

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية العليا لعلوم البحر وتهيئة الساحل

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



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE EN VUE DE L'OBTENTION DE
DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT EN SCIENCE DE LA MER

OPTION : Biotechnologie marine

Thème :

**Fabrication des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle à
base des biomolécules marines.**

Présenté par :

BELKHIR SARAH

Soutenu le 21/09/2023 devant le jury suivant :

M ^{me} LOUANCHI. F	Professeur	ENSSMAL	Présidente
M ^r KADA. M	M.A. A	ENSSMAL	Examineur
M ^{me} MAOUEL. D	Responsable de l'incubateur BlueStart	ENSSMAL	Examinatrice
M ^{me} MAHI. FZ	Membre socio- économique	ENVREDET	Examinatrice
M ^{me} KHELIFA. N	M.C. A	ENSSMAL	Promotrice
M ^r BOUDISSA. H	Responsable de laboratoire physisco- chimique	VENUS	Co-promoteur

Promotion : 2023

Table des matières

Table des matières	II
Liste des figures	V
Liste des tableaux	VII
Liste des abréviations	VIII
<i>Remerciements</i>	X
<i>Dédicaces</i>	XII
INTRODUCTION GENERALE.....	2
CHAPITRE I.	4
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	4
I.Production aquacole et halieutique en Algérie.....	5
I. 1.Production halieutique.....	5
I. 2.La production aquacole	6
II.Présentation de l’Espadon « <i>Xiphias gladius</i> »	7
II. 1.Description	7
II. 2.Position systématique.....	7
II. 3.Biologie.....	8
III.Coproduits marin.....	10
III.1.Définition.....	10
III.2.Origine des coproduits.....	10
III.3.Utilisation et valorisation biotechnologique des coproduits.....	10
III.4.Huile, dérivés des coproduits marins.....	12
III.4.1.Composition des huiles de poissons	13
III.4.2.Les différentes huiles de poissons.....	13
III.4.3.Méthodes d’extractions	14
III.5.Utilisation	15
IV.Acide gras	16
IV.1.Définition des acides gras	16
IV.2.Structure des acides gras	16
IV.3.Nomenclature des acides gras	16
IV.4.L’huile de poisson source d’acide gras	17
IV.5.Les méthodes de concentration des omégas	18
IV.6.Intérêt nutritionnel des omégas	19
V.Physiologie de la peau	20
V.1.Structure de la peau	20
V.2.Rôle de la peau	21
VI.Produits cosmétiques et émulsions	21

VI.1.Produits cosmétiques	21
VI.2.Emulsions	22
VI.2.1.Différents types d'émulsions et classification	22
VI.3.Composition générale d'un produits cosmétique	23
VI.3.1.Le principe actif	24
VI.3.2.Les excipients	24
VI.3.3.Additifs	24
VI.3.4.Les conservateurs.....	24
VI.3.5.Antioxydants.....	25
VI.3.6.Les colorants	25
VI.3.7.Les aromatisants	25
VI.3.8.Les Tensioactifs	25
VI.4.Les qualités requises chez les cosmétiques	25
VI.4.1.Processus de fabrication	25
VI.4.2.Contrôle qualité d'un produit cosmétique	25
VI.5.Mentions obligatoires concernant l'étiquetage.....	26
VI.6.Conditionnement ou emballage ou packaging	26
CHAPITRE II.....	27
MATERIELS ET METHODES	27
I.Extraction de l'huile d'espadon	28
II.Raffinage de l'huile d'espadon.....	29
II.1.Démucilagination (dégommage).....	31
II.2.Neutralisation.....	31
II.3.Wintérisation.....	33
II.4.Purification et désodorisation	33
II.5.Décoloration.....	34
III.Caractérisation de l'huile	35
III.1.Détermination du Rendement (R).....	35
III.2.Analyse organoleptique	35
III.3.Détermination de la teneur en eau	35
III.4.Indice d'acide	35
III.5.Indice de peroxyde.....	37
III.6.Analyse par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.....	38
III.7.Etude de l'activité biologique.....	39
III.7.1.Activité antioxydante	39
III.7.2.Activité antibactérienne de l'huile	40
IV.Formulation de la crème	41

IV.1. Contrôle qualité de la crème	43
IV.1.1. Caractères organoleptiques.....	43
IV.1.2. Examen physicochimique	44
IV.1.3. Examen microscopique	46
IV.1.4. Examen microbien.....	47
CHAPITRE III. RESULTATS ET DISCUSSION	50
I. Caractérisation de l'huile	51
I.1. Rendement et analyses organoleptiques.....	51
I.2. Teneur en eau.....	51
I.3. Indice d'acide	51
I.4. Indice de peroxyde	52
I.5. Etude qualitative et quantitative de l'huile d'espadon par CG-MS.....	52
I.6. Etude de l'activité biologique	54
I.6.1. L'activité antioxydante	54
I.6.2. Activité antibactérienne de l'huile.....	56
.....	56
II. Caractérisation de la crème.....	56
II.1. Caractère organoleptique	56
II.2. Examen physicochimique	57
II.3. Examen microscopique	58
II.4. Examen microbien	59
CONCLUSION	60
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE	63
ANNEXES	72
Résumé.....	84

Liste des figures

Figure I.1 : Production halieutique en Algérie (a) par groupe d'espèces et (b) par types de métiers	5
Figure I.2: Production aquacole en Algérie par Wilaya.	6
Figure I.3: Espadon	8
Figure I.4: Répartition mondiale de l'espadon.....	9
Figure I.5: les coproduits de poisson et leurs applications potentielles.	10
Figure I.6: Structure des principales familles d'AG saturé et polyinsaturé	17
Figure I.7: Nomenclature des acides gras	17
Figure I.8: Structure des principaux types d'acides gras polyinsaturés.	18
Figure I.9: Structure biologique de la peau.	21
Figure I.10: Schéma représentant une émulsion.	22
Figure I.11: Types des émulsions (a : émulsion simple, b : émulsion multiple).....	23
Figure I.12: Composition d'un produit cosmétique	24
Figure II.13: Pesage et cuisson de la matière première.....	28
Figure II.14: Pressage manuel des coproduits cuit.....	29
Figure II.15: Diagramme générale d'obtention d'huile de poisson par pressage humide.....	29
Figure II.16: Processus de raffinage de l'huile de poisson	30
Figure II.17: Dégommage de l'huile	31
Figure II.18: Neutralisation de l'huile.....	32
Figure II.19: Lavage et décantation de l'huile.	32
Figure II.20: Wintérisation de l'huile.....	33
Figure II.21: Purification de l'huile.....	34
Figure II.22: Décoloration de l'huile.....	34
Figure II.23: Titrage avec le KOH.	36
Figure II.24: Titrage avec le thiosulfate	37
Figure II.25: Préparation des échantillons.....	40
Figure II.26: Enrichissement dans le milieu BHIB.	41
Figure II.27: Diagramme de la formulation de la crème à base de l'huile de l'espadon	42
Figure II.28: les étapes de la formulation (a : les ingrédients, b : la phase aqueuse, c : la phase huileuse, d : préparation de l'émulsion)	43
Figure II.29: pH-mètre de type « OHAUS-STARTER 3100 M ».	44
Figure II.30: Viscosimètre à affichage digitale	45
Figure II.31: Mesure de densité par un pycnomètre.....	46
Figure II.32: Centrifugeuse « SIGMA-2-16KL »	46
Figure II.33: Microscope photonique à caméra intégré (G X 40).....	47
Figure II.34: Echantillon dilué avec DE et (a :gélose PCA, b : gélose SABOURAUD).....	48
Figure III.35: Huiles d'espadon raffinée	51
Figure III.36: Chromatogramme (CG/MS) de l'huile	52
Figure III.37: Activité antioxydante des solutions mères	55
Figure III.38: Activité antioxydante d'acide ascorbique et celle d'huile d'espadon.....	55

Figure III.39: Résultats de l'activité antibactérienne de l'huile	56
Figure III.40: Produit fini (Crème).....	57
Figure III.41: Echantillon obtenu après la centrifugation	58
Figure III.42: Photo de l'échantillon obtenu au microscope photonique à caméra intégré (Gx40)	58
Figure III.43: Résultats de test microbien (a : levures et moisissures, b : germes aérobies mésophiles totaux).....	59

Liste des tableaux

Tableau I.1: Types de coproduits et les volumes générés	11
Tableau I.2: Utilisation potentielle des coproduits.....	12
Tableau III.3: Analyse organoleptique de l'huile d'espadon	51
Tableau III.4: Composition chimique en acide gras de l'huile	53
Tableau III.5: Activité antioxydante de l'huile	55
Tableau III.6: Caractéristique organoleptique de la crème	57
Tableau III.7: Caractérisation physico-chimiques de la crème	57
Tableau III.8: Les résultats de contrôle microbiologique	59

Liste des abréviations

(DHA)	Eocosahexaénoïque
(EPA)	Eicosapentaénoïque
°C	degré Celsius
AG	Acide Gras
AGS	Acide Gras Saturé
ALA	Acide alpha-linolénique
CG/MS	Chromatographie en phase gazeuse couplé à la spectrométrie de masse
D	Densité
DMSO	Diméthylsulfoxyde
DPPH	2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl
E/H	Eau dans huile
E/E/H	Eau dans Huile dans Eau
EDTA	éthylène Diamine Tétracémate de sodium
FAO	Food and Agriculture Organisation
FSCF	Fractionnement par fluides supercritiques
G	Gramme
g/cm³	Masse volumique
GAMT	germes aérobies mésophiles totaux
H/E	Huile dans l'eau
H/E/H	Huile dans Eau dans Huile

Ia	Indice d'acide.
Ifremer	Institut Français de Recherche pour l'Exploitation de la MER
INCI	International Nomenclature for Cosmétique ingrédients
Ip	Indice de peroxyde.
Kathon CG	Méthylchloroisothiazolinone
Méq	Milliéquivalent.
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
ONS	Office Nationale des Statistiques
PCA	Plate Count Agar
Ph	potentiel d'Hydrogène.
R%	Rendement
SFE	Extraction par fluide supercritique
TEA	Riéthanolamine
Tr/min	Tour par minute.
UFC	Unité Formant Colonie
UFC/g	Unité Formant Colonie par gramme
WORMS	World Register of Marine Species

Remerciements

Au terme de cette étude, je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donnée le courage, la santé et la patience de mener à terme ce présent travail.

*Je voudrais remercier Madame **KHELIFA. N** Maître de conférences à l'ENSSMAL, pour la confiance qu'elle m'a accordé en me proposant cette étude et pour son engagement à superviser ce travail malgré ses multiples occupations. J'ai eu le privilège d'être l'une de ses étudiantes et de bénéficier de son enseignement exceptionnel ; Ses compétences pédagogiques et ses qualités humaines sont une source d'inspiration pour moi, j'ai toujours eu un profond respect pour elle, son expertise et son encadrement. Ce projet est l'occasion pour moi de vous relater ma sincère gratitude.*

*Je remercie infiniment mon co-promoteur Monsieur **Boudissa. H**, responsable du laboratoire physico-chimique de Venus S.A.P.E.CO., pour m'avoir accepté dans son équipe et m'avoir permis de conduire ce travail à son terme. Son soutien indéfectible, ses conseils précieux, ses compétences et sa perspicacité m'ont été d'une aide inestimable, tant du point de vue scientifique que moral.*

Je souhaite également remercier chaleureusement toute l'équipe de l'entreprise de formulation des produits cosmétiques "VENUS".

*Je tiens également à exprimer mes sincères remerciements à Mesdames **MAOUEL. D**, **FELLAH H.**, **M^r GUERBI .M**, **M^r BOUKABOUS .H**, **M^r SAOUDI. S**, **M^r LOUBAR**, **M^r BASSEM**, pour leurs précieuses contributions leurs formations et leur soutien qui ont été essentiels pour mener à bien ce travail. Leur patience a été inestimable tout au long du processus de création du BMC (Business Model Canvas).*

*Je tiens à remercier **M^{me} LOUANCHI. F**, qui me fait un grand honneur en présidant le jury.*

*Je souhaite exprimer ma profonde gratitude envers **M^r KADA .M** qui m'honorent en acceptant d'expertiser ce travail,*

*Mes remerciements s'adressent également à **M^{me} REFASS. N**, **M^{me} GUEROUME .H**, **Mr AROUA .M**, et **Mr MATOUK. Y** ingénieurs à l'ENSSMAL pour leurs disponibilité leur dévouement et leur serviabilité.*

Je tiens à remercier mes chers parents et mes sœurs qui m'ont beaucoup aidé, soutenus et surtout encouragé pour persévérer dans mes études.

*Je tiens à témoigner mes sincères remerciements à ma famille ; **BELKHIR** et **DJELLOUL ABOU** pour leur amour et leur soutien constant tout au long de ce travail.*

Enfin, je tiens à exprimer ma reconnaissance envers toutes les personnes qui m'ont apporté leur encouragement et leur soutien, que ce soit de manière directe ou indirecte, ainsi que pour leurs prières tout au long de l'accomplissement de ce travail.

Mes amis proches et mes enseignants méritent également mes remerciements pour leur ouverture d'esprit, leur gentillesse, et les moments agréables que nous avons partagés ensemble. Que Dieu vous bénisse !

Dédicaces

Je dédie ce travail

A ma très chère mère CHERIFA,

Quels que soient mes mots ou mes actions, je suis consciente que je ne pourrais jamais te remercier à la hauteur de tout ce que tu as fait pour moi. Ta tendresse m'enveloppe, ta bienveillance éclaire mon chemin, et ta présence à mes côtés a toujours été ma source inépuisable de force pour surmonter les défis qui se sont dressés devant moi.

Tu es une personne affable, honorable, et aimable, qui incarne pour moi la quintessence de la bonté. Tu es la source inépuisable de tendresse et l'exemple du dévouement. Tu n'as jamais cessé de m'encourager et de prier pour mon succès. Grâce à toi, nous, tes enfants, avons été comblés par les lourdes responsabilités que tu as assumées dans notre éducation. Que Dieu te comble de grâce pour que tu puisses pleinement profiter de notre réussite. Je t'aime de tout mon cœur, Maman !

A mon très cher père ABDELKADER,

Pour tes encouragements inlassables, ta patience infinie, ton soutien constant tout au long de mon parcours d'études, et pour ton précieux soutien financier, je suis profondément reconnaissante. Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail soit le témoignage de ma gratitude profonde et de mon affection sincère envers toi. Merci de m'avoir donné la vie et de continuer à être une source de force et de soutien inestimable dans ma vie.

A mes adorables sœurs ROFAIDA et HALIMA,

À vous, mes chères petites sœurs, qui avez toujours été présentes à mes côtés, apportant votre soutien moral inestimable et surprenant avec de douces attentions. Je souhaite ardemment que votre avenir soit empli de joie, de bonheur, de réussite, et de sérénité. Les sacrifices que vous avez consentis pour moi portent aujourd'hui leurs fruits, et je suis profondément reconnaissante pour tout ce que vous avez fait. Que Dieu vous bénisse. Je vous aime énormément !

A tous mes enseignants depuis mes premières années d'étude, La générosité et le soutien que vous m'avez prodigués tout au long de mon parcours académique m'obligent à vous exprimer mon profond respect et ma sincère considération. Vos enseignements et vos conseils ont façonné ma trajectoire éducative, et je vous en suis infiniment reconnaissante.

A mes ami (e) s, Mes proches,

En témoignage de l'amitié qui nous lie et des souvenirs que nous avons construits ensemble. À travers ce travail, je souhaite vous exprimer mes vœux sincères pour une vie remplie de santé, de bonheur, et de prospérité.

*A mes chères **KIKIS, LOULOU, SONISH,***

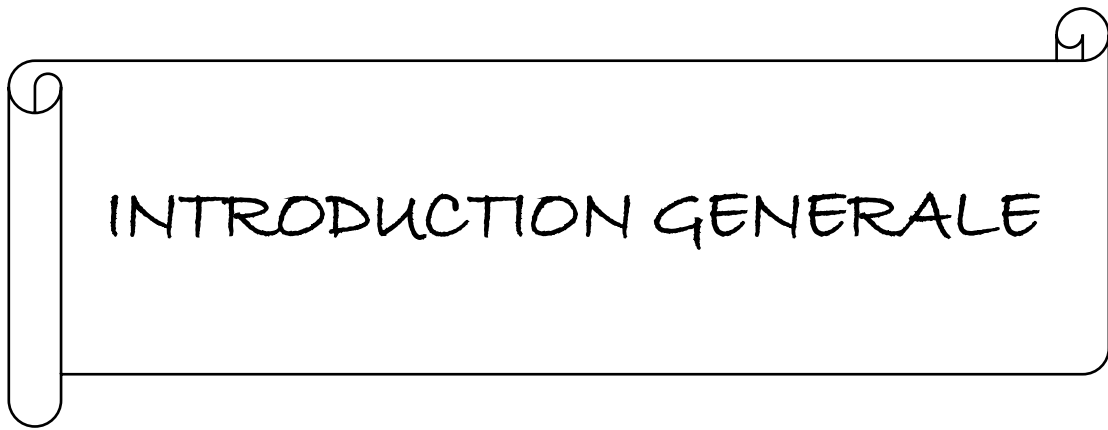
Sans vos soutient et vos encouragements ce travail n'aurait pas vu le jour aujourd'hui. Je vous aime !

*A toute la famille **BELKHIR et DJELLOULABOU.***

Enfin à tous ceux que j'aime et ceux qui ont participé à la réalisation de ce travail.

Merci à tous...

SARAH



INTRODUCTION GENERALE

En Algérie, la transition de la pêche vers l'aquaculture a été récente, marquée par un tournant en 2014 lorsque l'aquaculture a surpassé la pêche en tant que source alimentaire. Le gouvernement algérien soutient cette transition pour satisfaire les besoins alimentaires et diversifier l'économie, avec la création du Ministère de la Pêche et des Ressources Halieutiques en 2000 et l'adoption de la Loi cadre n°01-11 en 2001, en accord avec les obligations internationales.

En 2020, la production mondiale de poissons a atteint 178 millions de tonnes (**FAO, 2020**) ; dont 20 millions étaient destinées à la fabrication de farine et d'huile de poisson, tandis que les 157 millions de tonnes restantes étaient destinées à la consommation humaine (**FAO, 2020**). Cependant, certaines espèces de poissons génèrent jusqu'à 60% de déchets par rapport au poids frais (**Ferraro et al, 2010**).

De nos jours, les coproduits marins qui sont des sous-produits générés lors des activités de pêche et de transformation des produits de la mer (**Ifremer, 2010**), tels que les arêtes, les têtes, les viscères, etc., ne sont plus considérés comme de simples déchets, mais comme des ressources précieuses (**Balti, 2011**). Ils sont exploités dans divers domaines, notamment la santé humaine, la nutrition des poissons d'élevage et la lutte contre la pollution, grâce à des avancées en biochimie et en biotechnologie (**Tripoteau Ludovic, 2015**). Ces coproduits offrent un potentiel considérable pour la création de produits à haute valeur ajoutée (**Aryanitoyannis et kassaveti, 2008**), notamment des biomolécules bénéfiques pour la peau, comme les acides gras oméga-3, oméga-6, oméga-7 et oméga-9 (**Jean-Marie BOURRE et Philippe PAQUOTTE, 2006**). Ces composés sont de plus en plus utilisés dans des produits cosmétiques haut de gamme (**Heux et al., 2003**), (**Ferraro et al, 2013**), répondant ainsi à la demande croissante des consommateurs en quête de solutions de beauté naturelles et efficaces tout en exploitant les bienfaits des avancées biotechnologiques pour améliorer la santé de la peau et son apparence (**Kim et al, 2021**).

Un exemple concret est l'extraction d'huile d'espadon à partir de coproduits marins pour une utilisation en tant que principe actif dans la formulation de crèmes.

Les coproduits de poissons utilisés dans cette étude sont issus de la pêcherie d'Alger, ils vont subir un lavage et une découpe avant d'être conservés dans un réfrigérateur en prévision de leur utilisation ultérieure dans le processus d'extraction de l'huile de poisson, par la suite, une étape cruciale consiste en le raffinage de l'huile de poisson, comprenant diverses étapes de traitement visant à éliminer les impuretés présentes dans l'huile brute, en particulier les phospholipides.

L'objectif est d'obtenir une huile principalement composée d'acides gras polyinsaturés, présentant peu d'odeur, sans goût prononcé, limpide, légèrement colorée et possédant une durée de conservation satisfaisante. Cette huile sera utilisée comme matière première pour la formulation d'une crème, qui est une émulsion à deux phases.

Notre choix s'est porté sur une crème d'érythème destinée aux nourissants.

Ce projet a été **labellisé** avec succès par ministère de l'Economie de la Connaissance et des Startups.

Cette étude est structurée comme suite :

Le chapitre I expose une étude bibliographique sur

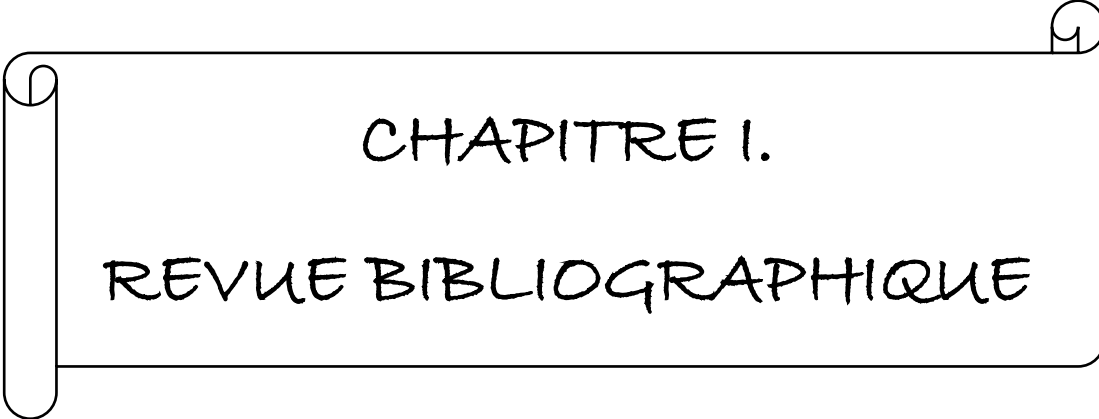
- La production aquacole et halieutique en Algérie
- La présentation de l'espèce (Espadon) étudiée
- Les coproduits marins
- Les acides gras
- La physiologie de la peau
- Les produits cosmétiques

Le chapitre II rapporte les méthodes utilisées pour

- L'extraction de l'huile et de sa caractérisation,
- La fabrication de la crème et son analyse,

Le chapitre III met en lumière les résultats avec leurs interprétations,

Une **conclusion générale** et des perspectives envisagées pour la suite de cette étude achève ce travail.



CHAPITRE I.
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Production aquacole et halieutique en Algérie

I.1. Production halieutique

Selon l'Organisation Nationale des Statistiques (ONS), la production halieutique en Algérie est étudiée selon deux volets :

-Par groupes d'espèces (**Figure I.1 (a)**) les quantités de poissons pélagiques pêchés en 2019 ont enregistré une baisse évaluée à 17,8%. Il en est de même pour les mollusques, crustacés, raies et squales qui ont vu leur production régresser respectivement de 44%, 2,3% et 44,5%. En revanche, les espèces démersales ont affiché une augmentation de 31,6% pour se situer à 7742 tonnes contre 5884 en 2018.

