

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية العليا لعلوم البحر و تهينة الساحل

École Nationale Supérieure des Sciences de la Mer et de l'Aménagement du Littoral



Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur

Domaine : **Science de la Nature et de la Vie**

Filière : **Hydrobiologie Marine et Continentale**

Spécialité : **Biotechnologie Marine**

**Extraction et valorisation de composés bioactifs d'algues  
pour la formulation de patchs cosmétiques**

Présenté par : **BOUNEDJAR Hind**

Soutenue le **27 / 06 / 2026** devant le jury suivant :

|                           |                                |                     |
|---------------------------|--------------------------------|---------------------|
| <b>Mme GHEZALI Katia</b>  | <b>Maitre de Conférences B</b> | <b>Présidente</b>   |
| <b>Mme AMROUCHE Lynda</b> | <b>Maitre Assistante A</b>     | <b>Examinatrice</b> |
| <b>Mme CHAOU Nadia</b>    | <b>Maitre Assistante A</b>     | <b>Promotrice</b>   |

**Année universitaire : 2025/2026**

## Remerciements :

Au terme de ce travail, je tiens avant tout rendre grâce à Dieu, qui m'a donné la force, la patience et la persévérance pour mener ce travail jusqu'à son terme.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à ma promotrice, **Mme CHAOU**, pour son encadrement, sa grande disponibilité et ses conseils avisés. Sa confiance et son soutien tout au long de cette étude ont été déterminants.

Je remercie également les membres du jury d'avoir accepté d'examiner ce travail et de lui accorder de leur temps et de leur expertise.

Un grand merci à **Mme GUERROUMI Houda** pour son aide technique précieuse et son accompagnement sans faille, ainsi qu'à **M. Malik M. Yacine** et **M. Nourddine** pour leur disponibilité, leur soutien logistique.

Mes pensées vont aussi à l'ensemble de mes enseignants, qui ont marqué mon parcours universitaire par leur dévouement et leur passion pour la transmission du savoir. Je remercie en particulier **Mme Amrouch** et **Mme Amar** pour leurs encouragements et leur soutien constant.

Je remercie chaleureusement toute l'équipe de l'École Nationale Supérieure des Sciences de la Mer et de l'Aménagement du Littoral (**ENSSMAL**), qui m'a accompagné durant toutes ces années de formation.

Je tiens également à remercier du fond du cœur mon amie **HACHI kaouthar** pour sa disponibilité. Elle n'a jamais hésité à m'aider, à répondre à mes questions ou à me guider avec bienveillance.

Enfin, je ne saurais oublier ma famille et mes proches, dont l'amour, la patience et la confiance constante m'ont porté tout au long de ce parcours. Leur présence à mes côtés a été un véritable pilier.

À toutes les personnes qui, d'une manière ou d'une autre, ont contribué à l'aboutissement de ce travail, j'adresse mes plus sincères remerciements.

### **Dédicace :**

*Je dédie ce modeste travail, aboutissement de plusieurs années d'efforts et de persévérance, à celles et ceux qui occupent une place inestimable dans mon cœur.*

*À mes très chers parents, **Ahmed** et **Rajaa**, qui ont toujours été pour moi une source d'amour, de force et d'inspiration. Merci pour vos sacrifices, votre soutien sans faille, vos prières sincères et la confiance que vous m'avez toujours accordée. Aucun mot ne pourra jamais traduire toute la gratitude que je vous porte pour tout ce que vous avez fait, et continuez de faire, pour moi.*

*À mes chers frères et sœurs, **Hiba**, **Arabi**, et tout particulièrement **Zola** et **Islem**, ainsi qu'à mon beau-frère **Rahim**, pour leur affection, leur présence constante et leurs encouragements tout au long de mon parcours.*

*À mes adorables nièces, **Ferdous**, **Alaa** et **Israa**, qui apportent tant de joie et de lumière à notre famille.*

*À mes grands-parents, et tout particulièrement à ceux qui ne sont plus parmi nous. Que Dieu les accueille dans Son vaste paradis et leur accorde Sa miséricorde infinie. Leur souvenir restera toujours gravé dans mon cœur.*

*À toute la famille **BOUNEDJAR**, mes oncles et plus particulièrement mon oncle **Tayeb**, ainsi qu'à mon oncle **Sid Ahmed**, que Dieu l'accueille dans Son vaste paradis. À mes tantes, à mes cousins **Abd El Rahmane**, **Zaki** et **Abd El Ilah**, que je considère comme des frères, ainsi qu'à ma cousine **Hanaa**, qui est pour moi une véritable sœur. Merci à chacun d'entre vous, sans exception, pour votre présence, votre affection et tous les moments précieux partagés.*

*À mes chères amies **Anfel**, **Maroua** et **Meriem**, qui ont accompagné mon parcours universitaire par leur présence, leur écoute et leur amitié sincère.*

*Une pensée toute particulière pour mon amie et binôme, **Benzaoui Safa Raïtha**, avec qui j'ai partagé les joies, les défis et les moments marquants de cette aventure universitaire. Merci pour ton soutien, ta patience, tes encouragements et tous ces souvenirs inoubliables construits ensemble.*

*Enfin, à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à mon épanouissement personnel et à l'aboutissement de ce travail, je dédie ce mémoire avec une profonde reconnaissance et une sincère gratitude.*

**Hind**

## Résumé

Face à l'intérêt croissant porté aux ressources naturelles dans le domaine de la cosmétique, les algues vertes marines se révèlent être une source prometteuse de molécules bioactives. Parmi elles, l'ulvane, polysaccharide sulfaté, ainsi que les composés phénoliques se distinguent par leurs propriétés à la fois fonctionnelles et biologiques : hydratation, gélification, , action antioxydante et anti-inflammatoire.

Ce travail vise à valoriser l'algue verte *Ulva* sp., récoltée sur la plage de Fouka Marine, comme source naturelle d'ulvane et de polyphénols pour une application cosmétique. L'ulvane a été extrait par voie aqueuse à chaud, puis caractérisé selon sa solubilité, son pH et son profil structural déterminé par spectroscopie FTIR, avant que son activité anti-inflammatoire ne soit évaluée. En parallèle, l'extrait polyphénolique a fait l'objet d'une caractérisation portant sur le pH et la teneur totale en composés phénoliques.

Les biomolécules ainsi obtenues ont été intégrées dans la formulation d'un patch facial naturel enrichi en agents hydratants. Plusieurs analyses ont permis de vérifier la qualité et l'innocuité du produit développé, parmi lesquelles la mesure du pH, les contrôles microbiologiques et les tests d'irritation cutanée.

Les résultats obtenus montrent que le patch formulé présente une bonne tolérance cutanée et répond aux exigences attendues pour une application cosmétique. Cette étude souligne ainsi le potentiel de *Ulva* sp. en tant que ressource durable et innovante pour le développement de produits cosmétiques naturels à base d'ulvane et de polyphénols.

**Mots-clés** : *Ulva* sp., ulvane, polyphénols, polysaccharide sulfaté, algues vertes, patch facial, cosmétique naturelle, biomolécules marines.

## **Abstract**

In a context where natural resources are attracting growing interest in the cosmetics field, marine green algae stand out as a valuable source of bioactive molecules. Among these, ulvan, a sulfated polysaccharide, along with phenolic compounds, are distinguished by their functional and biological properties, particularly their moisturizing, gelling, stabilizing, antioxidant, and anti-inflammatory activities.

This work aims to valorize the green algae *Ulva* sp., harvested from Fouka Marine beach, as a natural source of ulvan and polyphenols for cosmetic applications. Ulvan was extracted through hot aqueous extraction and then characterized by studying its solubility, pH, and structural profile using FTIR spectroscopy, while its anti-inflammatory activity was also evaluated. In parallel, the polyphenolic extract was characterized through pH measurement and total phenolic content determination.

The biomolecules obtained were then incorporated into the formulation of a natural facial patch enriched with moisturizing agents. The quality and safety of the developed product were verified through several analyses, including pH determination, microbiological controls, and skin irritation tests.

The results show that the formulated patch exhibits good skin compatibility and meets the requirements for a cosmetic application. This study thus highlights the potential of *Ulva* sp. as a sustainable and innovative resource for developing natural cosmetic products based on ulvan and polyphenols.

**Keywords:** *Ulva* sp., ulvan, polyphenols, sulfated polysaccharide, green algae, facial patch, natural cosmetics, marine biomolecules.

## ملخص

في سياق يشهد اهتمامًا متزايدًا بالموارد الطبيعية في مجال مستحضرات التجميل، تُعدّ الأعشاب البحرية الخضراء مصدرًا قيمًا للجزيئات الحيوية النشطة. ومن بينها، يتميز الألفان، وهو عبارة عن عديد سكاريد مكبرت، إلى جانب المركبات الفينولية، بخصائصهما الوظيفية والبيولوجية، وعلى رأسها الترطيب والتجلط والتثبيت، إضافة إلى الفعالية المضادة للأكسدة والمضادة للالتهابات.

يهدف هذا العمل إلى تثمين عشبة *ulva sp* ، التي تم جمعها من شاطئ فوكة البحرية ، كمصدر طبيعي للألفان والبوليفينولات لاستخدامها في تطبيقات تجميلية. تم استخلاص الألفان عبر الاستخلاص المائي الساخن، ثم تمت دراسته من خلال قابليته للذوبان، ودرجة الحموضة (pH) الخاصة به، وتحليل بنيته باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء FTIR ، كما تم تقييم فعاليته المضادة للالتهابات. في المقابل، تم تحليل المستخلص الفينولي من خلال قياس درجة الحموضة وتحديد المحتوى الكلي للمركبات الفينولية.

تم بعد ذلك إدماج الجزيئات الحيوية التي تم الحصول عليها في تركيبة لرقعة وجه طبيعية (patch) معززة بعوامل مرطبة. وتم التحقق من جودة وسلامة المنتج المطور من خلال عدة تحاليل، منها قياس درجة الحموضة، والفحوصات الميكروبيولوجية، واختبارات تهيج الجلد.

أظهرت النتائج أن الرقعة المصنّعة تتمتع بتوافق جيد مع الجلد وتستجيب للمتطلبات الخاصة بالاستخدام التجميلي. وتسلّط هذه الدراسة الضوء على إمكانات عشبة *Ulva sp* كمصدر مستدام ومبتكر لتطوير منتجات تجميلية طبيعية تعتمد على الألفان والبوليفينولات.

**الكلمات المفتاحية:** *Ulva sp* . الألفان، البوليفينولات، عديد السكاريد المكبرت، الأعشاب البحرية الخضراء، رقعة الوجه، مستحضرات تجميل طبيعية، جزيئات حيوية بحرية.

## Table des matières :

|                                      |                                                           |    |
|--------------------------------------|-----------------------------------------------------------|----|
| I.                                   | Liste des tableaux .....                                  |    |
| II.                                  | Liste des figures.....                                    |    |
| III.                                 | Liste des Abréviations.....                               |    |
| Introduction générale .....          |                                                           | 2  |
| Chapitre 01 : Généralités .....      |                                                           | 4  |
| I - Généralités sur les algues ..... |                                                           | 5  |
| 1.                                   | Définition des algues.....                                | 5  |
| 2.                                   | Caractéristiques des algues marines.....                  | 5  |
| 3.                                   | Métabolisme primaire et secondaire .....                  | 5  |
| 4.                                   | Bases de classification des grandes lignées algales ..... | 6  |
| 5.                                   | Classification des grandes lignées d'algues :.....        | 6  |
| 5.1.                                 | Les Chlorophyta (algues vertes) :.....                    | 6  |
| 5.2.                                 | Les Rhodophyta (algues rouges) : .....                    | 7  |
| 5.3.                                 | Les Phaeophyceae (algues brunes) :.....                   | 7  |
| II. La macro-algue <i>Ulva</i> ..... |                                                           | 7  |
| 1.                                   | Définition et taxonomie .....                             | 7  |
| 2.                                   | Cycle de vie.....                                         | 8  |
| 3.                                   | Dispersion .....                                          | 8  |
| 3.1.                                 | Dispersion mondiale .....                                 | 8  |
| 3.2.                                 | Dispersion des <i>Ulva</i> en Algérie .....               | 9  |
| 4.                                   | Caractéristiques d' <i>Ulva</i> .....                     | 10 |
| 4.1.                                 | Morphologie du thalle : .....                             | 10 |
| 4.2.                                 | Habitats marins :.....                                    | 10 |

|                                                                                     |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.3. Potentiel énergétique .....                                                    | 10 |
| 4.4 Les mers vertes.....                                                            | 11 |
| 4.5. Composition biochimique .....                                                  | 11 |
| 4.5.1. L’ulvane .....                                                               | 12 |
| a) Définition et structure .....                                                    | 12 |
| b) Composition biochimique et propriétés physicochimiques .....                     | 13 |
| c) Méthodes d’extraction et de purification .....                                   | 14 |
| d) Activités biologiques et applications .....                                      | 14 |
| e) Limites et perspectives de recherche.....                                        | 16 |
| 4.5.2 Les polyphénols .....                                                         | 16 |
| a) Définition et structure .....                                                    | 16 |
| b) Propriétés physicochimiques .....                                                | 16 |
| c) Méthodes d’extraction.....                                                       | 18 |
| d) Activités biologiques et applications .....                                      | 18 |
| III. Patchs pour le visage.....                                                     | 19 |
| 1. Composition et structure des patchs pour le visage .....                         | 19 |
| 2. Les types des patchs de visage .....                                             | 19 |
| 3.Principe général de fonctionnement.....                                           | 20 |
| 4. Mécanismes d'action sur la peau.....                                             | 20 |
| 5. Mécanismes de libération des actifs .....                                        | 21 |
| 6.Avantages des patchs du visage.....                                               | 21 |
| 7. Potentiel des ulvanes et des polyphénols en formulation de patchs cosmétiques... | 22 |
| Chapitre 02: Matériel et méthodes.....                                              | 23 |
| 1.Récolte des algues et préparation des échantillons .....                          | 24 |
| 1.1 Objectif du travail.....                                                        | 24 |
| 1.2 Présentation de la zone d’échantillonnage .....                                 | 24 |
| 1.3 Prélèvement de la biomasse algale .....                                         | 25 |

|                                                                                  |    |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.4 Prétraitement de l'algue <i>Ulva sp</i> : .....                              | 25 |
| 2. Extraction de l'ulvane.....                                                   | 27 |
| 3. Caractérisation de l'ulvane extrait .....                                     | 30 |
| 3.1 Tests physico-chimiques .....                                                | 30 |
| 3.1.1 Rendement .....                                                            | 30 |
| 3.1.2 Test de solubilité.....                                                    | 30 |
| 3.1.3 Mesure du pH .....                                                         | 31 |
| 3.2 Mise en évidence des sucres totaux (Test au Phénol-Acide Sulfurique) .....   | 32 |
| 3.3 Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR) .....                            | 32 |
| 3.4 Activité anti-inflammatoire des ulvanes .....                                | 33 |
| 4. Extraction des composés phénoliques .....                                     | 34 |
| 5.Caractérisation des polyphénols extraits.....                                  | 36 |
| 5.1 Mesure du pH.....                                                            | 36 |
| 5.2. Dosage des composés phénoliques totaux : la méthode de Folin-Ciocalteu .... | 36 |
| 6. Formulation et élaboration du patch facial .....                              | 38 |
| 7.Contrôles du patch formulé.....                                                | 39 |
| 7.1.Mesure du pH.....                                                            | 39 |
| 7.2 Contrôle microbiologique du patch .....                                      | 39 |
| 7.3 Test d'irritation cutanée.....                                               | 42 |
| chapitre 03: Résultats et discussion .....                                       | 45 |
| 1. Identification macroscopique de l'algue récoltée.....                         | 47 |
| 2. Caractérisation l'ulvane extrait .....                                        | 46 |
| 2.1 Tests physico-chimiques .....                                                | 46 |
| 2.1.1 Détermination du rendement .....                                           | 46 |
| 2.1.2 Test de solubilité.....                                                    | 47 |
| 2.1.3 Mesure du pH .....                                                         | 49 |
| 2.2 . Mise en évidence des sucres totaux (Test au Phénol-Acide Sulfurique) ..... | 49 |

|                                                                                  |           |
|----------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.3. Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR).....                            | 50        |
| 2.4 Activité anti-inflammatoire des ulvanes .....                                | 53        |
| 3 Caractérisation des polyphénols extraits.....                                  | <b>54</b> |
| 3.1 Mesure du pH.....                                                            | 54        |
| 3.2 Dosage des composés phénoliques totaux : la méthode de Folin-Ciocalteu ..... | 55        |
| 4. Formulation et élaboration du patch facial .....                              | <b>56</b> |
| 4.1 Mesure du pH.....                                                            | 57        |
| 4.2 Contrôle microbiologique du patch facial.....                                | 57        |
| 4.3 Test d'irritation cutanée.....                                               | 59        |
| Conclusion général.....                                                          | <b>60</b> |
| Références bibliographiques .....                                                | <b>60</b> |

