

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة أمحمد بوقرة بومرداس
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



Faculté des Sciences - Département de Chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Analytique

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

OUKACI Miral Amina et OUKACI Saada

Thème

**Extraction et caractérisation d'extraits de végétaux :
application**

Le 07 Juillet 2022

Devant les membres de jury :

Dr B. DJEBARRI	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Présidente
Dr F. BENOUDJIT	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Encadrante
Dr N. KHIER	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Examinatrice
Dr S. CHIKHI	Maitre de conférences B	FS-UMBB	Examinatrice

Année universitaire : 2021 /2022

Remerciements

Nous remercions le bon Dieu le tout puissant de nous avoir donné la force, le courage, la volonté et l'amour du savoir et surtout la patience d'accomplir ce modeste travail.

*Nous tenons à remercier particulièrement notre encadrante Mme **F. BENOUDJIT**, pour sa disponibilité, ses pertinents conseils et sa patience durant la période de réalisation de ce mémoire.*

*Nous adressons toute notre gratitude à Dr **B. DJEBBARI** d'avoir accepté de présider notre jury de soutenance, ainsi que les examinatrices Dr **N. KHIER** et Dr **S. CHIKHI** d'avoir accepté d'évaluer notre travail et nous partager leurs impressions.*

Nous tenons à témoigner toute notre reconnaissance aux personnes suivantes, pour leur aide dans la réalisation de ce mémoire :

*Mr **A. HAMID** et son équipe de nous avoir bien accueillis dans leur distillerie « BIO EXTRAPAMAL » et de nous avoir aidé.*

*Mme **TOUAZI** et les membres du laboratoire SAIDAL Amine, Ridah, Assia et Souad de nous avoir permis de réaliser les analyses spectroscopiques.*

*Le personnel du laboratoire VENUS Ridha, Ramzi, Issam, Fouzi, Oussama, Mohamed, Fadia et spécialement Mr **H. BOUDISSA** de nous avoir aidé et permis de réaliser nos formulations.*

*Mme **S. NAKKAB** et les membres du laboratoire d'hygiène de la wilaya de Blida de nous avoir aidé à effectuer les analyses microbiologiques.*

Membres du laboratoire pédagogique appartenant au Département de chimie (faculté des Sciences UMBB), département de biologie.

Miral et Saada



Dédicaces

C'est avec grande plaisir que je dédie ce modeste travail à :

*Ma chère mère Leila qui m'a soutenu et encouragé pendant toute ma vie, et qui a fait
tout pour que je devienne la femme que je suis.*



*Mon héros papa Hakim qui a toujours été à mes côtés pour me soutenir
et m'encourager.*

*Ma soeur Lamis que j'aime énormément. Merci pour ton soutien morale, tes encouragements.
Je te souhaite plein de réussite.*

Mon petit prince Iyed. J'espère que la vie te réserve le meilleur.



*Ma famille paternelle et maternelle, et mes cousines plus particulièrement Melissa qui m'a
toujour encouragé et à qui je souhaite plus de succès.*

*Mes meilleures amie Lyna, Ikram, Meriem, Chaima et Selma qui ont partagé avec moi tous
les moments d'émotions lors de la ralisation de ce travail.*

Mes camarades du Master chimie Analytique plus particulièrement Soria et Yasmine.

A tous personne qui occupe une place dans mon coeur. je vous dis merci.

Miral





Dédicaces

Je dédie mon travail

A ma famille, elle qui m'a doté d'une éducation digne. Son amour a fait de moi ce que je suis aujourd'hui.

A ma très chère maman Fatima.

Je ne saurai point te remercier comme il se doit quoique je fasse ou que je dise.



*Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide
et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force
pour affronter les différents obstacles.*

A mon héros, mon très cher papa Idir

Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection pour toi.



A ma chère sœur Sarah, ma belle-sœur Chanez et surtout mes deux frères Mohamed l'amine et Menad qui n'ont pas cessé de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études. Que dieu vous protège et vous offre la chance et le bonheur.

Une dédicace spéciale pour mon oncle Aboubaker et sa femme. Merci pour l'accueil et merci de m'avoir considéré comme votre fille.

A tous les cousins et les cousines surtout Zozette et Laly pour leurs soutiens et leurs encouragements

À mes amies Souad, Mimi, Soria et Yasmine. Que Dieu vous bénisse.

À mon cher Radox.

Saada



Sommaire

Introduction.....	1
I.1. Généralités sur les corps gras.....	3
I.1.1. Définition et origine	3
I.1.2. Composition.....	3
I.1.2.1. Triglycérides.....	3
I.1.2.2. Constituants mineurs.....	3
I.2. Généralités sue les huiles végétales.....	8
I.2.1. Définition.....	8
I.2.2. Domaine d'utilisation.....	9
I.2.3. Marché mondiale et algérien des huiles végétales.....	9
I.2.3.1. Marché mondiale.....	9
I.2.3.2. Marché national.....	9
I.3. Méthodes d'extraction des huiles végétales.....	10
I.3.1. Extraction par pressage.....	10
I.3.1.1. Procédé discontinu	10
I.3.1.2. Procédés continus.....	10
I.3.1.3. Paramètres influençant le rendement d'extraction par presse.....	11
I.3.2. Extraction par Soxhlet.....	12
I.3.3. Extraction par ultrasons.....	12
I.3.4. Extraction par voie biologique	13
I.3.5. Extraction au CO₂ supercritique	13
I.4. Généralités sur les oléagineux étudiés et leurs huiles végétales.....	14
I.4.1. <i>cucurbita pipo</i>.....	14
I.4.1.1. Historique et origine.....	14
I.4.1.2. Description botanique.....	14
I.4.1.3. Classification	15
I.4.1.4. Réparation géographique et production	15

I.4.1.5. Utilisations.....	15
I.4.1.6. Huile de la <i>cucurbita pepo</i>	16
I.4.2. <i>Prunus Amygdalus dulcis</i>	17
I.4.2.1. Historique et origine.....	17
I.4.2.2. Classification botanique.....	18
I.4.2.3. Description morphologique.....	18
I.4.2.4. Répartition géographique et production.....	19
I.4.2.5. Propriétés et utilisation.....	20
I.4.2.6. Huile de <i>Prunus Amygdalus dulcis</i>	20
I.5. Généralités sur les émulsions.....	21
I.5.1. Définition.....	21
I.5.2. Classification.....	22
I.5.2.1. Nature de la phase dispersante.....	22
I.5.2.2. Taille des gouttelettes.....	23
I.5.3. Compositions.....	23
I.5.3.1. Phase lipophile.....	23
I.5.3.2. Phase hydrophile	23
I.5.3.3. Emulsifiant.....	23
I.5.3.4. Additifs.....	23
I.5.3.5. Principe actif	24
I.5.4. Utilisation.....	24
I.6. Produits de protection solaire	24
I.6.1. Définition	24
I.6.2. Classification.....	25
I.6.3. Facteur e protection solaire	25
II.1. Informations sur le matériel végétale et les huiles végétales.....	26
II.2. Essais effectués sur le matériel végétale.....	27
II.2.1. Teneurs en eau et en matière volatiles.....	27

II.2.2 Teneur en cendres	28
II.3. Caractérisation des huiles végétales.....	29
II.3.1. Détermination du rendement d'extraction.....	29
II.3.2. Caractéristique organoleptiques.....	30
II.3.3. Caractéristique physico-chimiques.....	30
II.3.3.1. Paramètres physiques.....	30
II.3.3.2. Paramètres chimiques.....	33
II.3.4. Analyses spectrophotométriques	35
II.3.4.1. Extinction spécifique.....	36
II.3.4.2. Dosage des pigments.....	37
II.3.4.3. Détérioration de l'indice de blanchiment.....	37
II.3.4.5. Détermination du SPF	38
II.3.5. Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF).....	38
II.3.6. Observation microscopiques.....	39
II.3.7. Analyses microbiologiques	40
II.3.7.1. Souches microbienne utilisées	40
II.3.7.2. Mode opératoire (Figure II.13)	41
II.4. Incorporation des huiles végétales dans des crème solaire.....	43
II.4.1. Formulation des crèmes solaires.....	43
II.4.1.1. Composition des crèmes	44
II.4.1.2. Protocole de préparation.....	45
II.4.1.3. Conservation des formulations	47
II.4.2. Caractérisation des crèmes solaires	47
II.4.2.1. Caractérisation macroscopique	47
II.4.2.2. Caractérisation physico-chimique	47
II.4.2.3. Observations microscopiques	47
II.4.2.4. Analyses microbiologiques	51

II.4.2.5. Détermination de l'SPF.....	52
II.4.2.6. Rhéologie	53
III.1. Rendement d'extraction.....	54
III.2. Résultats des essais et analyses sur le matériel végétal.....	54
III.3. Résultats des essais et des analyses effectuées sur les huiles végétales.....	55
III.3.1. Propriétés organoleptiques et physico-chimiques	55
III.3.1.1. Caractéristiques organoleptiques.....	55
III.3.1.2. Propriétés physico-chimiques	57
III.3.2. Analyses spectrophotométriques.....	59
III.3.2.1. Extinction spécifique	59
III.3.2.2. Dosage des pigments.....	60
III.3.2.4. Propriétés spectroscopiques.....	61
III.3.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	61
III.3.4. SPF des huiles et de leurs combinaisons	64
III.3.5. Observations microscopiques.....	64
III.3.6. Activité antimicrobienne.....	65
III.4. Caractérisation et étude de stabilité des émulsions formulées.....	66
III.4.1. Caractéristiques organoleptiques et observations macroscopiques.....	66
III.4.2. Caractérisation physico-chimique.....	68
III.4.2.1. Potentiel d'hydrogène	68
III.4.2.2. Viscosité.....	68
III.4.2.3. Indice de réfraction.....	69
III.4.2.4. Essais de centrifugation	70
III.4.2.5. Turbidité.....	70
III.4.2.6. Sens de l'émulsion.....	71
III.4.2.7. Teneurs en eau et en matière volatiles et teneurs en cendre	71
III.4.3. Observations microscopiques.....	72