-Par type de métier (**Figure I.1 (b)**), la production réalisée par les sardiniers qui représente 62,1% de la production nationale a vu son volume baissé de près de 13%, de même pour les petits métiers dont le volume pêché durant 2019 a baissé de près de 70% comparativement à 2018, passant ainsi de 8894 à 2703 tonnes. Concernant les chalutiers, leur production s'est démarquée par une légère augmentation, soit 1,2% passant ainsi de 17408 tonnes en 2018 à 17612 tonnes en 2019. Pour ce qui est des thoniers, une production de 1437 tonnes de thon rouge a été réalisée au titre de l'année 2019, soit une hausse de 10,5% par rapport à l'année antérieure (ONS, 2019).

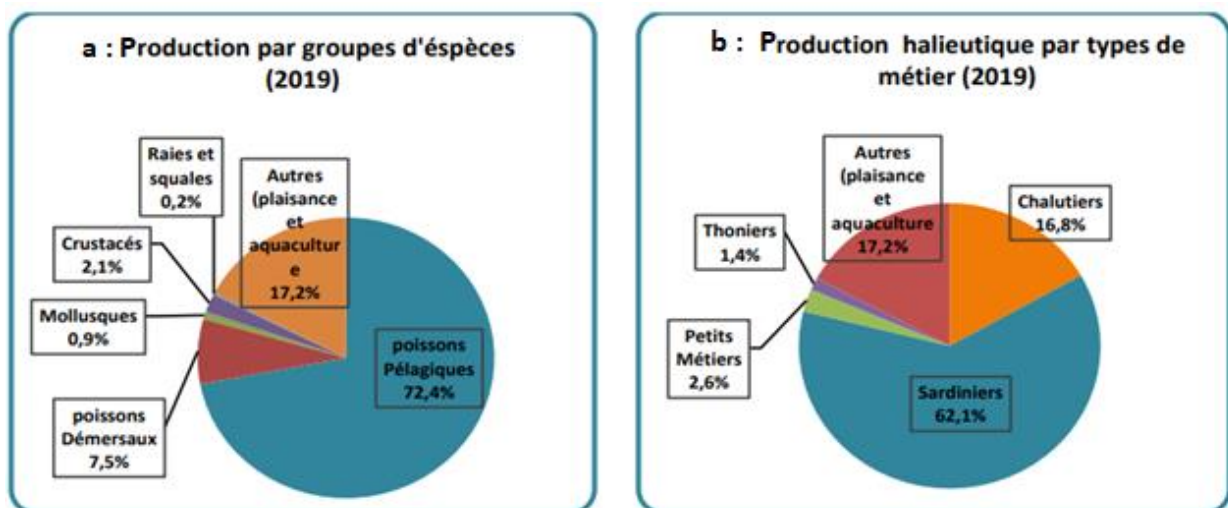


Figure I.1 Production halieutique en Algérie (a) par groupe d'espèces et (b) par types de métiers (ONS, 2019).

A l'échelle régionale, la plupart des wilayas côtières ont affiché un recul de la production à l'exception des wilayas suivantes ; Skikda (24,7%), Boumerdes (21,4%), El Taref (17,9%) et Annaba (14,5%).

La wilaya d'Ain Témouchent, même avec une chute estimée à 33,3% demeure toujours la première productrice de poissons avec une production évaluée à 15426 tonnes, soit près de 15% de la production nationale. (ONS, 2019).

I. 2. La production aquacole

La production aquacole s'est caractérisée par une décroissance en 2019, soit un repli de 7,2% par rapport à 2018. Par zone d'activité aquacole, la pêche continentale (barrage, lac, bassins agricoles et plans d'eaux) a produit 2230 tonnes en 2019, soit 47,1% de la production aquacole totale, accusant ainsi une baisse de 27,4% par rapport à 2018. Pour ce qui est de la pisciculture d'eau marine et de la conchyliculture, la production a atteint 2505 tonnes en 2019, soit une augmentation de 23,5%. Au niveau régional (**Figure I.2**), la wilaya de Chlef et Ain Defla se démarquent avec près de 47% de la production aquacole totale suivies par Tipaza et Relizane avec des parts respectives de 11,6% et 9,3% (ONS, 2019).

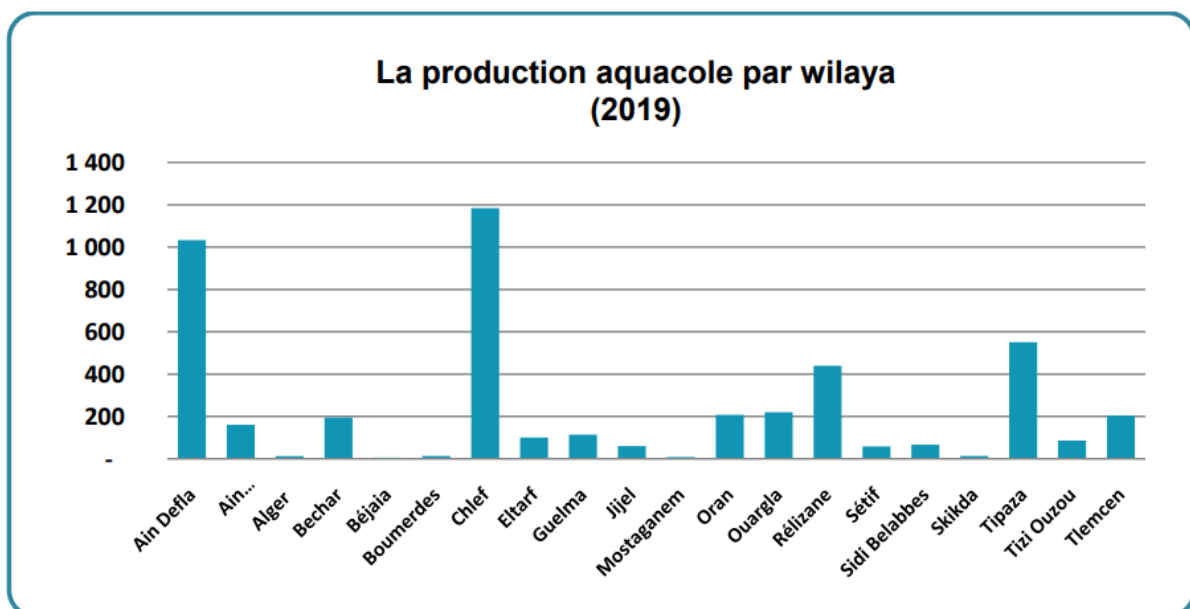


Figure I.2 Production aquacole en Algérie par Wilaya (FAO 2019).

II. Présentation de l'Espadon « *Xiphias gladius* »

II. 1. Description

L'espadon, ou « *Xiphias gladius* » (**Figure I.3**), est un poisson pélagique vivant dans les mers tropicales et tempérées, unique représentant de la famille des Xiphiidés. Son nom provient des termes grecs et latins signifiant "épée," en référence à son rostre en forme d'épée. Il possède un corps allongé et robuste, une mâchoire supérieure prolongée en une lame plate. Les adultes ont deux nageoires dorsales et anales distinctes, tandis que les jeunes ont des nageoires continues. Les pectorales sont basses, les nageoires pelviennes sont absentes. La nageoire caudale est en forme de croissant chez les adultes, fourchue chez les jeunes (**Ifremer., 2022**).

Le pédoncule caudal présente des carènes latérales et des sillons. La ligne latérale est absente chez les adultes, présente sous forme d'une ligne sinueuse chez les jeunes. Les écailles sont présentes chez les jeunes, disparaissant avec la croissance. L'espadon a 26 vertèbres. Sa couleur varie du noir brunâtre sur le dos et les flancs au brun clair sur le ventre. (**Fisher et al., 1987**).

II. 2. Position systématique

La classification systématique est décrite ci-dessous selon WORMS 2021

Règne : Animalia

Embranchement : Chordata

Sous-embranchement : Vertebrata

Infra-embranchement : Gnathostomata

Para-embranchement : Osteichthyes

Super-classe : Actinopterygii

Classe : Actinopteri

Sous-classe : Teleostei

Ordre : Carangiformes

Famille : Xiphiidae

Genre : *Xiphias*

Espèce : *Xiphias gladius* (**Linnaeus, 1758**).



Figure I.3 Espadon

II. 3. Biologie

- **Taille maximum** : La taille maximale de l'espèce est de 450 cm de longueur totale (Nakamura, 1985). Tandis que la taille commune est entre 80 et 220 cm (Fisher *et al.*, 1987).
- **Poids maximum** : Le poids moyen en Méditerranée varie de 115 à 160 kg (Nakamura, 1985).
- **Longévité** : l'âge maximum de cette espèce est estimé entre 10 à 15 ans en Méditerranée (ALIÇLI, 2001).

- **Comportement et alimentation**

L'espadon est généralement un poisson solitaire, mais, peut être observé en petits groupes composés d'une femelle et de plusieurs mâles en surface dans les zones de reproduction.

L'espadon utilisant son rostre pour tuer ses proies, il s'alimente pendant la journée, remontant la nuit jusqu'à la couche mixte près de la surface et descendant (Ifremer, 2021), le jour, vers des eaux plus profondes, cette espèce se nourrit essentiellement de poissons comme des Maquereaux, bécunes et harengs, mais aussi de crustacés et calamars (Manuel de l'espadon, 2023). D'après la grande variabilité des proies rencontrées dans leur estomac, l'alimentation se fait sur une large distribution bathymétrique, allant du fond (-200 à -1000 mètres) vers la surface (-200 à 0 mètres).

- **Répartition mondiale et préférence en matière d'habitat**

L'espadon du fait d'une teneur importante en gras lui permettant de fournir de la chaleur aux organes critiques, est particulièrement adapté pour vivre dans divers environnements, il a une grande tolérance à la température (5 à 27°C). C'est une espèce erratique cosmopolite, qui se trouve dans l'ensemble des eaux pélagique tropicale, subtropicale, tempérées et froides de tous les océans (**Figure I.4**). Il est présent dans l'océan Atlantique, Pacifique et Indien, ainsi que la mer Méditerranées, la mer de Marmara, la mer d'Azov et la mer Noire (**Adiba et al., 1991**).

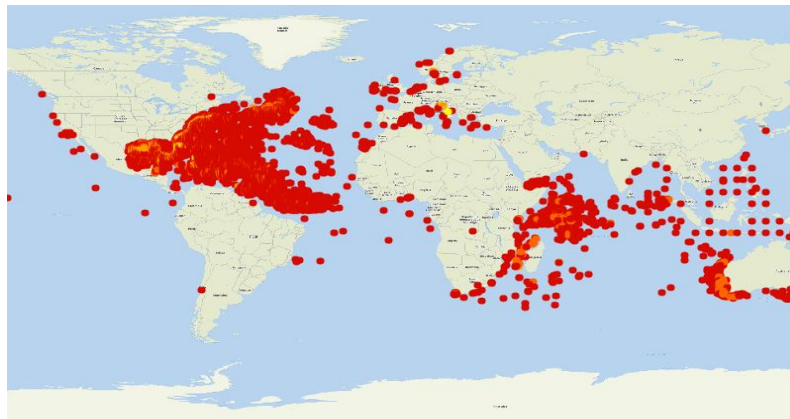


Figure I.4 Répartition mondiale de l'espadon

III. Coproduits marin

III.1. Définition

Les coproduits désignent les sous-produits, les captures accessoires, les rejets, les invendus...Ce sont généralement les poissons ou parties de poissons non consommés classiquement (peau, arête, tête, viscères) (**Figure I.5**), mais récupérables et utilisés après traitement. Ils proviennent des procédés traditionnels de transformation des produits de la mer comme le filetage, l'éviscération, l'étêtage, le pelage, le lavage, la décongélation ou la cuisson des produits bruts (**Ifremer, 2010**).

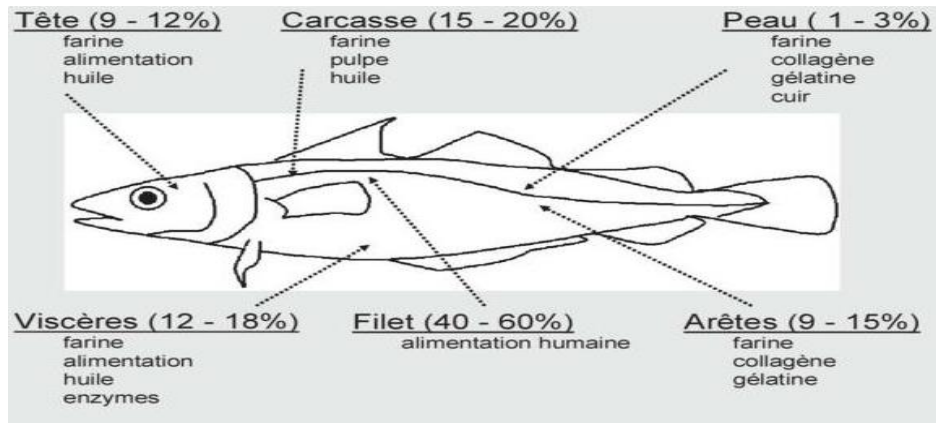


Figure I.5 les coproduits de poisson et leurs applications potentielles (Guerarde, 2009).

III.2. Origine des coproduits

Les coproduits de poisson sont générés à petite échelle mais également de façon industrielle. Le (Tableau I.1) résume les différents types de coproduits générés et le volume de leur production par les industries de transformation, les sociétés de mareyage et les ménages qui génèrent ces quantités.

III.3. Utilisation et valorisation biotechnologique des coproduits

Les entreprises qui produisent de grandes quantités de coproduits ont généralement trois options : (a) vendre les coproduits sur les marchés locaux comme source de protéines peu coûteuses, (b) les transformer en produits à faible valeur marchande tels que la farine de poisson, (c) ou simplement les éliminer. Cependant, la mise en place de technologies simples et à petite échelle pourrait permettre de transformer les faibles quantités de coproduits générés par la pêche artisanale et les ménages en engrais.

Tableau I.1 Types de coproduits et les volumes générés (cps,2014)

Producteurs	Types de coproduits	Volume
Industries de transformation de poisson	Tête, peau, arêtes, queue, nageoires, viscères, organes génitaux, chutes de parage, résidus cuits et rejets	Élevé
Sociétés de mareyage	Poissons invendus ou avariés et déchets issus de l'éviscération/filetage	Modéré
Ménages	Les parties du poisson qui ne sont pas consommées, à savoir les arêtes, la peau et les parures	Limité

Une grande partie des coproduits est actuellement utilisée comme matière première dans la fabrication d'aliments pour les élevages aquacoles (Ifremer, 2010). La valorisation des coproduits permettrait non seulement de respecter l'environnement, mais aussi de maximiser les profits des entreprises. Les coproduits marins représentent entre 30 et 60% de l'animal (Dumay, 2006), et on estime que 50% du poids de la production mondiale de poissons est constitué de coproduits lors des opérations de transformation (Kristinsson et Rasco, 2000). Ils peuvent être valorisés sur des marchés de masse sous forme de farine et d'huile de poisson (52%), d'hydrolysats protéiques destinés à l'alimentation animale (21%) et de hachis congelés pour l'alimentation des animaux domestiques (21%) (ANDRIEUX, 2004). Seulement 4% sont utilisés dans des productions à plus forte valeur marchande sur des marchés de niche émergents, tels que la fabrication d'aliments fonctionnels (arômes, émulsifiants) ou d'ingrédients alimentaires revendiquant des effets bénéfiques pour l'organisme (nutraceutique). Les enjeux économiques liés à la valorisation des coproduits sont donc importants (PASCAL et al., 2011). Le (Tableau I.2) présente certains des marchés de valorisation possibles, les produits dérivés obtenus et leurs utilisations.

Tableau I.2 Utilisation potentielle des coproduits

Marchés de valorisation	Produits dérivés	Utilisation
Agriculture	Engrais (ensilage), compost, pesticide	<ul style="list-style-type: none"> – Enrichissement des sols – Lutte contre les ravageurs
Energie	Biocarburant, comburant	<ul style="list-style-type: none"> – Production d'énergie
Alimentation animale	Farines, huiles, dérivés protéinés, ensilage, minéraux	<ul style="list-style-type: none"> – Alimentation – Compléments alimentaires
Nutrition (compléments alimentaires)	Huiles, dérivés protéinés, minéraux, acide aminés	<ul style="list-style-type: none"> – Compléments alimentaires – Nutrition sportive
Alimentation humaine	Utilisation entière ou partielle du poisson, hachis, pulpe alimentaire, gélatine, bouillon et	<ul style="list-style-type: none"> – Produits non transformés – Produits transformés

	suc à base de poisson, huile de foie	
Cosmétique	Collagène Elastine Dérivés d'acides nucléiques	– Beauté de la peau – Beauté des ongles et des cheveux implants sous
Industrie pharmaceutique	Oméga 3, calcium, sulfate de chondroïtine, collagène, peptides bioactifs	– Nutraceutique – Cosmétique – Biotechnologie

III.4. Huile, dérivés des coproduits marins

Le produit dérivé est le produit commercial obtenu à partir d'un coproduit. Compte tenu de l'importance de coproduits, de nombreux efforts ont été réalisés pour les utiliser dans diverses applications (**Annexe I**). A partir d'un même type de coproduit (tête, viscères, arêtes, peau) il est possible d'obtenir différents produits dérivés (farine, huile, Extraits et concentrés aromatiques, collagène, chitosane (**Annexe I**)).

L'huile de poisson est extraite des tissus gras de **poissons** tels que les sardines, le saumon et les anchois. Elle représente environ 2% de la consommation mondiale de graisses et d'huiles. Traditionnellement, elle était obtenue en tant que sous-produit de l'industrie de la farine de poisson. Historiquement, l'huile de poisson a joué un rôle important dans l'alimentation humaine, et sa demande continue de croître en raison de ses propriétés thérapeutiques (**Rizliya et al, 2014**).

III.4.1. Composition des huiles de poissons

Les huiles de poissons sont composées de : (**Ifremer, 2010**)

- **Triglycérides** : Les triglycérides sont des triesters d'acides gras et de glycérol.
- **Phospholipides** : Les phospholipides sont des glycérides dont la structure de base est l'acide phosphatidique, composé d'une molécule de glycérol estérifiée par deux acides gras et un acide phosphorique.
- **Autres** : acides gras libres, cires, produits d'oxydation, pigments, arômes, contaminants... responsables d'odeurs, de saveurs indésirables, de l'apparence trouble de l'huile brute et susceptibles de présenter un danger pour le consommateur.

III.4.2. Les différentes huiles de poissons

Selon la matière première et le procédé utilisé, différentes huiles peuvent être obtenues (Ifremer, 2010).

- **Les huiles riches en oméga 3 (EPA et DHA)**

Les oméga 3 font parties de la famille des acides gras polyinsaturés, principaux constituant des lipides. Il existe deux types d'oméga 3 aux longueurs de chaîne carbonée différentes

-L'acide eicosapentaénoïque (EPA), C20 : 5 n-3

-L'acide docosahexaénoïque (DHA), C22 : 6 n-3

- **Les huiles riches en alkylglycerols**

Les huiles riches en alkylglycérols (éthers lipidiques) sont particulièrement abondantes dans le foie de requin ou de chimère. Les alkylglycérols peuvent représenter jusqu'à 25% des lipides totaux d'une huile de foie de requin et jusqu'à 50% pour l'huile de chimère

- **Les huiles vitaminiques** : sont des huiles de foie de poissons contenant une forte proportion de vitamines A ou D (La vitamine D favorise la croissance osseuse et la fixation du calcium).

III.4.3. Méthodes d'extractions

III.4.3.1. Extraction par méthodes conventionnelles

La méthode la plus couramment utilisée pour produire de l'huile de poisson à grande échelle est l'extraction par pressage humide. Elle implique la cuisson du poisson, le pressage, la décantation et la centrifugation (FAO, 1986). Cependant, les conditions drastiques nécessaires pour coaguler les protéines et libérer l'huile peuvent altérer partiellement les acides gras polyinsaturés présents en raison de réactions de dégradation telles que l'hydrolyse et l'oxydation (Linder, Fanni, et Parmentier, 2005 ; Mbatia et coll, 2010).

Une autre méthode conventionnelle est l'extraction à l'aide de solvants, qui est principalement utilisée à des fins analytiques car elle utilise des substances soumises à des restrictions dans l'industrie alimentaire (Rubio et al., 2010). Cette méthode est basée sur la solubilité des lipides dans les solvants organiques et leur insolubilité dans l'eau, ce qui permet de séparer les lipides et leurs composants solubles tels que les protéines, les glucides et les minéraux de l'eau. Cette méthode présente toutefois des limites, notamment le besoin d'un échantillon relativement sec qui est détruit, le temps nécessaire pour la procédure et la production de grandes quantités de solvant résiduel (Adeoti et Hawbodt, 2014 ; Sabena et coll., 2009). Plusieurs méthodes

existent, telles que celles de Soxhlet et de Bligh-Dyer, mais d'autres comme McGill-Moffatt et Randall et Folch ont également été évaluées (**Fiori et coll., 2012 ; Immanuel et coll., 2009 ; Rincon-Cervera, Villarreal-Rubio, Valenzuela et Valenzuela, 2017**).

III.4.3.2. Extraction par méthodes vertes (récentes)

Pour l'extraction de l'huile de poisson à partir de poissons entiers ou de déchets de pêche, des méthodes relativement nouvelles, innovantes et respectueuses de l'environnement peuvent être utilisées :

- **Extraction par fluide supercritique (SFE)**

L'extraction par fluide supercritique (SFE) est une méthode d'extraction émergente qui utilise des solvants et qui a suscité un grand intérêt ces dernières années. Elle offre des avantages tels que l'utilisation d'une température modérée, d'un environnement sans oxygène et l'extraction de lipides de faible polarité pour éviter l'extraction d'impuretés (**Rubio et al., 2012**). Les fluides supercritiques ont une viscosité plus faible et une diffusivité plus élevée que les solvants conventionnels, ce qui améliore le transfert de masse et réduit généralement le temps nécessaire à l'extraction. Cependant, le coût élevé de l'application de cette technologie au niveau industriel est son plus grand inconvénient. Le CO₂ est le fluide supercritique le plus utilisé car il est un solvant inerte et sans danger pour l'extraction de l'huile. De plus, il ne reste pas dans le produit car il revient à son état gazeux et s'évapore à température et pression ambiantes (**Rubio et al., 2010, 2012**). Les paramètres généralement évalués sont la pression, la température, le débit de CO₂ et le temps. Cependant, l'effet de l'humidité, de la direction de l'écoulement, du rapport solvant/matériau et de la taille des particules ont également été étudiés dans les huiles de poisson, et le processus a été modélisé pour trouver des conditions optimales (**Ferdosh et al., 2013 ; Sarker et coll., 2012**).

- **Extraction assistée par micro-ondes**

Cette méthode utilise un rayonnement micro-onde qui provoque le mouvement des molécules polaires et la rotation des dipôles pour chauffer les solvants en contact avec la matrice solide et extraire les volumes d'huile (**Ivanovs et al, 2017**).

- **Extraction assistée par ultrasons**

Cette méthode utilise des ultrasons pour pénétrer les solvants en contact avec la matrice solide afin d'extraire le contenu de l'échantillon en solution (**Vasanth Rupasinghe et al, 2011 in Ivanovs et al, 2017**).

- **Extraction enzymatique**

Le principe de base de l'extraction assistée par les enzymes est que les enzymes hydrolysent la cellule et la décomposent complètement dans des conditions expérimentales optimales, pour libérer les composants intracellulaires (Mwaurahet al, 2020 in Quero-Jiménez, 2020). Pour extraire l'huile de poisson, on utilise des enzymes protéolytiques exogènes (Deepikaet al, 2014 in Ivanovs et al, 2017).