## Liste des figures :

|                                                                                                                                         |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1: Algue verte <a href="http://www.caradisiac.com">www.caradisiac.com</a> .....                                                  | 8  |
| Figure 2: Cycle de vie d'Ulva lactuca (Dominguez et Loret 2019). ....                                                                   | 8  |
| Figure 3: Carte représentative de la distribution mondiale de l'algue verte Ulva. sp (Facility, 2013).....                              | 9  |
| Figure 4: Dispersion des Ulva en Algérie (Grimes et al. 2018) .....                                                                     | 10 |
| Figure 5: Composition biochimique d'Ulva (Duong et al. 2025) .....                                                                      | 12 |
| Figure 6: La structure chimique de l'ulvane (Olatunji 2020) .....                                                                       | 12 |
| Figure 7: la structure chimique de polyphénols - acide gallique - (Pub Chem, 2026) .....                                                | 16 |
| Figure 8: Masque facial en tissu ( <a href="https://www.voici.fr">https://www.voici.fr</a> ).....                                       | 19 |
| Figure 9: Boulevard Fouka Marine tipaza <a href="https://www.google.com/intl/fr/earth/">https://www.google.com/intl/fr/earth/</a> ..... | 24 |
| Figure 10: Collecte manuelle des algues sur site.....                                                                                   | 25 |
| Figure 11: Conditions de transport des algues dans l'eau de mer .....                                                                   | 25 |
| Figure 12: Lavage des algues récoltées. ....                                                                                            | 26 |
| Figure 13: Séchage des algues.....                                                                                                      | 26 |
| Figure 14: Broyage des algues. ....                                                                                                     | 27 |
| Figure 15: Tamisage des algues. ....                                                                                                    | 27 |
| Figure 16: Délipidation et dépigmentation de la poudre d'algue .....                                                                    | 28 |
| Figure 17: Extraction aqueuse de l'ulvane sous chauffage à reflux .....                                                                 | 28 |
| Figure 18: Filtration et centrifugation de la solution algale .....                                                                     | 29 |
| Figure 19: Précipitation de l'ulvane par l'éthanol .....                                                                                | 29 |
| Figure 20: Récupération de l'ulvane précipité. ....                                                                                     | 29 |
| Figure 21: Diagramme simplifié du procédé d'extraction de l'ulvane.....                                                                 | 30 |
| Figure 22: Test de solubilité de l'ulvane .....                                                                                         | 31 |
| Figure 23: pH mètre .....                                                                                                               | 31 |
| Figure 24: Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) .....                                                               | 33 |
| Figure 25: Dépigmentation de la poudre d'algue .....                                                                                    | 35 |
| Figure 26: Concentration des filtrats par évaporation rotative .....                                                                    | 35 |
| Figure 27: Diagramme simplifié du procédé d'extraction des composés phénoliques. ....                                                   | 36 |
| Figure 28: pH mètre .....                                                                                                               | 36 |
| Figure 29: La gamme d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques .....                                                          | 38 |
| Figure 30: pH mètre .....                                                                                                               | 39 |
| Figure 31: Contrôle microbiologique du patch facial.....                                                                                | 42 |
| Figure 32: teste d'irritation cutanée.....                                                                                              | 43 |
| Figure 33: Diagramme simplifié de la démarche expérimentale.....                                                                        | 44 |
| Figure 34: Identification de l'algue récoltée.....                                                                                      | 46 |
| Figure 35: Diagramme représentant le rendement en ulvane extrait à partir d'Ulva .....                                                  | 47 |
| Figure 36: Solubilité d'ulvane dans l'eau distillée. ....                                                                               | 47 |
| Figure 37 : Insolubilité de l'ulvane dans l'éthanol .....                                                                               | 48 |
| Figure 38: Insolubilité de l'ulvane dans l'acétone.....                                                                                 | 48 |
| Figure 39: Mesure du pH d'une solution d'ulvane extrait.....                                                                            | 49 |
| Figure 40: Blanc (négatif) .....                                                                                                        | 50 |
| Figure 41 : Solution d'ulvane (positif).....                                                                                            | 50 |

|                                                                                                                                                          |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 42: Comparaison des spectres FTIR de ulvane : (a) spectre de référence (Madany et al. 2021) (b) spectre expérimental obtenu dans cette étude..... | 51 |
| Figure 43: Mesure du pH d'une solution de polyphénols extrait .....                                                                                      | 55 |
| Figure 44: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique utilisée .....                                                                                        | 56 |
| Figure 45: Aspect visuel du patch cosmétique développé.....                                                                                              | 57 |
| Figure 46: Mesure du pH de la préparation du patch. ....                                                                                                 | 57 |
| Figure 47: Résultats des analyses microbiologiques .....                                                                                                 | 58 |
| Figure 48: Peau saine après test (24 h).....                                                                                                             | 59 |
| Figure 49: Peau saine après test ( 48h).....                                                                                                             | 59 |
| Figure 50: Peau saine après test (72 h).....                                                                                                             | 59 |

## Liste des tableaux :

|                                                                                                            |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau 1: classification de l'algue verte ulva. sp (Linné, 1753).....                                     | 7  |
| Tableau 2: la gamme étalon d'acide gallique et de l'échantillon.....                                       | 37 |
| Tableau 3:Résultat du test de solubilité.....                                                              | 48 |
| Tableau 4: Principales bandes d'absorption FTIR de l'ulvane et leurs attributions chimiques.<br>.....      | 53 |
| Tableau 5 : Absorbance des solutions d'ulvane et témoin dans le test de dénaturation de<br>l'albumine..... | 54 |
| Tableau 6: Valeurs d'absorbance des solutions standards d'acide gallique .....                             | 55 |
| Tableau 7:Résultats des analyses microbiologiques comparés aux limites réglementaires. ...                 | 58 |

### Liste des abréviations :

|                                 |                                                                               |
|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| ADN                             | Acide DésoxyriboNucléique                                                     |
| BSA                             | Albumine Sérique Bovine                                                       |
| CMI                             | Concentration Minimale Inhibitrice                                            |
| D.O                             | Densité Optique                                                               |
| EAG                             | Équivalent Acide Gallique                                                     |
| Fd                              | Facteur de dilution                                                           |
| FMAT                            | Flore Mésophile Aérobie Totale                                                |
| FTIR                            | Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier                             |
| ISO                             | Organisation Internationale de Normalisation                                  |
| Mw                              | Masse moléculaire moyenne                                                     |
| NA                              | Norme Algérienne                                                              |
| Ph                              | Potentiel Hydrogène                                                           |
| pKa                             | Constante de dissociation acide                                               |
| R <sup>2</sup>                  | Coefficient de détermination                                                  |
| SCCNFP                          | Comité Scientifique des Produits Cosmétiques et des Produits Non-Alimentaires |
| SCCS                            | Comité Scientifique pour la Sécurité des Consommateurs                        |
| TSA                             | Gélose Tryptone-Soja                                                          |
| TSE                             | Bouillon Tryptone-Soja, milieu d'enrichissement                               |
| UFC                             | Unité Forman Colonie                                                          |
| VRBL                            | Gélose Violet Red Bile Lactose                                                |
| WHC                             | Water Holding Capacity (Capacité de Rétention d'Eau)                          |
| °C                              | Degré Celsius                                                                 |
| cm <sup>-1</sup>                | Centimètre inverse (nombre d'onde, utilisé en FTIR)                           |
| Da / kDa                        | Dalton / kiloDalton (masse moléculaire)                                       |
| g / mg                          | Gramme / milligramme                                                          |
| L / mL                          | Litre / millilitre                                                            |
| Min                             | Minute                                                                        |
| Mm                              | Millimètre                                                                    |
| Nm                              | Nanomètre                                                                     |
| µg                              | Microgramme                                                                   |
| µL                              | Microlitre                                                                    |
| µm                              | Micromètre                                                                    |
| tr/min                          | Tours par minute                                                              |
| Cu <sup>2+</sup>                | Ion cuivre (II)                                                               |
| Fe <sup>2+</sup>                | Ion fer (II)                                                                  |
| H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>   | Peroxyde d'hydrogène                                                          |
| HCl                             | Acide chlorhydrique                                                           |
| Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | Carbonate de sodium                                                           |
| N                               | Nord (coordonnées géographiques)                                              |
| E                               | Est (coordonnées géographiques)                                               |
| ΣC                              | Somme des colonies comptées                                                   |
| V                               | Volume ensemencé (mL)                                                         |
| n <sub>1</sub> / n <sub>2</sub> | Nombre de boîtes retenues à la 1ère / 2ème dilution                           |
| D                               | Dilution correspondant à la première dilution retenue                         |
| m / M                           | Limite acceptable / limite maximale tolérée (critères ISO)                    |

# ***Introduction***

## **Introduction :**

Les ressources marines constituent un réservoir exceptionnel de molécules bioactives, suscitant un intérêt grandissant dans les domaines pharmaceutique, alimentaire et cosmétique. Parmi elles, les macroalgues marines occupent une place de choix, en raison de leur richesse en composés naturels aux propriétés biologiques et fonctionnelles variées **(Holdt et Kraan 2011)**

Les algues vertes du genre *Ulva*, largement répandues sur les côtes du monde entier, représentent une source prometteuse de biomolécules valorisables, notamment des polysaccharides sulfatés et des composés phénoliques. L'ulvane, principal polysaccharide de leur paroi cellulaire, a particulièrement retenu l'attention grâce à ses propriétés hydratantes, gélifiantes, filmogènes et biocompatibles, qui en font un candidat de choix pour les applications cosmétiques et biomédicales **(Kidgell et al. 2019a)**.

Les polyphénols, quant à eux, sont reconnus pour leurs propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires. Ils contribuent à protéger la peau du vieillissement prématuré et des agressions environnementales. Ces caractéristiques font des algues marines une source potentielle d'ingrédients naturels pour le développement de produits cosmétiques innovants **(H.-M. Liu et al. 2023)**

Face à une demande croissante des consommateurs pour des produits plus naturels, plus efficaces et plus respectueux de l'environnement, l'industrie cosmétique s'oriente de plus en plus vers les actifs d'origine naturelle. Dans cette dynamique, les patchs cosmétiques apparaissent comme une forme particulièrement intéressante, permettant une application ciblée et prolongée des substances actives sur la peau **(Kalasariya et Pereira 2022)**

C'est dans cette optique que s'inscrit le présent travail, consacré à la valorisation de l'algue verte *Ulva sp.*, récoltée sur la plage de Fouka Marine. Il vise à extraire et caractériser l'ulvane et les polyphénols de cette algue. Ces biomolécules ont ensuite été incorporées dans la formulation d'un patch facial naturel destiné à une application cosmétique. Enfin, différents tests physicochimiques, microbiologiques et cutanés ont permis d'évaluer la qualité, la sécurité et la compatibilité du produit développé.

Cette étude vise ainsi à mettre en évidence le potentiel *d'Ulva sp.* Comme source durable de composés bioactifs, exploitable dans le domaine de la cosmétique naturelle.

# ***Chapitre 01 :***

## ***Généralités***

## I. Généralités sur les algues

### 1. Définition des algues

Les algues sont des organismes photo-autotrophes capables de synthétiser leur propre matière organique à partir de la lumière, du dioxyde de carbone et de l'eau. Les algues marines se distinguent par la présence de pigments spécifiques qui leur permettent de capter l'énergie lumineuse et d'assurer la photosynthèse afin de synthétiser leur propre matière organique à partir de composés minéraux. **(Steinhagen et al. 2023)**. Elles regroupent des formes procaryotes, telles que les cyanobactéries, ainsi que des formes eucaryotes, allant d'organismes unicellulaires à des structures multicellulaires complexes **(Babich et al. 2022)**

Sur le plan morphologique, les algues peuvent être divisées en deux grands groupes. D'une part, les microalgues (ou microphytes), qui sont des organismes généralement unicellulaires et microscopiques. D'autre part, les macroalgues, principalement représentées par les *Rhodophyta*, les *Chlorophyta* et les *Ochrophyta*, sont majoritairement pluricellulaires et facilement observables sans recours au microscope. **(Babich et al. 2022)**

### 2. Caractéristiques des algues marines

- Elles se développent principalement dans les milieux marins et saumâtres, où elles peuvent être fixées à des substrats tels que les rochers ou évoluer librement dans la colonne d'eau **(Abdel-Kareem et El Saied 2022)**.
- Les algues marines occupent une place essentielle. En tant que producteurs primaires, elles participent activement à la production de matière organique et au maintien de l'équilibre des écosystèmes marins (Abdel-Kareem et ElSaied 2022).

### 3. Métabolisme primaire et secondaire

- Les algues se distinguent par une composition métabolique diversifiée, comprenant à la fois des métabolites primaires et secondaires. Les métabolites primaires regroupent les composés indispensables au fonctionnement cellulaire et à la croissance comme les lipides, les protéines, les glucides ainsi que l'eau **(Babich et al. 2022)**.
- Par ailleurs, les macroalgues, sont une source importante de métabolites secondaires. Contrairement aux métabolites primaires, ces substances ne

participent pas directement aux fonctions vitales de base, mais jouent souvent des rôles spécifiques, notamment dans les mécanismes de défense ou d'adaptation comme : l'agar, l'alginate, le fucoïdane, l'ulvane, la laminarine, ainsi que des polysaccharides structuraux tels que l'amidon et la cellulose, sans oublier le carraghénane. **(Babich et al. 2022)**

#### 4. Bases de classification des grandes lignées algales

La classification des algues ne repose plus uniquement sur des critères morphologiques. Elle s'inscrit dans une approche intégrative combinant les données moléculaires, l'ultrastructure cellulaire et les caractéristiques phycologiques afin d'établir des relations évolutives plus précises **(Graham 2017)**:

- **Analyse morpho-moléculaire** : Les données génétiques (ADN) sont croisées avec les caractères phycologiques et la nature des plastides pour assurer une classification plus fiable. **(Oliveira et al. 2018)**
- **Ultrastructure cellulaire** : elle repose sur des éléments tels que l'organisation du système flagellaire, les mécanismes de mitose et la structure des organites permettent de différencier des lignées proches **(Oliveira et al. 2018)**.
- **Complexe photosynthétique** : basé sur la nature des pigments, la structure des chloroplastes ainsi que leur origine évolutive, contribuant à la compréhension de la diversité algale **(Oliveira et al. 2018)**.

5. **Classification des grandes lignées d'algues** : les macroalgues sont divisées principalement en trois lignées majeures chacune se distinguant par sa pigmentation et ses caractéristiques biologiques :

5.1. **Les Chlorophyta (algues vertes)** : sont des eucaryotes photosynthétiques caractérisés par la présence de la chlorophylle a et b comme pigments photosynthétiques principaux. Ils présentent une diversité remarquable allant des formes unicellulaires flagellées, aux thalles multicellulaires macroscopiques comme *Ulva sp.* Sur le plan phylogénétique, ils se structurent en plusieurs lignées évolutives majeures : les Mamiellophyceae et les Chlorophyceae, les Ulvophyceae, ainsi que les Chlorophyceae, Trebouxiophyceae et Prasinophyceae **(Lemieux et al. 2019)**

**5.2. Les Rhodophyta (algues rouges) :** sont essentiellement marines. Leur identité biologique est marquée par la présence de pigment phycoérythrine. **(Suryandari 2017)**

**5.3. Les Phaeophyceae (algues brunes) :** généralement de grande taille, se développent majoritairement dans les écosystèmes marins. Elles tirent leur coloration caractéristique du pigment fucoxanthine. **(Suryandari 2017; Kumar et al. 2023)**

**II. La macro-algue *Ulva***

**1. Définition et taxonomie**

*Ulva* est une macroalgue du phylum des Chlorophyta, pouvant se présenter sous forme sessile fixée à un substrat ou libre en suspension dans l'eau. Le caractère polymorphe de cette espèce, dont la morphologie varie en fonction de facteurs environnementaux tels que la salinité et les interactions avec le microbiote associé, a longtemps été à l'origine de confusions taxonomiques. Ainsi, plusieurs taxons distincts, notamment *Ulva armoricana*, *Ulva rigida*, *Ulva prolifera*, *Ulva pertusa*, *Ulva fasciata* et *Ulva rotundata*, ont été décrits. **(Dominguez et Loret 2019).**

**Tableau 1:** classification de l’algue verte *ulva. sp* (Linné, 1753)

| Taxon              | Hiérarchie    |
|--------------------|---------------|
| Monde              | Biota         |
| Règne              | Plantae       |
| Sous-règne         | Viridiplantae |
| Embranchement      | Chlorophyta   |
| Sous-embranchement | Chlorophytina |
| Classe             | Ulvophyceae   |
| Ordre              | Ulvales       |
| Famille            | Ulvaceae      |
| Genre              | <i>Ulva</i>   |

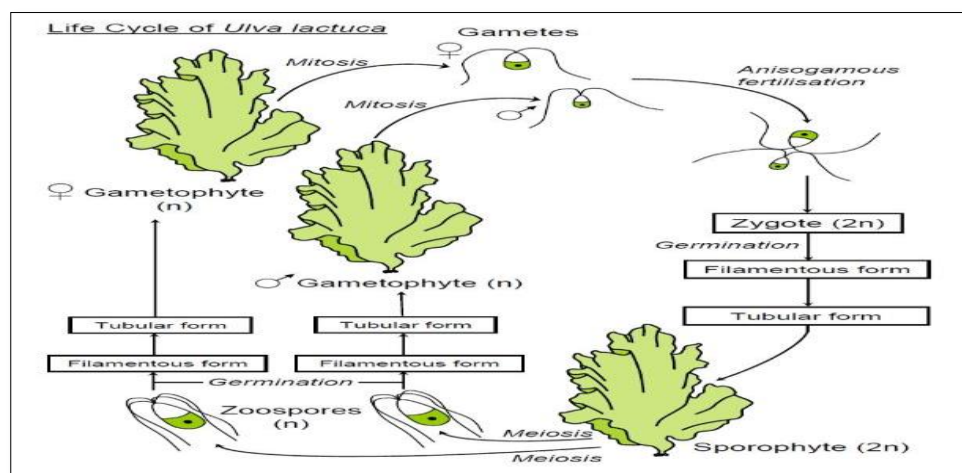


**Figure 1:** Algue verte [www.caradisiac.com](http://www.caradisiac.com)

## 2. Cycle de vie

*Ulva* est une espèce dioïque présentant un cycle de vie diplohaplontique, alternant entre un gamétophyte haploïde et un sporophyte diploïde (**Pomin 2014**). Sa reproduction peut être sexuée ou asexuée par fragmentation du thalle, un mode de multiplication relativement rare chez les macroalgues. (**Dominguez et Loret 2019**).

La reproduction asexuée se produit par la production de zoospores, tandis que la reproduction sexuée implique la libération de gamètes qui fusionnent pour former des zygotes (**Dominguez et Loret 2019**).



**Figure 2:** Cycle de vie d'*Ulva lactuca* (**Dominguez et Loret 2019**).

## 3. Dispersion

### 3.1. Dispersion mondiale

Les espèces du genre *Ulva*, sont devenues une préoccupation écologique importante. Originnaire de la côte pacifique de l'Amérique du Nord, cette espèce s'est établie dans de nombreuses régions, telles que l'Europe, la Méditerranée, l'Asie et l'Océanie (**Lin et al. 2022**).

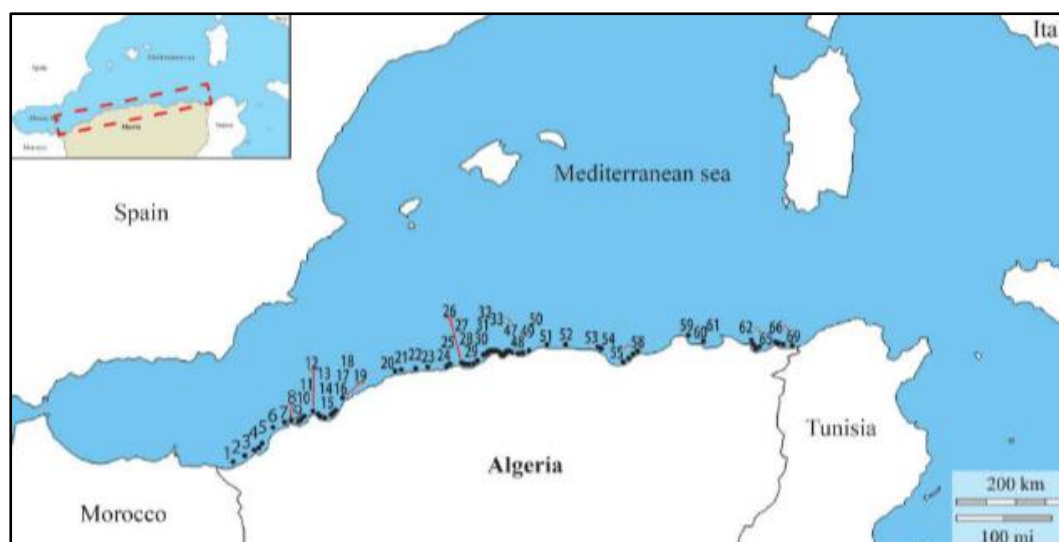
Certaines formes d'*Ulva* peuvent également être retrouvées en milieux continentaux. Par exemple, deux sous-espèces d'*Ulva flexuosa* ont été identifiées, la sous-espèce *pilifera*, qui se développe dans des eaux douces à légèrement saumâtres et la sous-espèce *paradoxa*, qui préfère des environnements plus salins de type "coin salin". (**Rybak et al. 2014**)



**Figure 3:** Carte représentative de la distribution mondiale de l'algue verte *Ulva. sp* (Facility, 2013)

### 3.2. Dispersion des *Ulva* en Algérie

Le long de la côte algérienne, la dispersion des espèces du genre *Ulva* représente un phénomène écologique significatif, marqué par l'introduction et l'établissement de plusieurs espèces, notamment *Ulva lactuca* qui fait partie des espèces introduites le long du littoral algérien (**Grimes et al. 2018**).