III.4.4. Analyses microbiologiques des produits cosmétiques.....	73
III.4.5. SPF des formulations	73
III.4.6. Analyses rhéologiques.....	74
III.5 Caractérisation des émulsions formulées après vieillissement (cycle chaud / froid).....	76
III.5.1. Caractéristiques organoleptiques et observations macroscopiques.....	76
III.5.2. Potentiel d'hydrogène	77
III.5.3. Viscosité.....	77
III.5.4. Indice de réfraction	78
III.5.5. Turbidité.....	78
III.5.6. Sens de l'émulsion.....	79
III.5.7. Observations microscopiques	80
III.5.8. Analyses microbiologiques	80
Conclusion et perspectives	81
Références bibliographiques.....	83

Liste des figures

Figure I.1 : Composition des corps gras.....	3
Figure I.2 : Structure d'un triglycéride.....	4
Figure I.3 : Structure du glycérol.....	5
Figure I.4 : Structure des tocophérols.	6
Figure I.5 : Structure des stérols.	6
Figure I.6 : Structure de β carotènes.	7
Figure I.7 : Composition d'un phospholipide.	8
Figure I.8 : Structure générale des cires.	8
Figure I.9 : Production mondiale des principales HVs par rapport à la production mondiale 2011-2012..	9
Figure I.10 : Procédés continus d'extraction de l'huile.	11
Figure I.11 : Schéma [24] et photo du montage d'un extracteur Soxhlet respectivement.....	12
Figure I.12 : Extracteur ultrasons.....	13
Figure I.13 : Différentes parties de la Cucurbita pepo.....	14
Figure I.14 : <i>Cucurbita pepo</i> var. <i>pepo</i> et <i>Cucurbita pepo</i> var. <i>ovifera</i> respectivement.....	15
Figure I.15 : Feuille (a), fleur (b) et fruit (c) de <i>Prunus Amygdalus dulcis</i>	19
Figure I.16 : Représentation schématique d'une émulsion.....	21
Figure I.17 : Différents types d'émulsions simples.....	22
Figure I.18 : Représentation schématique d'émulsions multiples.....	22
Figure I.19 : Représentation schématique d'une microémulsion et d'une nano-émulsion.....	23
Figure II.1 : Matériel végétal étudié (a : A1, b : A2, c : C2)......	26
Figure II.2 : Presse mécanique DL-ZYJ05.....	27
Figure II.3 : Huiles végétales étudiées (a : HA2, b : HC2, c : HA1, d : HC1).....	27
Figure II.4 : Protocole de mesure de la teneur en eau et en matières volatiles.....	28
Figure II.5 : Calcination de la matière sèche dans un four à moufle.....	29
Figure II.6 : Etapes de mesure de la densité des HVs (a : pycnomètre rempli d'eau ; b : pycnomètre rempli d'HV).	31
Figure II.7 : Réfractomètre HANNA HI 96801.....	32

Figure II.8 : pH mètre METTLER TOLEDO.....	33
Figure II.9 : Apparition de la couleur rose lors de la détermination de l'indice d'acide.....	34
Figure II.10 : Spectrophotomètres SHIMADZU UV-1800 (a), Lambda (b) et KLAB (c).....	36
Figure II.11 : Spectrophotomètre IRTF IRAffinity-1S.....	39
Figure II.12 : Microscope optique de type OPTIKA.....	40
Figure II.13 : Stérilisation des disques, préparation des milieux de culture, préparation de l'inoculum et dépôt des disques.....	42
Figure II.14 : Crème solaire de référence.....	44
Figure II.15 : Crèmes solaires F1, F2, et TF respectivement.....	46
Figure II.16 : viscosimètre de marque BROOKFIELD.....	48
Figure II.17 : réfractomètre de marque Anton Paar.....	48
Figure II.18 : Centrifugeuse de marque SIGMA 3-30KS.....	49
Figure II.19 : spectrophotomètre UV-Visible-7220G.....	49
Figure II.20 : Préparation des boîtes de p »trie (a : préparation des solutions, b : coulage des milieux de culture avec les solutions).....	52
Figure II.21 : rhéomètre MCR 302 de marque Anton Paar.....	53
Figure III.1 : Rendement d'extraction d'HVs des quatre espèces végétales étudiées.....	54
Figure III.2 : Teneurs en eau et en matières volatiles, et en cendres des espèces végétales.....	55
Figure III.3 : Extinctions spécifiques des HVs étudiées.....	59
Figure III.4 : Teneur en pigment des HVs étudiées.....	60
Figure III.5 : Valeurs des DBOI des quatre HVS.....	61
Figure III.6 : Spectre infrarouge de l'HA1.....	61
Figure III.7: Spectre infrarouge de l'HA2.	62
Figure III.8 : Spectre infrarouge de l'HC1.....	62
Figure III.9 : Spectre infrarouge de l'HC2.....	63
Figure III.10 : SPF des HVs et leurs combinaisons.....	64
Figure III.11 : Observations microscopiques de (a : HA1, b : HA2, c : HC1, d : HC2).....	65
Figure III.12 : diamètres des zones d'inhibition des HVs et de leurs combinaisons pour différentes souches étudiées.....	66

Figure III.13 : Evolution du pH des formulations au cours du temps.....	68
Figure III.14 : Evolution de la viscosité des formulations au cours du temps.....	69
Figure III.15 : Evolution de l'indice de réfraction des formulations au cours du temps.....	69
Figure III.16 : Résultats des tests de centrifugation des émulsions formulées (a : TF, b : F1, c : F2).....	70
Figure III.17: Turbidité des formulations formulées.....	70
Figure III.18 : Images macroscopiques du test de méthylène de TF, F1, F2 et Réf respectivement.....	71
Figure III.19: Teneurs en eau et en matières volatiles et teneurs, en cendre pour les formulations	71
Figure III.20 : Observations microscopiques des émulsions formulées.....	72
Figure III.21 : Valeurs des SPF des formulations élaborées et la crème de référence.....	74
Figure III.22 : Rhéogramme de TF.....	74
Figure III.23 : Rhéogramme de F1.	75
Figure III.24 : Rhéogramme de F2.	75
Figure III.25 : Rhéogramme de Réf.	76
Figure III.26 : pH des formulations vieilles.....	77
Figure III.27 : Viscosité des formulations vieilles.....	78
Figure III.28: Indice de réfraction des formulations vieilles.....	78
Figure III.29 : Turbidité des émulsions formulées après vieillissement.....	79
Figure III.30 : Image macroscopiques du test de bleu de méthylène de TF, F1, F2, Réf après vieillissement.....	79
Figure III.31 : Observations microscopiques des formulations vieilles.....	80

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Composition chimique de l'huile de graines de <i>Cucurbita pepo</i>	17
Tableau I.2 : Taxonomie de l'Amandier.....	18
Tableau I.3 : Composition chimique de l'huile de <i>Prunus Amygdalus dulci</i>	21
Tableau II.1 : Informations sur le matériel végétal.....	26
Tableau II.2 : Valeurs de $EE(\lambda) \times I$ aux différentes longueurs d'ondes.....	38
Tableau II.3 : Liste des souches microbiennes utilisées.....	40
Tableau II.4 : Liste des antibiotiques utilisés.....	41
Tableau II.5 : Composition des crèmes solaires formulées.....	45
Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques des HVs.....	56
Tableau III.2 : Fonctions chimiques des HVs étudiées.....	69
Tableau III.3 : Caractérisation organoleptiques et observations macroscopiques des émulsions au cours du temps.....	73
Tableau III.4 : Résultats d'analyses microbiologiques des formulations.....	79
Tableau III.5 : Résultats d'analyses microbiologiques des formulations vieilles.....	

Liste des abréviations

AG : acide gras.

AGS : acide gras saturé.

AGIS : acide gras insaturé.

Acrylate crosse polymère : éthyle acétate-cyclohexane.

C_{Ch} : teneur en chlorophylle.

C_{Ca} : teneur en caroténoïde.

DE : Neutralising Broth.

Dipenthénol : 1,2 propylène glycol.

DOBI : détérioration de l'indice de blanchiment.

E/H : eau dans l'huile.

E/H/E : eau dans l'huile dans l'eau.

FAO : Organisation pour l'alimentation et l'agriculture.

F1 : formulation à base de HA1/HC1.

F2 : formulation à base de HA2/HC2.

HA : huile de *Prunus Amygdalus Dulcis*.

HC : huile de graines *Curcubita pepo*.

H/E : huile dans l'eau.

H/E/H : huile dans l'eau dans l'huile.

HV : huile végétale.

Ir et n_d^{20} : indice de réfraction.

I_A : indice d'acide.

I_S : indice de saponification.

I_E : indice d'ester.

IRTF : infrarouge à transformée de Fourier.

IP : indice de protection.

KCG : méthylchloroisothiazolinone , méthylisothiazolinone.

K₂₃₀ : Extinction spécifique à 230 nm.

K₂₇₀ : Extinction spécifique à 270 nm.

EDTA : sel sodique de l'acide éthylène diaminotétracétique.

Lanette o : stéaryle alcool.

MH : milieu Muller Hinton.

OCR : octocrylène.

Octyl : laurate d'éthyle 2 hexyle.

OGA : Gélose à l'oxytétracycline glucose.

PCA : Plate Count Agar.

Rpm : rotation par minute.

Réf : référence « « crème commerciale VENUS » »

SB : Sabouraud.

SPF : facteur de protection solaire.

TEA : triethanolamine.

TF : formulation témoins.

UV : ultraviolet.

UV-A : ultraviolet-A.

UV-B : ultraviolet-B.

Vitamine E : tocopheryl acetate.

ZI : Zone d'inhibitions.

ρ_T : densité à la température T.

$\rho_{T'}$: densité à 20°C.

Introduction

Introduction

Les huiles végétales sont utilisées depuis la préhistoire même si l'origine de leurs apparitions reste inconnue. Mais on a retrouvé des mentions à ce sujet dans les écrits védiques de l'Inde ancienne, tandis que, dans le bassin méditerranéen, les pressoirs se répandent à partir du 3^e millénaire avant notre ère [1]. Les huiles végétales étaient souvent utilisées par les pharaons d'Egypte et surtout par les reines pour fabriquer des produits de soins corporels.

Avec l'avancement de la technologie, les méthodes d'extraction des huiles végétales se sont diversifiées allant des pressoirs manuels basiques à ceux plus modernes, ce qui permet l'obtention d'une multitude d'huiles végétales. Ces dernières sont obtenues à partir de plantes riches en matières grasses nommées plantes oléagineuses. Ainsi, les huiles végétales sont composées d'une grande variété de corps gras.