III.5. Utilisation

Chaque année, environ 25 à 30 millions de tonnes de poissons sains et de résidus de poisson sont utilisées pour produire environ 1,1 million de tonnes d'huile de poisson dans le monde. Environ 88,5% de cette huile est destinée à l'aquaculture, tandis que le reste est utilisé dans la production industrielle, la consommation humaine et la fabrication de produits pharmaceutiques et de compléments alimentaires. (Ivanovs et al, 2017). Bien que l'huile de poisson soit riche en nutriments bénéfiques pour l'alimentation humaine, elle est peu utilisée en raison de son odeur et de son goût caractéristique ainsi que de la sensibilité de ses acides gras insaturés à l'oxydation. Des procédés technologiques sont donc utilisés pour améliorer ses propriétés organoleptiques et garantir sa stabilité. (Garcia, 2005 in Quero-Jiménez, 2020).

IV. Acide gras

IV.1. Définition des acides gras

Les acides gras sont des molécules aliphatiques carboxyliques qui ont une chaîne carbonée hydrophobe allant de 4 à 28 atomes de carbone avec une extrémité méthyle (-CH₃) et une extrémité carboxyle (-COOH) et sont souvent des acides monocarboxyliques R-COOH. Le radical R est une chaîne aliphatique hydrocarbonée de longueur variable, qui donne à la molécule son caractère hydrophobe. On distingue trois types d'acides gras en fonction de leur degré d'insaturation : les acides gras saturés (AGS), les acides gras monoinsaturés (AGMI) et les acides gras polyinsaturés (AGPI) (Guesnet et al, 2005).

IV.2. Structure des acides gras

Les acides gras sont des acides de structure générale R-COOH (Figure I.6), caractérisés par :

- Une fonction carboxylique (-COOH)
- Une chaîne hydrocarbonée (C, H) linéaire, saturée ou insaturée (mono ou polyinsaturée) (R)

Les acides gras diffèrent entre eux non seulement par la longueur de la chaîne carbonée, mais aussi par le nombre, la position et la structure spatiale (cis, trans) des doubles liaisons. La longueur de la chaîne carbonée permet une classification des acides gras en 4 catégories (GUESNET et al, 2005). :

- Les acides gras volatils, avec 2, 3 et 4 atomes de carbone respectivement : l'acide acétique, l'acide propionique, et l'acide butyrique.
- Les acides gras à chaîne courte qui possèdent entre 6 et 10 atomes de carbone,
- Les acides gras à chaîne moyenne, avec 12 à 14 atomes de carbone,
- Les acides gras à chaîne longue, avec 16 ou plus d'atomes de carbone.

IV.3. Nomenclature des acides gras

Les principales nomenclatures utilisées sont (Ferreira et al, 2013 in Luccarini, 2015) :

Exp : acide linoléique C18 :2, Δ 9,12 (figure I.7).

- **Nomenclature internationale normalisée** : la chaîne aliphatique est numérotée à partir du carbone du groupement carboxylique, La structure de l'AG est représentée par la formule : **C_n : x, Δ** (n : nombre d'atome de carbone, x : nombre de double liaison, Δ _{i,ii...} : position de la double liaison en partant de l'extrémité carboxyle).
- **Nomenclature physiologique (diététique)** : commence par le carbone de l'extrémité méthyle appelé carbone oméga ω . exemple : acide linoléique : ω 6.

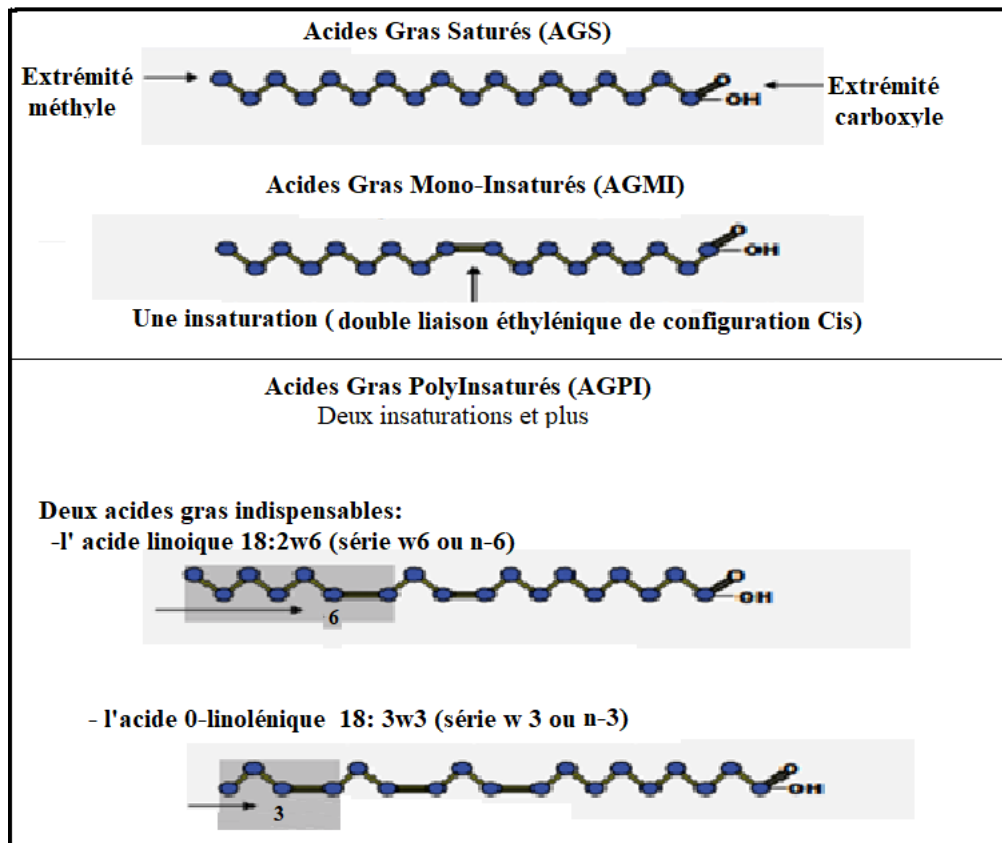


Figure I.6 Structure des principales familles d'AG saturé et polyinsaturé (GUESNET et al, 2005)

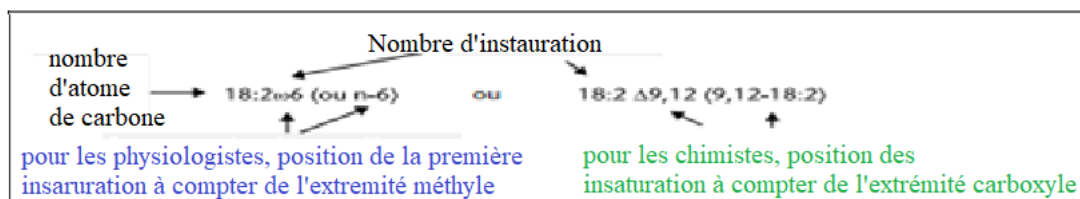


Figure I.7 Nomenclature des acides gras

IV.4. L'huile de poisson source d'acide gras

L'huile de poisson est une source importante d'acides gras de la famille des omégas, tels que l'acide eicosapentaénoïque (EPA) et l'acide docosahexaénoïque (DHA). Les poissons ne les synthétisent pas eux-mêmes les acides gras ; par conséquent ils les accumulent dans leur corps en mangeant des microalgues qui les produisent. L'huile de poisson est donc considérée comme une source indirecte d'acides gras (omégas).

Ces acides gras peuvent réduire les risques de maladies cardiaques et vasculaires, de cancer et de diabète, ainsi que diminuer le risque de dépression. Ils ont également un effet sur le système immunitaire et soutiennent le développement neuronal (**Figure I.8**) (Rizliya et al, 2014).

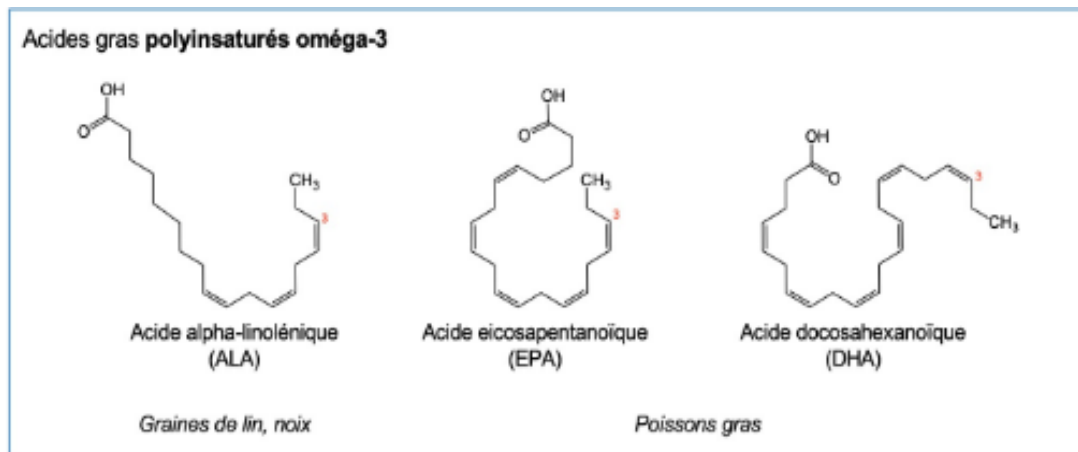


Figure I.8 Structure des principaux types d'acides gras polyinsaturés (Institut de Cardiologie de Montréal, 2020).

IV.5. Les méthodes de concentration des omégas

Plusieurs techniques ont été proposées pour la concentration des AGPI, dont la winterisation, la concentration par des méthodes enzymatiques, le fractionnement par des fluides supercritiques et la formation de complexes avec l'urée et la concentration par des membranes.

- **Hivernage de l'huile de poisson (winterisation)**

Ce processus permet de produire une huile de poisson plus claire et plus fluide, avec une teneur en acides gras polyinsaturés plus élevée. (Vázquez et al, 2012), c'est un procédé de raffinage de l'huile de poisson qui consiste à abaisser la température de l'huile pour provoquer la cristallisation des acides gras saturés et mono-insaturés à longue chaîne, qui ont un point de fusion plus élevé que les acides gras polyinsaturés à longue chaîne tels que l'EPA et le DHA, la séparation des cristaux se fait par filtration

- **Fractionnement par fluides supercritiques (FSCF)**

Cette technique utilise des fluides supercritiques, tels que le dioxyde de carbone, pour séparer les différents composants des huiles de poisson. Les fluides supercritiques ont la capacité de dissoudre sélectivement les AGPI en fonction de leur solubilité dans le fluide supercritique, ce qui permet d'obtenir des huiles de poisson plus riches en acides gras polyinsaturés, tels que l'EPA et le DHA. Le FSCF est également utilisé pour éliminer les contaminants tels que les métaux lourds et les PCB des huiles de poisson. (Corrêa et al, 2008 ; Homayooni et al, 2014 in Bonilla-Méndez, 2018).

- **Concentration par méthodes enzymatiques**

Cette méthode utilise des enzymes, telles que la lipase, pour hydrolyser les acides gras saturés et monoinsaturés à longue chaîne, qui ont un point de fusion plus élevé que les acides gras polyinsaturés à longue chaîne tels que l'EPA et le DHA. (Correa et al, 2017).

- **Concentration par distillation moléculaire**

Cette méthode utilise la différence de volatilité entre les acides gras saturés et monoinsaturés à longue chaîne, qui ont un point de fusion plus élevé que les acides gras polyinsaturés à longue chaîne tels que l'EPA et le DHA.

La méthode enzymatique et par distillation permettent de concentrer les acides gras polyinsaturés sans altérer leur qualité et leur pureté, contrairement à d'autres méthodes de concentration qui peuvent utiliser des solvants chimiques (Oliveira et al, 2014 ; Solaesa et al, 2016 in Bonilla-Méndez, 2018).

- **Concentration par filtration sur membrane**

La filtration sur membrane est caractérisée par l'application d'une pression hydraulique comme force motrice pour le transfert de masse. Cette technologie a été utilisée pour le dégommeage, la récupération des solvants dans les procédés d'extraction, l'élimination des pigments, la réduction de l'acidité, la concentration des composants mineurs, l'élimination des cires et la séparation des émulsions, tout comme pour les AGPI (Ghasemian et al, 2016).

- **Concentration par formation de complexes avec l'urée**

Ce procédé est souvent utilisé en tant que prétraitement pour les huiles riches en AGPI. L'urée cristallise sous forme de cristaux compacts tétraogonales stables qui se complexent avec des chaînes aliphatiques d'acides gras saturés comportant 6 carbones. Les acides gras sont ensuite dissous dans un mélange alcool/urée et refroidis à une température qui permet d'atteindre le degré de concentration désiré. Les acides gras saturés, les monoènes et les diènes pour une partie seulement cristallisent, autorisant ainsi une filtration des AGPI encore solubles dans le solvant. Bien que ce procédé soit efficace, il nécessite de grandes quantités de solvant et de produits chimiques, et génère une masse importante de co-produits qu'il est nécessaire de retraiter (Homayooni et al, 2014 in Bonilla-Méndez, 2018).

IV.6. Intérêt nutritionnel des omégas

Depuis le début de la recherche en biochimie et biomédecine, plus de 31 000 articles scientifiques révisés ont été publiés sur les acides gras, certifiant que l'EPA et le DHA ont des

effets bénéfiques sur la santé humaine. (**Ciriminna et al, 2017 in Ivanovs et al, 2017**), que ce sont des éléments essentiels pour une alimentation équilibrée car ils ont un impact crucial sur de nombreux processus biochimiques, favorisent une croissance et un développement normaux, jouent un rôle important dans l'état physique général de l'organisme (**Freitas et al, 2017 ; Calder et al, 2020 in Kuprina et al, 2021**) et qu'ils jouent également un rôle régulateur dans les processus nerveux, endocriniens et métaboliques. (**Vorslov, 2017 ; Sacca et al, 2018 ; Radzikowska et al, 2019 in Kuprina et al, 2021**).

Pour les adultes en bonne santé, l'American Heart Association, recommande de consommer au moins deux portions de poisson gras par semaine, ce qui fournit environ 500 milligrammes d'EPA et de DHA par jour.

V. Physiologie de la peau

La peau est l'ensemble des cellules regroupées sous forme d'un tissu résistant et souple, constitué de plusieurs couches, et recouvrant l'ensemble du corps. Elle est formée de deux parties distinctes (**Figure I.9**).

- L'**épiderme**, dont le principal rôle, est la protection du corps.
- Le **derme**, possède des **vaisseaux** permettant aux **nutriments** de diffuser vers l'épiderme.

V.1. Structure de la peau

La peau est un organe complexe constitué de 3 couches superposées (**Figure I.9**) :

Epiderme : L'épiderme est la couche superficielle de la peau, constituée d'un épithélium pavimenteux stratifié composé de plusieurs couches de cellules. Les kératinocytes régénèrent l'épiderme et favorisent la cicatrisation. Les mélanocytes, les cellules de Langerhans et les cellules de Merkel sont également présentes dans l'épiderme.

Derme : Le derme est la deuxième couche de la peau, située sous l'épiderme. Il est un tissu conjonctif riche en vaisseaux sanguins et en fibres élastiques. Il contient également les follicules pileux, les glandes sébacées et sudoripares. Il joue un rôle important dans le soutien, la nutrition et la qualité de la cicatrisation de la peau.

Hypoderme : L'hypoderme est la couche la plus profonde de la peau située sous le derme. Cette couche grasseuse sous-cutanée mal vascularisée a une épaisseur variable et joue deux rôles : elle diminue les pressions auxquelles la peau est soumise et protège l'organisme contre les variations de température.

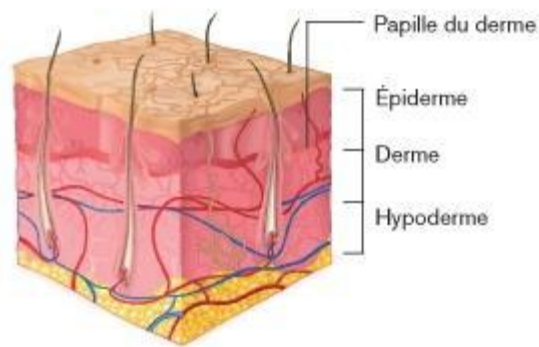


Figure I.9 Structure biologique de la peau.

V.2. Rôle de la peau

La peau est une structure complexe qui sert de barrière entre le milieu extérieur et l'intérieur du corps. Elle a deux rôles majeurs : **la communication** et **la protection**. La peau peut capter les stimuli de l'environnement et réguler la température corporelle. Elle protège également des agents traumatisants, assure l'imperméabilité et joue un rôle dans l'immunité. La régulation thermique est assurée par la sudation et la vasodilatation. La peau transforme également la vitamine D.

VI. Produits cosmétiques et émulsions

VI.1. Produits cosmétiques

Selon la réglementation Algérienne, le décret exécutif n°10-114 du 18 avril 2010 modifiant et complétant le décret exécutif n° 97-37, on entend par produit cosmétique et produits d'hygiène corporelle, toute substance ou préparation, autre que les médicaments, destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain tels que l'épiderme, le système pileux et capillaire, les ongles, les lèvres, les paupières, les dents et les muqueuses, en vue de les nettoyer, de les protéger, de les maintenir en bon état, d'en modifier l'aspect, de les parfumer ou d'en corriger l'odeur (JO, 2010).

Les différents types de produits pour la peau sont disponibles.

- **Les gels** : des solutions ou des dispersions épaissies grâce à des gélifiants. (Seiller et Martini, 1996 ; le Hir et al., 2009).
- **Les pommades** : constituées de principes actifs dispersés dans un mélange monophasique d'excipients nommé "base".
- **Les cérats** : des mélanges de cire et d'huile qui agissent comme barrière cutanée.
- **Autres**

- **Les mousses** : ce sont des émulsions particulières où un gaz est dispersé dans un liquide. Elles sont très utilisées pour le nettoyage de la peau (**Seiller et Martini, 1996**).
- **Les sticks** : présentés sous forme de bâtons, ce sont en fait des pommades enrichies en cires, elles présentent alors une consistance semi-solide.
- **Les pâtes** : elles contiennent de fortes proportions de poudres (>40%), mais ne sont que peu utilisées, sauf dans les dentifrices.

VI.2. Emulsions

Les émulsions sont des mélanges de deux liquides peu miscibles, où l'un forme de petites gouttelettes dispersées dans l'autre (**Figure I.10**). Cela peut être de l'huile dans de l'eau ou de l'eau dans de l'huile, voire des combinaisons multiples. Les émulsions sont instables par nature et nécessitent l'ajout de substances appelées surfactants pour les maintenir stables. En fonction des types et des proportions de ces substances, on obtient trois types d'émulsions : les lotions, les laits et les crèmes, qui varient en viscosité. (**Poré, 1992**).

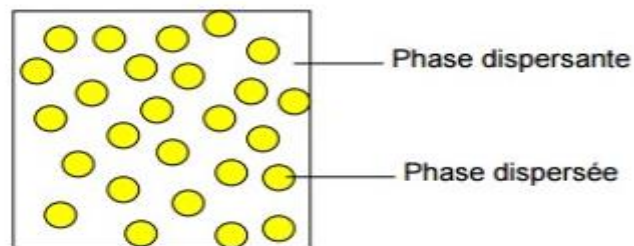


Figure I.10 Schéma représentant une émulsion.

VI.2.1. Différents types d'émulsions et classification

Emulsions simples, se divisent en deux formats distincts en fonction des phases externes (dispersante) et internes (dispersée) (**Figure I.11**) :

- Emulsion directe, notée H/E (huile dans l'eau), où l'eau est la phase dispersante et l'huile est la phase dispersée.
- Emulsion inverse, notée E/H (eau dans l'huile), où l'eau est la phase dispersée. (**Doumeix, 2011**).

Emulsions dites multiples (**Figure I.11**) Les émulsions multiples sont caractérisées par la présence de gouttes d'huile dispersées dans l'eau, contenant des gouttelettes plus petites d'huile. On distingue trois types d'émulsions multiples (**Pal, 2011**) :

Type A : avec une grande gouttelette de phase interne, type B : avec plusieurs petites gouttelettes, type C : avec un grand nombre de gouttelettes. (Florence et Whitehil, 1981; Garti, 1997; Garti et Benichou, 2001).

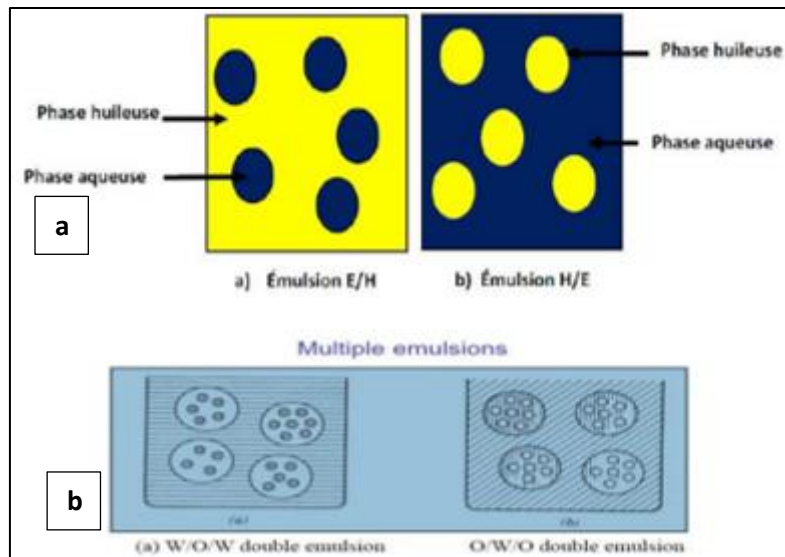


Figure I.11 Types des émulsions. (a : émulsion simple, b : émulsion multiple).

Les émulsions sont classées en macro, mini (ou nano) et microémulsion en fonction de la taille de leurs particules (**Annexe II**). Les mini émulsions se forment en mélangeant deux liquides non miscibles avec l'ajout d'un tensioactif et d'un co-tensioactif par ultrasonication ou homogénéisation à haute pression (**Midmore, 1998; Anton et al., 2007**). Les microémulsions se caractérisent par une seule phase sans particules. (**Hoar et al., 1943 ; Salager et al., 2001 ; Fanun, 2009**).

VI.3. Composition générale d'un produits cosmétique

De nombreux ingrédients entrent dans la composition des produits cosmétiques (**Figure I.12**). La liste des ingrédients qui entrent dans la formulation d'un produit cosmétique est disponible sur son étiquetage. Ils sont retranscrits sous leur nom INCI défini par une nomenclature internationale publiée et mise à jour régulièrement (**Charles, 2012**)

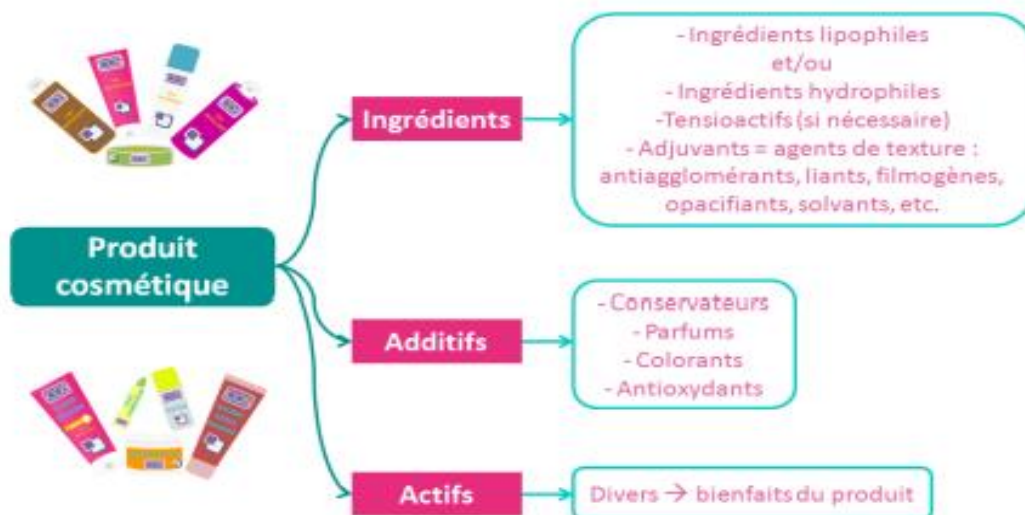


Figure I.12 Composition d'un produit cosmétique (Charles, 2012).