**Figure 4:**Dispersion des *Ulva* en Algérie (Grimes et al. 2018)

#### 4. Caractéristiques d'*Ulva*

**4.1. Morphologie du thalle :** Le thalle du genre *Ulva* présente une grande variabilité morphologique, pouvant adopter des formes en lames fines ou des structures tubulaires. Il peut être monostomatique ou distomatique. Cette diversité structurelle contribue à sa grande capacité d'adaptation à différents environnements (**Mantri et al. 2020**)

**4.2. Habitats marins :** *Ulva* est largement distribuée dans les zones côtières intertidales et subtidales où elle montre une forte capacité d'adaptation aux variations de salinité et de température (**Mantri et al. 2020**). Dans certaines régions estuariennes, comme à Hai Phong, les espèces du genre *Ulva* sont présentes dans les plaines inondables et les lagunes. Elles y jouent un rôle écologique important en contribuant à la structure et au maintien de la biodiversité locale (**Lin et al. 2022**).

#### 4.3. Potentiel énergétique

Le genre *Ulva* présente un fort potentiel dans le domaine des énergies renouvelables grâce à sa croissance rapide et à sa capacité élevée de production de biomasse exploitable (**Zollmann et al. 2019**). Cette dernière, peut être transformée en biocarburants tels que le bioéthanol et le méthane, avec des rendements comparables à ceux de certaines cultures énergétiques terrestres (**Bruhn et al. 2011**). Des études montrent que sa culture en milieu marin, notamment dans des eaux profondes riches

en nutriments, peut améliorer significativement sa croissance, avec des taux pouvant atteindre jusqu'à 7,4 % dans des conditions optimales **(Zollmann et al. 2019)**.

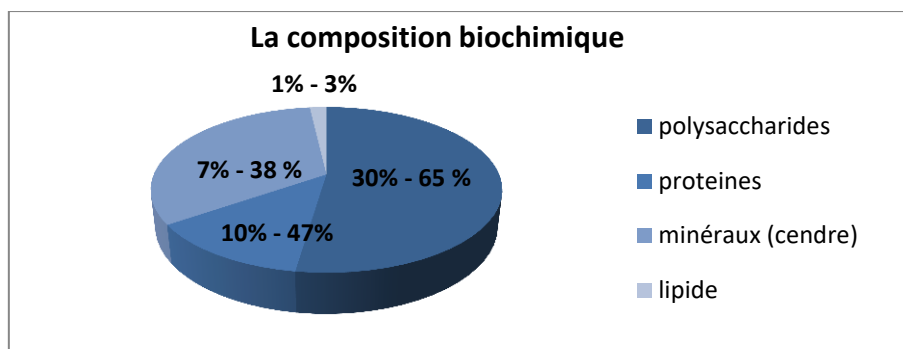
#### 4.4 Les mers vertes

Les proliférations d'algues, notamment celles du genre *Ulva*, sont principalement liées à l'impact des activités humaines sur les écosystèmes côtiers. Elles sont souvent associées aux apports excessifs en nutriments, en particulier l'azote et le phosphore, provenant de l'utilisation d'engrais agricoles, mais aussi des rejets domestiques et urbains. L'augmentation de la population, de l'activité industrielle, ainsi que du tourisme dans certaines zones littorales contribue également à l'enrichissement des eaux et favorise ainsi ces phénomènes d'eutrophisation. La disponibilité élevée en nutriments constitue donc un facteur déterminant dans le développement et la prolifération des espèces du genre *Ulva*. **(Dominguez et Loret 2019)**.

Par ailleurs, des observations récentes suggèrent l'existence en Méditerranée de mécanismes naturels de régulation pouvant limiter ces proliférations. Des études préliminaires indiquent notamment la présence potentielle de virus capables d'influencer la dynamique des populations d'*Ulva*, offrant ainsi une piste de contrôle biologique écologique **(Dominguez et Loret 2019)**.

#### 4.5. Composition biochimique

La composition biochimique d'*Ulva* se caractérise par la présence de plusieurs constituants dont le pourcentage varie selon les espèces, les saisons et les conditions environnementales. Il a été rapporté que *U. lactuca* renferme jusqu'à 65 % de glucides, de 10 à 47 % de protéines, de 1 à 3 % de lipides et de 7 à 38 % de cendres minérales **(Dominguez et Loret 2019)**.



**Figure 5:** Composition biochimique d'Ulva (Duong et al. 2025)

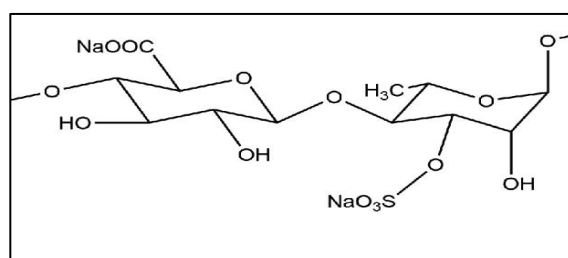
*Ulva* présente une composition riche et variée lui conférant un intérêt nutritionnel et biotechnologique important. Elle renferme des glucides, majoritairement sous forme de polysaccharides solubles dont l'ulvane, des protéines, des lipides, des composés phénoliques, des terpénoïdes, ainsi que des éléments minéraux essentiels tels que l'iode, le potassium et le phosphore (Vázquez- Rodríguez et Amaya-Guerra 2016; Dominguez et Loret 2019).

*Ulva* est également une source intéressante de vitamines essentielles : la vitamine B12 et le fer, la vitamine A, la vitamine C et la vitamine E. (Babich et al., 2022). Ces propriétés lui confèrent un potentiel d'application dans les domaines alimentaire, fourrager, pharmaceutique et biotechnologique (Ktari 2017).

#### 4.5.1. L'ulvane

##### a) Définition et structure

L'ulvane est un polysaccharide sulfaté présent dans la paroi cellulaire des espèces du genre *Ulva*. Il possède une structure fibreuse semi-cristalline et présente une composition chimique proche de celle du fucoïdane (Crescencio et al. 2024).



**Figure 6:** La structure chimique de l'ulvane (Olatunji 2020)

**b) Composition biochimique et propriétés physicochimiques**

L'ulvane est constitué principalement de rhamnose sulfaté, d'acides uroniques et de xylose. Il présente une teneur élevée en soufre et une faible teneur en protéines. Son poids moléculaire élevé peut influencer sa solubilité et sa biodisponibilité, ce qui constitue un facteur important pour ses applications biologiques (**C. Li et al. 2023; Crescencio et al. 2024**) .

**Masse moléculaire**

L'ulvane est un polysaccharide de haute masse moléculaire, dont la valeur varie en fonction de l'espèce algale considérée et de la méthode d'extraction employée. La masse moléculaire moyenne ( $M_w$ ) est entre 200 et 800 kDa. Il est possible de réduire ce poids moléculaire par des procédés de dépolymérisation, notamment par traitement aux micro-ondes ou au peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ), permettant d'obtenir des fractions inférieures à 50 kDa aux propriétés biologiques distinctes (**Kidgell et al. 2019a**).

**Charge et solubilité**

L'ulvane est un polysaccharide polyanionique, la présence de groupements sulfate ( $-SO_3^-$ ) et d'acides uroniques ( $-COO^-$ ) lui confère une charge négative nette en solution aqueuse. Il est entièrement soluble dans l'eau, où il forme des solutions visqueuses caractéristiques des hydrocolloïdes (**Jiao et al. 2011**).

**Capacité de rétention d'eau (WHC)**

L'ulvane présente une capacité de rétention d'eau particulièrement élevée, cette propriété est directement liée à sa structure polyanionique et à son affinité pour les molécules d'eau, ce qui en fait un hydrocolloïde naturel d'intérêt pour diverses applications industrielles, notamment dans les secteurs alimentaire et cosmétique (**Istiqlaal et al. 2025**).

**Capacité de formation de films et d'hydrogels**

Grâce à ses propriétés de réticulation, l'ulvane est capable de former des films et des hydrogels présentant plusieurs caractéristiques favorables : résistance mécanique; biocompatibilité et une biodégradabilité; transparence et souplesse.

Ces propriétés font de l'ulvane un candidat prometteur pour le développement de biomatériaux et d'emballages biodégradables (**Wang et al. 2023**).

### c) Méthodes d'extraction et de purification

La méthode conventionnelle d'extraction des ulvanes repose sur une extraction aqueuse/acide, où les algues séchées et broyées sont traitées à l'eau chaude (80–90 °C) ou en milieu acide dilué (HCl ou oxalate d'ammonium, pH 2–4), suivie d'une précipitation à l'éthanol (2–3 volumes). Cette méthode permet d'atteindre un rendement pouvant atteindre 36,5 g/100 g de matière sèche, avec une teneur en sulfates d'environ 19,7g (**Ibrahim et al. 2022**).

### d) Activités biologiques et applications

L'ulvane est un polysaccharide qui possède de nombreuses propriétés bénéfiques pour la peau. Il est connu pour ses effets hydratants et nourrissants, ce qui en fait un ingrédient idéal pour les produits de soin de la peau tels que les crèmes hydratantes, les lotions, les masques et les sérums (**Pappou et al, 2022**). En outre, l'ulvane possède des propriétés anti-âges et peut améliorer l'élasticité et la fermeté de la peau, réduisant ainsi l'apparition des rides et des ridules. (**Wang et al, 2015**).

L'ulvane présente plusieurs activités biologiques importantes, notamment des effets anti-inflammatoires, antimicrobiens, anticoagulants et anticancéreux. Ces propriétés en font un composé d'intérêt pour les applications biomédicales et cosmétiques. (**Cindana Mo'o et al. 2020**)

- **Activité antioxydante** : Avec un taux d'inhibition des radicaux libres DPPH de 84,93 %, l'ulvane présente une activité antioxydante élevée, suggérant un potentiel intéressant dans la prévention des pathologies associées au stress oxydatif. (**Barakat et al. 2022**)
- **Activité antimicrobienne** : action contre les pathogènes humains et aquacoles, avec des concentrations minimales inhibitrices (CMI) aussi faibles que 8 µg/ml (**Barakat et al. 2022**)
- **Effets immunomodulateurs** : influençant la production de cytokines, et des propriétés anticancéreuses, suggérant un rôle potentiel dans la prévention et le traitement du cancer (**Kidgell et al. 2019b; Shimabukuro et al. 2025**)

- **Les écosystèmes marins** : il participe au cycle du carbone marin. Sa dégradation est assurée par des enzymes spécifiques telles que les ulvanes lyases (**Q. Li et al. 2020**).

Grâce à ses propriétés fonctionnelles, l'ulvane est utilisé dans divers domaines :

- **Industrie pharmaceutique** : systèmes de délivrance de médicaments, ingénierie tissulaire sous différentes formes de hydrogels et billes (beads) pour l'encapsulation et la libération progressive des principes actifs, nanoparticules pour le ciblage de tissus ou cellules spécifiques, notamment les macrophages, et vecteurs adaptés aux voies orale, topique ou parentérale (**Cunha et Grenha 2016**).
- **Industrie alimentaire** : utilisés comme agents épaississants et gélifiants en substitution des hydrocolloïdes traditionnels (agar, carraghénane), comme fibres alimentaires solubles bénéfiques pour la santé gastro-intestinale (**Cunha et Grenha 2016**) ainsi que dans les compléments alimentaires en raison de sa richesse en fibres alimentaires (**Vázquez-Rodríguez et Amaya-Guerra 2016; Crescencio et al. 2024**).
- **Cosmétique** : pour leurs propriétés hydratantes, filmogènes, antioxydantes et anti-inflammatoires, ainsi que pour leur capacité de protection contre les rayonnements UV, entrant dans la composition de crèmes, lotions et masques à base d'algues (**Bilal et Iqbal 2019**).
- **Agriculture** : Les oligosaccharides des ulvanes agissent comme biostimulants en favorisant la croissance des plantes et en activant leurs mécanismes de défense innés contre les pathogènes, jouant ainsi le rôle d'agents antimicrobiens pour la protection des cultures (**Vera et al. 2011**).
- **Chimie verte et bioraffinerie** : les ulvanes constituent une matière première renouvelable permettant la production de biocarburants (éthanol, butanol, acétone) par fermentation des oses issus de leur hydrolyse, ainsi que la fabrication de membranes de filtration pour le traitement de l'eau (**Lakshmi et al. 2020**).

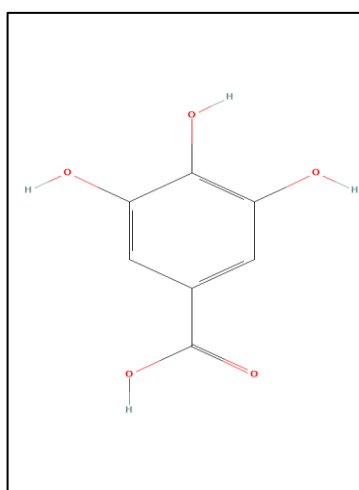
### e) Limites et perspectives de recherche

Malgré son fort potentiel, l'ulvane présente certaines limites, notamment sa variabilité naturelle selon les espèces et les conditions environnementales, ainsi que des contraintes liées à son poids moléculaire et sa faible solubilité. Des recherches sont en cours pour développer des oligosaccharides dérivés, afin d'améliorer sa biodisponibilité tout en conservant ses propriétés biologiques (Pangestuti et Kurnianto 2017; C. Li et al. 2023a).

## 4.5.2 Les polyphénols

### a) Définition et structure

Les polyphénols sont des composés naturels caractérisés par la présence de plusieurs noyaux phénoliques dans leur structure. Ils sont généralement regroupés en flavonoïdes, acides phénoliques et autres sous-classes (**Belščak-Cvitanović et al. 2018**)



**Figure 7:** la structure chimique de polyphénols - acide gallique - (Pub Chem, 2026)

### b) Propriétés physicochimiques

Les polyphénols possèdent des propriétés importantes telles que l'activité antioxydante, la capacité de chélation des métaux et leur aptitude à interagir avec les protéines. Leur capacité à moduler le stress oxydatif et à réagir avec les espèces réactives de l'oxygène joue un rôle central dans leurs activités bioactives (**Shahidi et Ambigaipalan 2015 ; Belščak-Cvitanović et al. 2018**).

Ils interviennent également dans les interactions des algues avec leur environnement par l'adaptation au stress abiotique, entre eux et avec les organismes pathogènes et au cas de symbiose à d'autre parasite. Il existe plusieurs groupes hétérogènes de polyphénols dans le règne végétal (**Nkhili, 2009**), ils sont classés par rapport aux molécules selon le nombre et le placement des atomes de carbones :

- **Non-Flavonoïdes** : structure variée comme les iso flavonoïdes, acides phénoliques, stilbènes, lignanes, Tanins hydrolysables et Lignines (**Pietta 2000**).
- **Flavonoïdes** : structure de Squelette C6-C3-C6 classé selon le degré d'oxydation et la nature des substituants portés sur le cycle C (**Pietta 2000**).

### Masse moléculaire

La masse moléculaire des polyphénols varie considérablement d'une classe à l'autre, Les acides phénoliques simples possèdent des masses entre 150 et 300 Da, tandis que les flavonoïdes monomères se situent entre 250 et 600 Da. Cette diversité de tailles moléculaires influe directement sur leurs propriétés biologiques, leur solubilité ainsi que leur biodisponibilité (**Munin et Edwards-Lévy 2011**).

### Solubilité

La solubilité des polyphénols est déterminée par leur structure chimique. Les composés de petite taille, notamment les acides phénoliques et les flavonoïdes glycosylés, sont généralement hydrosolubles et se dissolvent facilement dans l'eau ainsi que dans les solvants polaires tels que l'éthanol, le méthanol et l'acétone (**Munin et Edwards-Lévy 2011**).

### Acidité et constante de dissociation (pKa)

Les polyphénols sont des acides faibles dont les groupements phénoliques (–OH) présentent des valeurs de pKa comprises entre 7 et 12, et les groupements carboxyliques des acides phénoliques des valeurs plus basses, de l'ordre de 4 à 5. Le pH du milieu conditionne ainsi leur état d'ionisation, et par conséquent leur solubilité, leur réactivité et leur biodisponibilité (**D'Archivio et al. 2010**).

## Stabilité et sensibilité aux facteurs environnementaux

Les polyphénols sont des molécules instables, sensibles à de nombreux facteurs environnementaux tels que la lumière UV, la chaleur ( $> 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), le pH alcalin, l'oxygène et certains ions métalliques ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ), qui induisent leur dégradation par oxydation, polymérisation ou brunissement enzymatique. Cette instabilité représente le principal obstacle à leur conservation et à leur valorisation dans les applications alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques (**Albuquerque et al. 2021**).

### c) Méthodes d'extraction

L'extraction des polyphénols peut être réalisée par différentes techniques, notamment l'extraction par solvants, l'extraction par fluide supercritique et l'extraction assistée par micro-ondes. Leur purification est assurée par la chromatographie et l'ultrafiltration, permettant d'isoler efficacement les composés d'intérêt (**Wekre et al. 2019**).

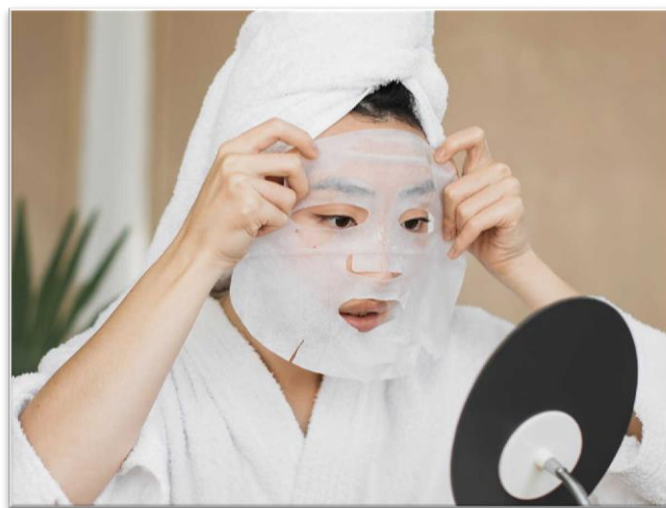
### d) Activités biologiques et applications

- **Activité antioxydante** : Les polyphénols d'*Ulva* présentent une activité antioxydante notable, avec une capacité de neutralisation des radicaux libres DPPH et ABTS, cette activité étant attribuée à la présence de composés tels que l'acide gallique et la rutine (**Doss et al. 2025**).
- **Effets anticancéreux** : les polyphénols d'*Ulva* montrent un potentiel anticancéreux préliminaire, suggérant une inhibition de la prolifération des cellules cancéreuses (**Cindana Mo'o et al. 2020**).
- Grâce à leurs propriétés fonctionnelles, Les polyphénols sont largement utilisés dans les domaines des nutraceutiques, de la conservation alimentaire et de la cosmétique en raison de leurs propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes. Ils sont également de plus en plus extraits à partir de résidus agro-industriels, ce qui s'inscrit dans une approche de valorisation durable et de chimie verte (**Bernini et al. 2024**).