Parmi les espèces végétales dont les huiles végétales peuvent être extraites : *Prunus Amygdalus dulcis* (amandes douces) et les graines de *Cucurbita pepo* (courges). Ces dernières sont cultivées en Algérie. L'intérêt s'est porté sur les huiles végétales de ces deux espèces en raison de leurs propriétés intéressantes permettant leurs utilisations dans les domaines cosmétique, agroalimentaire et pharmaceutique.

L'objectif de ce travail est l'extraction et la caractérisation d'huiles végétales locales de *Prunus Amygdalus dulcis* et de graines de *Cucurbita pepo* ainsi que leur incorporation dans des crèmes solaires.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres :

Le premier chapitre est réservé à une synthèse bibliographique abordant globalement les huiles végétales ainsi que les différentes méthodes de leur extraction. Le matériel végétal *Prunus Amygdalus dulcis* et *Cucurbita pepo* ainsi que les huiles végétales dont elles sont extraites sont ensuite présentés et détaillés.

Le deuxième chapitre, matériel et méthodes, a porté d'abord sur la présentation du matériel végétal (*Prunus Amygdalus dulcis* et *Cucurbita pepo*) utilisé, la description du procédé d'extraction des huiles végétales ainsi que les différentes techniques et modes opératoires réalisés pour leurs caractérisations physico-chimiques et microbiologiques. Ensuite, le protocole d'incorporation des huiles végétales étudiées dans la formulation de crèmes solaires a été décrit. Ce chapitre se termine, enfin, par évoquer les différentes analyses effectuées en vue de caractériser ces formulations et de suivre leurs stabilités.

Introduction

Le troisième et dernier chapitre regroupe tous les résultats obtenus aussi bien pour la caractérisation des huiles végétales que pour la caractérisation et l'étude de stabilité des crèmes solaires formulées qui sont accompagnées de leurs interprétations respectives.

Ce mémoire se termine par une conclusion qui récapitule les principaux résultats obtenus ainsi que quelques perspectives.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

I.1. Généralités sur les corps gras

I.1.1. Définition et origine

Les corps gras correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique qui se présentent sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux. Ce sont des substances composées d'une grande variété de constituants tels que les triglycérides [2], les phospholipides, les stérols, les tocophérols, etc.

On distingue les corps gras visibles et les corps gras invisibles. Les corps gras « visibles » sont des matières grasses isolées du tissu adipeux des animaux (suifs), des graines oléagineuses (huile d'arachide, de tournesol et de colza), de germe de graines (maïs), de fruits oléagineux (olive, coprah, palme) ou du lait (beurre). Les corps gras « invisibles », font partie intégrante du tissu que l'on consomme : viandes, poissons, fromages, noix [3,4].

I.1.2. Composition

Les corps gras appartiennent à la classe des lipides et sont essentiellement constitués de triglycérides et de constituants mineurs (Figure I.1). Les triglycérides sont composés de glycérol (3-5%) et d'acides gras (90-95 %) [5].

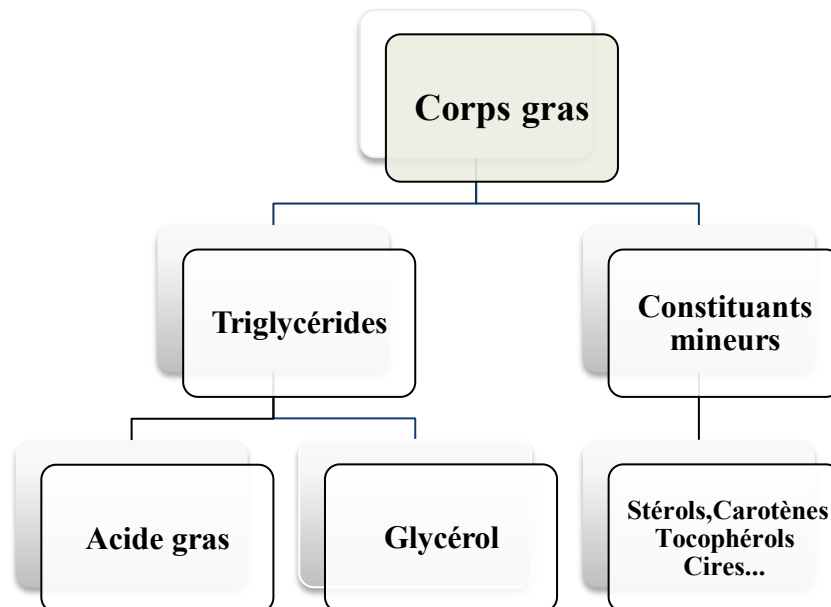


Figure I.1 : Composition des corps gras.

I.1.2.1. Triglycérides

Les triglycérides sont très largement majoritaires (95-99 %) [5] dans les corps gras. Ce sont des triples esters d'acides gras et de glycérol. Il s'agit de molécules très hydrophobes formées d'un glycérol qui est un triol. Ce dernier pourra, par estérification avec des acides gras (AG),

donner des mono esters, des diester ou encore, des triesters (i.e. mono-, di- ou triglycérides) (Figure I.2).

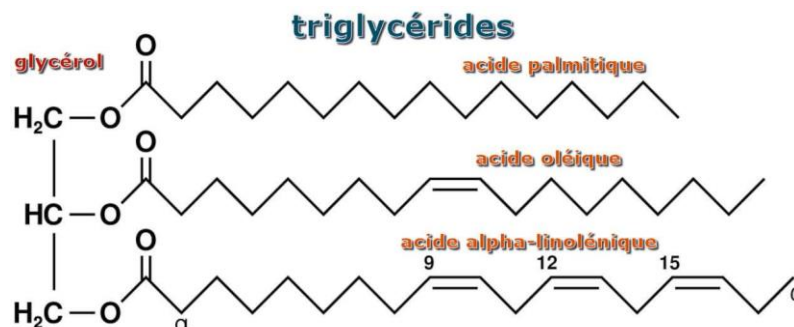


Figure I.2 : Structure d'un triglycéride.

a) Acides gras

a.1) Définition : les AG sont des acides carboxyliques à chaîne carbonée. Ce sont des constituants des graisses et des lipides membranaires. Ces composés peuvent être saturés ou insaturés, hydroxylés ou ramifiés [6].

a.2) Besoins et apports recommandés : la part recommandée des lipides dans l'apport énergétique est de 35 à 40 %. Cette fourchette permet d'assurer la couverture des besoins en AG essentiels et indispensables et prend en compte la prévention des pathologies.

a.3) Classification : les AG peuvent être classés comme suit :

- **Acides gras saturés (AGS) :** ces AG ont des atomes de carbones totalement saturés en hydrogène de formule $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ avec « n » allant de 2 à 20 rarement plus [7].
- **Acides gras insaturés (AGIS) :** ils peuvent présenter une ou plusieurs doubles liaisons. L'insaturation augmente « l'encombrement » de la chaîne carbonée et la rend moins souple. C'est pourquoi les acides gras insaturés donnent des corps gras liquides (i.e. Les huiles) [6]. Les AGIS sont mono insaturés ou polyinsaturés [8] :
 - Les AG gras mono-insaturés présentent une seule double liaison. Ils sont linéaires et ont pour formule chimique $\text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_n-\text{HC}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_p-\text{COOH}$ où n et p sont des nombres entiers positifs ou nuls. L'acide oléique (18:1 n-9) est l'un des AG mono-insaturés les plus abondants.
 - Les AG polyinsaturés contiennent plusieurs insaturations. Ils se distinguent les uns des autres par le nombre et la position de l'insaturation. Il existe deux familles d'AG polyinsaturés essentiels, nommés n-3 (ou oméga-3) et n-6 (ou oméga-6) par rapport à

- la position de la dernière double liaison. Deux AG sont à l'origine de ces familles. Il s'agit de l'acide α -linoléique et l'acide linoléique qui sont les précurseurs respectifs des oméga-3 et des oméga-6. Ces deux AG sont indispensables car ils ne sont pas synthétisables par l'organisme. Seule l'alimentation peut les fournir.

b) Glycérols

Le glycérol (Figure I.3) est un composé chimique de formule $\text{HOH}_2\text{C}-\text{CHOH}-\text{CH}_2\text{OH}$. C'est un liquide incolore, visqueux et inodore au goût sucré. Le glycérol est un trialcool qui estérifié par les acides gras, conduit aux mono, di et triglycérides. Il représente environ 10 % en poids des triglycérides [9].

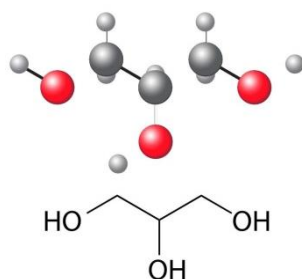


Figure I.3 : Structure du glycérol.

I.1.2.2. Constituants mineurs

Les constituants mineurs sont de natures diverses. Ils représentent 1-4 % des corps gras. On distingue ce qui suit :

a) Tocophérols

a.1) Définition : le terme « tocophérol » recouvre plusieurs composés : α -tocophérol, β -tocophérol et γ -tocophérol. Présents dans les huiles végétales alimentaires, ils assurent la protection vis-à-vis de l'oxydation [10].

a.2) Structure : les tocophérols sont constitués par un noyau commun hydroxychromane et une chaîne latérale saturée phytyle à 16 carbones (Figure I.4). Le nombre et la position des groupements méthyle sur le noyau hydroxychromane définissent les différentes formes de tocophérols. La forme la plus active est l' α -tocophérol que l'on rencontre le plus fréquemment dans la nature. Les β et γ tocophérols ont une activité vitaminique réduite (respectivement 40 et 15 % environ de l'activité de la forme α , alors que la forme δ est pratiquement inactive).

a.3) Propriétés physico chimiques : à la température ambiante, les tocophérols se présentent sous forme d'une huile visqueuse de coloration jaune pâle. Ils sont insolubles dans l'eau, très

solubles dans les graisses, les huiles et les solvants organiques (éthers, acétone, chloroforme, méthanol, alcools méthyliques et éthyliques). Les tocophérols sont peu sensibles à la chaleur, à la lumière et aux acides, mais très sensibles à l'oxydation et aux bases. Les esters de tocophérols et notamment l'acétate de DL- α -tocophérol sont relativement stables [11].

a.4) Sources des tocophérols : les sources d'oléagineux riches en vitamine E sont les huiles (tournesol, soja, maïs, olive, arachide, etc.).