VI.3.1. Le principe actif

Les cosmétiques contiennent un principe actif qui peut être d'origine naturelle, synthétique ou biotechnologique. Les principes actifs sont classés selon leur efficacité, tels qu'hydratant, amincissant, antisolaire, dépigmentant ou anti-âge. Les principes actifs d'origine phytochimique sont produits industriellement pour garantir leur qualité et leur innocuité. **(Dubois, 2007)**

VI.3.2. Les excipients

Les excipients sont des substances ajoutées aux cosmétiques pour leur texture, leur consistance et leur stabilité. Ils aident à véhiculer et diffuser les principes actifs, modifient la perméabilité de la peau de manière réversible et ajustent l'hydratation. **(Gayot, 2013).**

VI.3.3. Additifs

Les additifs sont des matières premières ajoutées en faible quantité (1%) pour améliorer ou modifier certaines propriétés du produit, tels que la conservation ou les caractéristiques organoleptiques (aspect, odeur, couleur et texture). **(Roy, 2013).**

VI.3.4. Les conservateurs

Les conservateurs sont essentiels dans les produits cosmétiques pour prévenir la croissance de micro-organismes et protéger contre la contamination. Leur choix dépend de leur spectre d'activité et de leur concentration minimale inhibitrice. Cependant, certains produits comme les lotions alcooliques avec une concentration en alcool supérieure à 20% n'ont pas besoin de conservateur. **(Martini, 2006).** **(Audrey, 2014).**

VI.3.5. Antioxydants

Les antioxydants utilisés en cosmétiques doivent répondre à des critères stricts pour protéger contre l'oxydation et les dégradations photoinduites. Leur présence n'est pas toujours nécessaire et dépend de la formulation. Les antioxydants peuvent être d'origine naturelle ou synthétique, et leur concentration d'utilisation est généralement inférieure à 0,05%. (**Martini, 2006**).

VI.3.6. Les colorants

Les colorants sont des substances qui absorbent certaines longueurs d'onde de la lumière et en réfléchissent d'autres. Ils peuvent être d'origine synthétique, minérale ou végétale, et sont identifiables dans une formule par la dénomination CI. Les colorants peuvent être classés en différentes catégories en fonction de leur solubilité. (**Estelle, 2013**).

VI.3.7. Les aromatisants

Les aromatisants masquent ou améliorent la saveur ou l'odeur des produits cosmétiques. Ils peuvent être naturels ou synthétiques. (**Coiffard et Couteau, 2014**).

VI.3.8. Les Tensioactifs

Les tensioactifs abaissent la tension superficielle entre deux surfaces et sont solubles dans l'eau. Ils sont ajoutés à la phase aqueuse des produits cosmétiques. Exemples : huile de ricin sulfatée et mousse de sucre. (**Lardeau, 2011**).

VI.4. Les qualités requises chez les cosmétiques

Pour la mise sur le marché, le produit cosmétique ne requiert pas d'autorisation de mise sur le marché (AMM) mais nécessite l'élaboration d'un dossier technique qui a pour but d'assurer l'absence de nocivité pour la santé ainsi que sa conformité avec la législation (**Singer, 2011**).

VI.4.1. Processus de fabrication

La fabrication d'un produit cosmétique doit respecter les bonnes pratiques de fabrication pour garantir la qualité. Cela inclut l'achat de matières premières, la production, le conditionnement, le stockage, la distribution et les contrôles de qualité correspondants. Les bonnes pratiques de fabrication doivent répondre à la règle des 5 M : matériel, méthodes, milieu, main d'œuvre et matières premières. (**Lardeau, 2011**). (**Singer, 2011**)

VI.4.2. Contrôle qualité d'un produit cosmétique

L'assurance qualité des crèmes implique des contrôles en cours de fabrication et du produit fini. Cela comprend la propreté des lieux de travail et du matériel, ainsi que le contrôle des matières

premières, des produits intermédiaires et des produits finis. Les contrôles portent sur les caractéristiques organoleptiques, physico-chimiques et microbiologiques pour garantir la conformité et la sécurité du produit.

VI.5. Mentions obligatoires concernant l'étiquetage

La liste des composants d'un produit cosmétique est obligatoire sur l'étiquetage ou sur une notice jointe. Les récipients et emballages doivent mentionner des informations telles que le nom du fabricant, la masse ou le volume du produit, la date de durabilité minimale, la durée d'utilisation après ouverture, le numéro de lot de fabrication et la liste des ingrédients. Le fabricant est responsable d'évaluer la toxicité de chaque constituant en fonction de la structure chimique, du niveau et de la surface d'exposition, ainsi que de la population concernée. **(Le Craz, 2009). (Vigan, 2004).**

VI.6. Conditionnement ou emballage ou packaging

Le conditionnement primaire est en contact direct avec le produit, tandis que le conditionnement secondaire est un suremballage. L'emballage protège le produit contre l'oxygène, les UV et les contaminants. Les principaux matériaux utilisés sont le verre et les matières plastiques, tels que le polyéthylène. Le verre est dur, résistant à la lumière et imperméable, mais fragile. Les matières plastiques sont incassables, mais incompatibles avec certains ingrédients cosmétiques et solvants organiques. **(Coiffard et Couteau, 2014). (Couteau et Coiffard, 2014)**



CHAPITRE II.
MATÉRIELS ET MÉTHODES

Les coproduits de poissons utilisés dans cette étude proviennent du commerce de poissons (la pêche d'Alger), après lavage et découpage l'échantillon est stocké dans le frigidaire en attendant d'être utilisé. Le matériel et les produits utilisés pour cette étude sont regroupés en tableau dans l'**annexe II**.

L'extraction et le raffinage de l'huile à partir des coproduits de l'espadon sont réalisés au niveau des laboratoires de l'ENSSMAL.

La formulation de la crème et sa caractérisation sont réalisées au niveau des laboratoires de VENUS (Blida).

I. Extraction de l'huile d'espadon

Les coproduits (tête, nageoires, intestin) (**Figure II.13. a**) sont d'abord pesés, puis cuits dans une cocotte-minute (**Figure II.13. b**) pendant 40 min.



Figure II.13 Pesage et cuisson de la matière première

Après la cuisson le pressage est réalisé en utilisant un tissu (voile (**Figure II.14. a**)) et par application d'une pression manuelle un maximum de liquide est récupéré (**Figure II.14. b**) ainsi que le gâteau de presse (**Figure II.14. a**).

Le jus de presse obtenue est ensuite centrifugé pendant 15 min à 2500 tr/min, pour obtenir l'huile brute des coproduits d'espadon (**Figure II.14. c**).

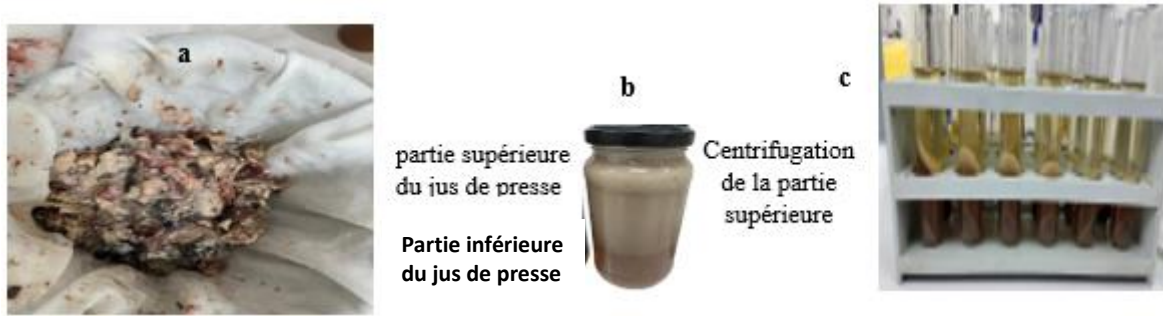


Figure II.14 Pressage manuel des coproduits cuit

Nous avons utilisé donc pour l'extraction la méthode conventionnelle (extraction par pressage humide), la figure suivante (**Figure II.15**) schématise les étapes entrepris.

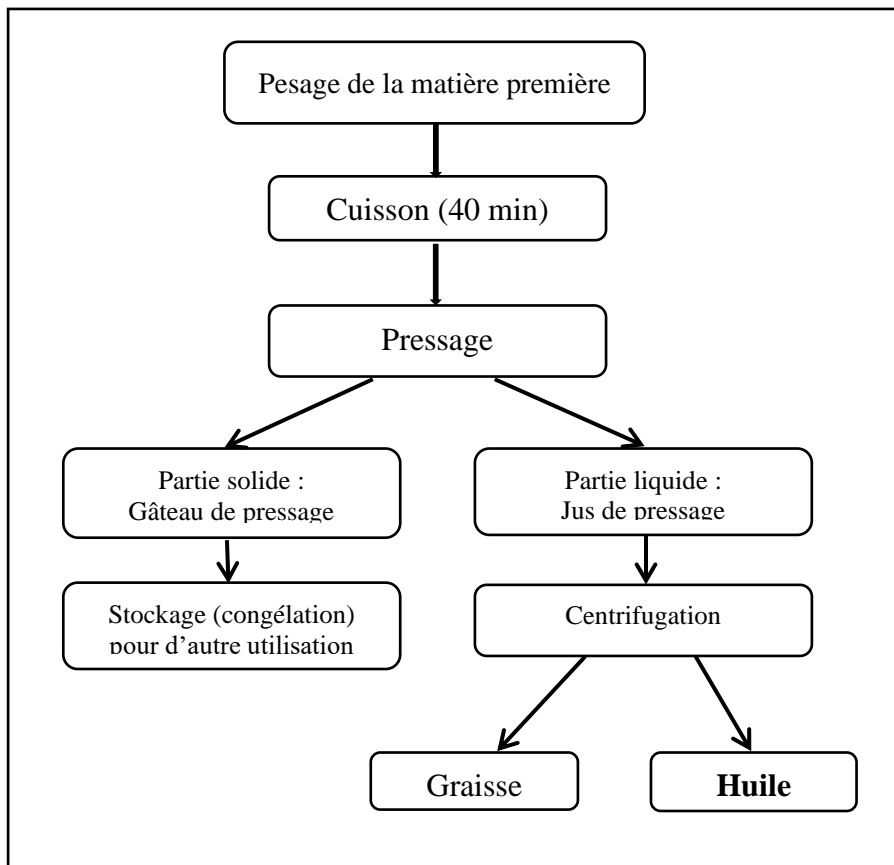


Figure II.15 Diagramme générale d'obtention d'huile de poisson par pressage humide.

II. Raffinage de l'huile d'espadon

Le raffinage a pour but d'éliminer les « impuretés » de l'huile brute ainsi que les phospholipides pour obtenir une huile composée essentiellement d'acide gras polyinsaturé, relativement

inodore, sans goût, limpide, légèrement colorée, et possédant une durée de conservation acceptable.

Le raffinage de l'huile de poisson comporte plusieurs étapes de traitement selon le schéma suivant (Ifremer, 2010) (Figure II.16).

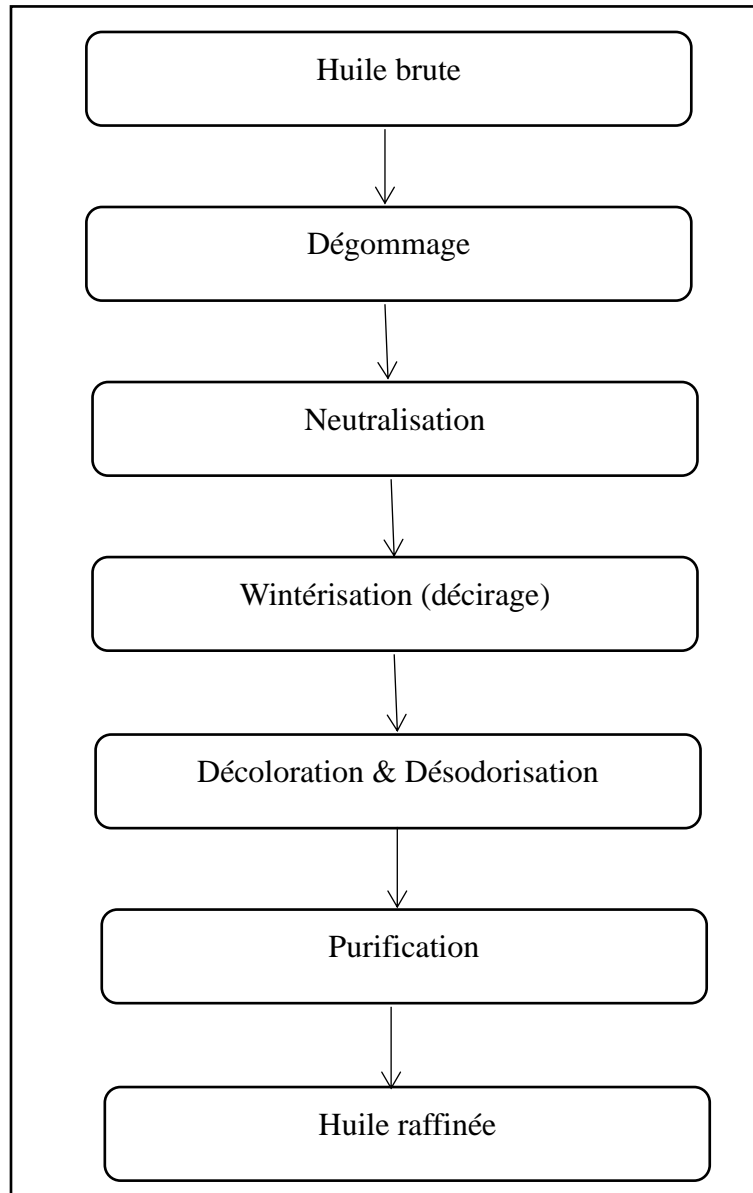


Figure II.16 Processus de raffinage de l'huile de poisson

II.1. Démucilagination (dégommage)

Cette étape permet l'élimination des phospholipides (**Figures II.17**).

Ajout d'une solution H_3PO_4 à 85 % (Volume/Volume), à raison de 1 % du poids de poisson :

$$P_{\text{huile}} * 1 \% = \frac{53.64}{100} = 0.5364 \text{ g } H_3PO_4$$

Avec : Densité = 1.68 g/ml.

Mettre dans un bécher 0.31 ml d'une solution d'acide phosphorique (H_3PO_4) à 85%, on y ajoute 53.64 ml d'huile brute, le tout est chauffé à 80°C sous agitation magnétique pendant 30 min, le mélange ainsi obtenu est centrifugé à 4000 tr/min pendant 20 min, la partie supérieure (huile limpide) est récupérée et pesée.

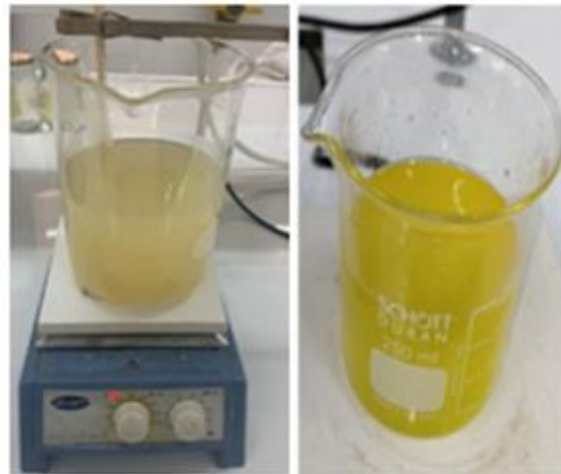
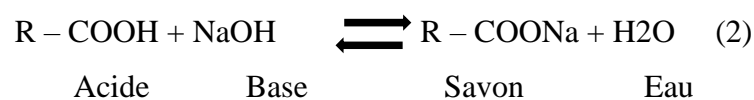
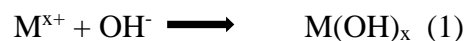


Figure II.17 Dégommage de l'huile

II.2. Neutralisation

En présence de la soude caustique (NaOH), les métaux lourds sont éliminés par précipitation (1) sous forme d'hydroxyde métallique et les acides gras libres par saponification (2) sous formes de savons appelés communément « pâtes de neutralisation ».



Mettre pour 10 g d'huile dégommée 0.23 g de NaOH à 9,5%, chauffer le mélange à 70°C pendant 10 min sous agitation magnétique, puis centrifuger à 4000 tr/min pendant 15 min. La partie supérieure (huile) est récupérée pour être lavée.



Figure II.18 Neutralisation de l'huile.

Le lavage permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présente dans l'huile après la neutralisation, cette opération s'effectue en 2 fois :

Chauffage un volume d'huile neutralisée à 90°C, puis ajouter 3 volumes d'eau chaude à 90°C. laisser ce mélange sous agitation magnétique à la même température pendant 20 minutes, puis verser ce mélange homogénéisé dans une ampoule à décanter pour séparer l'huile lavée de l'eau (**Figure II.19**). L'huile récupérée est lavée encore une fois en suivant le même protocole de lavage.

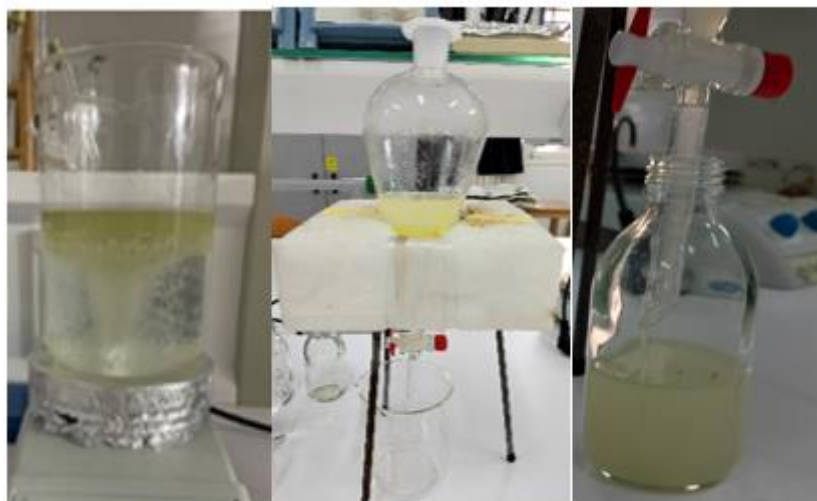


Figure II.19 Lavage et décanter de l'huile.

II.3. Wintérisation

Cette étape permet d'éliminer les cires afin de rendre l'huile limpide.

L'huile lavée est introduite dans un flacon au quel on ajoute 2 à 3 fois le volume d'acétone (**Figure II.20. a**).

Le flacon est mis sous agitation (sans chauffage) pendant 30min, ensuite il est mis dans le frigidaire à une température très basse pendant 24h.

Le flacon retiré est laissé à température ambiante, deux phases apparaissent (les cires et l'huile), nous procédons à une filtration sur voile (tissu) (**Figure II.20. b**), ainsi l'huile récupérée est séparée de l'acétone par un évaporateur rotatif (**Figure II.20 c**).

Récupération de l'huile purifiée et stockage dans des flacons en verre.



Figure II.20 Wintérisation de l'huile

II.4. Purification et désodorisation

Cette étape permet par adsorption sur charbon actif, l'élimination de la majorité des contaminants ainsi que la diminution de l'odeur de poisson (**Figure II.21**)

- Activation du charbon à 105°C pendant 24h (élimination de l'eau physisorbée),
- Ajout de 1g de charbon actif pour 100 ml d'huile,

- Agitation pendant 1h30min (l'élimination des contaminants se réalise),
- Filtration sous vide,
- Centrifugation à 4000tr/min pendant 15 min.



Figure II.21 Purification de l'huile

II.5. Décoloration

Cette étape permet l'élimination des pigments par d'adsorption sur diatomite (**Figure II.22**). Le même protocole que pour la purification et désodorisation est utilisé en remplaçant le charbon par la diatomite).

L'huile ainsi raffinée est stockée dans des flacon en verre pour la préparation de la crème.



Figure II.22 Décoloration de l'huile

III. Caractérisation de l'huile

III.1. Détermination du Rendement (R)

Le rendement de l'huile est calculé à partir de la masse initiale de la matière première selon l'équation (1) :

$$R = \frac{\text{masse de l'huile raffinée}}{\text{masse initiale en coproduits}} * 100 = \frac{M_f}{M_0} * 100 \quad \text{eq (1)}$$

III.2. Analyse organoleptique

L'analyse organoleptique consiste à évaluer l'huile en examinant les critères suivants : couleur, odeur et aspect.

III.3. Détermination de la teneur en eau

a. Principe

Le principe de ce paramètre est basé sur l'évaporation de toute l'eau que contient l'huile, pour cela l'huile est introduite dans une étuve à une température de 105°C pendant 3h.

a. Mode opératoire

- Peser un creuset propre et vide préalablement séché dans une étuve à 105°C pendant 30 min puis refroidi dans un dessiccateur : (M0)
- Introduire 2g d'échantillon (huile) dans ce creuset et peser l'ensemble (M1) ;
- Mettre le creuset dans l'étuve pendant 3h à 105°C, avec le couvercle à peine fermée, puis peser l'ensemble à nouveau (M2) après son refroidissement dans un dessiccateur.

Calcul :

La teneur en eau est calculée selon l'équation (2) :

$$T_{H_2O} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} * 100 \quad \text{eq (2)}$$

Tel que

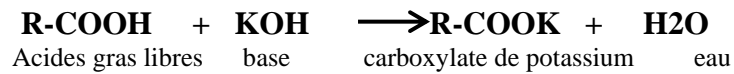
- ✓ M0 : la masse de creuset vide après séchage (g).
- ✓ M1 : la masse de l'ensemble (creuset + l'échantillon) avant séchage (g).
- ✓ M2 : la masse de l'ensemble (creuset + l'échantillon) après séchage (g).

III.4. Indice d'acide

L'indice d'acide (I_A) permet de déterminer le taux d'acidité (gout acide et odeur forte de l'huile). Il est le nombre de milligrammes de KOH nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras, I_A s'exprime en mg/g. L'acidité correspond à la teneur en acides gras libres.

a. Principe

Cette méthode est basée sur la neutralisation des acides gras par une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1N en présence d'un indicateur coloré ; la phénolphtaléine.



a. Mode opératoire

- Introduire 2g d'huile raffinée dans un erlenmeyer,
- Ajouter 75 ml d'éthanol à 95%,
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine à 1% (indicateur coloré),
- Titrer avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1N en agitant constamment jusqu'à l'obtention d'une couleur rose nette persistante au moins de 15s (**Figure II.23**),
- Noter le volume de KOH.