### III. Patchs pour le visage

#### 1. Composition et structure des patchs pour le visage

Les patchs cosmétiques pour le visage sont des systèmes de délivrance topique constitués d'une matrice polymérique hydrophile (**Caló et Khutoryanskiy 2015**) dans laquelle sont incorporés les principes actifs. Ces composés peuvent inclure des agents hydratants, des émollients ainsi que des substances à effet anti-rides. Cette matrice joue un rôle essentiel dans la stabilité des actifs et dans le contrôle de leur libération au contact de la peau (**Gueret, 2000**).



**Figure 8:** Masque facial en tissu (<https://www.voici.fr>)

#### 2. Les types des patchs de visage

On distingue quatre grandes catégories (**Saeed et Yang 2025**) :

- **Les patchs hydrogel**

Sont des systèmes à matrice gélifiée composée de polymères naturels tels que le carraghénane, la gomme xanthane et la gomme de caroube (**Kongkwamcharoen et al. 2023**), présentant une teneur en eau très élevée, (90 et 99 % du poids total) . Leur formulation associe plusieurs constituants aux fonctions complémentaires : l'eau purifiée comme solvant principal, des polyols à fonction humectante et plastifiante (glycérine, propylène glycol), des agents gélifiants assurant la

structuration de la matrice, des agents de réticulation renforçant sa cohésion mécanique, des principes actifs cosmétiques ciblés, ainsi que des conservateurs garantissant la stabilité microbienne du système (**Mitura et al. 2020**).

- **Les patchs en biocellulose**

Structure nanofibreuse d'origine naturelle, offrant un ajustement optimal à la surface cutanée (**Saeed et Yang 2025**).

- **Les patchs hydrocolloïdes**

A base de gélatine, pectine et carboxyméthyl cellulose, sont principalement destinés au traitement des imperfections (**Saeed et Yang 2025**).

- **Les patchs à micro-aiguilles**

Elaborés en polymères biodégradables (acide hyaluronique, chitosane, acide polylactique), assurent une délivrance des actifs en profondeur (**Wu et al. 2024**).

### 3. Principe général de fonctionnement

Les patchs pour le visage offrent une administration localisée des principes actifs, permettant une action ciblée sur des zones spécifiques de la peau et optimisant leur concentration au site d'application. Leur fonctionnement repose sur un mécanisme d'activation en présence d'un liquide aqueux ou alcoolique, qui assure la solubilisation progressive des substances actives et facilite leur diffusion à travers les couches cutanées (**Ünlü et Türsen 2019**). Les avancées technologiques récentes, notamment l'électrofilage, ont permis de concevoir des patchs à structure nanofibreuse à grande surface spécifique, améliorant la capacité d'encapsulation des actifs et offrant un contrôle plus précis de leur libération dans le temps (**Huang et al. 2024**).

### 4. Mécanismes d'action sur la peau

Dans le cas spécifique des patchs hydrogel, l'action sur la peau repose sur quatre mécanismes complémentaires (**Rashid et al. 2025**) :

- **Effet occlusif** : la matrice crée une barrière limitant la perte insensible en eau favorisant ainsi l'hydratation de la couche cornée.
- **Adhérence intime** : le gel épouse parfaitement les reliefs du visage, maximisant la surface de contact et optimisant le transfert des actifs.
- **Effet rafraîchissant** : la teneur élevée en eau procure une sensation de fraîcheur apaisante immédiate.

- **Véhiculage des actifs** : les principes actifs migrent de la matrice vers la peau par gradient de concentration.

## 5. Mécanismes de libération des actifs

La libération des principes actifs est modulée par des paramètres structuraux, notamment la densité de réticulation, la masse molaire des polymères et la taille des molécules actives, ainsi que par des facteurs cutanés tels que la température (32–37 °C), le pH (4,5–6,5) et l'état d'hydratation de la peau. Elle obéit à trois mécanismes distincts (**Thang et al. 2023**) :

- **Diffusion** : migration des actifs d'une zone de forte concentration vers une zone de faible concentration selon la loi de Fick, suivant la libération d'un principe actif à partir d'une matrice solide ou semi-solide selon le type Higuchi.
- **Gonflement** : absorption de l'eau cutanée entraînant la dilatation de la matrice et la libération des actifs piégés.
- **Érosion progressive** : dissolution graduelle de la matrice assurant une libération à vitesse constante.

## 6. Avantages des patches du visage

Les patches pour le visage se distinguent par leur facilité d'utilisation, leur application propre et leur intégration aisée dans les routines de soins quotidiennes, ce qui en fait une forme galénique particulièrement appréciée en cosmétique moderne. Leur efficacité ciblée et leur mode d'action contrôlé renforcent davantage leur attractivité auprès des utilisateurs (**Huang et al., 2024**).

Les patches hydrogel offrent plusieurs atouts majeurs. Leur effet réservoir permet un apport hydrique massif et prolongé, tandis que l'effet occlusif qu'ils génèrent multiplie la pénétration des actifs par 3 à 10 fois par rapport à une application classique. La dose d'actifs délivrée est parfaitement maîtrisée par unité de patch, avec un ciblage précis de zones anatomiques spécifiques telles que le contour des yeux ou les sillons nasogéniens (**Yahya et al. 2025**).

Les polymères employés, d'origine naturelle, sont biodégradables et biocompatibles, garantissant une excellente tolérance cutanée. Ces systèmes se distinguent également par leur grande polyvalence, permettant l'incorporation d'une diversité d'actifs

cosmétiques : hydratants (acide hyaluronique, aloe vera), anti-âge (peptides, rétinol, vitamine C), éclaircissants (niacinamide, arbutine) ou apaisants (allantoïne, céramides) **(Rashid et al. 2025)**.

## **7. Potentiel des ulvanes et des polyphénols en formulation de patchs cosmétiques**

Les ulvanes apparaissent comme des candidats particulièrement prometteurs pour la formulation de patchs cosmétiques. Grâce à leur aptitude à former des hydrogels biocompatibles, à leurs activités antioxydante et anti-inflammatoire intrinsèques, ainsi qu'à leur pouvoir hydratant et filmogène, ils pourraient assurer simultanément la fonction de matrice structurante et celle de principe actif cosmétique, constituant ainsi un système bifonctionnel innovant à forte valeur ajoutée **(Pari et al. 2025)**.

Les polyphénols représentent des principes actifs de premier ordre pour la formulation de patchs cosmétiques. Leur fort potentiel antioxydant, leurs propriétés anti-inflammatoires et anti-âges en justifient pleinement l'intérêt. Toutefois, leur intégration efficace dans des formulations cutanées nécessite leur stabilisation au sein de matrices appropriées qui garantissent à la fois leur protection, leur libération contrôlée et leur pénétration optimale à travers la peau **(Farhan 2024)**.

# ***Chapitre 02:***

## ***Matériel et méthodes***

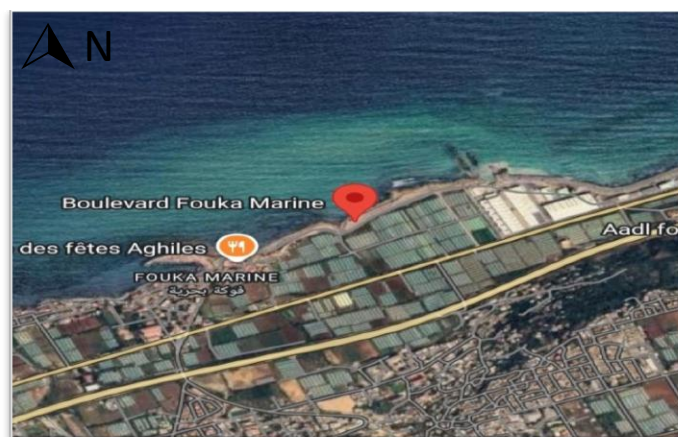
## 1. Récolte des algues et préparation des échantillons

### 1.1 Objectif du travail

L'objectif de ce travail est d'explorer la valorisation durable des algues vertes du genre *Ulva* en tant que source de molécules bioactives à fort potentiel cosmétique, en vue de développer des patchs faciaux à base d'ulvanes et de polyphénols. Il consiste à extraire et caractériser ces composés pour évaluer leurs propriétés biologiques. Ce travail décrit également les différentes étapes expérimentales, depuis la collecte de la matière première jusqu'à la caractérisation du produit final. Il s'inscrit dans une démarche de formulation de cosmétiques naturels, sûrs et respectueux de l'environnement et vise à concevoir des produits dermo-cosmétiques innovants et durables.

### 1.2 Présentation de la zone d'échantillonnage

La récolte a été effectuée au boulevard Fouka Marine dans la wilaya de Tipaza. Localisé sur la côte centre-nord de l'Algérie (aux coordonnées **36.67° N** et **2.74° E**), ce secteur se caractérise par un littoral essentiellement rocheux. Cette nature de terrain en fait un écosystème particulièrement riche c'est un site idéal pour analyser les peuplements algaux, qu'il s'agisse de leur organisation spécifique ou de la faune benthique. Parmi la flore dominante, l'algue verte *Ulva*, occupe une place centrale ; elle ne se contente pas de coloniser les rochers, elle sert aussi d'habitat indispensable à de nombreuses espèces animales marines de la région.



**Figure 9:** Boulevard Fouka Marine tipaza <https://www.google.com/intl/fr/earth/>

### 1.3 Prélèvement de la biomasse algale

La récolte s'est déroulée le **18 février 2026**. Malgré une météo assez difficile ce jour-là, marquée par des vents violents et une mer agitée, nous avons réussi à collecter une quantité de biomasse suffisante pour nos analyses.



**Figure 10:** Collecte manuelle des algues sur site

Une fois prélevés, les échantillons ont été immédiatement conservés dans une glacière remplie d'eau de mer. Cette précaution a permis de maintenir les algues dans des conditions optimales de fraîcheur durant leur transfert.



**Figure 11:** Conditions de transport des algues dans l'eau de mer

### 1.4 Prétraitement de l'algue *Ulva sp* : selon (Postma et al. 2018)

Les algues ont d'abord été rincées abondamment à l'eau courante, puis à l'eau distillée. Cette étape est cruciale pour éliminer toutes les impuretés fixées sur la biomasse, comme le sable et les débris.



**Figure 12:** Lavage des algues récoltées.

La biomasse propre a ensuite été placée à l'étuve à une température modérée (40 et 45 °C) pendant 24 à 48 heures, jusqu'à dessiccation complète.



**Figure 13:** Séchage des algues.

Les algues séchées ont été broyées à l'aide d'un broyeur. Cette action permet de réduire la structure de l'algue pour faciliter l'extraction ultérieure.



**Figure 14:** Broyage des algues.

La poudre obtenue a été tamisée à 200  $\mu\text{m}$ . Afin d'assurer une granulométrie fine et homogène. Enfin, nous l'avons conservée dans des boîtes stériles, stockées à température ambiante (environ 25 °C), à l'abri de l'humidité et la lumière jusqu'au moment des analyses.



**Figure 15:** Tamisage des algues.

## 2. Extraction de l'ulvane

- **Protocole d'extraction de l'ulvane**

Le protocole d'extraction a été réalisé en s'inspirant de la méthode décrite par (Pappou et al. 2022), avec certaines modifications adaptées aux conditions expérimentales de cette étude :

- Une masse de 30 g de poudre d'algue a été macérée pendant 48 heures à température ambiante dans un mélange méthanol/dichlorométhane/eau (80:40:20, v/v/v) afin d'éliminer les lipides et les pigments, garantissant ainsi une meilleure pureté de l'ulvane.



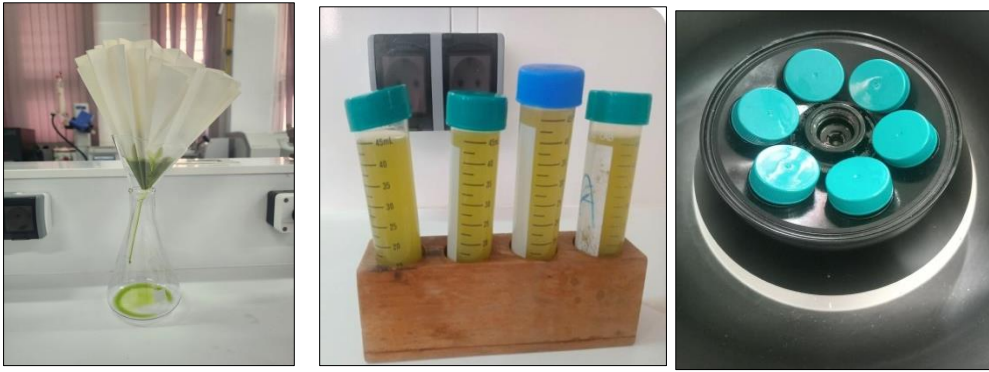
**Figure 16:** Délipidation et dépigmentation de la poudre d'algue

- Filtrer et récupérer la biomasse algale dépigmentée et délipidée. Puis la transférer dans un bécher contenant 600 mL d'eau distillée, puis chauffage sous reflux à 80–90 °C pendant 2 heures sous agitation magnétique.



**Figure 17:** Extraction aqueuse de l'ulvane sous chauffage à reflux

- Après refroidissement, filtrer et centrifuger le filtrat à 2800 tr/min pendant 15 min pour éliminer les particules insolubles.



**Figure 18:** Filtration et centrifugation de la solution algale

- Filtrer le surnageant et Précipiter l'ulvane on ajoutant 4 v d'éthanol (96 %) pour 1 v de solution algale pour former l'ulvane.



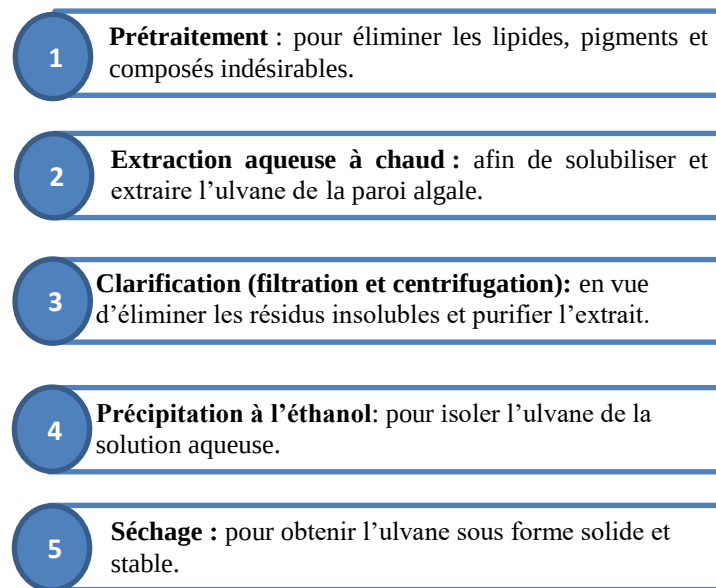
**Figure 19:** Précipitation de l'ulvane par l'éthanol

- Filtrer pour récupérer l'ulvane et sécher à 45 °C pendant 24 heures.



**Figure 20:** Récupération de l'ulvane précipité.

Le diagramme suivant récapitule toutes les étapes d'extraction de l'ulvane :



**Figure 21:** Diagramme simplifié du procédé d'extraction de l'ulvane.

### 3. Caractérisation de l'ulvane extrait

#### 3.1 Tests physico-chimiques

##### 3.1.1 Rendement

Selon (**Peng et al. 2020**) le rendement d'extraction a été calculé pour évaluer l'efficacité du procédé. Il correspond au rapport entre la masse d'ulvane sec récupérée après extraction et la masse initiale de la poudre d'algue utilisée. Le calcul a été effectué selon la formule suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse d'ulvane extrait (g)}}{\text{masse d'algues seches (g)}} \times 100$$

##### 3.1.2 Test de solubilité

Ce test permet d'observer le comportement de l'ulvane dans différents milieux. Nous avons testé sa solubilité dans l'eau distillée ainsi que dans des solvants organiques (éthanol, acétone).

- **Protocole**

Une prise d'essai de **0,1 g d'ulvane** a été introduite dans 10 mL de solvant (eau distillée, éthanol et acétone). Le mélange a été maintenu sous agitation magnétique à température ambiante pendant environ 30 minutes afin d'observer la dissolution ou la saturation de la solution.



**Figure 22:** Test de solubilité de l'ulvane

### 3.1.3 Mesure du pH

La mesure du pH est essentielle pour déterminer le caractère acide ou basique de l'extrait en solution.

- **Protocole**

Une solution d'ulvane à 1 % a été préparée (1 g d'extrait dans 100 mL d'eau distillée). Après une agitation complète et un court temps de repos, la valeur du pH a été relevée à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné.



**Figure 23:** pH mètre

### 3.2 Mise en évidence des sucres totaux (Test au Phénol-Acide Sulfurique)

#### 3.2.1 Objectif

L'objectif de ce test est de confirmer la nature polysaccharidique de notre extrait d'ulvane. En mettant en évidence la présence de sucres totaux **(Du Bois et al. 1956)**.

#### 3.2.2 Principe de la méthode

Sous l'action de l'acide sulfurique concentré, les polysaccharides sont hydrolysés en sucres simples, lesquels subissent ensuite une déshydratation pour former des dérivés furfuraliques. La réaction de ces composés avec le phénol engendre une coloration jaune-orangé à brun, témoignant de la présence de glucides **(Du Bois et al. 1956)**.

#### 3.2.3 Protocole

##### 1. Le blanc

Un blanc a été préparé en utilisant 1 mL d'eau distillée. Quelques gouttes de phénol ont ensuite été ajoutées, suivies de l'ajout de 2 mL d'acide sulfurique concentré.

##### 2. La solution d'ulvane

- 0.5 mL de la solution d'ulvane a été introduite dans un bécher propre.
- 0.5 ml de phénol ont été ajoutées à l'échantillon.
- Ajouter rapidement 2.5 mL d'acide sulfurique concentré.

### 3.3 Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est l'une des techniques les plus efficaces pour caractériser la structure de l'ulvane. Elle permet d'identifier les principaux groupements fonctionnels de la molécule en mesurant l'absorption sélective du rayonnement infrarouge par les liaisons chimiques **(Al-Amin et al. 2025)**.

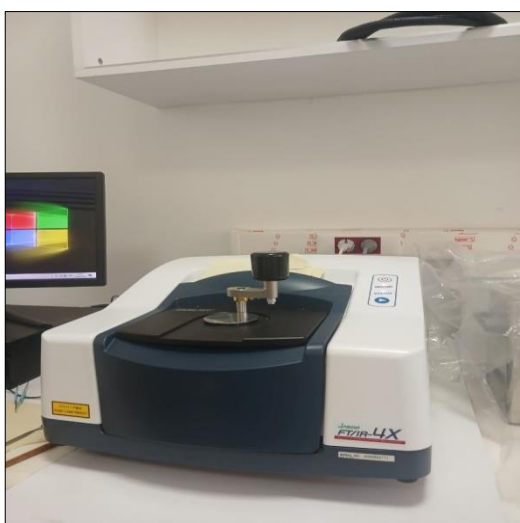
#### 3.3.1 Principe et Appareillage

Le principe repose sur l'absorption de l'énergie infrarouge par les molécules, ce qui provoque des vibrations spécifiques (étirement ou déformation) de leurs liaisons. Chaque groupement chimique absorbant à une longueur d'onde précise, le spectre obtenu constitue une véritable "empreinte digitale" structurale du composé **(Al-Amin et al. 2025)**.