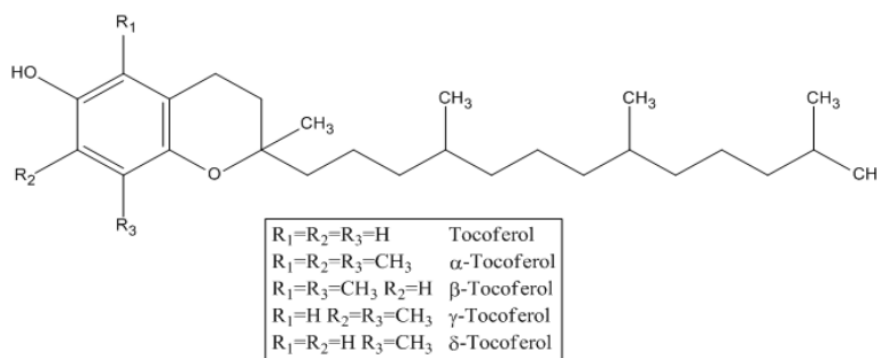


Figure I.4 : Structure des tocophérols.

b) Stérols

Les stérols sont des molécules lipidiques possédant une structure tétracyclique, un groupement hydroxyle sur le troisième carbone et une chaîne aliphatique sur le 17^{ème} carbone (Figure I.5). La structure des stérols varie essentiellement au niveau de la nature de la chaîne aliphatique en C_{17} (nombre de carbone, alkylation et insaturation) ainsi qu'au niveau de la position et du nombre d'insaturation sur les cycles [11].

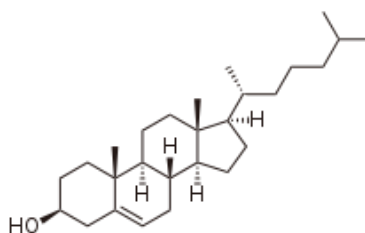


Figure I.5 : Structure des stérols.

c) Caroténoïdes

c.1) Définition : les caroténoïdes sont des pigments lipophiles sensibles à la lumière (rayonnement ultraviolet) et à la chaleur [5]. Les caroténoïdes et plus particulièrement les trans- β -carotènes, sont des précurseurs de la vitamine A. Les huiles végétales non raffinées en contiennent en général de faibles quantités.

c.2) Structure : les caroténoïdes sont des hydrocarbures fortement insaturés, de couleur jaune à orange [12]. Ils comprennent les carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans les huiles végétales sont les β carotènes (figure I.6).

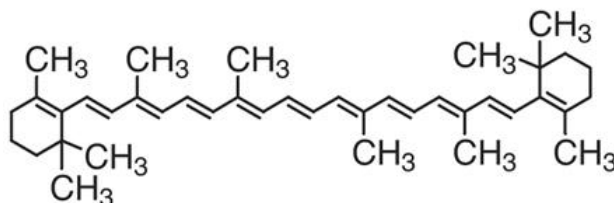


Figure I.6 : Structure de β carotènes.

d) Alcools triterpéniques

Ce sont des composés provenant de la polycyclisation du squalène, hydrocarbure à 30 atomes de carbone. Ainsi, on distingue les alcools triterpéniques comportant 3 cycles hexagonaux et un cycle pentagonal et les alcools triterpéniques pentacycliques spécifiques. Dans le règne végétal, les alcools triterpéniques les plus rencontrés sont le cycloarténol, le 24-méthylènenecycloartanol, les α et β amyrines et l'érythrodiol [13]. Les alcools triterpéniques sont très intéressants, principalement en raison de leur activité anti-inflammatoire et cytostatique sur les cellules cancéreuses et pour leur action antibactérienne [13].

e) Hydrocarbures

Ce sont des paraffines de 11 à 35 atomes de carbone. Ils se trouvent à l'état de trace dans l'huile [14].

f) Phospholipides

La molécule de phospholipide est formée à partir de quatre constituants : des AG, une plate-forme à laquelle sont fixés les AG, un phosphate et un alcool lié au phosphate (Figure I.7). La plate-forme sur laquelle les phospholipides sont construits peut-être le glycérol, alcool à trois carbones, alcool plus complexe [15].

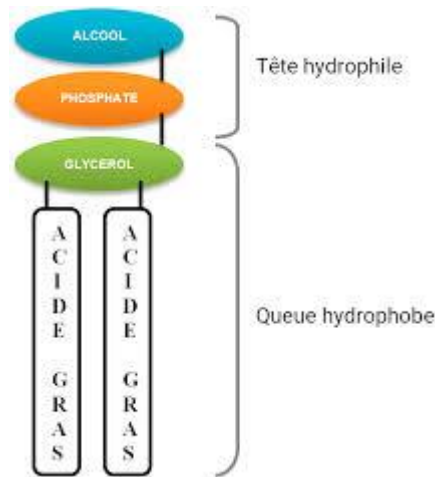


Figure I.7 : Composition d'un phospholipide.

h) Cires

Les cires naturelles (Figure I.8) sont des esters d'AG et de mono-alcool aliphatique. Les cires sont présentes aussi bien dans les lipides animaux que dans les lipides végétaux [16].

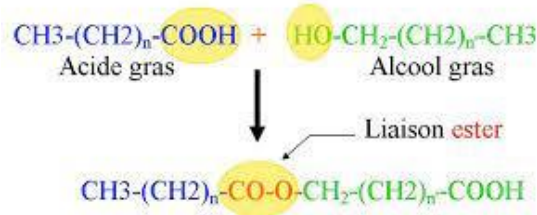


Figure I.8 : Structure générale des cires.

i) Chlorophylles

Les chlorophylles représentent les pigments verts des végétaux. Elles jouent un rôle fondamental dans la photosynthèse et sont liposolubles. Les chlorophylles les plus communes sont les chlorophylles a et b.

I.2. Généralités sur les huiles végétales

I.2.1. Définition

Selon la Pharmacopée Européenne [17], les huiles grasses végétales sont principalement des triglycérides d'AG sous forme solide ou liquide. Elles peuvent contenir de petites quantités d'autres lipides tels que des cires, des AG libres, des glycérides partielles ou des substances insaponifiables. Elles sont obtenues à partir des graines, du fruit ou du noyau de plantes

diverses par pression et/ou extraction au moyen de solvants, puis sont éventuellement raffinées et hydrogénées.

I.2.2. Domaine d'utilisation

Les huiles végétales (HVs) peuvent être de multiples usages comme suit :

- Dans l'alimentation : ex. friture et assaisonnement.
- En cosmétique : ex. fabrication de savons et de produits de beauté.
- Dans les produits pharmaceutiques : ex. dans la formulation des crèmes.
- Dans le domaine énergétique : ex. production d'électricité et de biocarburant.

I.2.3. Marché mondial et algérien des huiles végétales

I.2.3.1. Marché Mondial

L'huile de palme arrive en tête de la production mondiale globale (32%) devant l'huile de soja, de colza et de tournesol qui viennent avec des pourcentages voisins de la moitié des deux premières citées (Figure I.9).

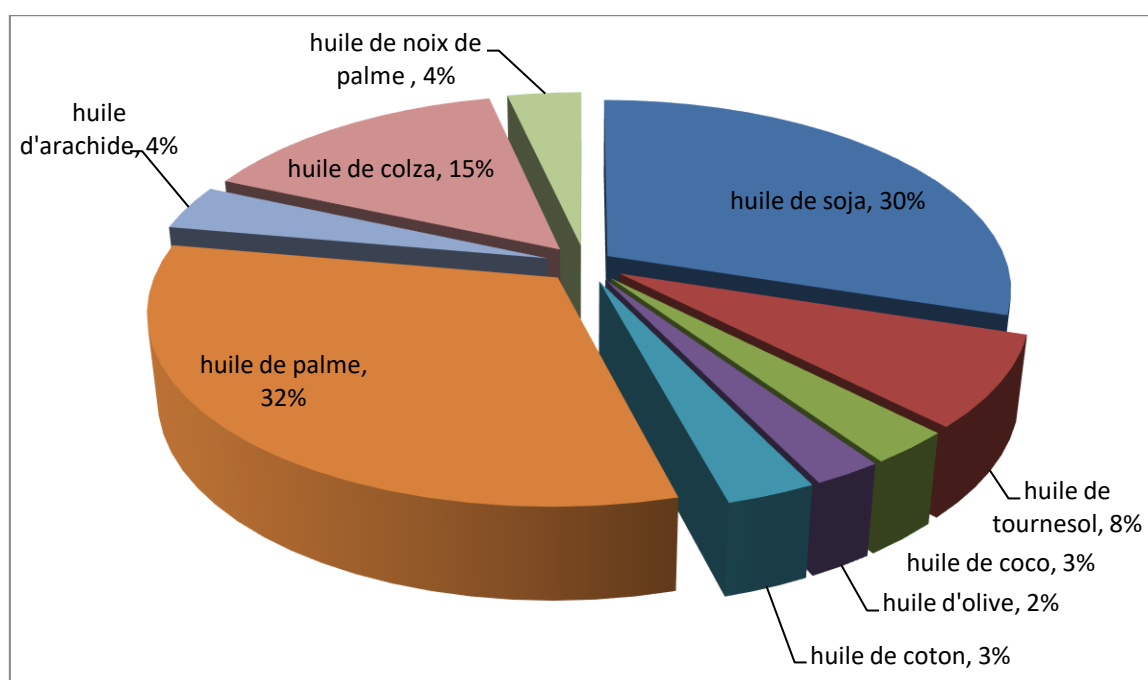


Figure I.9 : Production mondiale des principales HVs par rapport à la production globale 2011-2012 [18].

I.2.3.2. Marché national

Après l'indépendance, la consommation nationale en HVs n'a pas cessé d'augmenter. En 2009, la consommation d'HVs s'établissait à un peu plus de 12 kg/personne en Algérie contre

17 kg en Tunisie et 12 kg au Maroc. L'huile d'olive, produite traditionnellement ne représente que 13% de cette consommation. Elle est largement supplantée par l'huile de soja (49%). L'Algérie consomme également les huiles de tournesol (13%), de colza (7%) et d'arachide (5%) [19].

