا جيدًا بين مكونات المصفوفة. أظهرت هذه الدراسة جدوى وفعالية تغليف زيت التين الشوكي باستخدام طريقة حفظ مبتكرة باستخدام البوليمرات الحيوية الطبيعية، مما يفتح آفاقًا واعدة لتطوير هذا المورد. وستكون هناك حاجة إلى مزيد من البحوث لتحسين هذه العملية وتوسيع نطاق تطبيقاتها المحتملة في القطاع الصناعي.

الكلمات المفتاحية: التغليف، المستخلص الطبيعي، ألجينات الصوديوم-جيلاتين، زيت التين الشوكي، الإطلاق المُتحكم به.