### 3.3.2 Mode opératoire

L'analyse a été réalisée selon la méthode de la pastille :

1. Une faible quantité d'échantillon d'ulvane a été broyée finement.
2. Cette poudre a été soumise à une presse afin d'obtenir une pastille fine et translucide.
3. La pastille a été placée dans le spectrophotomètre. Le logiciel intégré a ensuite traité les données par transformée de Fourier pour générer le spectre final, montrant l'intensité de l'absorption en fonction du nombre d'ondes.



**Figure 24:** Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

### 3.4 Activité anti-inflammatoire des ulvanes

#### Principe

L'activité anti-inflammatoire des ulvanes a été évaluée par sa capacité à inhiber la dénaturation thermique de la BSA (albumine sérique bovine). Les absorbances ont été mesurées à 660 nm, et les taux d'inhibition ont été calculés par rapport au diclofénac, utilisé comme anti-inflammatoire de référence (**Mizushima et Kobayashi 1968**).

#### Protocole expérimental

Selon la méthode de (**Mizushima et Kobayashi 1968**):

- Préparer une solution de BSA à 2 % dans l'eau distillée, et une solution d'ulvane à 1 %.
- Dans chaque tube à essai, mélanger 450 µL de solution de BSA avec 50 µL de la solution d'ulvane et 2,5 mL de tampon phosphate. Un tube témoin, dans lequel l'échantillon a été remplacé par de l'eau distillée a été également préparé. Réaliser chaque essai en triplicata.
- Incuber les mélanges à 37 °C pendant 20 minutes, puis à un chauffage à 57 °C pendant 30 minutes au bain-marie afin de provoquer la dénaturation de la protéine.
- Après retour à température ambiante, mesurer l'absorbance à 660 nm au spectrophotomètre.
- le pourcentage d'inhibition a été calculé pour quantifier l'activité anti-inflammatoire de l'ulvane par :

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{A \text{ témoin} - A \text{ échantillon}}{A \text{ témoin}} \times 100$$

**A témoin** : absorbance du tube témoin (sans échantillon).

**A échantillon** : absorbance du tube contenant l'ulvane.

#### 4. Extraction des composés phénoliques

L'extraction des polyphénols a été réalisée selon (**Pappou et al. 2022**) par macération à froid, une méthode douce qui permet de préserver l'intégrité des molécules thermosensibles.

##### Protocole

- 50 g de poudre d'algue a été dépigmenté par l'hexane pendant 48h. Après filtration la biomasse a été immergée dans ce solvant de 1000 mL un mélange hydro-éthanolique (éthanol 80 % / eau distillée 20 %) pendant **96 heures** à température ambiante à l'abri de la lumière. Filtrer chaque 48 heure à l'aide d'un papier filtre (0,45 µm), le résidu solide a été récupéré et remis en contact avec une nouvelle portion de solvant frais.



**Figure 25:** Dépigmentation de la poudre d'algue

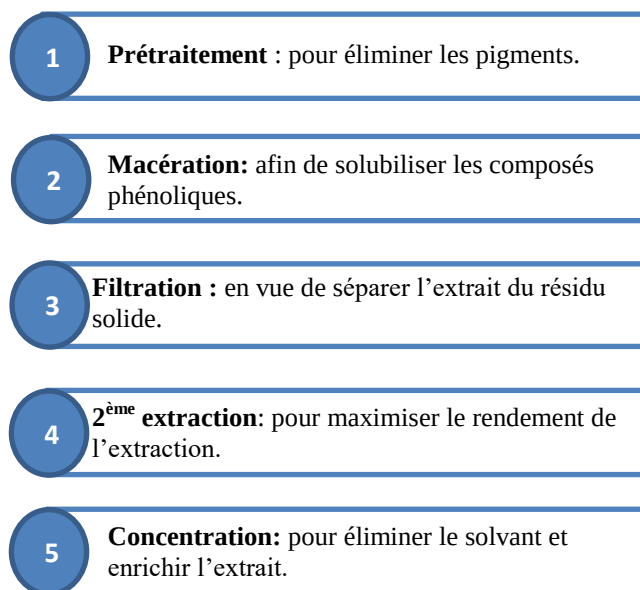
- Les différents filtrats ont été concentrés à l'aide d'un **évaporateur rotatif** à 50 °C.



**Figure 26:** Concentration des filtrats par évaporation rotative

- La solution phénolique finale a été stockée à 4 °C pour garantir sa stabilité avant les analyses ultérieures.

Le diagramme ci-dessous résume les différentes étapes de l'extraction des composés phénoliques :



**Figure 27:** Diagramme simplifié du procédé d'extraction des composés phénoliques.

## 5. caractérisation des polyphénols extraits

### 5.1 Mesure du pH

La mesure du pH est essentielle pour déterminer le caractère acide ou basique de l'extrait en solution.

#### Protocole

La valeur du pH d'une solution de polyphénols a été relevée à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné.



**Figure 28:** pH mètre

### 5.2 Dosage des composés phénoliques totaux : la méthode de Folin-Ciocalteu

## 1. Objectif

L'objectif de cette analyse est de quantifier la concentration en composés phénoliques totaux présents dans notre extrait. Cette mesure permet d'évaluer l'efficacité de notre solvant d'extraction. **(Ruiz-Vasquez, L., et al. (2026))**

## 2. Principe de la méthode : selon Singleton et Rossi (1965)

Le principe repose sur le transfert d'électrons en milieu alcalin : les composés phénoliques réduisent le réactif de Folin, ce qui provoque l'apparition d'une coloration bleue intense. L'intensité de cette coloration, mesurée par spectrophotométrie (765 nm), est proportionnelle à la quantité de phénols présents dans l'échantillon. **(Ruiz-Vasquez, L., et al. (2026))**

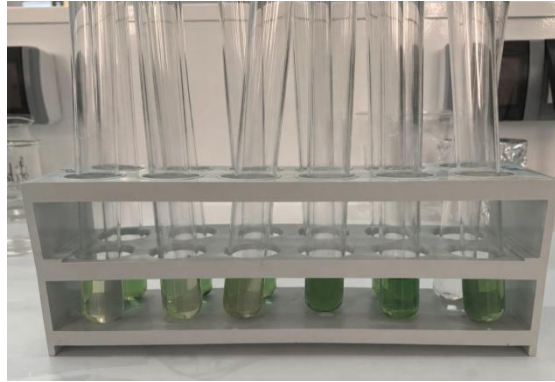
## 3. Protocole expérimental

- Pour quantifier les polyphénols dans notre extrait, nous avons préparé une gamme étalon à partir d'une solution mère d'acide gallique. Cette gamme se compose de 7 tubes, répartis comme suit :

**Tableau 2:** la gamme étalon d'acide gallique et de l'échantillon

| Tube | Nature         | Concentration (mg/L)                  |
|------|----------------|---------------------------------------|
| 0    | Témoin Blanc   | 0 (Eau distillée + réactifs)          |
| 1    | Acide Gallique | 0,5                                   |
| 2    | Acide Gallique | 1,0                                   |
| 3    | Acide Gallique | 1,5                                   |
| 4    | Acide Gallique | 2,0                                   |
| 5    | Acide Gallique | 2,5                                   |
| 6    | Échantillon    | Solution de polyphénols $\frac{1}{4}$ |

- Ajouter 2,5 mL du réactif de Folin-Ciocalteu (dilué à 10 %) à chaque tube et laisser le mélange réagir pendant 5 min.
- Ajouter 2 mL d'une solution de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) à 7.5 %.
- Incuber les tubes à l'obscurité pendant 30 min à température ambiante.
- Relever l'absorbance au spectrophotomètre. Les concentrations ont été déduites à partir de la courbe d'étalonnage.



**Figure 29:** La gamme d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques

## 6. Formulation et élaboration du patch facial

Les patches ont été formulés selon le protocole décrit par **Sulastri et al. (2021)**, avec certaines modifications apportées afin de l'adapter aux conditions expérimentales de cette étude.

Toutes les manipulations ont été réalisées dans des conditions d'asepsie afin de prévenir toute contamination microbiologique et de garantir la qualité et la sécurité des patches formulés.

- Chauffer l'eau distillée à 50 °C.
- Ajouter d'ulvane et bien mélanger jusqu'à l'obtention d'un gel homogène.
- Laisser tiédir jusqu'à environ 40 °C.
- Ajouter la solution phénolique, la glycérine et un conservateur.
- Mélanger jusqu'à obtenir une solution homogène.
- Imbiber la matrice du patch dans la solution préparée précédemment.
- Stocker les patches dans des sachets (emballage) contenant de la vitamine E et conserver à l'abri de la lumière jusqu'à leur utilisation.

## 7. Contrôles du patch formulé

### 7.1 Mesure du pH

Déterminer l'acidité du patch pour vérifier la compatibilité cutanée.

#### Protocole

La valeur du pH du patch a été relevée à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné.



**Figure 30:** pH mètre

### 7.2 Contrôle microbiologique du patch

#### 1. Objectif

Un contrôle microbiologique a été effectué afin de s'assurer de la sécurité du patch facial formulé et de sa conformité aux exigences cosmétiques. Ce contrôle permet de vérifier qu'il n'y a pas de contamination microbienne susceptible d'altérer la qualité du produit ou de présenter un risque pour la santé de l'utilisateur.

#### 2. Types de contrôle effectués

On a effectué deux sortes d'analyses :

##### - Analyse quantitative

Elle consiste à déterminer la charge microbienne globale et comprend :

- la flore aérobie mésophile totale
- levures et moisissures

##### - Analyse qualitative

Elle a pour but de détecter la présence de germes pathogènes interdits dans les produits cosmétiques :

- *Pseudomonas aeruginosa*

- *Staphylococcus aureus*
- *Escherichia coli*

Les analyses ont été réalisées selon les normes suivantes :

**ISO 21149 / NA 8287** : flore mésophile aérobie totale

**ISO 16212 / NA 8285** : levures et moisissures

**ISO 22717 / NA 8292** : *Pseudomonas aeruginosa*

**ISO 22718 / NA 8293** : *Staphylococcus aureus*

**ISO 21150** : *Escherichia coli*

### 3. Préparation des échantillons

- **Suspension mère**

- Dans des conditions d'asepsie strictes, peser 10 g de l'échantillon (le patch) puis transférer dans un flacon stérile.
- Ajouter 90 mL d'eau peptonée tamponnée stérile afin d'obtenir une dilution initiale de  $10^{-1}$ . Le mélange a été homogénéisé jusqu'à l'obtention d'une suspension uniforme.
- Laisser la préparation au repos pendant 30 minutes à température ambiante, afin de favoriser la remise en suspension des microorganismes.

- **Dilutions décimales**

À partir de la solution mère on a fait une série de dilutions décimales. Pour ce faire :

- Transférer 1 mL de la suspension initiale dans un tube contenant 9 mL de diluant stérile et homogénéiser le mélange.
- On a répété l'opération de la même façon afin d'obtenir une série de dilutions successives jusqu'à la dilution  $10^{-4}$ .

#### a- Flore mésophile aérobie totale (FMAT)

Cette étape permet de dénombrer tous les micro-organismes aérobies capables de se développer à une température de croissance optimale.

- Pour chacune des dilutions réalisées. Mettre 0,1 mL en surface sur une gélose TSA. L'inoculum est ensuite étalé uniformément sur toute la surface du milieu au moyen d'un étaleur (râteau) stérile.
- Placer les boîtes de Pétri en étuve à une température de  $32,5 \pm 2,5$  °C pendant 72 heures.

Après incubation, on lit les boîtes dont la densité est exploitable, soit entre 15 et 300 colonies (UFC).

- La concentration microbienne du patch à l'état initial est déterminée par la suite par la moyenne pondérée et la formule de Guiraud et Galzy :

$$N = \frac{\Sigma c}{V(n_1 \times 0,1n_2)} \times \frac{1}{d}$$

N : nombre de microorganismes (UFC/g ou UFC/mL).

$\Sigma C$  : somme des colonies comptées.

V : volumeensemencé (mL)

$n_1$  : nombre de boîtes retenues à la première dilution

$n_2$  : nombre de boîtes retenues à la deuxième dilution

d : dilution correspondant à la première dilution retenue

#### b- Levures et moisissures

On se propose d'isoler ces micro-organismes sur un milieu de culture sélectif (Sabouraud) favorable à leur développement. Pour chacune des dilutions réalisées. Mettre 0,1 mL en surface sur une gélose sabouraud. On étale ensuite l'inoculum uniformément sur toute la surface du milieu avec un étaleur (râteau) stérile.

- Les boîtes de Pétri sont incubées à une température de 25 °C pendant 3 à 5 jours.

- A l'issue de l'incubation, les deux types de colonies sont reconnaissables à l'œil nu :

- **Levures** : Colonies bombées, circulaires, semblables à des colonies bactériennes. Crémeuses, lisses, le plus souvent blanches ou rosées.
- **Moisissures** : grandes taches envahissantes, souvent de couleur variable (vert, noir, gris). Filamenteuses ou poudreuses (ressemblance avec le duvet ou le coton).

#### c- Recherche de germe à pouvoir pathogènes

##### 1. Phase d'enrichissement

Cette étape permet de lever l'inhibition des conservateurs éventuellement présents dans le patch.

Introduire 10 g de patch dans 90 mL de bouillon TSE, soit une dilution au  $10^{-1}$ . Puis incuber entre 6 et 24 heures à une température de 32 °C.

## 2. Phase d'isolement sur milieux sélectifs

### ➤ *Pseudomonas aeruginosa*

L'ensemencement a été réalisé sur Gélose Cétrimide (milieu sélectif des *Pseudomonas*). Pendant 48 heures à 32,5 °C.

- **Lecture** : Présence de colonies vert-jaune

### ➤ *Staphylococcus aureus*

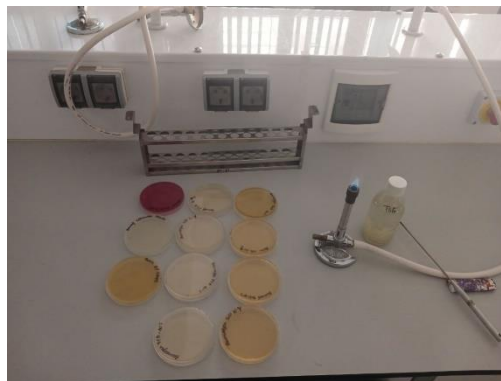
L'ensemencement a été réalisé sur Gélose Baird-Parker pendant 24 à 48 heures à 32,5 °C.

- **Lecture** : Colonies noires entourées d'un halo clair.

### ➤ *Escherichia coli*

L'ensemencement a été réalisé sur Gélose VRBL pendant 24 heures à 32,5 °C.

- **Lecture** : Colonies rouge brique d'un diamètre  $\geq 0,5$  mm, entourées d'un halo de précipitation des sels biliaries.



**Figure 31:** Contrôle microbiologique du patch facial

## 6.3 Test d'irritation cutanée

Les tests cutanés chez l'homme sont une étape réglementaire clé pour tout produit cosmétique avant sa mise sur le marché, encadrée par le Règlement européen N°1223/2009 qui interdit les tests sur animaux depuis 2009 (**Barthe et al. 2021**).

### 1. Objectif

Évaluer la tolérance cutanée de la formulation cosmétique après une application en conditions occlusives, chez 5 volontaires sains (**SCCNFP, 1999**).

## 2. Considérations éthiques

Avant la réalisation du test, chaque volontaire sera informé des objectifs, du protocole, de la durée et des risques éventuels de l'étude (irritation, rougeur ou démangeaison transitoire) avant de signer un formulaire de consentement éclairé. Tout participant reste libre de se retirer à tout moment. La confidentialité des données sera garantie conformément aux principes d'éthiques en vigueur (SCCS, 2021).

## 3. Protocole

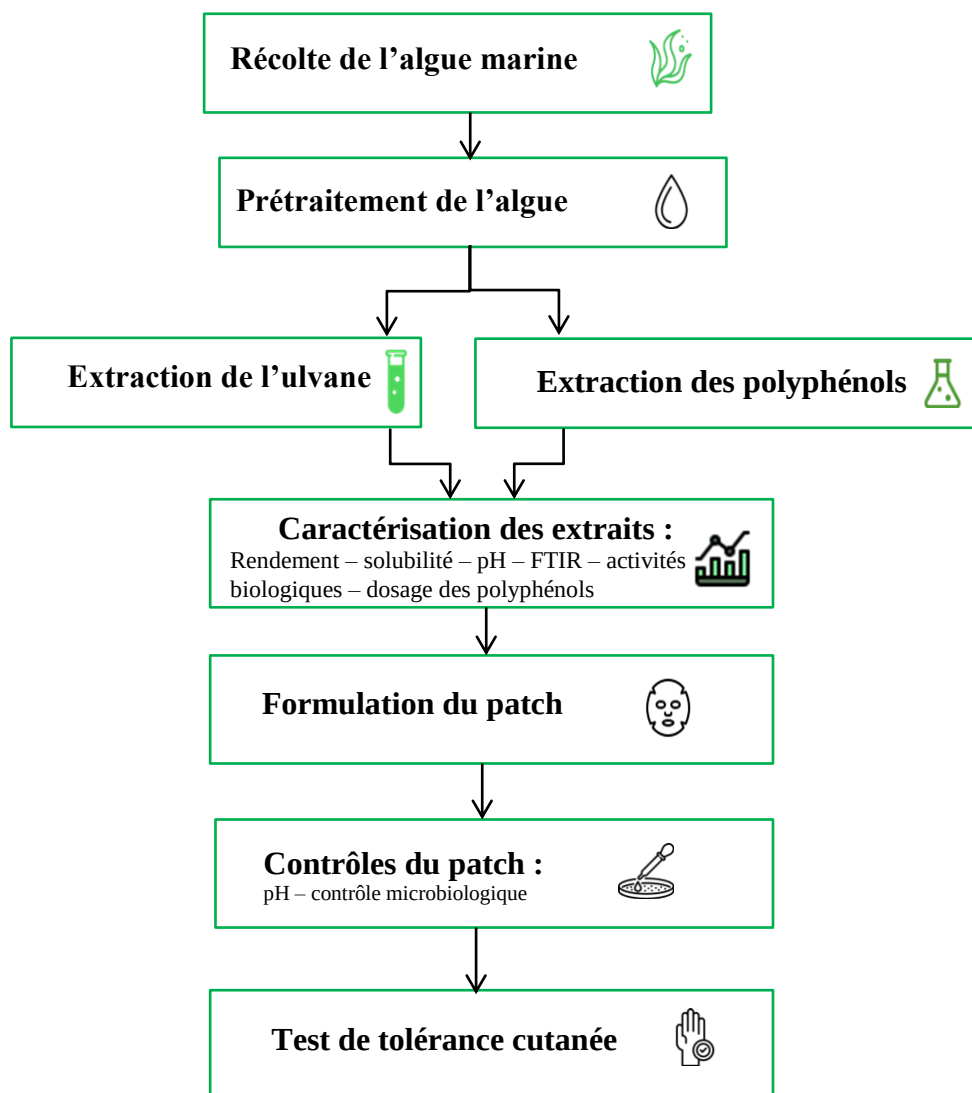
Selon **Mehling et al. 2020** et **Brans et Mahler 2023**

- Nettoyer la face interne de l'avant-bras, puis laisser sécher à l'air libre.
- Déposer le patch cosmétique sur la zone pendant 15 min.
- Observer chaque site à l'œil nu afin de détecter toute réaction cutanée (rougeur, démangeaison, sensation de brûlure, œdème ...) et noter les observations.
- Nouvelle observation des mêmes sites après 24 h, 48 h et 72 h afin de détecter les réactions retardées.