I.3. Méthodes d'extraction des huiles végétales

I.3.1. Extraction par pressage

I.3.1.1. Procédé discontinu

A partir d'un produit composé de solides et de liquides, l'extraction par pression (ou pressage) discontinu permet de séparer les liquides en leur appliquant une pression extérieure. Le produit est supporté par une paroi ou une toile permettant le passage du liquide. Cependant, dans la plupart des cas, le pressage est moins coûteux que d'autres solutions alternatives. Il est, en particulier, considérablement plus efficace sur le plan énergétique, que l'extraction par solvant. L'huile obtenue par pression est dite de première pression. Le tourteau rejeté contient encore une partie plus ou moins importante de l'huile résiduelle. Cette dernière peut être extraite par solvant ou par pression après chauffage du tourteau. L'huile obtenue est communément appelée huile de seconde pression. Par ce procédé, on obtient une huile très pure ne contenant aucune substance étrangère. Par contre, ce procédé ne retire pas l'entièreté de l'huile des graines. Il reste, selon le type de graines extraites, 9 à 20% d'huile dans le tourteau d'extraction. Cette partie de l'huile ne pourra donc pas être valorisée comme huile de consommation. Ceci explique pourquoi les huiles pressées sont plus onéreuses que les huiles extraites par solvant [19].

I.3.1.2. Procédés continus

Les procédés continus sont maintenant les seuls utilisés en huileries industrielles (Figure I.10). A cet effet, des presses à cages métalliques filtrantes sont employées. La graine broyée y est introduite et y est comprimée par une combinaison de vis sans fin à pas dégressif nommé « arrangement » tournant à vitesse généralement lente. Un cône, dont on peut régler la position, délimite à l'extrémité de la cage un espace annulaire plus ou moins rétréci et par lequel sort le tourteau. Le réglage du cône, le choix de l'arrangement et la vitesse de rotation sont des facteurs déterminants du degré d'épuisement du tourteau. Une cage de presse moderne est divisée en sections. Les barreaux sont séparés les uns des autres par des petites cales calibrées en acier. L'espacement entre les barreaux n'est pas le même pour les diverses

sections de la cage. Il varie suivant la nature de la graine triturée et de la façon dont on fait travailler la presse. De la disposition de ces divers éléments entre eux, et aussi du choix du pas de vis et de la vitesse de rotation de l'arbre, dépendent le rendement de la presse et son utilisation [20].

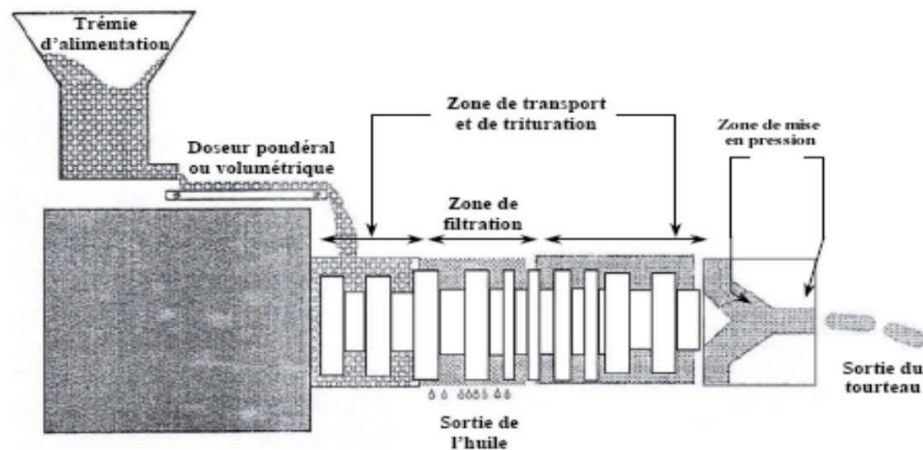


Figure I.10 : Procèdes continus d'extraction de l'huile.

1.3.1.3. Paramètres influençant le rendement d'extraction par presse [21]

a) Effeuillage

L'effeuillage est une opération nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. A défaut de disposer d'un système mécanique, cette opération peut être effectuée manuellement.

b) Lavage

C'est une opération fondamentale qui doit être généralisée à toutes les unités à presse pour éviter les problèmes suivants :

- Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques (odeur, gout) de l'huile.
- Une baisse du rendement d'extraction, sachant que les terres accompagnant absorbent près du quart (20%) de leur poids en huile.
- Une augmentation de la proportion des fonds de pile qui entravent une bonne séparation des phases liquides.

I.3.2. Extraction par Soxhlet

L'extraction par Soxhlet est une méthode simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à l'épuisement complet du soluté dans la matière première [22]. Un extracteur Soxhlet (Figure I.11) est une pièce de verrerie qui permet de faire l'extraction par solvant continue d'une espèce chimique contenue dans une poudre solide. Cet appareil porte le nom de son inventeur Franz Von Soxhlet [23].

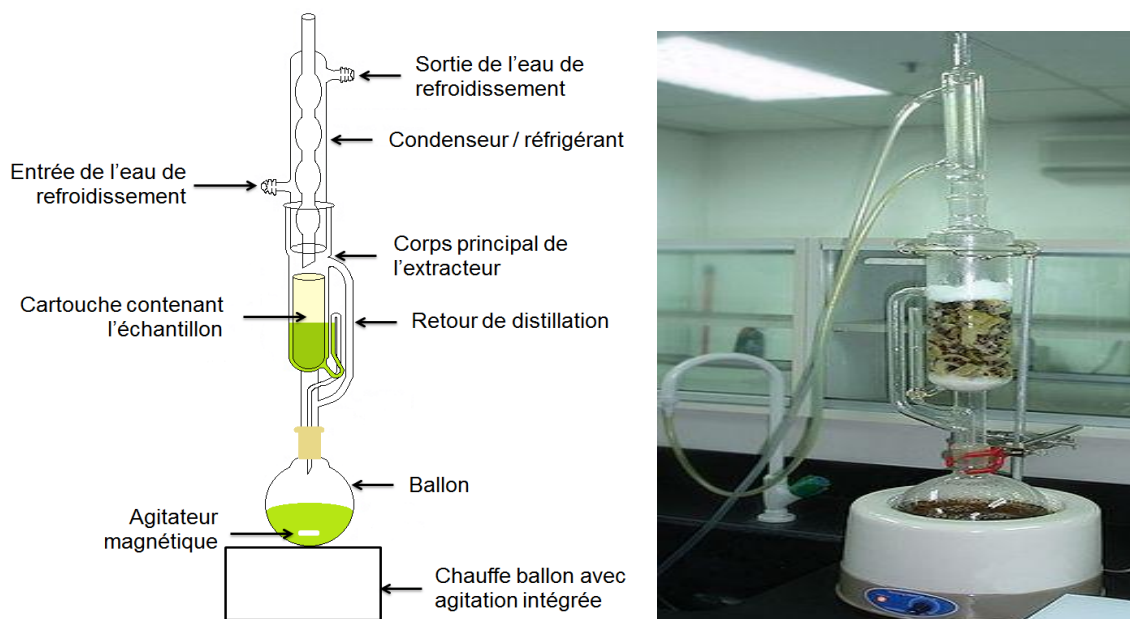


Figure I.11 : Schéma [24] et photo du montage d'un extracteur Soxhlet respectivement.

I.3.3. Extraction par ultrasons

Les ultrasons sont des ondes mécaniques capables de se déplacer dans un milieu élastique à une fréquence supérieure à la limite maximale d'audibilité de l'oreille humaine. La diversité des appareillages et des actions des ultrasons permet une large gamme d'applications. L'utilisation des ultrasons pour l'extraction des huiles sur les matrices végétales est un nouvel outil permettant d'augmenter les rendements ou/et d'accélérer les cinétiques d'extraction. Ces améliorations peuvent être attribuées à l'amélioration de la diffusion des substances dissoutes de l'intérieur de la cellule vers le milieu d'extraction [25].



Figure I.12 : Extracteur ultrasons.

I.3.4. Extraction par voie biologique

Fulbrook [26], a montré qu'il était possible d'accroître les rendements d'extraction d'huile par un solvant après modifications enzymatiques à l'aide d'hydrolases (issues de *Bacillus subtilis* et d'*Aspergillus niger*). Il a affirmé que l'utilisation de systèmes enzymatiques donnait d'excellents rendements d'extraction. De plus, ce type d'extraction permet une réduction de la quantité d'huile dans les tourteaux et d'améliorer la stabilité au stockage de l'huile en augmentant la quantité d'antioxydants [27].

I.3.5. Extraction au CO₂ supercritique

L'extraction au CO₂ supercritique consiste à traiter une matière première végétale et naturelle avec du CO₂ à l'état supercritique. Dans cet état, le CO₂ a la viscosité d'un gaz et la densité d'un liquide, ce qui fait de lui un bon solvant. Le CO₂ supercritique entraîne les molécules d'huile dans un séparateur. La pression est ensuite abaissée afin de séparer le CO₂ de l'extrait. Le CO₂ devient alors gazeux et recircule jusqu'à l'extraction totale de la matière première. Les molécules précipitent au fond du séparateur avant d'être recueillies. Cette technique permet de préserver les qualités organoleptiques de la matière première naturelle puisque la séparation de l'extrait du CO₂ supercritique se fait à température ambiante. L'extraction au CO₂ supercritique est une méthode écologique car elle ne génère pas de gaz à effet de serre, ni de polluant.

I.4. Généralités sur les oléagineux étudiés et leurs huiles végétales

I.4.1. *Cucurbita pepo*

I.4.1.1. Historique et origine

La *Cucurbita pepo* est une espèce cultivée comme légume dans le monde entier. Elle existe également en forme sauvage en Europe et en Asie. L'origine de la *Cucurbita pepo* est incertaine. L'ancêtre commun de toutes les variétés actuelles provient probablement du Mexique selon les résultats archéologiques [28]. De plus, leur plus ancienne présence dans l'alimentation humaine est décelée 7000 ans avant notre ère au Mexique.

I.4.1.2. Description botanique

La *Cucurbita pepo* peut porter des vrilles qui lui permettent de ramper et grimper. Elle peut aussi ne pas en avoir et garder un port buissonnant. Sur ses tiges anguleuses et parfois cannelées apparaissent des poils piquants. Les feuilles sont alternes, simples, lobées, sans stipules possédant des marques argentées. Ses fleurs, jaune citron à jaune doré sont solitaires, unisexuées et régulières.