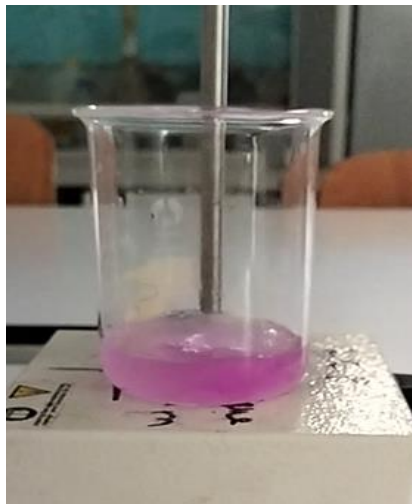


Figure II.23 Titrage avec le KOH.

b. Calcul :

L'indice d'acide est calculé selon l'équation (3) :

$$I_A = \frac{(M \cdot N \cdot V)_{KOH}}{m_i} \tag{3}$$

Tel que

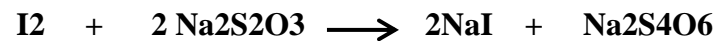
- ✓ M : masse molaire d'hydroxyde de potassium (56,1 g/mol).
- ✓ N : normalité de KOH (0,1N).
- ✓ V : volume de KOH titrant.
- ✓ m_i : poids de la prise d'essai (2g).

III.5. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents grammes d'oxygène actifs par kilogramme d'huile oxydant l'iodure de potassium (KI), avec libération d'iode (I_2). C'est un indice d'oxydation et d'altération des matières grasses.

a. Principe

Cette méthode est basée sur le traitement de l'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), puis un titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) à 0,01N.



Iode Thiosulfate de sodium Iodure de sodium Tétrathionate de sodium

a. Mode opératoire

- Introduire 2g d'huile dans un ballon avec 10 ml de chloroforme sous agitation,
- Ajouter respectivement 15 ml d'acide acétique et 1ml de la solution d'iodure de potassium,
- Boucher le ballon, agiter et laisser agir à l'abri de la lumière (pour que les I^- s'oxydent en I_2) sous une température comprise entre 15 et 25°C,
- Ajouter ensuite 75 ml d'eau distillée puis titrer l'iode libéré avec une solution de thiosulfate à 0,01N en agitant en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur coloré) (**Figure II.24**),
- Effectuer le même travail avec un essai à blanc (pas d'huile dans le ballon).

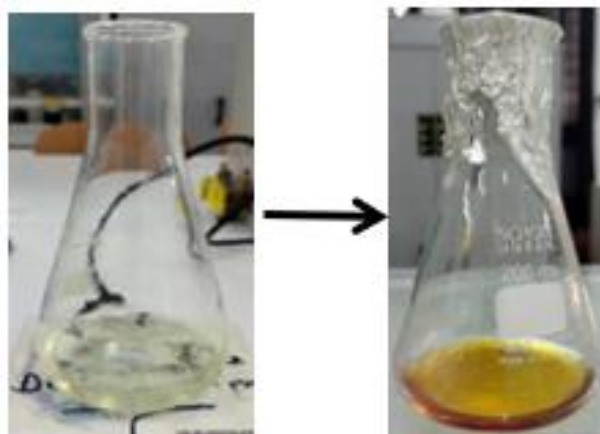


Figure II.24 Titrage avec le thiosulfate

b. Calcul

L'indice de peroxyde est calculé selon l'équation (4) :

$$I_P = \frac{(V-V_1) * C}{P} * 100 \quad \text{eq (4)}$$

Tel que :

- ✓ V : volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour le dosage de l'échantillon (ml).
- ✓ V1 : volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour l'essai à blanc (ml).
- ✓ C : la concentration de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisée (0,01 mol/l).
- ✓ P : masse de la prise d'essai (g).

III.6. Analyse par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

La composition chimique de l'huile, a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CGMS) au niveau du laboratoire d'analyse du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimiques (CRAPC).

Avant l'introduction de l'huile dans le chromatographe une estérification est réalisée au préalable.

a. Principe

La dérivation des acides gras en esters méthyliques est la technique la plus utilisée pour l'analyse des lipides par chromatographie en phase gazeuse. Différentes méthodes sont utilisées pour la dérivation des acides gras à partir d'une matrice lipidique complexe comme les triglycérides ou les phospholipides. Les esters méthyliques sont couramment préparés par transestérification directe des triglycérides ou des phospholipides en présence d'un catalyseur qui est soit acide (HCl, H₂SO₄, BF₃ dans le méthanol) soit basique (méthanolate de sodium ou de potassium).

Le choix de la méthode de méthylation repose en grande partie sur la présence d'acides gras conjugués dans l'échantillon. En 1972, (**Koritala et al.**) ont signalé la présence d'artefacts au cours de la méthylation avec du BF₃-méthanol.

b. Mode opératoire

Pour ce travail la méthode utilisée est la méthode basique

- Peser 1.2mg de l'huile.
- Rajouter 1mL d'hexane et 1mL de méthanolate de potassium (solution d'hydroxyde de potassium 1N dans du méthanol).
- La phase surnageant (aqueuse) est ensuite analysée par chromatographie couplée à la spectrométrie de masse (**Koritala, S.; Rohwedder, W. K. *Lipids* 1972, 7, 274**).

c. Les conditions opératoires utilisées de la technique CG/MS. (Annexe IV)

L'identification des composants est basée sur la comparaison des temps de rétention de chaque composant et leurs spectres de masse avec ceux de substances pures enregistrées dans la littérature, notamment dans les bases de données Wiley et NIST (National Institute of Standards and Technology).

III.7. Etude de l'activité biologique

III.7.1. Activité antioxydante

La mesure de l'activité antiradicalaire a été effectuée selon la méthode décrite par Brand-Williams (1958) et modifiée par Brand-Williams et al, 1995.

a. Principe

Cette méthode se base sur la mesure du piégeage des radicaux libres de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) en solution dans le méthanol. L'addition d'un antioxydant dans une solution de DPPH conduit à une décoloration de ce dernier qui est directement proportionnelle à la capacité antioxydante du produit ajouté. Cette décoloration peut être suivie par spectrophotométrie en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm.

b. Mode opératoire (Figure II.25)

- Préparer une série de dilution dans des tubes à essais à partir d'une solution mère de 2mg de lipides/huile, dans 2ml de DMSO (diméthylsulfoxyde),
- Prendre 200µl de chaque échantillon dans des tubes à essais,
- Ajouter 600µl de méthanol,
- Ajouter 200µl d'une solution de DPPH préparé en avance (2.96mg de DPPH dans 50ml de 99% méthanol dans une fiole ambrée),
- Pour chaque échantillon, réaliser un blanc dans le solvant de solubilisation,
- Incuber la suspension pendant 30 min à l'abri de la lumière et à température ambiante, puis lire l'absorbance à 517 nm,
- Pour valider les résultats chaque essai est répété trois fois,
- Prendre l'acide ascorbique comme témoin.

▪ Préparation du témoin

- À partir d'une solution mère de 2mg d'acide ascorbique dans 1ml de méthanol.
- Préparer une série de dilution (10-400 µg/ml).
- Introduire 200µl de chaque échantillon dans des cuves en quartz,
- Ajouter 600µl de méthanol et 200µl de la solution de DPPH.

- Incuber dans l'obscurité, à température ambiante pendant 30 minutes suivies d'une lecture d'absorbance à 517nm avec un spectrophotomètre.



Figure II.25 Préparation des échantillons

c. Calcul

Les résultats d'absorbance obtenus ont été convertis en taux de pouvoir anti-radicalaire (% RSA ou Radical Scavenging Activity) de DPPH selon l'équation (5) :

$$RSA\% = \frac{(\text{Abs blanc} - \text{Abs échantillon})}{\text{Abs blanc}} * 100 \quad \text{eq (5)}$$

Tel que :

- ✓ Abs : absorbance a la longueur d'onde 517nm.

III.7.2. Activité antibactérienne de l'huile

a. Principe

L'activité antibactérienne a été déterminée par la méthode de diffusion en milieu gélosé Mueller-Hinton (Al Akeel, 2014). Elle permet de déterminer l'activité inhibitrice de la croissance bactérienne par la mesure du diamètre d'inhibition (Sharififar et al., 2007).

b. Mode opératoire

➔ Enrichissement

- À l'aide d'une anse de platine stérile, frotter doucement la surface de la souche,
- Tremper la dans le milieu BHIB (Figure II.26),
- Incuber dans une étuve à 37°C pendant 24h.

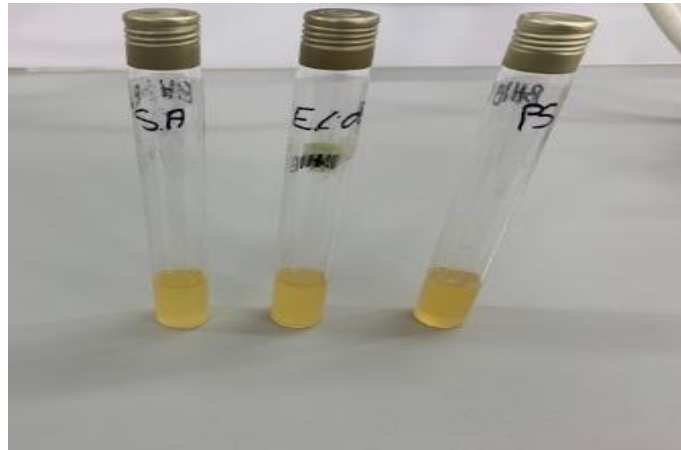


Figure II.26 Enrichissement dans le milieu BHIB.

➔ **Antibiogramme**

- L'activité antibactérienne de notre étude est destinée pour une mycose cutanée.
- Les souches de références utilisées sont *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Pseudomonas*
- Tremper aseptiquement un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne puis ensemer uniformément toute la surface de la boîte de gélose Mueller – Hinton,
- Après séchage de la surface, des disques de 5 mm de diamètre du papier Wattman imbibés avec l'huile de poisson et l'oméga commercial sont déposés sur la surface des boîtes,
- Incuber dans une étuve à 37°C pendant 18 à 24 heures

IV. Formulation de la crème

L'objectif de ce travail est de formuler une crème pour érythème fessier sans alcool destiné au nourissants à base d'huile d'espadon et de la caractériser sur les plans physicochimique, microbiologique et toxicologique.

Dans ce type de crème on utilise l'émulsion huile dans eau (H/E), elle est très nourrissante et hydratante et surtout réparatrice car elle crée un film protecteur sur la peau.

Le matériel utilisé est inscrit dans **l'annexe I**.

Le diagramme suivant (**Figure II.27**) Schématise la formulation de la crème (H/E).

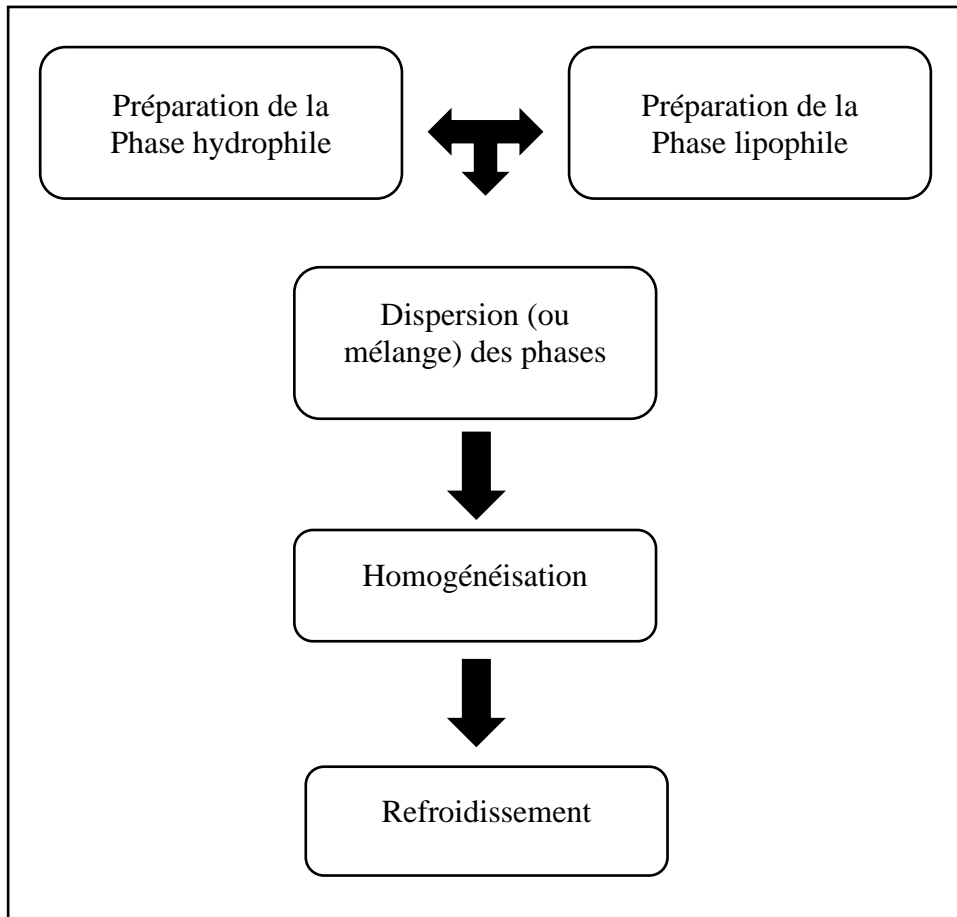


Figure II.27 Diagramme de la formulation de la crème à base de l'huile d'espadon

Le mode opératoire suivi dans la formulation (**Figure II.27**) est effectué sous les conditions d'hygiène et les bonnes pratiques de fabrication de façons à garantir une crème de bonne qualité hygiénique exempte de contaminants microbiologiques.

Les ingrédients utilisés pour la préparation des trois phases sont regroupés dans l'**annexe IV (Figure II.28 a)**.

La phase aqueuse (**Figure II.28 b**) est formée des ingrédients hydrophiles dans la quelles les agents humectant ont été ajoutés. La phase huileuse (**Figure II.28 c**) est composée de l'huile d'espadon pour donner une bonne consistance et l'onctuosité et la douceur de la crème, un ou plusieurs agents émulsifiants (agent épaississant) pour augmenter et stabiliser la consistance de l'émulsion, des agents antimicrobiens et antioxydants pour la conservation.

Chacune des deux phases (aqueuse, huileuse) (**Figure II.28 b,c**) est introduite dans un bécher en verre (500 ml pour l'aqueuse). Chaque ingrédient (**Figure II.28 a**) des deux phases est pesé au préalable.

Les deux béchers, avec leurs phases respectives sont ensuite placés dans un bain-marie à température égale à 82°C, lorsque la phase huileuse atteint une température d'environ 70°C et que la température de la phase aqueuse d'environ 75°C, nous procédons à l'émulsification proprement dite (**Figure II.28 d**) ; la phase huileuse est ajoutée goutte à goutte, sous agitation (agitateur à hélices) à la phase aqueuse. Entre le début et la fin de cette addition (environ 15 min), pendant l'agitation la température diminue jusqu'à 65°C (température requise), a ce moment le mélange (l'émulsion) est laissé refroidir à l'air libre (température requise 33-35 °C). Le mélange ainsi refroidie subit une neutralisation, pour cela il est remis sous agitation (agitateur à hélices) avec un ajout progressif de TEA jusqu'à atteindre un pH de 5-6. La préparation ainsi obtenue (la crème) est laissée reposer.

24h plus tard la crème est enfin prête.

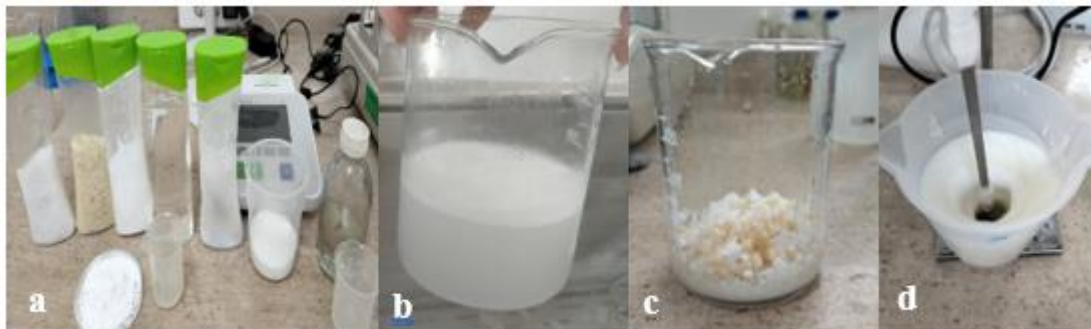


Figure II.28 les étapes de la formulation (a : les ingrédients, b : la phase aqueuse, c : la phase huileuse, d : préparation de l'émulsion)

IV.1. Contrôle qualité de la crème

Le contrôle de qualité est une opération destinée à déterminer, avec des moyens appropriés si le produit préparé est conforme ou non à des spécifications ou exigences.

IV.1.1. Caractères organoleptiques

Pour vérifier la qualité sensorielle de notre crème, nous avons fait un sondage de quinze personnes en se basant sur les critères principaux :

- **Etalement** : la rapidité du glissement de la crème sur la peau.
- **Douceur** : s'il y'a une sensation lisse et douce après l'application de la crème sans qu'il y'es une sensation d'excès de gras.
- **Pénétration** : la bonne ou mauvaise diffusion de la crème dans la peau.

- **Onctuosité** : l'aspect de la crème, s'il est doux et apaisant.
- **Effet filmogène** : la formation d'un film sur la peau.

IV.1.2. Examen physicochimique

L'étude physico- chimique à prépara de température ambiante.

IV.1.2.1. Mesure de pH

Le pH-mètre utilisé est de type « OHAUS-STARTER 3100 M » (**Figure II.29**).

- Une fois l'appareil étalonné, les électrodes sont lavées à l'eau distillée.
- Homogénéiser l'échantillon, en introduire un volume suffisant dans le récipient de mesure et y plonger les électrodes.
- Vérifier que l'indication donnée par le pH-mètre est stable au bout d'une minute.
- Relever ensuite le pH.



Figure II.29 pH-mètres de type « OHAUS-STARTER 3100 M ».

IV.1.2.2. Mesure de la viscosité

La viscosité est évaluée afin de mesurer l'écoulement et quantifier le flux d'un liquide et d'obtenir des informations sur sa cohérence et sa stabilité. Pour cette évaluation, un viscosimètre numérique est utilisé, fournissant une lecture immédiate (**Figure II.30**).

Le fonctionnement du viscosimètre repose sur la rotation d'un élément mobile, une tige fixée à un anneau, immergé dans l'échantillon, en l'occurrence, la crème. La mesure de la viscosité, exprimée en centipoises ou en secondes millipascal, dépend de plusieurs facteurs, notamment la vitesse de rotation du mobile, sa taille et sa forme.

Pour les crèmes, la taille du mobile est 7, la vitesse de rotation est 10 RPM.

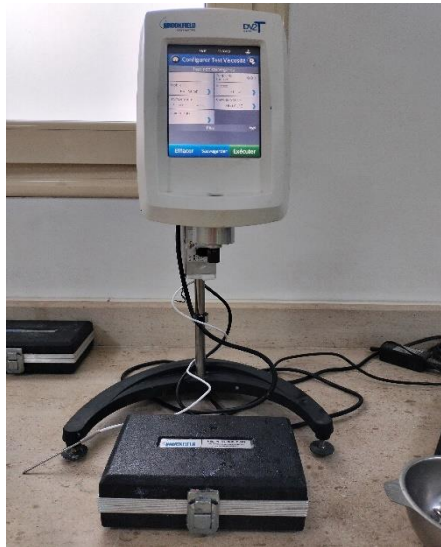


Figure II.30 Viscosimètre à affichage digital

IV.1.2.3. Mesure de la densité

La densité est mesurée par remplissage total du pycnomètre (**Figure II.31**) :

- Peser le pycnomètre vide (M_0), tarer, remplir le pycnomètre d'eau (M_1)

$$m_{\text{eau}} = M_1 - M_0$$

- Peser le pycnomètre vide (M_0), tarer, remplir le pycnomètre de crème (M_2)

$$m_{\text{crème}} = M_2 - M_0$$

- Densité de l'échantillon

$$d =$$

$$\frac{\rho_{\text{échantillon}}}{\rho_{\text{eau}}} =$$

$$\frac{\left(\frac{m}{V}\right)_{\text{échantillon}}}{\left(\frac{m}{V}\right)_{\text{eau}}} = \frac{m_{\text{échantillon}}}{m_{\text{eau}}}$$



Figure II.31 Mesure de densité par un pycnomètre

IV.1.2.4. Test de stabilité à la centrifugation

Cette opération est utilisée comme test de stabilité par une centrifugeuse de type « SIGMA-2-16KL » (**Figure II.32**), en fixant la vitesse à 4000tr/mn pendant 5 minutes à une température de 25-26°C. On observe la coalescence des gouttes ou le déphasage de la crème. On note l'apparition ou non des phénomènes de crémage sédimentation ou déphasage.



Figure II.32 Centrifugeuse « SIGMA-2-16KL »

IV.1.3. Examen microscopique

Pour apprécier l'homogénéité de l'émulsion ou la distribution des gouttelettes dans l'émulsion, une quantité de crème est étalée sur une lame puis recouverte d'une lamelle pour une observation microscopique par un microscope photonique à caméra intégré (**Figure II.33**) avec un grossissement de 40.



Figure II.33 Microscope photonique à caméra intégré (G X 40)

IV.1.4. Examen microbien

Cet examen est fondamental afin d'éviter l'altération ou l'intolérance après application des crèmes. Il consiste en une recherche et un dénombrement des germes bactériens dits pathogènes (*Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*), éventuellement présents dans la préparation dermatologique qui ne doivent pas s'y trouver. Dans le but de maintenir une propreté microbienne satisfaisante, il est recommandé, en plus de la propreté du matériel et des matières premières utilisés, de l'hygiène au travail, d'ajouter un conservateur antimicrobien efficace.

Protocole

Première étape : préparation des dilutions

On effectue une dilution avec le DE (Dey Engley) avec une mesure décimale ; mettre dans un flacon 1g d'échantillon et on complète jusqu'à 10g avec le DE.

Deuxième étape : recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux

Dans une boîte à pétri stérile et vide, verser 1 ml de la solution diluée (échantillon + DE), ensuite compléter avec 10 à 15 ml de gélose PCA (Plate Count Agar), homogénéiser pour une bonne dispersion (**Figure II.34 a**). La boîte est incubée couvercle en bas à 32°C pendant 72 heures, la lecture de la boîte se fait chaque 24h (24 heures/48 heures/72 heures), pour détecter les bactéries.

Ces germes mésophiles (bactéries, levures, moisissures) sont présents dans les produits qui se développent en présence d'air (aérobie) à une température moyenne (25 à 30 °C).

La lecture se base sur les colonies des germes aérobies mésophiles totaux (GAMT) qui sont présents en forme lenticulaire en masse.

Le dénombrement se fait comme suite :

1. Ne dénombrer que la boîte qui contient entre 16 et 300 colonies ;
 2. Multiplier le nombre trouvé par l'inverse de la dilution ;
 3. Dans le cas de la préparation de plusieurs boîtes, une moyenne des colonies entre les différentes dilutions doit être faite.
- Troisième étape : recherche et dénombrement des moisissures et levures

Nous rappelons que les moisissures sont des champignons microscopiques formant le groupe des hyphomycètes et regroupent des milliers d'espèces. Elles sont formées par de nombreux filaments minces et enchevêtrés (**François Antoine et al., 2007**). Elles sont mésophiles mais d'autres se multiplient à une température inférieure à 15°C.