**Figure 32:**teste d'irritation cutanée

Le diagramme ci-dessous présente de manière synthétique l'ensemble de la démarche expérimentale adoptée dans cette étude, depuis la récolte de l'algue jusqu'au contrôle final du patch formulé, en passant par les différentes étapes d'extraction des principes actifs et de formulation du produit :



**Figure 33:** Diagramme simplifié de la démarche expérimentale

# ***Chapitre 03 : Résultats & discussion***

## 1. Identification macroscopique de l'algue récoltée

L'algue verte collectée dans la zone de fouka marine a été identifiée comme appartenant au genre *Ulva* (Chlorophyta). L'identification a été réalisée au laboratoire, un thalle foliacé aplati de couleur verte vive à vert olive, légèrement plus foncé à la base a été observé. Sa texture est membraneuse, souple et translucide, avec des lames minces organisées en lanières allongées, aux bords ondulés. La base du thalle apparaît plus compacte et plus pigmentée, suggérant la présence d'une zone d'attache au substrat. L'ensemble de ces caractères morphologiques est cohérent avec le genre *Ulva*. (Koeman et Van Den Hoek 1981)



Figure 34: Identification de l'algue récoltée.

## 2. Caractérisation de l'ulvane extrait

### 2.1 Tests physico-chimiques

#### 2.1.1 Détermination du rendement

Le rendement d'extraction de l'ulvane a été calculé à partir de 30 g de biomasse sèche d'*Ulva*, ayant permis l'obtention de 3 g d'ulvane, soit un taux de rendement de 10 %, déterminé selon la formule suivante :

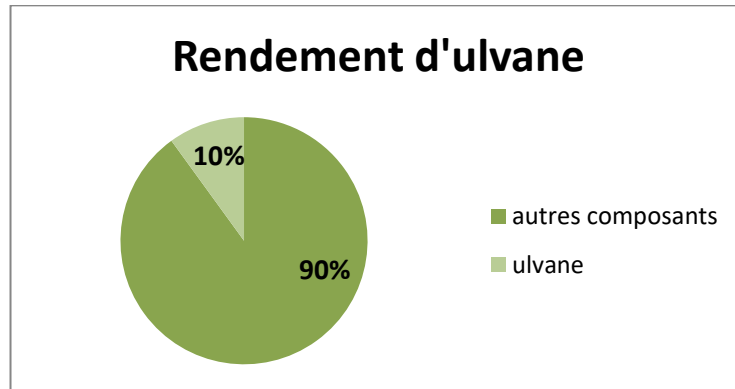
$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse d'ulvane extrait (g)}}{\text{masse d'algues seches (g)}} \times 100$$

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{3}{30} \times 100$$

$$\text{Rendement (\%)} = 10\%$$

Le rendement obtenu de 10 % est cohérent avec ceux rapportés dans la littérature pour les espèces du genre *ulva*, généralement comprise entre 8 % et 29 % (Kidgell et al.

2019a), cette variabilité étant attribuée à plusieurs facteurs tels que la saison de récolte, l'état physiologique des algues ainsi que la méthode d'extraction utilisée. Ce résultat témoigne ainsi d'une extraction efficace et d'une préservation satisfaisante de l'ulvane au cours des différentes étapes du traitement.



**Figure 35:** Diagramme représentant le rendement en ulvane extrait à partir d'Ulva

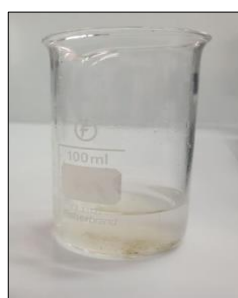
### 2.1.2 Test de solubilité

Les résultats obtenus montrent une solubilité élevée de l'ulvane extrait dans l'eau distillée, où il forme une solution visqueuse, stable et homogène. Ce comportement est directement lié à la nature chimique de ce polysaccharide marin, dont les groupements polaires carboxyles, hydroxyles et sulfates lui confèrent une forte affinité pour les molécules d'eau. Reconnu dans la littérature comme une fibre soluble à caractère hydrophile marqué. L'ulvane est en effet capable de former des gels aqueux stables, une propriété caractéristique des polysaccharides marins (**Lahaye et Robic 2007**).



**Figure 36:** Solubilité d'ulvane dans l'eau distillée.

En revanche, aucune solubilisation n'a été observée dans les solvants organiques testés, notamment l'éthanol et l'acétone, où l'ulvane s'est déposé au fond sans se dissoudre. Cette insolubilité s'explique par la faible polarité de ces milieux, insuffisante pour établir des interactions avec les chaînes macromoléculaires hydrophiles de l'ulvane. Il est à noter que même l'éthanol, pourtant doté d'une certaine polarité résiduelle, n'a pas permis la mise en solution du polymère. L'ensemble de ces résultats confirme ainsi le caractère strictement hydrosoluble de l'ulvane, étroitement lié à la présence de ses groupements ioniques, et souligne l'inadaptation des solvants organiques peu polaires à sa solubilisation (C. Li et al. 2023).



**Figure 37 :** Insolubilité de l'ulvane dans l'éthanol



**Figure 38:** Insolubilité de l'ulvane dans l'acétone.

Les résultats des essais de solubilité de l'ulvane sont résumés dans le tableau 3 :

**Tableau 3:**Résultat du test de solubilité

| Solvant        | Solubilité  |
|----------------|-------------|
| Eau distillée  | ✓ soluble   |
| Éthanol (95 %) | ✗ insoluble |
| Acétone        | ✗ insoluble |

### 2.1.3 Mesure du pH

Le pH de la solution d'ulvane a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre de laboratoire, après sa dissolution dans l'eau distillée. La valeur obtenue est de 7,58 proche de la neutralité, ce qui est cohérent avec la présence de groupements carboxylates sous forme de sels et de sulfates. Cette valeur s'inscrit dans la fourchette rapportée dans la littérature, elle s'étendent en effet de 5,5, rapportées par (Massironi et al. 2019) à 10,54, mentionnées par (Nourhan A. Ashour et al. 2025). Le résultat obtenu dans la présente étude est ainsi pleinement cohérent avec les valeurs attendues pour un ulvane purifié et extrait à l'eau chaude. Le pH d'une solution d'ulvane peut varier considérablement selon l'espèce d'*Ulva*, la méthode d'extraction employée qu'elle soit à l'eau chaude, acide ou alcaline ainsi que le degré de purification, notamment par dialyse ou précipitation éthanolique.



**Figure 39:** Mesure du pH d'une solution d'ulvane extrait.

## 2.2 Mise en évidence des sucres totaux (Test au Phénol-Acide Sulfurique)

L'apparition d'une coloration jaune-orangé lors du test au phénol-acide sulfurique confirme la présence de sucres totaux dans l'extrait d'ulvane. Ce résultat est pleinement attendu et cohérent avec la nature chimique de l'ulvane, qui est un polysaccharide sulfaté constitué principalement de L-rhamnose, d'acide D-glucuronique, d'acide L-iduronique et de D-xylose. Ces monosaccharides, une fois libérés par hydrolyse en milieu acide sulfurique chaud, réagissent avec le phénol pour générer la coloration caractéristique observée (Kidgell et al. 2019).

Ce résultat positif atteste en premier lieu de la nature glucidique de l'extrait obtenu, démontrant que le protocole d'extraction a effectivement permis d'isoler une fraction riche en glucides à partir de la biomasse d'*Ulva*. Il témoigne également de l'efficacité du procédé mis en œuvre, qui a réussi à libérer des sucres solubles depuis la paroi cellulaire de l'algue. Enfin, ces observations sont pleinement cohérentes avec les données de la littérature, où le test au phénol-acide sulfurique est systématiquement positif pour les fractions riches en polysaccharides sulfatés (**Barakat et al. 2022**).



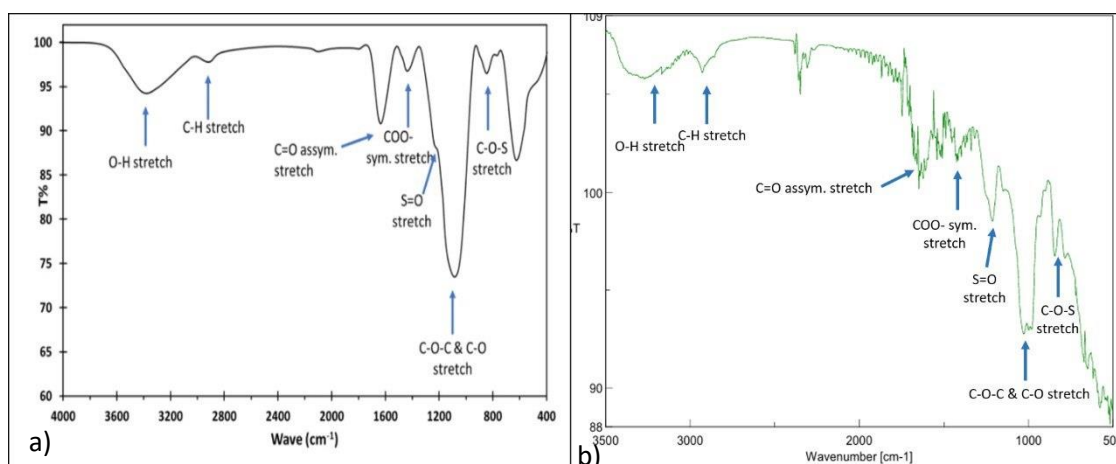
**Figure 40:** Blanc (négatif)



**Figure 41 :** Solution d'ulvane (positif).

### 2.3 Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR)

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été réalisée afin d'identifier les principaux groupements fonctionnels présents dans l'ulvane extrait et de confirmer sa nature de polysaccharide sulfaté.



**Figure 42:** Comparaison des spectres FTIR de ulvane : (a) spectre de référence (Madany et al. 2021) (b) spectre expérimental obtenu dans cette étude.

### Analyse comparative

#### Bande O–H ( $3200\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$ )

La large bande observée autour de  $3200\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$  est attribuée aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles ( $\text{--OH}$ ) des unités saccharidiques de l'ulvane. Caractéristique des polysaccharides, cette bande témoigne de l'existence de nombreuses liaisons hydrogène et confirme le caractère hydrophile marqué de l'ulvane.

#### Bande C–H ( $2920\text{--}2930\text{ cm}^{-1}$ )

La bande enregistrée aux environs de  $2920\text{--}2930\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'élongation des liaisons C–H des groupements aliphatiques présents dans les résidus osidiques qui constituent la chaîne polysaccharidique.

#### Bandes $\text{COO}^-$ ( $1600\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$ et $1400\text{--}1450\text{ cm}^{-1}$ )

Les bandes relevées dans les régions  $1600\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$  et  $1400\text{--}1450\text{ cm}^{-1}$  sont attribuées respectivement aux vibrations asymétriques et symétriques des groupements carboxylates ( $\text{COO}^-$ ). Leur présence atteste de l'existence d'acides uroniques, notamment l'acide glucuronique et l'acide iduronique, qui sont des constituants structuraux importants de l'ulvane.

#### Bande S=O ( $1220\text{--}1260\text{ cm}^{-1}$ )

La bande intense observée entre  $1220$  et  $1260\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique des vibrations d'élongation des groupements sulfates ( $\text{S=O}$ ). Elle représente l'un des marqueurs structuraux les plus significatifs des polysaccharides sulfatés et confirme la nature sulfatée de l'ulvane extrait. Confirmant la nature sulfatée de ce polysaccharide. Ces

groupements sulfate sont connus pour leur rôle dans les activités biologiques de l'ulvane, notamment l'activité antibactérienne, par interaction avec les membranes bactériennes chargées positivement (**Barakat et al. 2022**).

#### **Bandes C–O–C et C–O (1000–1150 $\text{cm}^{-1}$ )**

Les bandes enregistrées entre 1000 et 1150  $\text{cm}^{-1}$  sont associées aux vibrations des liaisons glycosidiques (C–O–C) ainsi qu'aux groupements alcooliques (C–O) des unités monosaccharidiques, confirmant ainsi la structure polysaccharidique de l'ulvane.

#### **Bande C–O–S (820–850 $\text{cm}^{-1}$ )**

La bande observée autour de 820–850  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée aux vibrations des liaisons C–O–S des sucres sulfatés. Cette absorption constitue une signature spectrale caractéristique et distinctive de l'ulvane.

### **Similitudes et différences entre l'ulvane extrait et l'ulvane de référence**

#### **Similitudes**

Les spectres FTIR de l'ulvane extrait et de l'ulvane de référence rapporté dans la littérature présentent les mêmes bandes caractéristiques, relatives aux groupements hydroxyles, carboxylates, sulfates et aux liaisons glycosidiques. Cette concordance confirme que le polysaccharide extrait possède bien les caractéristiques structurales typiques de l'ulvane.

#### **Différences mineures**

- **Déplacements de pics** : De légères variations des nombres d'onde peuvent être attribuées aux différences d'origine de l'algue, aux conditions d'extraction ou aux variations de composition en sucres et en sulfates.
- **Intensités relatives** : Les variations d'intensité observées pour certaines bandes, notamment celles des groupements sulfates, peuvent refléter des différences de degré de sulfatation ou de pureté entre les échantillons.

#### **Validation de l'extraction**

La présence des bandes caractéristiques de l'ulvane, en particulier celles associées aux groupements sulfates et aux acides uroniques, confirme le succès de la méthode d'extraction employée et atteste de l'obtention d'un polysaccharide sulfaté de type ulvane.

### Propriétés potentielles

La richesse en groupements hydroxyles, carboxylates et sulfates confère à l'ulvane d'importantes propriétés biologiques et physicochimiques, notamment une forte hydrophilie, une capacité de gélification, ainsi que des activités antioxydantes et anti-inflammatoires. Ces caractéristiques rendent l'ulvane particulièrement prometteur pour la formulation de patchs et d'autres applications cosmétiques.

Le tableau 4 regroupe les principales bandes d'absorption mises en évidence par l'analyse FTIR de l'ulvane et leurs attributions aux différents groupements chimiques.

**Tableau 4:** Principales bandes d'absorption FTIR de l'ulvane et leurs attributions chimiques.

| Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> ) | Attribution      | Interprétation                            |
|-----------------------------------|------------------|-------------------------------------------|
| 3200–3400                         | O–H              | Présence d'hydroxyles des polysaccharides |
| 2920                              | C–H              | Présence de chaînes carbonées             |
| 1600–1650                         | COO <sup>-</sup> | Présence d'acides uroniques               |
| 1220–1260                         | S=O              | Présence de groupements sulfates          |
| 1000–1150                         | C–O–C            | Présence de liaisons glycosidiques        |
| 820–850                           | C–O–S            | Présence de sucres sulfatés               |

### 2.3 Activité anti-inflammatoire des ulvanes

L'activité anti-inflammatoire de l'ulvane a été évaluée par la méthode d'inhibition de la dénaturation des protéines, qui repose sur la capacité de l'échantillon à empêcher la dénaturation protéique impliquée dans les processus inflammatoires.

Les valeurs d'absorbance obtenues pour l'ulvane et le témoin sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau 5 :** Absorbance des solutions d'ulvane et témoin dans le test de dénaturation de l'albumine

| L'échantillon | L'ulvane 1 % | Témoin |
|---------------|--------------|--------|
| DO (660 nm)   | 0.628        | 0.924  |
|               | 0.622        | 1.072  |
|               | 0.588        | 1.104  |
| La moyenne    | 0.612        | 1.033  |

**Calcul de l'inhibition :**

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{A \text{ témoin} - A \text{ échantillon}}{A \text{ témoin}} \times 100$$

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{1.033 - 0.612}{1.033} \times 100$$

$$\% \text{ Inhibition} = 40.75\%$$

Les résultats obtenus montrent que l'ulvane extrait possède une activité anti-inflammatoire modérée, avec un pourcentage d'inhibition de 40,75 % pour une concentration de 10 mg/mL, le diclofénac utilisé comme référence a un pourcentage d'inhibition 97 % selon (Belščak-Cvitanović et al. 2018). Cette activité, mise en évidence par l'inhibition de la dénaturation de l'albumine, est attribuable à la richesse de l'ulvane en groupements sulfatés et en acides uroniques, reconnus pour leurs propriétés anti-inflammatoires. Ces observations sont cohérentes avec les travaux antérieurs rapportant des activités similaires pour les polysaccharides sulfatés issus d'algues vertes (Sumii et al. 2022). Bien qu'inférieure à celle du diclofénac, cette activité reste significative et conforte le potentiel de l'ulvane comme candidat naturel prometteur pour des applications en cosmétique et en biotechnologie.

### 3. Caractérisation des polyphénols extraits

#### 3.1 Mesure du pH

Le pH de la solution de polyphénols, mesuré à l'aide d'un pH-mètre de laboratoire, est de 5,98 indiquant un milieu légèrement acide. Cette acidité est attribuée à la présence de groupements hydroxyles des composés phénoliques. La valeur obtenue s'inscrit dans la fourchette rapportée dans la littérature, généralement comprise entre 5 et 7

pour les extraits riches en polyphénols (Sun et al. 2017), reflétant un caractère légèrement acide à proche de la neutralité. Les variations observées d'un extrait à l'autre dépendent de plusieurs facteurs, notamment l'origine de la matière première, la composition qualitative et quantitative en composés phénoliques, le solvant d'extraction utilisé ainsi que les étapes de purification appliquées (Lama-Muñoz et Contreras 2022).



**Figure 43:** Mesure du pH d'une solution de polyphénols extrait

### 3.2 Dosage des composés phénoliques totaux : la méthode de Folin-Ciocalteu

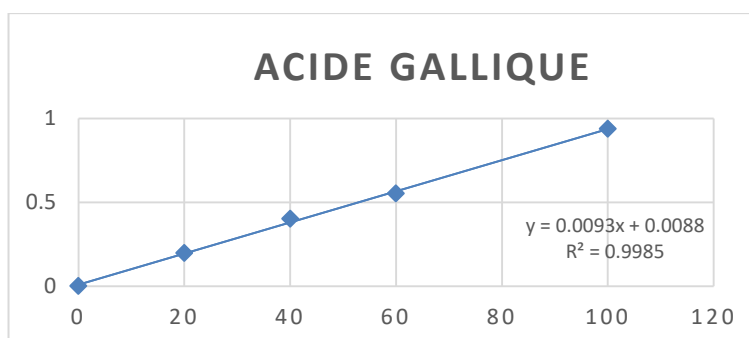
La quantification des composés phénoliques totaux dans l'extrait hydroéthanolique d'*Ulva* a été réalisée selon la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu, avec l'acide gallique comme étalon de référence.