Le fruit de la *Cucurbita pepo* (courge) est une baie charnue, uniloculaire, sans cavité centrale, cylindrique, parfois en massue (Figure I.13). Sa chair, blanchâtre à jaune ou orange, contient de nombreuses graines. Les fruits de la *Cucurbita pepo* naissent à partir des axillaires foliaires, attachés par un pédoncule épais et court. Ils sont récoltés avant maturité complète avant qu'ils ne durcissent. En conditions printanières précoces, les premiers fruits sont récoltés entre 70 et 85 jours après le semis. Le fruit de la *Cucurbita pepo* peut atteindre 50 kilogrammes à maturité et présente une large variété de couleurs. Il est soit couvert de petites taches saillantes verruqueuses soit lisse, parfois profondément cannelée. L'intensité de la couleur est un facteur variétal [29].



Figure I.13 : Différents parties de la *Cucurbita pepo*.

I.4.1.3. Classification

Cucurbita pepo appartient à la famille des *Cucurbitaceae* et à la tribu des *Cucurbiteae*. Cette espèce se divise en deux sous-espèces : *Cucurbita pepo* var. *pepo* et *Cucurbita pepo* var. *ovifera* (Figure I.14).



Figure I.14 : *Cucurbita pepo* var. *pepo* et *Cucurbita pepo* var. *ovifera* respectivement.

I.4.1.4. Répartition géographique et production

a) Dans le monde

26 522 472 tonnes de *Cucurbita pepo* sont produites par an. La Chine en est le plus grand producteur au monde avec 7 838 809 tonnes par an. L'Inde arrive en deuxième position avec 5 073 678 tonnes de production annuelle [30].

b) En Algérie

Selon les services des wilayas du sud, les superficies consacrées à cette culture ont atteint durant la saison écoulée sont d'environ 200 hectares, soit une production globale d'environ 25 000 quintaux, avec un rendement moyen de 127 quintaux à l'hectare [31].

I.4.1.5. Utilisations

a) Sur le plan alimentaire

La chaire de la *Cucurbita pepo* est consommée cuite. Elle est incorporée comme additif alimentaire dans plusieurs produits (chips, etc.) et dans la préparation des jus [32]. Ses fleurs sont également comestibles durant la période d'été et d'automne. Les graines de la *Cucurbita pepo* sont parfois fermentées et employées comme ingrédient dans certaines préparations (farine de blé) [33].

b) Sur le plan thérapeutique

La *Cucurbita pepo* a été employée traditionnellement en médecine dans plusieurs pays, car elle présente de nombreuses propriétés biologiques telles que les activités antidiabétique, anti-hypertensive, anti-tumorale, antibactérienne et anti-inflammatoire [34]. Les graines et ses huiles riches en acides gras mono-insaturés et polyinsaturés sont utilisées pour soulager les troubles bénins de la prostate [35]. Les graines de la *Cucurbita pepo* sont utilisées pour la fabrication de vermifuge qui permet le soulagement des crampes abdominales et l'élimination des vers intestinaux [34].

I.4.1.6. Huile de la *Cucurbita pepo*

a) Propriétés

L'huile végétale (HV) de la *Cucurbita pepo* est extraite généralement par pression à froid de ses graines. Elle est caractérisée comme suit :

a.1) Propriétés organoleptiques [35]

- Aspect : liquide.
- Couleur : marron brun ou verdâtre.
- Odeur : caractéristique et légère.

a.2) Propriétés physiques [36]

- Densité à 20°C comprise entre 0,918 et 0,927.
- Indice de réfraction à 20°C compris entre 1,471 et 1,474.

a.3) Propriétés Chimiques [36]

- Indice d'acide compris entre 8,98 et 10,66.
- Indice de saponification compris entre 182,32 et 190,74.

a.4) Composition chimique

L'huile de graines de la *Cucurbita pepo* (HC) extraite par pression à froid est composée essentiellement par des AG (Tableau I.1). L'HC contient également des vitamines, des minéraux et des stérol

Tableau I.1 : Composition chimique de l'huile de graines de *Cucurbita pepo* [35].

Acides gras	Pourcentages
Acide palmitique	6,0 à 13,0 %
Acide stéarique	4,5 à 8,0 %
Acide oléique	14,0 à 41,0 %
Acide linoléique	44,0 à 61,0 %
Acide alpha-linolénique	5,0 à 15,0 %
Acide gamma-linolénique	0 à 2,0 %

b) Domaine d'utilisation

L'HC à diverses utilisations compte tenu de ses nombreux bienfaits :

- Elle est largement utilisée par les hommes pour soigner l'hypertrophie bénigne de la prostate.
- Elle est efficace pour prévenir l'apparition de caries dentaires et les affections de la bouche (aphtes et fissures labiales).
- Elle s'avère très utile pour les femmes enceintes ou allaitantes à qui elle fournit des ressources supplémentaires pour compenser les dépenses énergétiques et minérales plus importante.
- Elle est utilisée dans le domaine alimentaire aussi bien en cuisine qu'en complément alimentaire.
- Elle est employée dans le domaine cosmétique comme huile de massage pour la prévention de vergetures de grossesse, dans les soins capillaires, pour redonner brillance et beauté à la chevelure et répare les cheveux secs et cassants, comme ingrédient revitalisant et anti-âge dans les crèmes de visage et du corps.

I.4.2. *Prunus Amygdalus dulcis***I.4.2.1. Historique et origine**

L'amandier (*Prunus Amygdalus dulcis*) serait originaire des régions chaudes et sèches du Proche et du Moyen-Orient. Il est cultivé en Chine depuis 3 000 ans et en Grèce depuis 2 500 ans. Lors de la conquête de l'Espagne, les Arabes ont apporté avec eux des noyaux d'amande qu'ils ont plantés. De là, l'amandier s'est répandu tout le long des côtes de la Méditerranée [37].

I.4.2.2. Classification botanique

L'amandier appartient à la famille des Rosaceae et à la sous-famille des Amygdaloideae. Son genre est *Prunus* et son espèce est *Prunus amygdalus* [38].

Tableau I.2 : Taxonomie de l'Amandier.

Ordre	Rosales
Famille	Rosaceae
Sous famille	Amygdaloideae
Genre	Prunus
Espèce	Prunus amygdalus

I.4.2.3. Description morphologique

Roberte [39] a décrit l'amandier comme suit (Figure I. 15) :

- Arbre : de grandeur moyenne (6 à 8 mètres) et de port dressé.
- Système racinaire : puissant, peu ramifié et profondément ancré dans le sol.
- Feuilles (a) : allongées et étroites.
- Fleurs (b) : d'un blanc rosé, les fleurs sont composées de 5 pétales et 5 sépales. Elles sont formées au cours de l'été et s'épanouissent très tôt au printemps. L'amandier porte un nombre de fleurs considérable mais seulement 30% d'entre elles donneront des fruits.
- Fruit (c) : c'est est une drupe, le mésocarpe a un aspect duveteux, sous le mésocarpe se trouve un noyau allongé à coque plus ou moins dure selon les variétés.

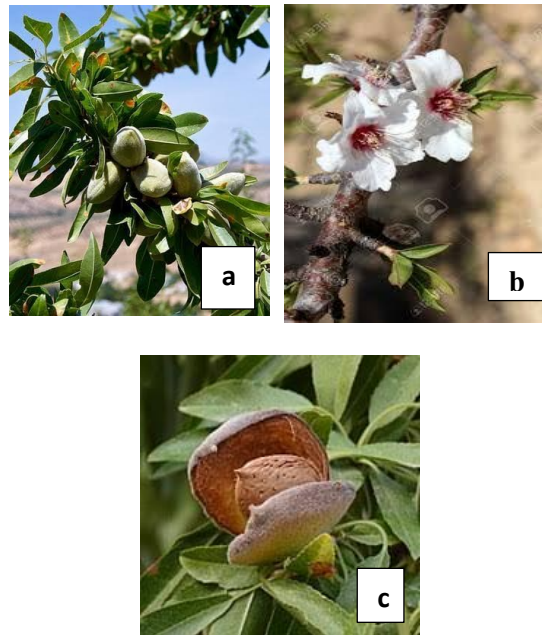


Figure I.15 : Feuille (a), fleur (b) et fruit (c) de *Prunus Amygdalus dulcis*.

I.4.2.4. Répartition géographique et production

a) Dans le monde

Selon le rapport de la FAO (Organisation pour l'alimentation et l'agriculture) [40], la production mondiale d'amandes décortiquées en 2005 est estimée à plus de 1,7 million de tonnes. Cette production a augmenté d'environ 20 % au cours des dix dernières années. 55 % de la production mondiale provient des États-Unis, suivis de l'Australie avec 8 % et de l'Europe avec 7 %.

b) En Algérie

L'amandier existe à l'état spontané en Algérie. A l'est de l'Algérie, les vergers d'amandiers se trouvent dans les Wilayas de Guelma et de Constantine et s'étendent vers le centre-est de l'Algérie de la wilaya de Sétif vers Bejaïa et allant jusqu'à la Wilaya d'Alger. La commune de Miliana (Wilaya d'Aïn Defla), au centre-sud d'Alger, est aussi un lieu du peuplement des amandiers d'amandes amères. A l'ouest du pays, dans la Wilaya de Tlemcen et celle d'Oran, l'amandier d'amande amère est utilisé comme porte-greffe et les amandes amères ne sont pas exploitées ni industriellement, ni de manière artisanale [41]. La production de l'amande en Algérie est estimée à 61 943 tonnes [40].

I.4.2.5. Propriétés et utilisation

Les amandes contiennent plusieurs nutriments à savoir les AG insaturés, les protéines, les vitamines et les minéraux. En plus de leur valeur nutritionnelle, elles sont douées de nombreuses vertus thérapeutiques et pharmacologiques comme les effets anti-stress [42] anti-oxydant [43] et immunostimulant [44]. Les amandes sont un remède alimentaire utile pour l'anémie car elles contiennent du cuivre, du fer et des vitamines. La consommation d'amande douce aurait un effet calmant sur les douleurs et aigreurs d'estomac par le film lipidique qui se dépose sur la muqueuse et qui pourrait limiter un peu les effets irritants des sécrétions acides [45]. Les amandes sont largement utilisées en industries alimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

I.4.2.6. Huile de *Prunus Amygdalus dulcis*

a) Propriétés

L'huile de *Prunus Amygdalus dulcis* (HA), extraite par pression à froid se caractérise par les propriétés suivantes [46]:

a.1) Caractéristiques organoleptiques :

- Aspect : liquide.
- Couleur : jaune pâle.
- Odeur : douce et peu marquée.

a.2) Caractéristiques physiques :

- Densité à 20°C : entre 0,910 et 0,920.
- Indice de réfraction à 20°C : entre 1,461 et 1,473.

a.3) Caractéristiques Chimiques

- Indice d'acide : inférieur ou égale à 2.
- Indice de saponification entre 185 et 200.

a.4) Composition chimique

Il existe 3 AG prédominants dans l'HA (Tableau I.3) [47].