Alors que les levures sont des micro-organismes eucaryotes, non photosynthétiques, chimio-hétérotrophes (puisent leur énergie dans la dégradation de substances organiques variées), champignons à thalle unicellulaire immobiles (**Bourgeois CM et al., 1996**).

Pour le dénombrement des moisissures et levures : mettre dans une boîte à pétrie stérile et vide 1 ml de (échantillon + DE), ajouter de 10 à 15 ml de gélose SABOURAUD, homogénéiser pour une bonne dispersion puis incuber à 22°C pendant 5 jours (**Figure II.34 b**). La lecture se fait à partir de la 48^{ème} heure d'incubation, le dénombrement des colonies de levures se fait à part et moisissures à part.

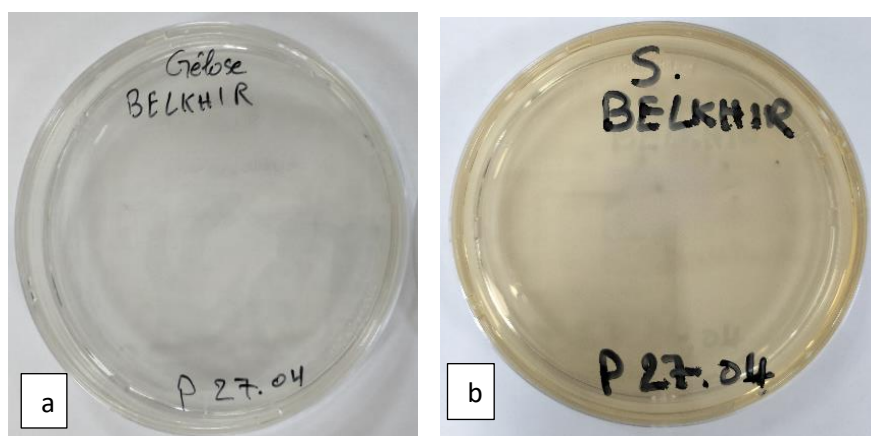


Figure II.34 Echantillon dilué avec DE et (a : gélose PCA, b : gélose SABOURAUD)

Pour les deux examens, des boîtes témoins doivent être réalisés et la lecture en premier lieu consiste à lire les boîtes témoins, si l'une de ces boîtes présente des bactéries ou des levures et des moisissures l'analyse est à refaire (le diluant peut être contaminé).



CHAPITRE III.
RESULTATS ET
DISCUSSION

I. Caractérisation de l'huile

I.1. Rendement et analyses organoleptiques

Le résultat de ces analyses est inscrit dans le **tableau III.3**.

Tableau III.3. Analyse organoleptique de l'huile d'espadon

Paramètre	L'huile d'espadon
Rendement	30.70%
Aspect	Limpide (Figure III.35)
Couleur	Doré clair
Odeur	Poisson (pas très prononcée)

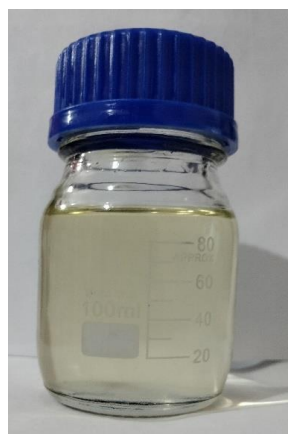


Figure III.35 Huiles d'espadon raffinée

I.2. Teneur en eau

Cette analyse permet de rendre compte du taux de l'eau contenue dans l'échantillon.

Dans le présent travail, le pourcentage d'eau dans l'huile d'espadon est de 0,9% d'eau, ce qui prouve que les molécules d'eau restantes après la décantation ont été adsorbées pendant les étapes d'utilisation de charbon actif et de la diatomite.

I.3. Indice d'acide

Cet indice permet de juger l'état de détérioration des acides gras libres et de vérifier l'état de conservation de la matière grasse.

Dans le présent travail, la valeur de cet indice de l'huile d'espadon est de 1.1 mg de KOH/g, il est selon la commission du codex Alimentarius (2015) conforme à la norme (≤ 3 mg KOH/g), ce qui indique l'efficacité du processus de raffinage.

I.4. Indice de peroxyde

Cet indice permet l'évaluation de degré d'oxydation des acides gras insaturés présents dans l'huile ; plus il est élevé plus la matière grasse est oxydée.

Dans notre cas sa valeur est de 5.2 méq d'O₂/Kg pour l'huile d'espadon. Selon la commission du codex Alimentarius (2015), cette valeur est proche de la norme (5 méq d'O₂/ Kg), ce qui indique une bonne conservation de l'huile.

I.5. Etude qualitative et quantitative de l'huile d'espadon par CG-MS

La détermination des propriétés physico-chimiques est une étape nécessaire mais demeure non suffisante pour caractériser les huiles végétales ou animales. Il est donc nécessaire de la compléter par des analyses chromatographiques.

L'analyse qualitative et semi-quantitative de l'huile a été effectuée par CG/SM en impact électronique (IE) sur une phase stationnaire apolaire Elite-5MS (Poly méthyle siloxane, 30m x 0,25mm x 0,25µm). L'identification a été réalisée par comparaison avec les spectres de masse déjà référenciés et à ceux de la banque de spectres (Nist02, 11 et Wiley 07).

Les composés identifiés, leurs temps de rétention ainsi que leurs teneurs relatives sont reportés dans le **tableau III.4**. Le chromatogramme obtenu est représenté sur **la figure III.36**.

L'analyse chromatographique a permis d'identifier 15 constituants (**Tableau III.4**) d'acide gras représentant 96,30 % de l'huile totale. La composition chimique en famille révèle un pourcentage élevé de 40,93 % en **oméga 9** suivit de 20,97 % **d'oméga 3**, de 17,65% **d'oméga 7** et de 0,63 % en **oméga 6**.

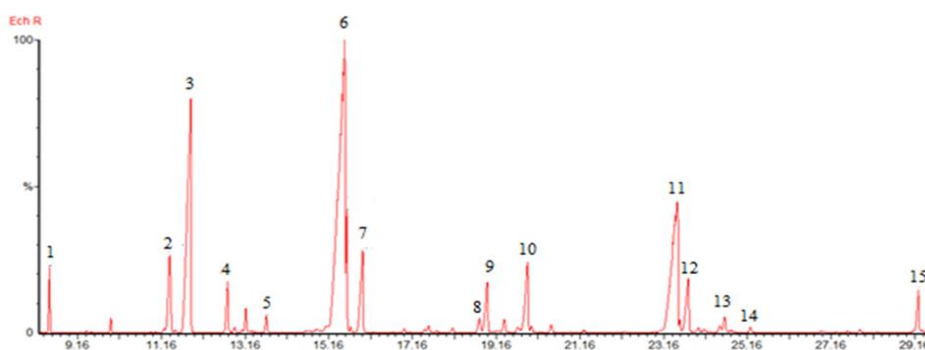


Figure III.36 Chromatogramme (CG/MS) de l'huile

N°	Composés	Nature AG	%
1	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_3$ <p>→ Acide myristique</p>	AG Saturé	1,51

2		pentadécanoate de méthyle C ₁₅ H ₃₀ O ₂ → Acide pentadécylique	AG Saturé	3,76
3		Cis-9-Méthyl hexadécanoate /palmitoleate de méthyle (oméga 7) → <u>Acide palmitoléique</u>	AG Mono insaturé	17,65
4		hexadécanoate de méthyle/palmétate de méthyle → <u>Acide palmitique</u>	AG Saturé	1,92
5		heptadécanoate de méthyle/margarate de méthyle → Acide margarique	AG Saturé	0,60
6		Cis-9-methyl octadecanoate/oléate de méthyle (omega 9) → <u>Acide oléique</u>	AG Mono insaturé	38,56
7		octadecanoate de méthyle/stearate de méthyle → Acide stéarique	AG Saturé	4,16
8		All-cis-5, 8, 11,14-eicosatetraenoate de méthyle/ arachidonate de méthyle (omega 6) → <u>Acide arachidonique (AA)</u>	AG Polyinsaturé	0,63
9		All-cis-5, 8, 11, 14,17-eicosapentaenoate de méthyle/ (omega 3) → <u>Acide eicosapentaénoïque (EPA)</u>	AG Polyinsaturé	2,44
10		Cis- 8, 11, 14,17-eicosatetraenoate de méthyle/ Arachidonate de méthyle → <u>Acide eicosatétraénoïque (ETA)</u>	AG Polyinsaturé	4,17
11		Cis- 4, 7, 10, 13, 16,19-docosahexaenoate de méthyle / (omega 3) → <u>Acide docosahexaénoïque (DHA)</u>	AG Polyinsaturé	15,47
12		Cis- 5, 8, 11, 14,17-eicosapentaénoate d'éthyle / (omega 3) → <u>Acide eicosapentaénoïque (EPA)</u>	AG Polyinsaturé	3,08
13		Cis- 13-docosenoate de méthyle/erucate de méthyle (omega 9) → Acide érucique	AG Monoinsaturé	0,67

$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{19}\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_3$ <p>14</p>	docosanoate de méthyle/behenate de méthyle → Acide béhénique	AG Saturé	Tr
$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_3$ <p>15</p>	Cis-15-tetracosenoate de méthyle/nervonate de méthyle (omega 9) → Acide Nervonique	AG Monoinsaturé	1,70
Tr : % < 0.05 ; AG : acide gras ; Le pourcentage de la composition de chaque constituant dans les huiles a été estimé par la méthode de normalisation des aires des pics.			

A la lumière de ces résultats, nous constatons que l'huile d'espadon est riche en éléments indispensables et réparateurs de la peau.

I.6. Etude de l'activité biologique

I.6.1. L'activité antioxydante

L'activité antioxydante in vitro de l'huile d'Espadon a été évaluée selon le test au DPPH. Les résultats obtenus sont représentés dans **la figure III.37**, elle illustre respectivement l'activité antioxydante de l'huile d'Espadon, de l'oméga 3 commercial et de l'acide ascorbique, pour une concentration de 1mg/ml, traduite par le pourcentage d'inhibition (%). L'huile d'Espadon réduit la concentration du radical libre, avec un pourcentage d'inhibition faible (17 %) comparé à celui de l'acide ascorbique qui est de 92,98%. L'activité de l'oméga 3 commercial évaluée dans les mêmes conditions (27 %) est assez proche de celle de l'huile d'espadon, mais faible par rapport à celle de l'acide ascorbique.

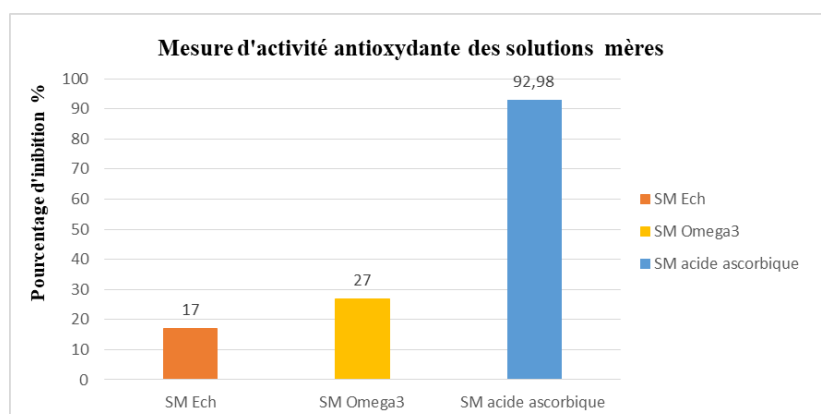


Figure III.37 Activité antioxydante des solutions mères

L'activité antioxydante a été évaluée à partir d'une gamme de concentration allant de 10-1000µg/ml de l'huile d'espadon et de l'acide ascorbique. La figure III.38, représentant le pourcentage de capture du radical en fonction des concentrations a permis de calculé par régression linéaire à partir de l'équation des droites la IC₅₀ qui est la concentration nécessaire pour éliminer 50% des radicaux libres. Les valeurs en IC₅₀ sont regroupées dans le **tableau III.5**.

Tableau III.5 Activité antioxydante de l'huile

Echantillon	Equation de droite	Coefficient de détermination	IC ₅₀
Acide ascorbique	$y = 0,1206 x + 35,203$	$R^2 = 0,9844$	$122,69 \pm 0,81$
Huile d'espadon	$y = 0,018 x - 1,1144$	$R^2 = 0,9981$	$2839,69 \pm 1,43$

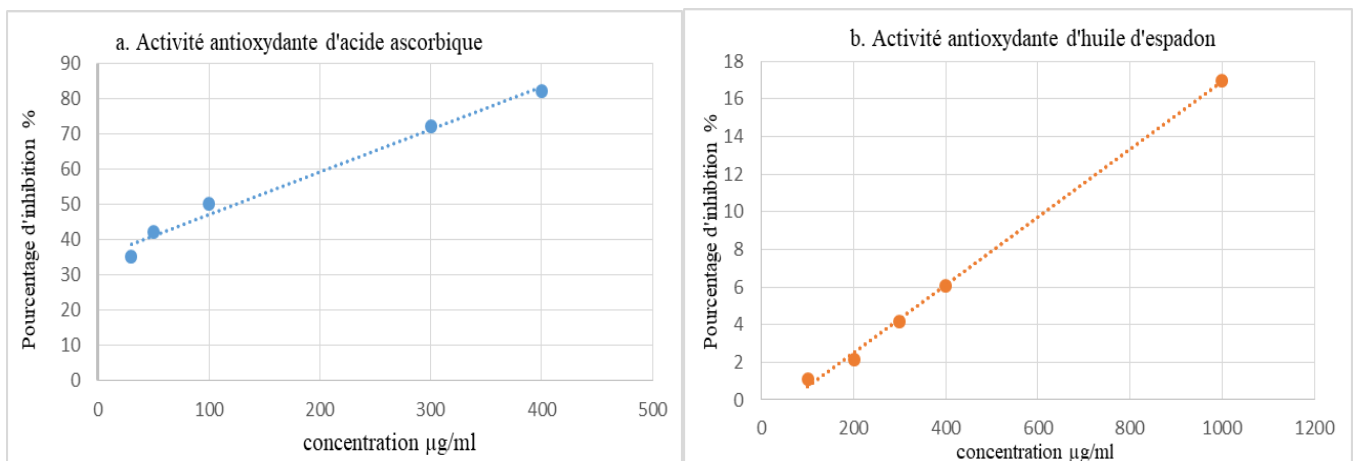


Figure III.38 Activité antioxydante d'acide ascorbique et celle d'huile d'espadon

Au vu des résultats, l'activité de l'huile d'espadon est très faible avec une concentration IC₅₀ de 2839,69µg/ml contre 122,69µg/ml pour l'acide ascorbique, ceci est peut-être dû à la composition de l'huile d'espadon.

I.6.2. Activité antibactérienne de l'huile

L'analyse antibactérienne de l'huile d'espadon et de l'oméga 3 commercial a permis de conclure que les deux échantillons ne possèdent aucune activité antibactérienne face aux germes testés (*Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas*) (**Figure III.39**).

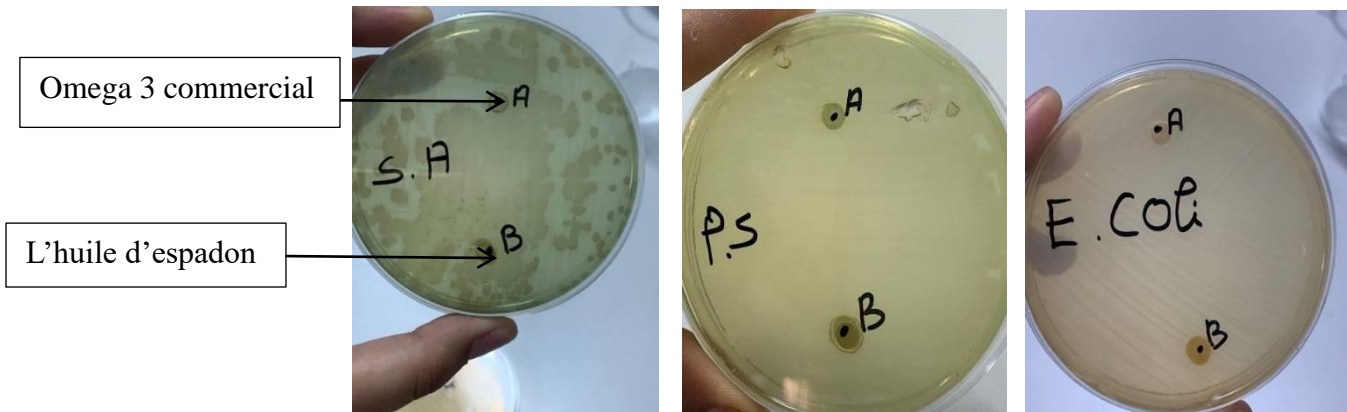


Figure III.39 Résultats de l'activité antibactérienne de l'huile

II. Caractérisation de la crème

La stabilité des produits cosmétiques est l'un des paramètres clé pour une garantie de qualité d'un produit et la satisfaction du consommateur.

II.1. Caractère organoleptique

Quatre tests sont réalisés pour évaluer la texture de la crème (Figure III.40), correspondant à l'ensemble des sensations perçues :

- **L'apparence** : comprenant les propriétés visuelles d'un produit avant toute manipulation
- **Avant application : Le pick-up** : correspondant aux propriétés sensorielles du produit perçues avant application, lorsque le produit est prélevé dans son contenant ;
- **L'application ou pénétration** : comprenant les propriétés du produit développées durant son application sur la peau :
- **L'apparence résiduelle et la sensation au toucher** : correspondant aux effets visuels du produit sur la peau, après application.

Les résultats de ces quatre tests sont inscrits dans le (Tableau III.6)



Figure III.40 Produit fini (Crème)

Tableau III.6 Caractéristique organoleptique de la crème

Crème	
Couleur	Blanche
L'odeur	Odeur de poisson pas très prononcée
Apparence (forme et brillance)	Crème fluide, légère, brillante au toucher doux et soyeux
Avant application (Pick-up)	Ferme et non collant
Application ou pénétration	Peu huileuse, s'étale facilement et rapidement absorbée par la peau
Après application (immédiatement)	Une texture plutôt légère avec une bonne sensation d'hydratation fraîche après étalement. Laisse un film huileux protecteur sur la peau.

L'analyse des propriétés organoleptiques de la formule étudiées dans notre travail montre qu'en général l'utilisation de l'huile de poisson donnent une crème légère à épaisse, de toucher soyeux et doux. Cette texture est obtenue en fonction de la composition et la richesse de la crème en huile ainsi que le type de l'émulsifiant utiliser.

II.2. Examen physicochimique

L'étude physico- chimique est réalisée à température ambiante. Le **tableau III.7** rapporte les quatre paramètres.

Tableau III.7 Caractérisation physico-chimiques de la crème

Température	31.1 °C
Ph	5.3
Densité	0.9 g/cm ³
Viscosité	53.700 mPa.s

Le pH d'une crème à usage dermique doit être compris entre 5 et 6 pour les soins appliqués sur la peau (**Ibrir et Baba chikh, 2015**) car la surface de la peau est légèrement acide, donc notre crème est conforme et idéal pour la peau.

- **Test de stabilité**

Le test a été effectué par une centrifugeuse pour accélérer la séparation des deux phases.



Figure III.41 Echantillon obtenu après la centrifugation

On constate qu'il y'a aucune séparation de phase après le test qui a été effectué, cela montre la bonne stabilité de la crème.

II.3. Examen microscopique

L'image microscopique de la crème est présentée sur la figure suivante (**Figure III.42**), elle révèle une bonne dispersion et homogénéisation de l'émulsion.

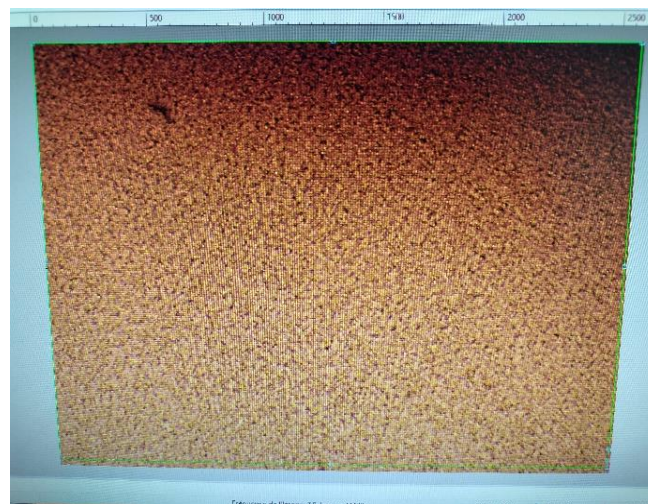


Figure III.42 Photo de l'échantillon obtenu au microscope photonique à caméra intégré (G x40)

II.4. Examen microbien

Les résultats obtenus (**Tableau III.8**) indiquent une absence totale des germes aérobies mésophiles totaux, levures et moisissures (**Figure III.43**).

Tableau III.8 Les résultats de contrôle microbiologique

Germes recherchés	Températures (C)	Duré (h)	Résultat	Normes
Germes Aérobie	32 °C	72h	Absence	$< 10^3$ g/ml
Levures, moisissures	22-25 °C	120 h	Absence	$< 10^2$ g/ml

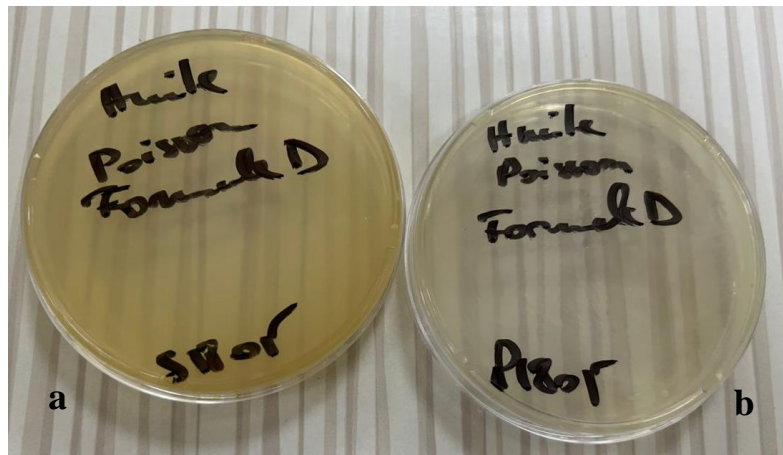
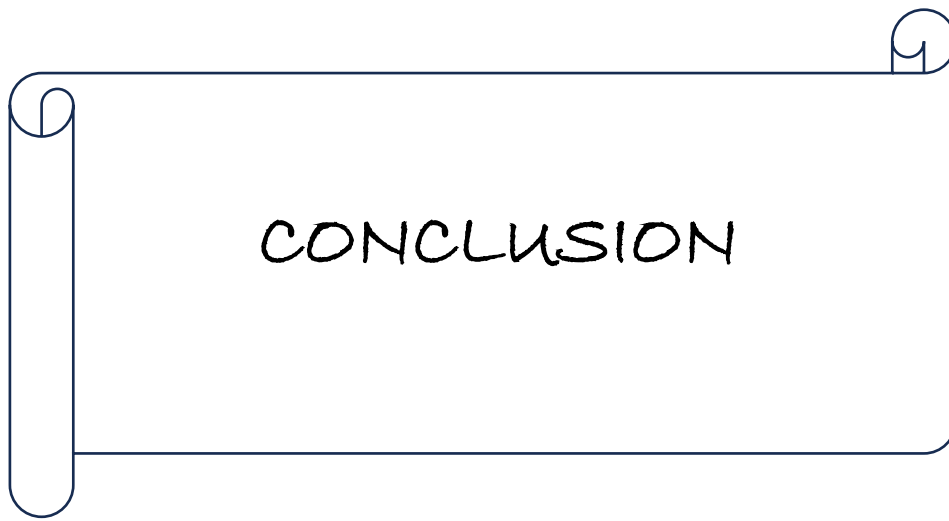


Figure III.43 Résultats de test microbien. (a : levures et moisissures, b : germes aérobies mésophiles totaux).