Les valeurs d'absorbance obtenues pour les différentes concentrations d'acide gallique sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau 6:** Valeurs d'absorbance des solutions standards d'acide gallique

| Acide gallique       |   |       |       |       |       |
|----------------------|---|-------|-------|-------|-------|
| Concentration (mg/l) | 0 | 20    | 40    | 60    | 100   |
| D.O                  | 0 | 0.197 | 0.402 | 0.552 | 0.938 |

La courbe d'étalonnage établie a révélé une linéarité très satisfaisante, attestée par un coefficient de détermination  $R^2 = 0,9985$ , et suit l'équation de régression :



**Figure 44:** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique utilisée

- **Calcul de la concentration**

Pour une absorbance de **0,451**

On a :  $y = 0.0093x + 0.0088$        $y = 0.451$

$$X = \frac{0.451 - 0.0088}{0.0093} = 47.55 \text{ mg/L EAG}$$

On obtient :

$$x = 47, 55 \text{ mg/L EAG}$$

**EAG** : équivalent Acide Gallique

$$C = 47, 55 \times Fd = 47, 55 \times 25$$

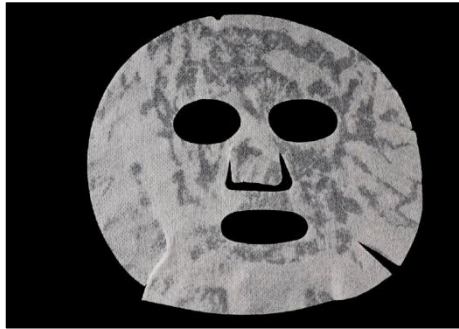
$$C = 1188, 75 \text{ mg/L EAG}$$

La valeur obtenus de 1188,75 mg/L EAG (118,88 mg/g) est cohérente avec les valeurs rapportées dans la littérature pour les algues vertes du genre *Ulva* qui montrent des teneurs en phénols totaux typiquement comprises entre 50 et 200 mg GAE/g d'extrait sec selon les conditions d'extraction (**Srikong et al. 2017**)

Ces résultats suggèrent que les composés phénoliques identifiés pourraient être à l'origine des activités antioxydantes et anti-inflammatoires de l'extrait, grâce à leur capacité à neutraliser les radicaux libres et à moduler les voies inflammatoires (**Keramane et al. 2023**)

#### **4. Formulation et élaboration du patch facial**

Le patch a été élaboré à partir d'un extrait riche en ulvane et en polyphénols, auquel ont été ajoutés un plastifiant et un conservateur pour garantir flexibilité et adhésion. La structure cohérente ainsi obtenue assure une libération progressive des principes actifs au niveau cutané.



**Figure 45:** Aspect visuel du patch cosmétique développé

#### 4.1 Mesure du pH

Le pH de la formulation a été ajusté à l'aide d'une solution d'acide citrique à 6 %, conduisant à une valeur finale de 5,53, mesurée au pH-mètre. Cette valeur s'inscrit dans la plage physiologique de la peau (4-6) (L. Liu et al. 2017) et respecte les normes des formulations cutanées compatibles (5,2–5,8) . Un pH acide préserve la barrière cutanée, minimise les risques d'irritation lors de l'application du patch et confirme la dermocompatibilité du produit pour un usage topique sûr (Liana et al. 2025).



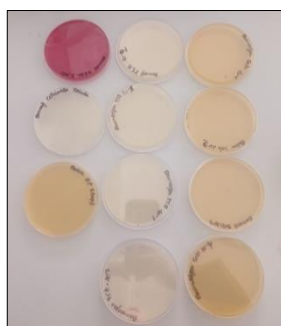
**Figure 46:** Mesure du pH de la préparation du patch.

#### 4.2 Contrôle microbiologique du patch facial

Les résultats des analyses microbiologiques ont été confrontés aux exigences des normes ISO en vigueur, telles que publiées dans le Journal Officiel de la République Algérienne (Annexe 1). Le tableau suivant présente une synthèse comparative de ces résultats au regard des limites réglementaires applicables :

**Tableau 7:** Résultats des analyses microbiologiques comparés aux limites réglementaires.

| Micro-organismes recherchés    | Résultat observé | Limite réglementaire (ISO)                              | Interprétation  |
|--------------------------------|------------------|---------------------------------------------------------|-----------------|
| Flore totale aérobie mésophile | Absence          | $m \leq 10^2$ UFC/ml /<br>$M \leq 2 \times 10^2$ UFC/ml | <b>Conforme</b> |
| Levures et moisissures         | Absence          | $\leq 100$ UFC/ml                                       | <b>Conforme</b> |
| <i>Staphylococcus aureus</i>   | Absence          | Absence exigée dans 1 g ou 1 ml                         | <b>Conforme</b> |
| <i>Pseudomonas aeruginosa</i>  | Absence          | Absence exigée dans 1 g ou 1 ml                         | <b>Conforme</b> |
| <i>Escherichia coli</i>        | Absence          | Absence exigée dans 1 g ou 1 ml                         | <b>Conforme</b> |



**Figure 47:** Résultats des analyses microbiologiques

Les résultats obtenus révèlent une absence totale de tout micro-organisme recherché, qu'il s'agisse de la flore totale aérobie mésophile, des levures et moisissures, ou des germes pathogènes tels que *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* et *Escherichia coli*. Cette absence totale de contamination microbienne témoigne d'une qualité microbiologique irréprochable de l'échantillon analysé et confirme sa parfaite conformité aux exigences réglementaires en vigueur.

### 4.3 Test d'irritation cutanée

Afin d'évaluer la tolérance cutanée du patch formulé, un test d'irritation a été réalisé sur des volontaires humains. Le produit a été appliqué sur la face interne de l'avant-bras, et l'évolution de la réaction cutanée a été suivie sur plusieurs jours consécutifs.

L'évaluation post-application effectuée aux intervalles de 1h, 24h, 48h et 72h n'a révélé aucun signe d'irritation cutanée. En effet, aucune rougeur, inflammation ou œdème n'a été observé au niveau de la zone d'application tout au long de la période de suivi.

Ces résultats s'avèrent particulièrement satisfaisants et attestent que la base du patch est **dermatologiquement bien tolérée**, confirmant ainsi son innocuité et son aptitude à une application cutanée sans risque d'irritation.



**Figure 48:** Peau saine après test (24 h)



**Figure 49:** Peau saine après test ( 48h)



**Figure 50:** Peau saine après test (72 h)

## Fiche d'identification générale



### L'algue :

- Le genre : *ulva sp*
- La zone : fouka marine



### L'ulvane :

- **Rendement** : 10%
- **Solubilité** : ✓ eau distillée  
                          ✗ Éthanol  
                          ✗ Acétone
- **pH** : 7.58
- **Mise en évidence** : positif
- **FTIR** : identique avec FTIR de référence
- **Activité anti-inflammatoire** : présente a 40 %



### Polyphénols :

- **pH** : 5.98
- **Dosage** : C= 1188.75 mg/L EAG



### Patch :

- **Ph** : 5.37
- **Contrôle microbiologie** : la conformité aux normes d'hygiène.
- **Test cutané** : patch bien toléré

# ***Conclusion***

## Conclusion :

Ce travail s'inscrit dans une démarche de valorisation des ressources marines naturelles à travers l'exploitation de deux biomolécules d'intérêt issues de l'algue verte *Ulva* sp. : l'ulvane, un polysaccharide sulfaté, et les composés phénoliques extraits par voie hydroéthanolique. L'objectif principal de cette étude était de développer un patch à visée cosmétique intégrant ces deux composés bioactifs, afin de tirer parti de leurs propriétés biologiques complémentaires, notamment leurs activités antioxydante, hydratante et protectrice, dans la perspective de concevoir un produit innovant d'origine naturelle.

Les différentes étapes expérimentales ont permis d'obtenir un ulvane présentant les caractéristiques structurales attendues, confirmées par les analyses physicochimiques et spectroscopiques. L'extrait polyphénolique, quant à lui, s'est révélé riche en composés phénoliques totaux, témoignant d'un potentiel antioxydant intéressant. Sur le plan biologique, l'ulvane a montré une activité anti-inflammatoire modérée, tandis que les essais microbiologiques ont confirmé l'innocuité des extraits utilisés.

La formulation du patch combinant ulvane et polyphénols a abouti à un dispositif homogène, stable et facile à manipuler. L'association de ces deux substances naturelles donne au patch un intérêt particulier dans le domaine cosmétique, notamment pour protéger et préserver l'équilibre cutané. Ces résultats démontrent ainsi qu'il est possible de concevoir un produit innovant à partir de ressources marines locales, tout en répondant à une demande croissante de formulations naturelles et durables.

Plus largement, cette étude met en lumière le potentiel encore largement inexploité des algues marines algériennes comme source de molécules à forte valeur ajoutée. Des travaux complémentaires, portant notamment sur l'optimisation des procédés d'extraction, l'amélioration des propriétés mécaniques du patch et l'évaluation approfondie de son efficacité *in vivo* ainsi que de sa stabilité à long terme, permettraient de renforcer les perspectives d'application industrielle de cette formulation.

En somme, ce travail contribue à approfondir les connaissances sur les biomolécules d'origine marine et ouvre la voie au développement de nouveaux produits cosmétiques innovants, alliant efficacité, sécurité et respect de l'environnement.

En perspective, cette étude pourrait être approfondie par l'optimisation de la formulation du patch afin d'améliorer ses performances physicochimiques et sa capacité de libération des composés actifs. Des études de stabilité, de perméation cutanée et d'efficacité in vivo permettraient de confirmer son potentiel cosmétique. Par ailleurs, l'identification des composés phénoliques majoritaires ainsi que l'étude des interactions entre l'ulvane et les polyphénols contribueraient à une meilleure compréhension de leurs mécanismes d'action et à une valorisation accrue de ces biomolécules marines.

*Références  
bibliographiques*

**Abdel-Kareem, Mohamed S. M., et Alaa A. F. ElSaied. 2022.** « Global Seaweeds Diversity ». In *Handbook of Algal Biofuels*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-823764-9.00001-7>.

**Al-Amin, Kazi, Md. Kawsar, Md. Tariqur Rahaman Bhuiyan Mamun, et Md. Sahadat Hossain. 2025.** « Fourier Transform Infrared Spectroscopic Technique for Analysis of Inorganic Materials: A Review ». *Nanoscale Advances* 7 (21): 6677-702. <https://doi.org/10.1039/D5NA00522A>.

**Albuquerque, Bianca R., Sandrina A. Heleno, M. Beatriz P. P. Oliveira, Lillian Barros, et Isabel C. F. R. Ferreira. 2021.** « Phenolic Compounds: Current Industrial Applications, Limitations and Future Challenges ». *Food & Function* 12 (1): 14-29. <https://doi.org/10.1039/D0FO02324H>.

**Babich, Olga, Stanislav Sukhikh, Viktoria Larina, et al. 2022.** « Algae: Study of Edible and Biologically Active Fractions, Their Properties and Applications ». *Plants* 11 (6): 780. <https://doi.org/10.3390/plants11060780>.

**Barakat, Khouloud M., Mona M. Ismail, Hala E. Abou El Hassayeb, Nermeen A. El Sersy, et Mostafa E. Elshobary. 2022.** « Chemical Characterization and Biological Activities of Ulvan Extracted from *Ulva Fasciata* (Chlorophyta) ». *Rendiconti Lincei. Scienze Fisiche e Naturali* 33 (4): 829-41. <https://doi.org/10.1007/s12210-022-01103-7>.

**Barthe, Manon, Clarisse Bavoux, Francis Finot, et al. 2021.** « Safety Testing of Cosmetic Products: Overview of Established Methods and New Approach Methodologies (NAMs) ». *Cosmetics* 8 (2): 50. <https://doi.org/10.3390/cosmetics8020050>.

**Belščak-Cvitanović, Ana, Ksenija Durgo, Ana Hušek, Višnja Bačun-Družina, et Draženka Komes. 2018.** « Overview of Polyphenols and Their Properties ». In *Polyphenols: Properties, Recovery, and Applications*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813572-3.00001-4>.

**Bernini, Roberta, Margherita Campo, Chiara Cassiani, et al. 2024.** « Polyphenol-Rich Extracts from Agroindustrial Waste and Byproducts: Results and Perspectives According to the Green Chemistry and Circular Economy ». *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 72 (23): 12871-95. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.4c00945>.

**Bilal, Muhammad, et Hafiz M. N. Iqbal. 2019.** « Marine Seaweed Polysaccharides-Based Engineered Cues for the Modern Biomedical Sector ». *Marine Drugs* 18 (1): 7. <https://doi.org/10.3390/md18010007>.

**Brans, Richard, et Vera Mahler. 2023.** « What Should Be Considered during Epicutaneous Patch Testing? » *Allergo Journal International* 32 (3): 77-82. <https://doi.org/10.1007/s40629-023-00243-y>.

**Bruhn, Annette, Jonas Dahl, Henrik Bangsø Nielsen, et al. 2011.** « Bioenergy Potential of *Ulva Lactuca*: Biomass Yield, Methane Production and Combustion ». *Bioresource Technology* 102 (3): 2595-604. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.10.010>.

**Caló, Enrica, et Vitaliy V. Khutoryanskiy. 2015.** « Biomedical Applications of Hydrogels: A Review of Patents and Commercial Products ». *European Polymer Journal* 65 (avril): 252-67. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.11.024>.

**Cindana Mo'o, Faradila Ratu, Gofarana Wilar, Hari Prasad Devkota, et Nasrul Wathoni. 2020a.** « Ulvan, a Polysaccharide from Macroalga *Ulva* Sp.: A Review of Chemistry, Biological Activities and Potential for Food and Biomedical Applications ». *Applied Sciences* 10 (16): 5488. <https://doi.org/10.3390/app10165488>.

- Cindana Mo'o, Faradila Ratu, Gofarana Wilar, Hari Prasad Devkota, et Nasrul Wathoni. 2020b.** « Ulvan, a Polysaccharide from Macroalga *Ulva* Sp.: A Review of Chemistry, Biological Activities and Potential for Food and Biomedical Applications ». *Applied Sciences* 10 (16): 5488. <https://doi.org/10.3390/app10165488>.
- Crescencio, Kessi, Venâncio Amaral, Alexandro Souza, et al. 2024.** « Ulvan from *Ulva ohnoi* macroalgae : Green extraction method and physicochemical characterization of the ulvan ». Préppublication, In Review, août 20. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-4751748/v1>.
- Cunha, Ludmylla, et Ana Grenha. 2016.** « Sulfated Seaweed Polysaccharides as Multifunctional Materials in Drug Delivery Applications ». *Marine Drugs* 14 (3): 42. <https://doi.org/10.3390/md14030042>.
- D'Archivio, Massimo, Carmelina Filesi, Rosaria Vari, Beatrice Scazzocchio, et Roberta Masella. 2010.** « Bioavailability of the Polyphenols: Status and Controversies ». *International Journal of Molecular Sciences* 11 (4): 1321-42. <https://doi.org/10.3390/ijms11041321>.
- Dominguez, Herminia, et Erwann P. Loret. 2019.** « *Ulva Lactuca*, A Source of Troubles and Potential Riches ». *Marine Drugs* 17 (6): 357. <https://doi.org/10.3390/md17060357>.
- DOSS, Fatma, Rim HAMDI, Latifa THABTI, et Amine TRABELSI. 2025.** « Phytochemical Screening of *Ulva Rigida* and Evaluation of Its Antioxidant Activity ». *INSTM Bulletin : Marine and Freshwater Sciences* 50 (INSTM Bulletin : Marine and Freshwater Sciences, Vol. 50 (2025)): 1-10. <https://doi.org/10.71754/INSTM.BULLETIN.V50.1736>.
- DuBois, Michel., K. A. Gilles, J. K. Hamilton, P. A. Rebers, et Fred. Smith. 1956.** « Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances ». *Analytical Chemistry* 28 (3): 350-56. <https://doi.org/10.1021/ac60111a017>.
- Duong, Thanh, Hang Nguyen, Hoai Nguyen, et al. 2025.** « Advances in the Genus *Ulva* Research: From Structural Diversity to Applied Utility ». *Plants* 14 (19): 3052. <https://doi.org/10.3390/plants14193052>.
- Farhan, Mohd. 2024.** « The Promising Role of Polyphenols in Skin Disorders ». *Molecules* 29 (4): 865. <https://doi.org/10.3390/molecules29040865>.
- Graham, Linda E. 2017.** « The World of Molecular Data Is Not Enough – We Still Need More Algal Ultrastructure ». *Journal of Phycology* 53 (6): 1117-19. <https://doi.org/10.1111/jpy.12585>.
- Grimes, Samir, Mouloud Benabdi, Nadhera Babali, Wahid Refes, Nawal Boudjellal-Kaidi, et Halima Seridi. 2018.** « Biodiversity changes along the Algerian coast (Southwest Mediterranean basin): from 1834 to 2017: A first assessment of introduced species ». *Mediterranean Marine Science* 19 (1): 156. <https://doi.org/10.12681/mms.13824>.
- Holdt, Susan Løvstad, et Stefan Kraan. 2011.** « Bioactive Compounds in Seaweed: Functional Food Applications and Legislation ». *Journal of Applied Phycology* 23 (3): 543-97. <https://doi.org/10.1007/s10811-010-9632-5>.
- Huang, Kaisong, Yifan Si, Chunxia Guo, et Jinlian Hu. 2024.** « Recent Advances of Electrospun Strategies in Topical Products Encompassing Skincare and Dermatological Treatments ». *Advances in Colloid and Interface Science* 331 (septembre): 103236. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2024.103236>.
- Ibrahim, Mohamed I. A., Mohamed S. Amer, Hassan A. H. Ibrahim, et Eman H. Zaghloul. 2022.** « Considerable Production of Ulvan from *Ulva Lactuca* with Special

Emphasis on Its Antimicrobial and Anti-Fouling Properties ». *Applied Biochemistry and Biotechnology* 194 (7): 3097-118. <https://doi.org/10.1007/s12010-022-03867-y>.

**Istiqlaal, Suci, Taufik Djatna, . Sukarno, . Uju, Azis Boing Sitanggang, et Christofora Hanny Wijaya. 2025.** « Influence of extraction methods on Ulvan water holding capacity and rheological properties: a systematic review ». *The Annals of the University Dunarea de Jos of Galati. Fascicle VI - Food Technology* 49 (2): 220-39. <https://doi.org/10.35219/foodtechnology.2025.2.13>.

**Jiao, Guangling, Guangli Yu, Junzeng Zhang, et H. Stephen Ewart. 2011.** « Chemical Structures and Bioactivities of Sulfated Polysaccharides from Marine Algae ». *Marine Drugs* 9 (2): 196-223. <https://doi.org/10.3390/md9020196>.

**Kalasariya, Haresh S., et Leonel Pereira. 2022.** « Dermo-Cosmetic Benefits of Marine Macroalgae-Derived Phenolic Compounds ». *Applied Sciences* 12 (23): 11954. <https://doi.org/10.3390/app122311954>.

**Keramane, Badria, Andrea Del Pilar Sánchez-Camargo, Lidia Montero, Firdousse Lincer, Fatiha Bedjou, et Elena Ibañez. 2023.** « Pressurized Liquid Extraction of Bioactive Extracts with Antioxidant and Antibacterial Activity from Green, Red and Brown Algerian Algae ». *Algal Research* 76 (novembre): 103293. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2023.103293>.