Tableau I.3 : Composition chimique de l'huile de *Prunus Amygdalus dulcis*.

Acide gras	pourcentage
Acide oléique	57,5 – 78.7 %
Acide linoléique	12 – 33,9 %
Acide palmitique	5,2 – 6,7 %

b) Utilisations

Selon Jacqueline et al. [48] et Qing-An et al. [49], l'HA est classé parmi les huiles cosmétiques les plus connues qui s'utilise pour le massage du corps. C'est une huile qui agit comme un hydratant naturel pour tous les types de peau. L'HA est hautement absorbable par la peau. Elle permet de maintenir un équilibre hydrolipidique normal, d'alléger les démangeaisons et les irritations cutanées, de lutter contre les inflammations et de soulager les douleurs musculaires. Cette huile est employée comme crème hydratante, antiride et anti vieillissement de la peau.

I.5. Généralité sur les émulsions

I.5.1. Définition

Une émulsion est une dispersion homogène, sur le plan macroscopique, d'un liquide en fines gouttelettes dans un autre liquide où les deux sont non miscibles. Il s'agit donc d'une dispersion de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. On distingue (Figure I.16) :

- un liquide sous forme de fines gouttelettes dispersées et discontinu nommé « phase interne » ;
- un liquide dispersant et continu nommé « phase externe ».

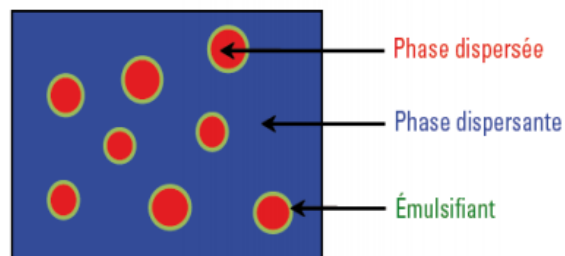


Figure I.16 : Représentation schématique d'une émulsion [50].

I.5.2. Classification

Les émulsions sont classées suivant deux critères :

I.5.2.1. Nature de la phase dispersante

Il existe essentiellement deux types d'émulsions :

a) Emulsion simple

C'est une émulsion composée d'une phase hydrophile, d'une phase lipophile et d'un émulsifiant. L'émulsion simple est de type huile dans l'eau (H/E) ou eau dans l'huile (E/H) (Figure I.17).

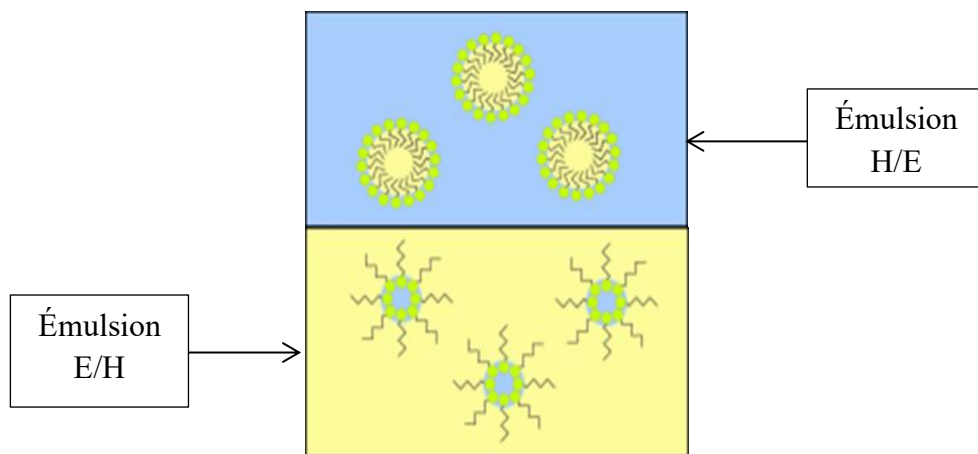


Figure I.17 : Différents types d'émulsions simples.

b) Emulsion multiple

L'émulsion multiple est une émulsion simple dispersée à son tour dans une phase continue externe. Les émulsions multiples sont de type eau dans l'huile dans l'eau (E/H/E) ou huile dans l'eau dans l'huile (H/E/H) (Figure I.18).

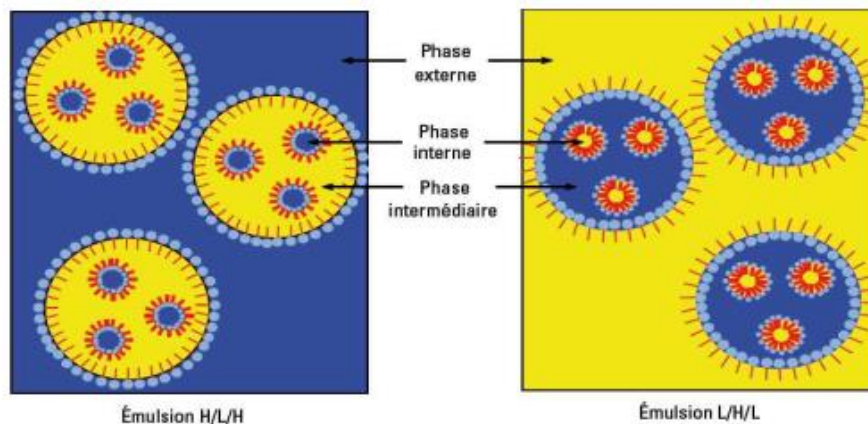


Figure I.18 : Représentation schématique d'émulsions multiples.

I.5.2.2. Taille des gouttelettes

En fonction de la taille moyenne des gouttelettes de la phase dispersée, différentes émulsions peuvent être distinguées : nanoémulsions et microémulsion (Figure I.19).

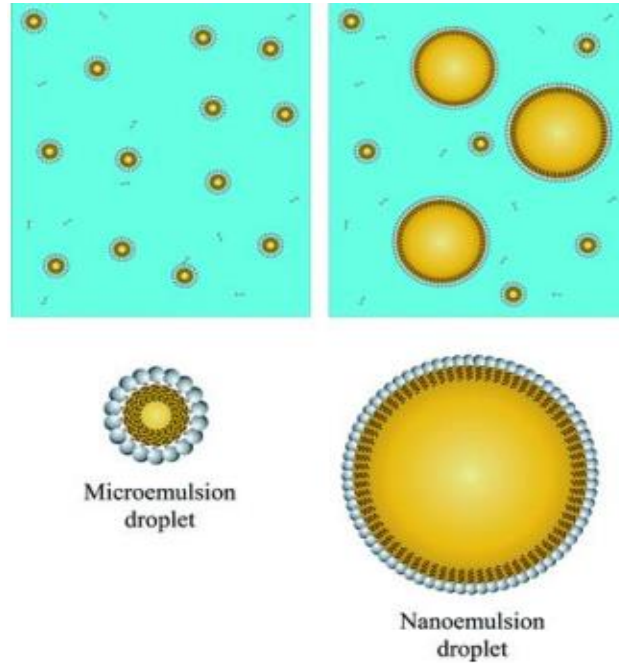


Figure I.19 : Représentation schématique d'une microémulsion et d'une nano-émulsion.

I.5.3. Compositions

Les principaux composés d'une émulsion sont les suivants [51] :

I.5.3.1. Phase lipophile

Egalement appelée phase grasse, phase huileuse ou phase organique, la phase huileuse est généralement constituée d'un mélange d'ingrédients d'origines variées qui, à température ambiante, se trouvent respectivement sous forme liquide, semi-solide et solide.

I.5.3.2. Phase hydrophile

Appelée également phase aqueuse, la phase hydrophile contient généralement de l'eau et des composés solubles en phase aqueuse dits composés hydrosolubles.

I.5.3.3. Émulsifiant

Egalement appelés émulsionnants, tensioactifs, surfactants ou agents de surface, les émulsifiants sont des substances qui forment un « film interracial » autour des gouttelettes se

trouvant dans la phase dispersée. Ils donnent une stabilité importante dans le temps aux émulsions.

I.5.3.4. Additifs

Les additifs se distribuent entre la phase aqueuse et la phase grasse suivant leur solubilité. En fonction du type d'émulsion (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique, etc.) des substances peuvent être ajoutées à l'une ou l'autre des phases pour conférer au produit diverses propriétés (augmentation de la durée de conservation, modification du goût, de la texture, de l'aspect, maintien de l'humidité, etc.).

I.5.3.5. Principe actif

Les émulsions pharmaceutiques et cosmétiques de soin comportent au moins un principe actif dans l'une ou l'autre des phases de l'émulsion. Son rôle est d'assurer l'efficacité du produit final grâce aux propriétés qu'il comporte.

I.5.4. Utilisation

Les émulsions sont utilisées dans plusieurs domaines parmi eux :

- Industrie alimentaire : les opérations d'émulsification sont mises en œuvre dans le domaine alimentaire soit pour améliorer des émulsions naturelles (ex. lait entier), soit pour créer des émulsions à partir de phases au départ non dispersées. La mayonnaise peut être prise comme exemple type d'émulsion alimentaire.
- Industries cosmétiques et pharmaceutiques : les formules et les procédés de fabrication des émulsions cosmétiques et pharmaceutiques les plus courantes, destinées à une application topique, sont assez proches. Leur structure est simple par rapport à celle de nombreuses émulsions alimentaires mais les voies d'administration des émulsions pharmaceutiques sont variées et les contraintes de formulation et de structure plus grandes.

I.6. Produits de protection solaire

I.6.1. Définition

Les produits de protection solaire (crèmes, gels, huiles ou aérosols) sont des produits cosmétiques destinés à protéger la peau des méfaits des rayonnements ultraviolets du soleil (UVA et UVB) [52].