Ces résultats sont en accord avec la norme Algérienne 8287 pour les GAMT et 8285 pour les levures et moisissures qui nous ont permis de conclure que la crème préparée est une préparation de bonne qualité microbiologique.



Cette étude présente une méthode innovante pour valoriser les coproduits d'espadon, qui sont abondants mais largement sous-exploités en Algérie (Ifremer, 2010). L'objectif est de créer une crème nourrissante anti-érythème pour bébés en utilisant de l'huile de poisson, ce qui permet de générer des produits à haute valeur ajoutée.

Pour atteindre cet objectif, nous avons extrait l'huile de poisson en utilisant la méthode conventionnelle du pressage humide. Avant de caractériser cette huile, nous avons effectué un processus de raffinage rigoureux pour éliminer toute substance potentiellement dangereuse pour les consommateurs.

Les résultats de la caractérisation ont montré que l'huile obtenue était conforme aux normes de la FAO, de couleur claire, limpide, avec une très légère odeur de poisson. Ses caractéristiques comprenaient un indice d'acide de 1.1 mg de KOH/g, un indice de peroxyde de 5.2, et des taux d'oméga-9 de 40.93%, d'oméga-3 de 20.97%, d'oméga-7 de 17.65% et d'oméga-6 de 0.63%. De plus, elle présentait une activité antioxydante proche de celle des oméga-3. Cependant, l'analyse antibactérienne a révélé qu'elle n'avait aucune activité antibactérienne contre les germes tels que (*Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas*).

La formulation de la crème s'est réalisée en utilisant des ingrédients naturels, avec une émulsion de type huile dans eau (H/E) et des émulsifiants solubles dans l'huile tels que l'émulguine B1 et emulgade NLB. Le procédé d'émulsification directe a été choisi pour son efficacité dans la création de préparations émulsionnées.

L'utilisation de l'huile de poisson confère à la crème des propriétés hydratantes, anti-inflammatoires, antioxydantes, adoucissantes et protectrices, en grande partie grâce à sa haute teneur en acides gras oméga (les Omégas).

Les analyses ont révélé que la crème présente des caractéristiques organoleptiques satisfaisantes, sans odeur désagréable de poisson, avec une texture lisse, ferme et non collante. Elle s'étale facilement sur la peau, laissant un film protecteur huileux.

L'examen physico-chimique a montré que la crème avait un pH proche de celui de la peau (pH cutané), ainsi qu'une bonne stabilité à température ambiante au fil du temps.

L'analyse microbiologique a confirmé l'absence totale de germes aérobies mésophiles totaux, de levures et de moisissures dans le produit final.

Cette étude nous a permis de poursuivre la préparation de plusieurs crèmes à base d'huile d'espadon qui ont réussi à avoir un Label par le ministère de l'Economie de la Connaissance et des Startups

Perspectives :

- L'huile de poisson extraits de l'espèce étudiée suggère des utilisations dans la formulation de crème topique destinée à une application anti âge ;
- Suivre l'effet de cette crème sur la peau ;
- Etudier l'activité anti-inflammatoire de l'huile obtenue ;
- Caractérisation et contrôle de qualité de la crème obtenue.
- Trouver un conservateur naturel qui peut prolonger la durée de conservation de cette crème.
- Caractérisation et contrôle de qualité de la crème obtenue.
- Trouver un bon conservateur naturel qui peut remplacer les conservateurs chimiques pour prolonger la durée de conservation de cette crème

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- « (PDF) Valorisation des coproduits de la mer et territoire : enjeux territoriaux ». https://www.researchgate.net/publication/227382191_Vvalorisation_des_coproduits_de_la_mer_et_territoire_enjeux_territoriaux (Consulté le 03/01/2023).
- « Chapitre 1 : Les coproduits d'origine marin ». (Consulté le 02/01/2023).
- « Comprendre la structure et fonction de la peau | Eucerin ». <https://www.fr.eucerin.be/a-propos-de-la-peau/principes-de-base/structure-et-fonction-de-la-peau> (Consulté le 05/04/2023).
- « Cours : Cours Biochimie ». <https://elearn.univ-oran1.dz/course/view.php?id=5310> (Consulté le 10/02/2023).
- « Espadon », peche. <https://peche.ifremer.fr/en/Le-monde-de-la-peche/Les-ressources/Lesquelles/Poissons/Osseux/Espadon> (Consulté le 15/01/2023).
- « Espadon », Pour une pêche durable. <https://peche.ifremer.fr/Le-monde-de-la-peche/Les-ressources/Lesquelles/Poissons/Osseux/Espadon> (Consulté le 15/01/2023).
- « Espadon : caractéristiques, habitat, respiration, reproduction - Science - 2023 », warbletoncouncil. <https://fr1.warbletoncouncil.org/pez-espada-5846> (Consulté le 16/01/2023).
- « Formulation cosmétique, les émulsions - 3.2. Quelques émulsions cosmétiques ». https://ressources.unisciel.fr/formulation_cosmetique/co/3-2.html (Consulté le 01/04/2023).
- « La Vérité sur les Cosmétiques ». <https://laveritesurlescosmetiques.com/> (Consulté le 28/04/2023).
- « Les omégas 3 & 6 : des acides gras bénéfiques pour votre peau ! - Produits Nutritifs ». <https://fr.produits-nutritifs.com/blog/les-omegas-3-6-des-acides-gras-benefiques-pour-votre-peau--b52.html> (Consulté le 30/03/2023).
- « Methods of extraction refining and concentration of fish oil as a source of omega-3 fatty acids ». http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0122-87062018000300645 (Consulté le 20/02/2023).

- « Oméga-3 des huiles de poissons - Complément alimentaire », VIDAL. <https://www.vidal.fr/parapharmacie/complements-alimentaires/omega-3-huiles-poissons.html> (Consulté le 23/02/2023).
- « Structures et rôles de la peau - De quoi la peau est-elle composée ? - Fiches santé et conseils médicaux ». <https://sante.lefigaro.fr/mieux-etre/beaute/structures-roles-peau/quoi-peau-est-elle-composee> (Consulté le 05/04/2023).
- **A.-G. Grosdemange**, « De l'huile de foie de morue aux huiles de poisson concentrées, riches en acides gras polyinsaturés », Oléagineux, Corps gras, Lipides, vol. 17, p. 219-222, juill. 2010, doi: [10.1051/ocl.2010.0323](https://doi.org/10.1051/ocl.2010.0323). (Consulté le 18/02/2023). [10.1051/ocl.2010.0323](https://doi.org/10.1051/ocl.2010.0323). (Consulté le 19/02/2023).
- **AFSSA** (2003) - Acides gras de la famille oméga 3 et système cardiovasculaire : intérêt nutritionnel et allégations. Communiqué de l'AFSSA, 70 pp <https://archimer.ifremer.fr/doc/2006/these-1556.pdf> (Consulté le 23/02/2023).
- **Aissa, Y. & Djalal, H.** (2021). Formulation D'une Crème « Anti Vergetures » À Base De Boswellia Et L'huile Essentielle De Myrte [Mémoire de Master, Université Saad Dahleb - Blida]. <https://www.theses-algerie.com/3115468617476000/memoire-de-master/universite-saad-dahleb---blida/formulation-d-une-cr%C3%A8me-%C2%AB-anti-vergetures-%C2%BB-%C3%A0-base-de-boswellia-et-l-huile-essentielle-de-myrtle> (Consulté le 01/04/2023).
- **Alicli T. Z., et Oray I. K.** (2001). Age and growth (*Xiphias gladius* L., 1758) in the eastern Mediterranean Sea. Col. Vol. Sci. Pap. ICCAT, 52(2) : 698-707. (Consulté le: 16/01/2023).
- **Andrieux G.**, (2004) - La filière française des co-produits de la pêche et de l'aquaculture : état des lieux et analyse. Etudes de l'Ofimer, 63 pp. [La filière française des co-produits de la pêche et de l'aquaculture : état des lieux et analyse \(ifremer.fr\)](https://www.ifremer.fr/etudes-et-recherches/la-filiere-francaise-des-co-produits-de-la-peche-et-de-l-aquaculture-etat-des-lieux-et-analyse) (Consulté le 02/01/2023).
- **Anton N. Gayet P. Benoit J-P. Saulnier P**, Nanoemulsions and nanocapsules by the PIT méthode : An investigation on the rôle of the température cycling on the emulsion phase inversion, International Journal of Pharmaceutics, 344, 44-52 (2007) (Consulté le 28/04/2023)

- **Arata, G. F.**, 1954. A contribution to the life history of the swordfish, *Xiphias gladius* Linnaeus, from the south coast of the United States and the Gulf of Mexico. Bull. Mar. Sci. Gulf Carib. 4(3): 183-243. [A Contribution to the Life History of the Swordfish, Xiphias Glad...: Ingenta Connect](#) (Consulté le: 16/01/2023).
- **Audrey.k**, Optimisation de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels encapsulation (thèse de doctorat en sciences) l'universite de nice – sophia antipolis ;2014. (Consulté le 03/04/2023).
- **B. Koulougli et K. Latoui**, « Formulation et application d'une crème bio à base des polyphénols extraits à partir de marc de raisin », 2018, Disponible sur: <https://di.univ-blida.dz/jspui/handle/123456789/5383> (Consulté le 05/04/2023).
- **Bald C., Aurrekoetexa G., Perera N., Gartzia I., Aguirre P., Boujard T., Kaushik S.**, (2004) -Essai d'utilisation de déchets de thons pour la fabrication d'aliments pour poissons. Les Dossiers de l'environnement de l'INRA, 26 : 25-30 [\[PDF\] Essai d'utilisation de déchets de thons pour la fabrication d'aliments pour poissons | Semantic Scholar](#) (Consulté le 13/02/2023).
- **Baures C., Bedda S., Gardes E., Moreau L., Raulot M.**, « Entrer dans l'univers des controverses actuelles, des labels et de la réglementation », les cosmétiques biologiques à la loupe 2009. [Les cosmétiques biologiques à la loupe - Mission ... \(readkong.com\)](#). (Consulté le 09/05/2023)
- **Benouniche Nachida** « éléments de cosmétologie » édition opu 1989. (Consulté le 17/05/2023)
- **Betchel P.J.**, (2007). chap 20: By-products from seafood processing for aquaculture and animal feeds. In: Maximising the value of marine by-products. Shahidi F. Ed. Woodhead Publishing. p435-449. (Consulté le 18/01/2023).
- **Beylot C.** Place de la cosmétologie et de l'esthétique en dermatologie. Dans Nouv Dermatol 1998 ; 4 : 244-48. (Consulté le 15/05/2023)
- **Bonilia-Mendez J.R., Hoyos-Concha J L.** (2018). Methods of extraction, refining and concentration of fish oil as a source of omega-3 fatty acids. [Ciencia y tecnología agropecuaria](#)19 (3),645-668. Disponible sur le site web : http://dx.doi.org/10.21930/rcta.vol19_num2_art:684 (Consulté le 04/02/2023).

- **Borch-Jensen C, Magnussen MP, Mollerup J.**, Capillary supercritical fluid chromatographic analysis of shark liver oils. J Am Oil Chem Soc 1997 ; 74 : 497-503. [Capillary supercritical fluid chromatographic analysis of shark liver oils | SpringerLink](#) (Consulté le 20/02/2023).
- **Bourseau P. (2011).** Journée valorisation des produits de la mer - salon Itechmer, Lorient, 127. (Consulté le 03/01/2023).
- **Brand-Williams W., Berset C. (1995).** Use of a free radical method to evaluate antioxydant activity. LWT - Food Science and Technology 28(1) : 25-30. [doi : 10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](#) (Consulté le 02/02/2023).
- **CPS. (2014).** La valorisation des co-produits de poisson. Note d'orientation de la Secrétariat général de la Communauté du Pacifique, P.21 (Consulté le 30/01/2023)..
- **D. Justine,** « Extraction de lipides en voie aqueuse par bioréacteur enzymatique combine à l'ultrafiltration : application à la valorisation de co-produits de poisson (sardina pilchadus) ». <https://archimer.ifremer.fr/doc/2006/these-1556.pdf> (Consulté le 29/01/2023).
- **Dacosta Y.** Les acides gras oméga-3. Synthèse des connaissances actuelles. Dacosta Y.: Paris, 2004, 313p. (Consulté le 10/03/2023)
- Décret exécutif n° 12-214 du 23 JoumadaEthania 1433 correspondant au 15 mai 2012
- **Delarras C. (2007).** Microbiologie pratique pour le laboratoire. Paris : Lavoisier.476 p. (Consulté le 09/04/2023)
- **Demange e, Ghesquière a,** achetons de la cosmétique bio, minerva, genève, : « les ingrédients utilisés en cosmétique bio et naturelle », 45-59. 2007. (Consulté le 30/04/2023)
- **Doumeix Olivier,** Opérations unitaires en génie biologique : tome 1, les Emulsion, biologie technique. (2011). (Consulté le 10/04/2023)
- **Dubois J, éditeur.** La peau : De la santé à la beauté, Notions de dermatologie et de dermocosmétologie. 1ere ed. Toulouse : Privat ; 2007. (Consulté le 12/05/2023)

- **FAO.** (1986). The production of fish meal and fish oil. FAO Fishier Technical Papers 142. 63p. <https://www.fao.org/3/x6899e/x6899e00.htm> (Consulté le 02/02/2023).
- **FAO.** (2020). La situation mondiale des pêches et de l'aquaculture 2020. Rapport. (Consulté le 30/12/2022).
- **Flavie lacharme** these « les produits cosmetiques biologiques : labels, Composition et analyse critique de quelques Formules », universite joseph fourier faculte de pharmacie de grenoble.1984, (consulté le 06/05/2023)
- **Formo M.W.** Physical properties of fats and fatty acids. In : Swern D. (Ed.), Bailey's industrial oil and fat products, volume 1. Fourth edition. Wiley-Interscience : New-York, 1979, 177-232. [Physical Properties of Fats and Oils | SpringerLink](#) (Consulté le 02/03/2023).
- **Ghsemian S., Sahri M. A., Barzegar M., et Ahmadi H. (2016).** Omega-3 polyunsaturated fatty acids concentration using synthesized poly-vinylidene fluoride (PVDF) asymmetric membranes. Journal of the American Oil Chemists' Society, 93(9) : 1201-1210. Doi : 10.1007/s11746-016-2876-8. (Consulté le 04/02/2023).
- **Gilbert laura,** Caractérisation physico-chimique et sensorielle d'ingrédients cosmétiques : une approche méthodologique. Thèse de doctorat. universite du havre2014. (Consulté le 30/04/2023)
- **Govender A., Eist R.V. et James N. (2016).** Swordfish: Global Lessons. Rapport.p29. (Consulté le 26/01/2023).
- **Guesnet P., Alessandri J., Astorg P., Pifferi F. et Laviaille M. (2005).** Les rôles physiologiques majeurs exercés par les acides gras polyinsaturés (AGPI). (Consulté le 20/02/2023).
- **Hennen G.,** Les matériaux biologiques de base. In: Hennen G., Biochimie 1er cycle. Dunod : Paris, 1995, 8-35. (Consulté le 10/02/2023).
- **Henschel V.** Chimie des cosmétiques. Université Libre de Bruxelles, 2003. (consulté le 03/05/2023)
- **Iberahim N.I., Hamzah Z., Yin Y.J., et Sohaimi K.S.A. (2018).** Extraction and Characterization of Omega-3 Fatty Acid from Catfish Using Enzymatic Hydrolysis

Technique. MATEC Web of Conferences 187(19):01005. DOI:[10.1051/matecconf/201818701005](https://doi.org/10.1051/matecconf/201818701005) (Consulté le 15/02/2023).

- **Ifremer** (1976). Revue des méthodes de fabrication des concentrés protéiques et huiles de poissons. Science et pêche - Bulletin de l'ISTPM n°261. 20p . <https://archimer.ifremer.fr/doc/1976/publication-7123.pdf> (Consulté le 01/02/2023).
- **Ifremer. (2010)**. Farine et huiles brutes de poisson. Fiche. Bibliomer. France. (Consulté le 10/01/2023).
- **Ifremer. (2010)**. La valorisation de coproduits. Fiche. Bibliomer. France. (Consulté le 11/01/2023).
- **Ivanovs K., Blumberga D. (2017)**. Extraction of fish oil using green extraction methods:a short review. Energy Procedia 128:477 - 483. DOI :10.1016/j.egypro.2017.09.033 (Consulté le 01/02/2023).
- **Joël Cnokaert**, 3 IA IPR Biochimie 3 Génie biologique Françoise Guillet 3 IGEN Biotechnologies et secteur médico-social. (Consulté le 10/02/2023).
- **Koudid et A. Hallal**, « Valorisation des coproduits de thon rouge (*Thunnus thynnus*, linnaeus 1758): caractérisation des produits et optimisation du procédé », 2018, Consulté le: 30 mai 2023. [En ligne]. Disponible sur: <http://e-biblio.univ-mosta.dz/handle/123456789/6463> (Consulté le 09/02/2023).
- **Kuprina E., Filipov V., Yakkola A., Manuiloy A., Abramzon V., Kremenevskaya .M., Zashikhin M., Kuznetsova A., Kopylov A et Maksimenkoy A. (2021)**. Obtention of omega-3-fatty acids cryoconcentrated fish oil from by-products of preserves industry. *Agronomy Research* 19(S3),1249–1259. Disponible sur le site web: <https://doi.org/10.15159/AR.21.096> (Consulté le 20/02/2023).
- La situation mondiale des pêches et de l'aquaculture 2022. FAO, 2022. doi: [10.4060/cc0461fr](https://doi.org/10.4060/cc0461fr). (Consulté le 30/12/2022).
- **Luccarini M. (2015)**. Le rôle des apports en acides gras polyinsaturés dans la prévention du risque d'accouchement prématuré. Thèse de doctorat. Université de Rouen. France. (Consulté le 29/04/2023).

- **M. Linder, J. Fanni, et M. Parmentier**, « Extraction, fractionnement et concentration des huiles marines », OCL, vol. 11, n° 2, p. 123-130, mars 2004, doi: [10.1051/ocl.2004.0123](https://doi.org/10.1051/ocl.2004.0123). (Consulté le 20/02/2023).
- **M.-L. Dupasquier, A. Nazari, F. Fontaine-Vive, X. Fernandez, J. Golebiowski**, « Formulation cosmétique, les émulsions ». Université de Nice Sophia Antipolis. https://ressources.unisciel.fr/formulation_cosmetique/co/formulations_1.html (Consulté le 07/04/2023).
- **Martini M.** Cosmétologie 2 Paris: éd. Masson, 2002. 140 P. (Consulté le 10/05/2023).
- **Martini MC.** Actifs et additifs en cosmétologie. Tec & Doc. 2006 ; 18 : 337-52. (Consulté le 29/04/2023).
- **Martini MC.** Conservateurs. Elsevier Masson SAS, Paris. Cosmétologie et Dermatologie Esthétique. D-10 : 50-120. 2006 (Consulté le 29/04/2023).
- **Michèle Declercq**, Introduction à la cosmétologie, Présentation ITM nov.08. (Consulté le 01/05/2023).
- **Morillon F**, Le livre vert de la Cosmétique Bio, le Courrier du Livre, Paris: Chapitre 2, 23-56. 140, 2008. (Consulté le 03/05/2023).
- **N.I. Iberahim¹, Z. Hamzah¹, Y.J. Yin¹, et K.S.A. Sohaimi¹**. « (PDF) Extraction and Characterization of Omega-3 Fatty Acid from Ca fish Using Enzymatic Hydrolysis Technique» https://www.researchgate.net/publication/326862397_Extraction_and_Characterization_of_Omega-3_Fatty_Acid_from_Catfish_Using_Enzymatic_Hydrolysis_Technique (Consulté le 05/02/2023).
- **ONS. (2019)**. Les principaux indicateurs du secteur de la pêche. Fiche N°916.Algerie. (Consulté le 02/01/2023).
- Opérations unitaires en génie biologique « les émulsions » par Olivier Doumeix Professeur agrégé de Biochimie 3 Génie biologique Collection. (Consulté le 06/04/2023).
- **Penven-Turpault A., Baron R., Etienne M., Delannoy C., Berge J.P. (2017)**. Utilisation des sous-produits de la pêche et de l'aquaculture pour l'alimentation en

aquaculture. Durabilité des aliments pour le poisson en aquaculture. Chapitre: 2 (pp.132-141). (Consulté le 22/02/2023).

- **Perez Galvez R.** (2009). Le comptage : une solution pour un meilleur management des bioressources marines. Application aux rejets et co-produits de poisson. Thèse de doctorat : Ifremer et Université de Nantes. 311p. <https://archimer.ifremer.fr/doc/2009/these-7390.pdf> (Consulté le 27/02/2023).
- **R. J. W. Harry B. Rice**, “EPA and DHA Omega-3s for heart and brain health: The evidence speaks for itself”, **27**, no. June, pp. 38–41, (2016) https://www.researchgate.net/publication/304930161_EPA_and_DHA_omega-3s_for_heart_and_brain_health_The_evidence_speaks_for_itself (Consulté le 30/03/2023).
- **RIOU.Y., TEYSSIER D’ORFEUL.J., GARO.P. (2019)**. Le développement de la « Bioéconomie bleue ». Rapport n° 18126.124p. (Consulté le 02/01/2023).
- **RIZLIYA V., MENDIS E. (2014)**. Biological, physical, and chemical properties of fish oil and industrial applications. In: Kim, S.-K. (Ed.), *Seafood Processing By-Products: Trends and Applications*. Springer Science+Business Media, New York;. (Consulté le 01/03/2023).
- **S. L. N. T. M. Toé**, « Essais de mises au point de formulation de crèmes et laits corporels à base du beurre de karité du Burkina Faso. ». (Consulté le 02/04/2023).
- **Seafish** (2009). Fishmeal and fish oil facts and figures. 28p. <https://www.seafish.org/b2b/subject.asp?p=347> (Consulté le 25/02/2023).
- **Singer E.** Conservation et contrôle microbiologique des produits cosmétiques. Cours de dermo cosmétologie de 5ème année de pharmacie officine. Faculté de Pharmacie de Lille 2. 2011. (Consulté le 28/04/2023).
- **T.-M.-H. Nguyen**, « Valorisation de matières premières marines de faible valeur ajoutée : application aux co-produits de thon », Université de Nantes, 2009. (Consulté le 03/03/2023). [En ligne]. Disponible sur: <https://archimer.ifremer.fr/doc/00000/6918/>
- **Toé S, lawaldia N, Tchaida M**, « essais de mises au point de formulation de crèmes et laits corporels a base du beurre de karité du Burkina Faso » p : 31, 2004 (Consulté le 03/04/2023).