**Kidgell, Joel T., Marie Magnusson, Rocky De Nys, et Christopher R. K. Glasson. 2019a.** « Ulvan: A Systematic Review of Extraction, Composition and Function ». *Algal Research* 39 (mai): 101422. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2019.101422>.

**Kidgell, Joel T., Marie Magnusson, Rocky De Nys, et Christopher R. K. Glasson. 2019b.** « Ulvan: A Systematic Review of Extraction, Composition and Function ». *Algal Research* 39 (mai): 101422. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2019.101422>.

**Koeman, R. P. T., et C. Van Den Hoek. 1981.** « The Taxonomy of *Ulva* (Chlorophyceae) in the Netherlands ». *British Phycological Journal* 16 (1): 9-53. <https://doi.org/10.1080/00071618100650031>.

**Kongkwamcharoen, Chonthicha, Arunporn Itharat, Wichan Ketjinda, Hyang-Yeol Lee, Gi-Seong Moon, et Neal M. Davies. 2023.** « Formulation Design and Physicochemical Evaluation of an Anti-Inflammatory Hydrogel Patch Containing *Crinum Asiaticum* L. Extract ». *Research in Pharmaceutical Sciences* 18 (3): 244-61. <https://doi.org/10.4103/1735-5362.371581>.

**Ktari, Leila. 2017.** « Pharmacological Potential of *Ulva* Species: A Valuable Resource ». *Journal of Analytical & Pharmaceutical Research* 6 (1). <https://doi.org/10.15406/japlr.2017.06.00165>.

**Kumar, Vinay, Kleopatra Tsatsaragkou, et Nilofar Asim. 2023.** *Green Chemistry in Agriculture and Food Production*. 1<sup>re</sup> éd. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9780429289538>.

**Lahaye, Marc, et Audrey Robic. 2007.** « Structure and Functional Properties of Ulvan, a Polysaccharide from Green Seaweeds ». *Biomacromolecules* 8 (6): 1765-74. <https://doi.org/10.1021/bm061185q>.

**Lakshmi, D. Shanthana, Sivashunmugam Sankaranarayanan, Tejal K. Gajaria, et al. 2020.** « A Short Review on the Valorization of Green Seaweeds and Ulvan: FEEDSTOCK for Chemicals and Biomaterials ». *Biomolecules* 10 (7): 991. <https://doi.org/10.3390/biom10070991>.

- Lama-Muñoz, Antonio, et María Del Mar Contreras. 2022.** « Extraction Systems and Analytical Techniques for Food Phenolic Compounds: A Review ». *Foods* 11 (22): 3671. <https://doi.org/10.3390/foods11223671>.
- Lemieux, Claude, Monique Turmel, Christian Otis, et Jean-François Pombert. 2019.** « A Streamlined and Predominantly Diploid Genome in the Tiny Marine Green Alga *Chloropicon Primus* ». *Nature Communications* 10 (1): 4061. <https://doi.org/10.1038/s41467-019-12014-x>.
- Li, Chen, Tiancheng Tang, Yuguang Du, et al. 2023a.** « Ulvan and Ulva Oligosaccharides: A Systematic Review of Structure, Preparation, Biological Activities and Applications ». *Bioresources and Bioprocessing* 10 (1): 66. <https://doi.org/10.1186/s40643-023-00690-z>.
- Li, Chen, Tiancheng Tang, Yuguang Du, et al. 2023b.** « Ulvan and Ulva Oligosaccharides: A Systematic Review of Structure, Preparation, Biological Activities and Applications ». *Bioresources and Bioprocessing* 10 (1): 66. <https://doi.org/10.1186/s40643-023-00690-z>.
- Li, Qian, Fu Hu, Benwei Zhu, Fang Ni, et Zhong Yao. 2020.** « Insights into Ulvan Lyase: Review of Source, Biochemical Characteristics, Structure and Catalytic Mechanism ». *Critical Reviews in Biotechnology* 40 (3): 432-41. <https://doi.org/10.1080/07388551.2020.1723486>.
- Liana, Desy, Jaruwan Chatwichien, et Anuchit Phanumartwiwath. 2025.** « Enhanced Anti-Inflammatory and Skin Barrier Repair Effects of Nanoemulsions Supplemented with *Boesenbergia Rotunda* for Atopic Dermatitis ». *ACS Nanoscience Au* 5 (1): 37-51. <https://doi.org/10.1021/acsnanoscienceau.4c00053>.
- Lin, Xuyin, Wenzheng Liu, Xiu Wei, et Peng Jiang. 2022.** « Complete Chloroplast Genome of an Invasive Marine Macroalga *Ulva Californica* (Ulvophyceae, Chlorophyta) ». *Mitochondrial DNA Part B* 7 (7): 1337-39. <https://doi.org/10.1080/23802359.2022.2098854>.
- Liu, Hui-Min, Ming-Yan Cheng, Meng-Han Xun, et al. 2023.** « Possible Mechanisms of Oxidative Stress-Induced Skin Cellular Senescence, Inflammation, and Cancer and the Therapeutic Potential of Plant Polyphenols ». *International Journal of Molecular Sciences* 24 (4): 3755. <https://doi.org/10.3390/ijms24043755>.
- Liu, Li, Xinda Li, Masanori Nagao, Anastasia Elias, Ravin Narain, et Hyun-Joong Chung. 2017.** « A pH-Indicating Colorimetric Tough Hydrogel Patch towards Applications in a Substrate for Smart Wound Dressings ». *Polymers* 9 (11): 558. <https://doi.org/10.3390/polym9110558>.
- Madany, Marwa A., Mohamed S. Abdel-Kareem, Affaf K. Al-Oufy, Medhat Haroun, et Salah A. Sheweita. 2021.** « The Biopolymer Ulvan from *Ulva Fasciata*: Extraction towards Nanofibers Fabrication ». *International Journal of Biological Macromolecules* 177 (avril): 401-12. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.02.047>.
- Mantri, Vaibhav A., Mudassar Anisoddin Kazi, Nikunj B. Balar, Vishal Gupta, et Tejal Gajaria. 2020.** « Concise review of green algal genus *Ulva* Linnaeus ». *Journal of Applied Phycology* 32 (5): 2725-41. <https://doi.org/10.1007/s10811-020-02148-7>.
- Massironi, Alessio, Andrea Morelli, Lucia Grassi, et al. 2019.** « Ulvan as Novel Reducing and Stabilizing Agent from Renewable Algal Biomass: Application to Green Synthesis of Silver Nanoparticles ». *Carbohydrate Polymers* 203 (janvier): 310-21. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.09.066>.
- Mehling, A., S. Benard, N. Braun, et al. 2020.** « Adapting Epicutaneous Patch Testing Protocols to Assess Immediate-type Skin Reactions ». *International Journal of Cosmetic Science* 42 (4): 328-35. <https://doi.org/10.1111/ics.12619>.

**Mitura, Stanislaw, Alina Sionkowska, et Amit Jaiswal. 2020.** « Biopolymers for Hydrogels in Cosmetics: Review ». *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 31 (6): 50. <https://doi.org/10.1007/s10856-020-06390-w>.

**Mizushima, Y., et M. Kobayashi. 1968.** « Interaction of Anti-Inflammatory Drugs with Serum Proteins, Especially with Some Biologically Active Proteins ». *Journal of Pharmacy and Pharmacology* 20 (3): 169-73. <https://doi.org/10.1111/j.2042-7158.1968.tb09718.x>.

**Munin, Aude, et Florence Edwards-Lévy. 2011.** « Encapsulation of Natural Polyphenolic Compounds; a Review ». *Pharmaceutics* 3 (4): 793-829. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics3040793>.

**Nourhan A. Ashour, Marwa M. Saleh, Nasser Y. Mostafa, et Gihan A. El-Shoubaky. 2025.** « Isolation, characterization and antimicrobial potential of Ulvan from abundant green marine macroalgae, Egypt ». *GSC Biological and Pharmaceutical Sciences* 31 (1): 212-24. <https://doi.org/10.30574/gscbps.2025.31.1.0133>.

**Olatunji, Ololade. 2020.** *Aquatic Biopolymers: Understanding Their Industrial Significance and Environmental Implications*. Springer Series on Polymer and Composite Materials. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-34709-3>.

**Oliveira, Mariana C., Sonja I. Repetti, Cintia Iha, et al. 2018.** « High-Throughput Sequencing for Algal Systematics ». *European Journal of Phycology* 53 (3): 256-72. <https://doi.org/10.1080/09670262.2018.1441446>.

**Pangestuti, Ratih, et Dedy Kurnianto. 2017.** « Green Seaweeds-Derived Polysaccharides Ulvan: Occurrence, Medicinal Value and Potential Applications ». In *Seaweed Polysaccharides*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809816-5.00011-6>.

**Pappou, Sofia, Maria Myrto Dardavila, Maria G. Savvidou, Vasiliki Louli, Kostis Magoulas, et Epaminondas Voutsas. 2022.** « Extraction of Bioactive Compounds from Ulva Lactuca ». *Applied Sciences* 12 (4): 2117. <https://doi.org/10.3390/app12042117>.

**Pari, Rizfi Fariz, Uju Uju, Safrina Dyah Hardiningtyas, et al. 2025.** « Ulva Seaweed-Derived Ulvan: A Promising Marine Polysaccharide as a Sustainable Resource for Biomaterial Design ». *Marine Drugs* 23 (2): 56. <https://doi.org/10.3390/md23020056>.

**Peng, Xiaoxia, Guang Yang, Yun Shi, Yifa Zhou, Mengshan Zhang, et Shanshan Li. 2020.** « Box–Behnken Design Based Statistical Modeling for the Extraction and Physicochemical Properties of Pectin from Sunflower Heads and the Comparison with Commercial Low-Methoxyl Pectin ». *Scientific Reports* 10 (1): 3595. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-60339-1>.

**Pietta, Pier-Giorgio. 2000.** « Flavonoids as Antioxidants ». *Journal of Natural Products* 63 (7): 1035-42. <https://doi.org/10.1021/np9904509>.

**Pomin, Vitor H., éd. 2014.** *Seaweeds: agricultural uses, biological and antioxidant agents*. Marine biology. Nova Publishers.

**Postma, P. R., O. Cerezo-Chinarro, R. J. Akkerman, et al. 2018.** « Biorefinery of the Macroalgae Ulva Lactuca: Extraction of Proteins and Carbohydrates by Mild Disintegration ». *Journal of Applied Phycology* 30 (2): 1281-93. <https://doi.org/10.1007/s10811-017-1319-8>.

**Rashid, Fatimah, Paul Carter, et Stephen Childs. 2025a.** « Overview of Hydrogels and the Use of Hyaluronic Acid-Based Hydrogels in Pharmaceutical Transdermal Delivery Systems and Topical Cosmetic Skin Applications ». *Cosmetics* 12 (6): 265. <https://doi.org/10.3390/cosmetics12060265>.

**Rashid, Fatimah, Paul Carter, et Stephen Childs. 2025b.** « Overview of Hydrogels and the Use of Hyaluronic Acid-Based Hydrogels in Pharmaceutical Transdermal Delivery Systems and Topical Cosmetic Skin Applications ». *Cosmetics* 12 (6): 265. <https://doi.org/10.3390/cosmetics12060265>.

**Rybak, Andrzej, Anna Czerwonec, Maciej Gąbka, et Beata Messyas. 2014.** « *Ulva Flexuosa* (Ulvaceae, Chlorophyta) Inhabiting Inland Aquatic Ecosystems: Molecular, Morphological and Ecological Discrimination of Subspecies ». *European Journal of Phycology* 49 (4): 471-85. <https://doi.org/10.1080/09670262.2014.976662>.

**Saeed, Haroon A. M., et Hongjun Yang. 2025.** « The Versatile World of Cosmetic Facial Masks in Skincare: Fabrication, Properties, and Future Directions: A Review ». *Journal of Drug Delivery Science and Technology* 108 (juin): 106895. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2025.106895>.

**Shahidi, Fereidoon, et Priyatharini Ambigaipalan. 2015.** « Phenolics and Polyphenolics in Foods, Beverages and Spices: Antioxidant Activity and Health Effects – A Review ». *Journal of Functional Foods* 18 (octobre): 820-97. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.06.018>.

**Shimabukuro, Junpei, Ci-Hua Shen, Tsung-Kai Hsueh, et al. 2025.** « Streamlined Synthesis and Immunomodulatory Effects of Ulvan Oligosaccharides from Marine Green Algae ». *Journal of the American Chemical Society* 147 (36): 32951-62. <https://doi.org/10.1021/jacs.5c09759>.

**Srikong, Watee, Nuttapong Bovornreungroj, Pimonsri Mittraparparthorn, et Preeyanuch Bovornreungroj. 2017.** « Antibacterial and Antioxidant Activities of Differential Solvent Extractions from the Green Seaweed *Ulva Intestinalis* ». *ScienceAsia* 43 (2): 88. <https://doi.org/10.2306/scienceasia1513-1874.2017.43.088>.

**Steinhagen, Sophie, Louise Kramár, et Gunilla B. Toth. 2023.** « The Unheeded Existence of the Tubular Greens: Molecular Analyses Reveal the Distribution of a New *Ulva* Species (Ulvophyceae, Chlorophyta), *Ulva Capillata* Sp. Nov. in the Atlantic-Baltic Sea Transect ». *Journal of Applied Phycology* 35 (1): 509-22. <https://doi.org/10.1007/s10811-022-02886-w>.

**Sumii, Yuji, Kentaro Kamiya, Takehiko Nakamura, et al. 2022.** « Study of the Structure–Activity Relationship of an Anti-Dormant Mycobacterial Substance 3-(Phenethylamino)Demethyl(Oxy)Aaptamine to Create a Probe Molecule for Detecting Its Target Protein ». *Marine Drugs* 20 (2): 98. <https://doi.org/10.3390/md20020098>.

**Sun, Hong-Nan, Tai-Hua Mu, et Li-Sha Xi. 2017.** *Effect of pH, heat, and light treatments on the antioxidant activity of sweet potato leaf polyphenols*. 50520 Bytes. 50520 Bytes. <https://doi.org/10.6084/M9.FIGSHARE.3115507>.

**Suryandari, Retno. 2017.** « Checklist of Macroalgae at Krakal and Drini Beach, Gunungkidul ». *Proceeding International Conference on Science and Engineering* 1 (octobre): 31-38. <https://doi.org/10.14421/icse.v1.266>.

**Thang, Nguyen Hoc, Truong Bach Chien, et Dang Xuan Cuong. 2023.** « Polymer-Based Hydrogels Applied in Drug Delivery: An Overview ». *Gels* 9 (7): 523. <https://doi.org/10.3390/gels9070523>.

**Ünlü, Begüm, et Ümit Türsen. 2019.** « Transdermal Patches in Dermatology ». *Dermatologic Therapy*, avril 25, e12925. <https://doi.org/10.1111/dth.12925>.

**Vázquez-Rodríguez, Jesús Alberto, et Carlos Abel Amaya-Guerra. 2016.** « *Ulva* Genus as Alternative Crop: Nutritional and Functional Properties ». In *Alternative Crops and Cropping Systems*, édité par Petr Konvalina. InTech. <https://doi.org/10.5772/62787>.

**Vera, Jeannette, Jorge Castro, Alberto Gonzalez, et Alejandra Moenne. 2011.** « Seaweed Polysaccharides and Derived Oligosaccharides Stimulate Defense Responses and Protection Against Pathogens in Plants ». *Marine Drugs* 9 (12): 2514-25.  
<https://doi.org/10.3390/md9122514>.

**Wang, Huatian, Zhen Cao, Lingyun Yao, Tao Feng, Shiqing Song, et Min Sun. 2023.** « Insights into the Edible and Biodegradable Ulvan-Based Films and Coatings for Food Packaging ». *Foods* 12 (8): 1622. <https://doi.org/10.3390/foods12081622>.

**Wekre, Marie Emilie, Karoline Kåsin, Jarl Underhaug, Bjarte Holmelid, et Monica Jordheim. 2019.** « Quantification of Polyphenols in Seaweeds: A Case Study of *Ulva Intestinalis* ». *Antioxidants* 8 (12): 612. <https://doi.org/10.3390/antiox8120612>.

**Wu, Chaoxiong, Qingyu Yu, Chenlu Huang, Fangzhou Li, Linhua Zhang, et Dunwan Zhu. 2024.** « Microneedles as Transdermal Drug Delivery System for Enhancing Skin Disease Treatment ». *Acta Pharmaceutica Sinica B* 14 (12): 5161-80.  
<https://doi.org/10.1016/j.apsb.2024.08.013>.

**Yahya, Esam Bashir, Syed Rohaan Ali, Japareng Lalung, Mohamad Shazeli Che Zain, Mohammed Danish, et Akbar John. 2025.** « Exploring the Potential of Biopolymers in Cosmetic Applications: Sustainable, Biocompatible, and High-performance Materials for Future Innovations ». *Polymer Engineering & Science* 65 (6): 2789-802.  
<https://doi.org/10.1002/pen.27186>.

**Zollmann, Meiron, Hadar Traugott, Alexander Chemodanov, Alexander Liberzon, et Alexander Golberg. 2019.** « Deep Water Nutrient Supply for an Offshore *Ulva* Sp. Cultivation Project in the Eastern Mediterranean Sea: Experimental Simulation and Modeling ». *BioEnergy Research* 12 (4): 1113-26. <https://doi.org/10.1007/s12155-019-10036-3>.

**Facility GBI, 2013.** Map of *Ulva Rigida*.

**Guéret, J.-L. (2001).** Adhesive-matrix patch. L'Oréal. U.S. Patent No. 6,225,521.

**Nkhili, E. Z. (2009).** Polyphénols de l'alimentation : extraction, interactions avec les ions du fer et du cuivre, oxydation et pouvoir antioxydant

**PubChem. 2026.** Gallic acid. National Library of Medicine. PubChem Compound Database.

Scientific Committee on Cosmetic Products and Non-Food Products Intended for Consumers (SCCNFP). Opinion concerning guidelines on the use of human volunteers in compatibility testing of finished cosmetic products. SCCNFP/0068/98 Final. Brussels: European Commission; 1999.

Scientific Committee on Consumer Safety. (2021). SCCS Notes of Guidance for the Testing of Cosmetic Ingredients and their Safety Evaluation (11th Revision, SCCS/1628/21). European Commission. [https://health.ec.europa.eu/publications/sccs-notes-guidance-testing-cosmetic-ingredients-and-their-safety-evaluation-11th-revision\\_en](https://health.ec.europa.eu/publications/sccs-notes-guidance-testing-cosmetic-ingredients-and-their-safety-evaluation-11th-revision_en)

Singleton VL, Rossi JA. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *Am J Enol Vitic*. 1965.

ISO 21149:2017. Cosmetics — Microbiology — Enumeration and detection of aerobic mesophilic bacteria. Geneva: International Organization for Standardization; 2017.

ISO 16212:2017. Cosmetics — Microbiology — Enumeration of yeast and mould. Geneva: International Organization for Standardization; 2017.

ISO 22717:2015. Cosmetics — Microbiology — Detection of *Pseudomonas aeruginosa*. Geneva: International Organization for Standardization; 2015.

ISO 22718:2015. Cosmetics — Microbiology — Detection of *Staphylococcus aureus*.

ISO 21150:2015. Cosmetics — Microbiology — Detection of *Escherichia coli*.