- **Tripoteau Ludovic**, 2015, « Valorisation des coproduits de l'holothurie *Cucumaria frondosa* par l'étude d'extraits bioactifs et approche éco toxicologique des métabolites secondaires relargués en situation de stress » thèse doctorat, université de bretagne-sud.
- **UERO-JIMENEZ P.C., FELIPE L.A.A., LOPEZ L.R. (2020)**. Oil extraction and derivatization method: a review. *Open Access J Sci* 4(3):110–120. DOI: 10.15406/oajs.2020.04.00158 (Consulté le 05/03/2023).
- **VAZQUEZ L., AKOH C. C. (2012)**. Enrichment of stearidonic acid in modified soybean oil by low temperature crystallisation. *Food Chemistry* 130(1):147-155. doi:10.1016/j.foodchem. (Consulté le 11/03/2023).
- **WORMS. (2022)**. Systematic of *Xiphias gladius* (Linnaeus,1758). (Consulté le 15/01/2023).
- **Z. Boualem et A. Hocine**, « Valorisation biotechnologique des coproduits de crevette rouge *Aristeus antennatus* (Risso, 1816) : Etude du pouvoir antioxydant et antimicrobien du chitosane », 2018, Consulté le 04/03/2023. [En ligne]. Disponible sur: <http://e-biblio.univ-mosta.dz/handle/123456789/4109>

ANNEXES

Annexe I : Les produits dérivés des coproduits marins

	Matières premières	Procédés	Applications et propriétés
Farine de poisson	Tout co-produit de poisson Ceux d'élevage doivent être traités à part	Cuisson et séchage des co-produits, avec extraction des huiles	Les farines de co-produits sont des concentrés de protéines cuites de poisson à 65-67%, peu solubles, et possédant peu de propriétés fonctionnelles mais une très bonne valeur nutritive (haute digestibilité, richesse en acides aminés essentiels*). Elles sont utilisées dans l'alimentation animale comme source de protéines. Les huiles brutes constituent la matière première pour fabriquer des huiles raffinées.
Huile de poisson	Huiles brutes de poisson	Neutralisation, purification, décoloration, désodorisation et filtration	L'huile de poisson est différente des autres huiles : elle contient des quantités intéressantes d'acides gras* polyinsaturés essentiels de type Oméga 3* ($\Omega 3$) dont les EPA et DHA, qui possèdent de nombreuses propriétés bioactives. En fonction des espèces et des procédés, certaines huiles sont riches en vitamines, d'autres en alkylglycérols.
Hachis congelés	Tout co-produit à l'exception des viscères et des peaux	Broyage des co-produits, puis filtration et congélation en bloc	Ils sont utilisés principalement (99,8%) par les fabricants d'aliments pour animaux de compagnie (« petfood ») et animaux à fourrure. De par leur pouvoir aromatique intéressant, une petite partie des hachis congelés sert à l'élaboration d'extraits et de concentrés aromatiques destinés aux plats cuisinés, soupes, fumets et sauces pour l'alimentation humaine.
Hydrolysats protéiques ou FPH	Principalement têtes et arêtes de poisson de toutes espèces sauvages	Hydrolyse ² enzymatique*, retrait des arêtes osseuses, puis atomisation*	Troisième valorisation en volume, la France est le premier producteur mondial d'hydrolysats protéiques. Les minéraux et huiles des co-

			produits ne sont pas incorporés dans les hydrolysats, qui sont ainsi plus riches en protéines que les farines classiques (73% à 85%) et solubles. De par leur très bonne digestibilité, leur haute teneur protéique et leur appétence, les hydrolysats protéiques sont majoritairement utilisés pour l'alimentation animale (en aquaculture, en alimentation du porcelet, en « petfood »).
Extraits et concentrés aromatiques	Têtes et arêtes de poisson, têtes et carapaces de crustacés, branchies des coquilles Saint-Jacques Les viscères sont proscrites Un tri spécifique est effectué sauf pour les poissons blancs	- Broyage mécanique, hydrolyse ² enzymatique* et filtration, puis concentration - Addition d'eau, agitation et séchage du mélange. Obtention d'un extrait soluble - Cuisson puis séchage. Obtention d'une poudre insoluble	Les extraits et concentrés aromatiques entrent dans la composition de nombreux plats cuisinés, soupes, sauces et fumets, et servent d'arôme pour le surimi.
Pulpes alimentaires	Chutes de filetage (pulpe grade A), arêtes (pulpe grade B), têtes et arêtes (pulpe grade C)	Séparation mécanique de la chair et des éventuelles arêtes, puis lavage et filtration	Les pulpes ont des propriétés nutritives et, un pouvoir liant et émulsifiant intéressants. L'industrie agroalimentaire est très demandeuse de ces produits dérivés (plats cuisinés, charcuterie de la mer...), mais les contraintes réglementaires nationales sont importantes. 15 000 tonnes de pulpes de poisson blancs sont importées chaque année.
Chitine et chitosane	Co-produits de crustacés, plumes de calmar* et os de seiche	Déminéralisation, puis déprotéinisation aboutissent à la chitine. Celle-ci est désacétylée* pour donner du chitosane	Chitine et chitosane sont des polymères non-toxiques, biodégradables* et biocompatibles*. Ils auraient des propriétés antioxydante et immunostimulante, et sont également des agents flocculants. Le chitosane possède, de plus, des propriétés antibactériennes.

Collagène et gélatine	Peaux, arêtes et nageoires de poisson	- Collagène natif : extraction acide à basse température - Hydrolysats de collagène : extraction puis hydrolyse2 enzymatique* - Gélatine : pré-traitements acide ou basique puis passages dans des bains d'eau chaude	Le collagène natif est biocompatible*, biodégradable*, et posséderait des propriétés anti thrombogènes et hémostatiques. Il est utilisé en cosmétique et en pharmacie. Les hydrolysats de collagène sont particulièrement bénéfiques pour la santé des articulations. La gélatine est largement utilisée dans l'industrie agroalimentaire, mais également en pharmacie et en nutraceutique* pour la micro-encapsulation*.
Peptides bioactifs	Toute trace de chair Un tri spécifique est nécessaire	Hydrolyse2 enzymatique* contrôlée, puis séparation (filtration sur membrane...)	Ces peptides* sont très divers. Ils possèdent de nombreuses propriétés (anticoagulantes, antioxydantes*, secrétagogues...) utilisées en médecine et en nutraceutique*. Certains ont aussi la capacité d'améliorer les aliments (meilleure rétention en eau...).
Chondroïtine sulfate	Cartilage de raies et de requins	Hydrolyse2 enzymatique* puis filtration	Composant de la matrice du cartilage, la chondroïtine sulfate protège les articulations et participe à l'élasticité des os. En complément alimentaire ou en médicament, cette molécule aiderait à réduire les douleurs liées à l'arthrose, et permettrait une amélioration des problèmes articulaires.

Annexe II : Différente classification d'émulsion (Bouel, 1988).

	Macro émulsion	Miniémulsion	Microémulsion
Nombre de tensioactifs	Au moins un	Au moins deux : un tensioactif et un Co-tensioactif	Au moins deux : un tensioactif et un Co-tensioactif
Pourcentage de tensioactifs	Faible < 5 %	Moyen : entre 5% et 10%	Élevé : > 10%
Méthode de fabrication	Agitation mécanique vigoureuse	Agitation vigoureuse par ultrason	Faible agitation
Couleur	Blanche laiteuse	Blanche bleuâtre ou incolore	Blanche bleuâtre ou incolore
Transparence	Opaque	Translucide ou transparente	Translucide ou transparente
Taille des particules	> 1 micromètre	<< 1 micromètre	< 0.1 micromètre
Polydispersité de la taille des particules	Moyenne	Basse	Basse
Stabilité thermodynamique	Instable	Instable	Stable
Mode d'augmentation de la taille des particules avec le temps	Coalescence mûrissement d'Ostwald	Coalescence mûrissement d'Ostwald	Ne contenant pas de particules, il n'y a ni coalescence ni mûrissement d'Ostwald

Annexe III : Matériels utilisés

Extraction, raffinage et caractérisation de l'huile

Appareils	Verrerie et autres	Réactifs	Milieu de culture
<ul style="list-style-type: none"> - Centrifugeuse - Spectrophotomètre - Agitateur magnétique chauffant - Balance de précision - Bec bunsen - Etuve - Vortex - pH mètre - Rot à vapeur - Bain marie - Autoclave 	<ul style="list-style-type: none"> - Tubes à centrifugeuse - Tubes coniques en plastique/verre - Béchers – Fioles - Erlnemeyers - Ampoule à décanter - Creusé - Tubes à essais - Pipettes et micropipettes - Pipettes pasteur - Boites de pétri - L'anse de platine 	<ul style="list-style-type: none"> - Acide phosphorique - Hydroxyde de sodium - Ethanol - Méthanol - Phénolphtaléine - Hydroxyde de potassium - Chloroforme - Amidon - Acide acétique - Iodure de potassium - Thiosulfate de sodium - Acétone 	<ul style="list-style-type: none"> - BCPL - BLBVB - ROTH - EVA LITSKY - Baird Parker - SFB - Disques SFB - Gélose Hektoen - Gélose VF

Formulation et caractérisation de la crème

Appareils	Verrerie et autres	Milieu de culture
<ul style="list-style-type: none"> - Centrifugeuse - Agitateur magnétique chauffant - Homogénéiseur - Balance de précision - Agitateur à hélice - pH mètre - Bain marie - Microscope - Etuve - Viscosimètre - Densimètre 	<ul style="list-style-type: none"> - Tubes à centrifugeuse - Tubes coniques en plastique/verre - Béchers – Fioles - Erlenmeyers - Pipettes et micropipettes - Pipettes pasteur - Boites de pétri - L'anse de platine 	<ul style="list-style-type: none"> - Agar de SABOURAUD - DE - Gélose nutritif

Annexe IV : les conditions chromato

Conditions de chromatographie en phase gazeuse	Conditions de Spectromètre de masse
Appareil : Perkin- Elmer, Clarus 680.	Appareil : TOX -001)/. Masse/ Clarus SQ8T
Appareil (Injecteur) : Splitless.	Mode d'ionisation : impact électronique
Température d'injecteur : 250°C.	Tension d'ionisation : 70 eV, basse résolution
La colonne : Elite-5MS d'une longueur de 30 m x 0,25 mm DI avec une phase stationnaire de 0,25µm.	Mode d'acquisition : ions sélectifs
Volume d'injection : 1µl.	Pression : $2,10^{-6}$ Torr
Débit : 1 ml/min.	Température de la source : 280°C
Température de détecteur : 280 °C.	Balayage automatique : m/z 25 à 350
Température initiale : 130°C durant 2 minutes.	Interface : Couplage direct à 280 °C
Programmation du four : -1 ^{er} palier de programmation Taux : 10°C/min Final : 180°C, -2 ^{eme} palier de programmation Taux : 3°C /min Final : 245°C (10 min), -3 ^{eme} palier de programmation Taux : 15°C/min Final : 300°C durant 5min	Multiplication : tel que requis

Annexe V : Les ingrédients entrant dans les phases de la formulation

Les ingrédients entrant dans la phase aqueuse

Nom d'ingrédient	Caractéristique	Usage
L'eau osmosé	Liquide incolore et inodore	Solvant
RC+ (Rheocare C Plus)	Poudre blanche, a odeur caractéristique il se disperse dans l'eau.	Il gélifie les formules en l'absence des sels et stabilise la mousse
EDTA	Solide incolore à blanc, inodore.	Complexant
Kcg	Liquide incolore et inodore	Conservateur

Les ingrédients entrant dans la phase huileuse

Nom d'ingrédient	Caractéristique	Usage
Lanette O	Paillette blanche cireuses onctueuse au toucher	Agent émulsifiant Tension active non anionique
Emulgine B1	Pellets blancs à jaunâtre	Agent épaississant augment la consistance d'une émulsion
Emulgade NLB	Ecailles blanche incolore	Agent épaississant stabilisent les émulsions huile-dans-eau. Agent épaississant améliorent la texture et la consistance des produits
Huile d'espadon raffinée	Limpide, Jaune et doré clair, odeur de poisson pas très prononcée.	Anti-inflammatoire et anti-oxydant. Maintien l'hydratation, la souplesse et l'élasticité de la peau et antitache d'acné. Aide à la cicatrisation des plaies.

Les ingrédients entrant dans la phase de neutralisation

Nom d'ingrédient	Caractéristique	Usage
TEA	Liquide incolore et inodore	Agent tensioactif Régulateur de pH

Annexe VI : Normes des produits cosmétiques destinés aux enfants de moins de trois ans, à la zone oculaire et aux muqueuses (NA 8282).

Germe	Norme
Germes aérobie mésophiles totaux	$\leq 10^3$ UFC/ml ou /g
Levures et moisissures	$\leq 10^2$ UFC/ml ou /g
<i>Escherichia coli</i>	Absence dans 1 g ou 1 ml
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Absence dans 1 g ou 1 ml
<i>Staphylococcus aureu</i>	Absence dans 1 g ou 1 ml
<i>Candida albicans</i>	Absence dans 1 g ou 1 ml

Annexe VII : Table de Mac Grady

Tables NPP (d'après la norme ISO 7218 :1996(F))

Tableau 1 - Table NPP pour 3 x 1 g (ml), 3 x 0,1 g (ml) et 3 x 0,01 g (ml).

Nombre de résultats positifs			NPP	Catégorie lorsque le nombre d'essais de mesures est de 1 pour le lot considéré	Limites de confiance			
					>95%	>95%	>99%	>99%
0	0	0	<0,30		0,00	0,94	0,00	1,40
0	0	0	0,30	3	0,01	0,95	0,00	1,40
0	1	0	0,30	2	0,01	1,00	0,00	1,60
0	1	1	0,61	0	0,12	1,70	0,05	2,50
0	2	0	0,62	3	0,12	1,70	0,05	2,50
0	3	0	0,94	0	0,35	3,50	0,18	4,60
1	0	0	0,36	1	0,02	1,70	0,01	2,50
1	0	1	0,72	2	0,12	1,70	0,05	2,50
1	0	2	1,1	0	0,4	3,5	0,2	4,6
1	1	0	0,74	1	0,13	2,00	0,06	2,70
1	1	1	1,1	3	0,4	3,5	0,2	4,6
1	2	0	1,1	2	0,4	3,6	0,2	4,6
1	2	1	1,5	3	0,5	3,8	0,2	5,2
1	3	0	1,6	3	0,5	3,8	0,2	5,2
2	0	0	0,92	1	0,15	3,50	0,07	4,60
2	0	1	1,4	2	0,4	3,5	0,2	4,6
2	0	2	2	0	0,5	3,8	0,2	5,2
2	1	0	1,5	1	0,4	3,8	0,2	5,2
2	1	1	2,0	2	0,5	3,8	0,2	5,2
2	1	2	2,7	0	0,9	9,4	0,5	14,2
2	2	0	2,1	1	0,5	4,0	0,2	5,6
2	2	1	2,8	3	0,9	9,4	0,5	14,2
2	2	2	3,5	0	0,9	9,4	0,5	14,2
2	3	0	2,9	3	0,9	9,4	0,5	14,2
2	3	1	3,6	0	0,9	9,4	0,5	14,2
3	0	0	2,3	1	0,5	9,4	0,3	14,2
3	0	1	3,8	1	0,9	10,4	0,5	15,7
3	0	2	6,4	3	1,6	18,1	1,0	25,0
3	1	0	4,3	1	0,9	18,1	0,5	25,0
3	1	1	7,5	1	1,7	19,9	1,1	27,0
3	1	2	12	3	3	36	2	44
3	1	3	16	0	3	38	2	52
3	2	0	9,3	1	1,8	36,0	1,2	43,0
3	2	1	15	1	3	38	2	52
3	2	2	21	2	3	40	2	56
3	2	3	29	3	9	99	5	152
3	3	0	24	1	44	99	3	152
3	3	1	46	1	9	198	5	283
3	3	2	110	1	20	400	10	570
3	3	3	>110					
autres valeurs			non cité dans la table ISO 7218 : 1996 (F)					



DERMADOR



Composition: Aqua, émulsifiant,
huile de poisson, Vit E,
conservateur.

التركيب: ماء، مستحلب، زيت السمك،
فيتامين E، مادة حافظة.

Conseils d'utilisation:
Déposer une noisette de
crème sur la peau, faire
pénétrer par massages
circulaire, sur la zone.

نصائح الاستعمال:
ضعي كمية من الكريم على بشرتك، ثم
دلكي المنطقة بحركات دائرية..



50 G
Fabriqué en Algérie

Date de fabrication : 18/05/2023

ANNEXE VIII : Etiquettes d'emballage pour une crème d'érythème réalisée par BELKHIR SARAH à l'aide de plateforme de conception graphique en ligne (Canva).

Annexe IX: Business Model Canvas (BMC)

Partenaires clés	Activités Clés	Propositions de valeur	Relation Client	Clients
EURL SeeBlueGold® Fermes aquacoles : SARL EL MOKHTAR aqua & SARL aqua rocher Poissonniers & restaurants SARL GIRENE SARL zone lab SARL ABC lab Laboratoire HK Laboratoire Venus CNT pasteur Plateforme Aqua Link Agence de marketing Influenceurs Apporteurs d'affaires Bureau de livraison : Yalidin, Zimou express	<p>Production d'huile de poisson à partir des coproduits.</p> <p>Fabrication des produits cosmétiques à base de l'huile de poisson.</p> <hr/> <p>Ressources clés</p> <p>Local (200m²)</p> <p>Ressources matérielles : Autoclave, Presse, Centrifugeuse, Pompe à vide, Bain marrie, Homogénéisateur, Broyeur, Balance de précision, Remplisseuse, Etiqueteuse, Agitateur magnétique, Distillateur, matériels de laboratoire.</p>	<p>Fish Oil® : Huile extraite des coproduits de poisson riche en acide gras monoinsaturé et polyinsaturé notamment Oméga3, Oméga6, Oméga7, Oméga9 et Vitamine E qui a un effet antioxydant pour faire face aux problèmes d'importation des produits finis et leur coût.</p> <p>DermaDor® : Une gamme de produits cosmétiques à base de l'huile de poisson ;</p> <ul style="list-style-type: none"> - Crème anti-âge 4 en 1 pour des rides lises, un teint unifié éclaircie, une peau hydratée et efficacité 24 h. - Crème exfoliante main et pied pour éliminer la peau morte 	<p>Relation direct et indirect avec nos clients : Face-à-face, site web, email, téléphone, réseaux sociaux ; des évènements.</p> <hr/> <p>Canaux</p> <p>Sièges SeeBlueGold® Pharmacie, parapharmacie, magasin cosmétique et grande surface.</p> <p>En ligne sur site web, canal e-commerce, marketplace, les réseaux sociaux.</p> <p>Livraison à domicile.</p>	<p>Les industries d'aliments de poisson</p> <p>Les industries de compléments alimentaires</p> <p>Les femmes > 25 ans</p> <p>Femmes et hommes de tout âge qui souffrent de la sécheresse de la peau.</p> <p>Les parents ayants des bébés.</p>

	<p>Ressources humaines : 2 ingénieurs de laboratoire, 2 remplisseuses, 2 étiqueteuses, une assistante commerciale, 2 employés, un manager, un agent de sécurité.</p> <p>Ressources intellectuelles : Site web</p> <p>Ressources financières.</p>	<p>et régénérer le derme, peau hydrater sans imperfection.</p> <ul style="list-style-type: none"> - Crème change bébé ; un soin complet pour les fesses des nourissants sans alcool, elle prévient les irritations et rougeurs, soulage et répare la peau durablement. 		
<p style="text-align: center;">Coûts</p> <p>Local (200m²) = 2 000 000 Da, Matériel = 4 000 000 Da, Equipement de bureau = 200 000 Da, Dossier administratif = 150 000 Da.</p> <p>Estimation Financière du projet = 6350 000 Da</p> <p>Matière première = 739 200 Da, Amortissement = 200 000 Da, Emballage = 700 000 Da, Charges = 240 000 Da, Frais de salaires = 5160 000 Da, Assurance = 540 000 Da, frais de publicité = 1 000 000 Da, Frais de test de validation de la crème = 60 000 Da</p> <p>Estimation de coût de production = 13 989 200 Da</p> <p>Production annuelle de crème = 12000 boites de 50 g.</p> <p>Production annuelle de l'huile de poisson = 26 flacons de 500 ml.</p>		<p style="text-align: center;">Revenus</p> <p>Chiffre d'affaires = 27 691 000 Da</p> <p>Résultats Net = 13 701 800 Da</p>		

Résumé

Mots clés : coproduits marins, d'extraction d'huile de poisson, acides gras, formulation de crème.

Les coproduits marins sont des sous-produits générés lors des activités de pêche et de transformation des produits de la mer. Ils englobent divers éléments. Ces coproduits offrent un potentiel énorme pour des produits à haute valeur ajoutée, notamment dans les industries pharmaceutique, nutraceutique et cosmétique. Les biomolécules extraites, comme les acides gras (omégas) sont utilisés dans des produits cosmétiques ou parapharmaceutiques pour leurs propriétés bénéfiques pour la peau.

L'objectif principale de cette étude est de préparer une crème anti érythème à base d'huile extraire de coproduit d'espadon. L'analyse d'huile a montré qu'elle est riche en omégas, biomolécules très convoitées dans les préparations de produit pharmaceutique et parapharmaceutique. La caractérisation de la crème formulée présente des caractéristiques organoleptiques agréables, une bonne tolérance cutanée et une bonne stabilité à température ambiante. Cette initiative contribue à la durabilité de l'industrie de transformation des produits marins. Ce projet a été labellisé avec succès par ministère de l'Economie de la Connaissance et des Startups.

Abstract

Key words: marine by-products, fish oil extraction, fatty acids, cream formulation.

Marine co-products are by-products generated during fishing and seafood processing activities. They encompass various elements, such as by-catch, discards, unsold products, and processing waste. These co-products offer enormous potential for high-value products, particularly in the pharmaceutical, nutraceutical, and cosmetic industries. Extracted biomolecules, such as omega-3 and omega-6 fatty acids, are used in cosmetic or parapharmaceutical products for their beneficial properties for the skin.

The study involved extracting swordfish oil from co-products, then refining it for cosmetic use. This oil is rich in omega-3, omega-6, and omega-9 with antioxidant activity. The formulated cream has pleasant organoleptic characteristics, good skin tolerance, and stability at room temperature. This initiative contributes to the sustainability of the seafood processing industry. This project has been successfully accredited by the Ministry for the Knowledge Economy and Startups.

ملخص

الكلمات المفتاحية: منتجات بحرية مشتركة، زيت السمك، استخراج الأحماض الدهنية، صياغة كريم.

المنتجات المشتقة من الصناعات البحرية هي المنتجات التي تم إنتاجها خلال عمليات الصيد وتحويل منتجات البحر. تشمل هذه المنتجات عناصر مختلفة مثل الأسماك المصادفة والنفايات والمخلفات والمنتجات المهملة من عمليات التحويل. تقدم هذه المنتجات إمكانيات هائلة للمنتجات ذات القيمة المضافة العالية، خاصة في الصناعات الصيدلانية والغذائية والتجميلية. تستخرج الجزيئات الحيوية مثل أحماض أوميغا 3 وأوميغا 6 من هذه المنتجات وتستخدم في المستحضرات التجميلية أو شبه الصيدلانية لخصائصها المفيدة للبشرة.

تمثل الدراسة استخراج زيت سمك السيف من المنتجات المشتقة، ثم تكريره للاستخدام في المستحضرات التجميلية. يحتوي هذا الزيت على نسب عالية من أحماض أوميغا 3 وأوميغا 6 وأوميغا 9، مع نشاط مضاد للأكسدة. تتمتع الكريم المصنوع بخصائص حسية ممتعة، وتحمل الجلد بشكل جيد وتستقر عند درجة حرارة الغرفة. تساهم هذه المبادرة في دعم استدامة صناعة تحويل منتجات البحر. تم اعتماد هذا المشروع بنجاح من قبل وزارة الاقتصاد المعرفي والشركات الناشئة.