I.6.2. Classification

Il existe deux grandes catégories de produit de protection solaire selon la nature des filtres et leurs modes d'actions [53] :

- Filtres organiques ou chimiques : ils agissent par absorption des rayonnements UV (ex : Oxybenzone, acide para-aminobenzoïque).
- Filtres inorganiques ou minéraux : ils agissent par réflexion des rayons UV (dioxyde de titane et oxyde de zinc).

I.6.3. Facteur de Protection Solaire [53]

Le facteur de protection solaire (SPF) ou indice de protection (IP) est une mesure de l'efficacité des photo-protecteurs vis-à-vis des effets à court terme des rayonnements UV. C'est un nombre qui indique le taux de protection anti-UVB conféré par le produit. Celui-ci est mesuré au laboratoire et déterminé par des tests.

Plusieurs facteurs peuvent influencer le SPF :

- **Caractéristiques de la personne** : âge, type de peau, teneur en mélanine de la peau et degré du bronzage déjà acquis, température de la peau, niveau d'hydratation, transpiration, partie du corps exposé et épaisseur de la peau.
- **Conditions environnementales** : intensité des UV, température de l'air et son degré d'humidité, moment de la journée et de l'année ainsi que le lieu d'exposition, degré d'enneigement, niveau d'ozone ou intensité de réflexion de la lumière.
- **Qualité du produit de protection solaire lui-même** : waterproof ou non, quantité appliquée, fréquence d'application ou spectre de l'écran.

Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1. Informations sur le matériel végétal et les huiles végétales

Le matériel végétal (Figure II.1) utilisé est le suivant :

- *Prunus Amygdalus dulcis* (A1) (a).
- *Prunus Amygdalus dulcis* (A2) (b).
- Graines de *Cucurbita pepo* 1 (C1) (c).
- Graines de *Cucurbita pepo* 2 (C2) (d).

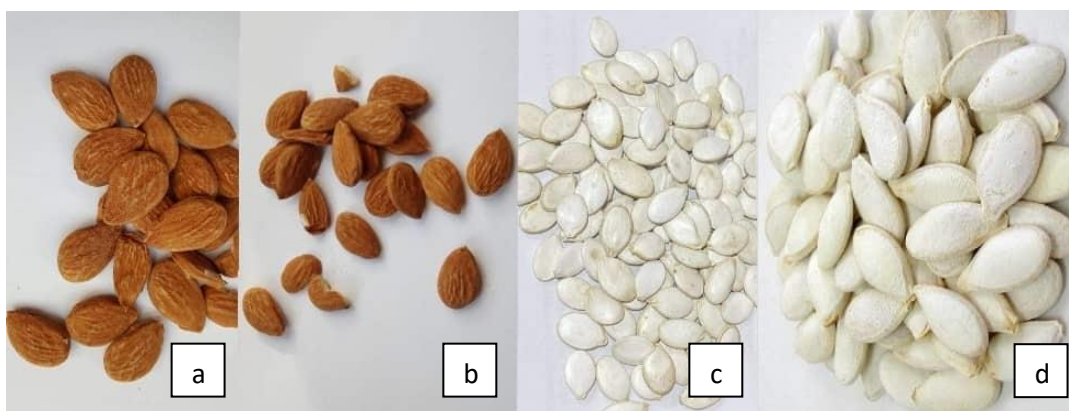


Figure II.1 : Matériel végétal étudié (a : A1, b : A2, c : C1, d : C2).

Le Tableau II.1 regroupe les informations sur le matériel végétal dont les HVs ont été extraites.

Tableau II.1 : Informations sur le matériel végétal.

Matériel végétal	Provenance du matériel végétal	Période de récolte
A1	Mascara	Novembre 2021
C1	El Meniaa	Juillet- Aout 2021
A2	Media	Aout-Octobre 2021
C2	Ben Kacha (El-Oued)	Juillet 2021

Le matériel végétal a été respectivement soumis à une extraction par expression à froid à l'aide d'une presse mécanique modèle DL-ZYJ05 (Figure II.2) au niveau de la distillerie « BIO EXTRAPAMAL » à Oued Allueug, Wilaya de Blida. Les huiles HA1, HA2, HC1 et HC2 ont ainsi été obtenues (Figure II.3).



Figure II.2 : Presse mécanique DL-ZYJ05.

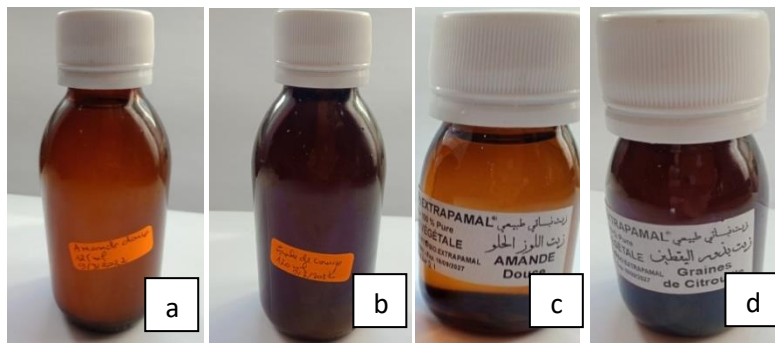


Figure II.3 : Huiles végétales étudiées (a : HA2, b : HC2, c : HA1, d : HC1).

II.2. Essais effectués sur le matériel végétal

II.2.1. Teneurs en eau et en matières volatiles

Mode opératoire [54] (Figure II.4)

- A l'aide d'un mortier et d'un pilon, écraser le matériel végétal (a).
- Peser un creuset vide et noter sa masse.
- Introduire 5g du matériel végétal dans le creuset et noter sa masse (b).
- Placer le creuset dans l'étuve à 103 °C pendant 24h (c).
- Retirer le creuset de l'étuve et le laisser refroidir dans un dessiccateur (d).
- Peser le creuset refroidi et noter sa masse.

La teneur en eau et en matières volatiles est calculée selon la formule :

$$H(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Où :

m_0 : masse du creuset vide (g).

m_1 : masse du creuset avant séchage (g).

m_2 : masse du creuset après séchage (g).



Figure II.4 : Protocole de mesure de la teneur en eau et en matières volatiles.

II.2.2. Teneur en cendres

Mode opératoire [55]

- Reprendre l'échantillon séché à 103°C (voir partie II.2.1.) avec le creuset et l'introduire dans un four à moufle à 550°C pendant 5h (Figure II.5).
- Une fois le temps écoulé, retirer le creuset du four et le mettre dans le dessiccateur.
- Après refroidissement, peser le creuset et noter sa masse.

La teneur en cendres est calculée selon la formule suivante :

$$MV\% = \frac{m_3 - m_0}{m_2 - m_0} \times 100$$

Où :

m_0 : masse du creuset vide (g).

m_2 : masse du creuset après séchage et refroidissement (g).

m_3 : masse du creuset après calcination (g).



Figure II.5 : Calcination de la matière sèche dans un four à moufle.

II.3. Caractérisation des huiles végétales

II.3.1. Détermination du rendement d'extraction

Le rendement en HV, exprimé en pourcentage, est calculé par la formule suivante :

$$R(\%) = (m_{HV}/m) \times 100$$

Où

m_{HV} : masse d'HV obtenue après extraction (g).

m : masse de la matière végétale utilisée (g).

II.3.2. Caractéristiques organoleptiques

Les propriétés organoleptiques (aspect, odeur et couleur) de chaque HV sont déterminées par analyse sensorielle.

Mode opératoire

- Dans des tubes à essais propres, introduire respectivement une quantité de chaque HV.
- Noter l'aspect, l'odeur et la couleur de chaque huile.

II.3.3. Caractéristiques physico-chimiques

II.3.3.1. Paramètres physiques

a) Densité

La densité correspond au rapport de la masse d'un volume d'huile donné et de la masse du même volume d'eau à température ambiante.

Mode opératoire [56] (Figure II.6)

- Peser un pycnomètre vide, bien nettoyé et séché, à l'aide d'une balance analytique et noter sa masse.
- Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée, le peser (a) et noter sa masse.
- Vider, nettoyer et bien sécher le pycnomètre.
- Remplir le pycnomètre, de nouveau, avec le même volume d'HV puis le peser (b) et noter sa masse.

La masse volumique est calculée selon la formule suivante :

$$\rho_T = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)}$$

Avec :

m_0 : masse du pycnomètre vide (g)

m_1 : masse du pycnomètre rempli d'eau (g)

m_2 : masse du pycnomètre rempli d'huile (g)

La densité à 20°C est calculée selon la formule suivante :

$$\rho_{T'} = \rho_T + 0,00068 (T - T')$$

Avec :

ρ_T : densité à la température T.

$\rho_{T'}$: densité à 20°C.

T : température de l'HV lors de la manipulation.

T' : 20°C.

0,00068 : coefficient de correction.



Figure II.6 : Etapes de mesure de la densité des HVs (a : pycnomètre rempli d'eau ; b : pycnomètre rempli d'HV).

b) Miscibilité

La miscibilité dans un solvant est déterminée par le volume de solvant nécessaire pour former avec 1 ml d'HV une solution limpide. La miscibilité a été effectuée dans les solvants suivants : éthanol 96%, hexane et cyclohexane.

Mode Opératoire

- Dans un tube à essai introduire 1 ml d'HV
- Ajouter, à l'aide d'une pipette, un volume (V) de solvant par fractions de 1 ml dans le tube à essai.
- Agiter le mélange après chaque ajout.

c) Indice de réfraction

La mesure de l'indice de réfraction des HVs a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre de marque HANNA HI 96801 (Figure II.7).

Mode opératoire [57]

- Allumer le réfractomètre en appuyant sur le bouton ON/OFF.

- A l'aide d'une pissette versez de l'eau distillée sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur la touche READ pour étalonner le réfractomètre.
- Nettoyer la cellule du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Déposer quelques gouttes d'HV à analyser sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur le bouton READ et noter la valeur de l'indice de réfraction ainsi que la température affichée.

L'indice de réfraction à 20°C est calculé par la formule suivante :

$$n_d^{20} = n_d^T + 0,00035 (T - 20)$$

Avec

n_d^{20} : indice de réfraction à 20°C

n_d^T : indice de réfraction à T.

T : température de mesure.

0,00035 : coefficient de correction.

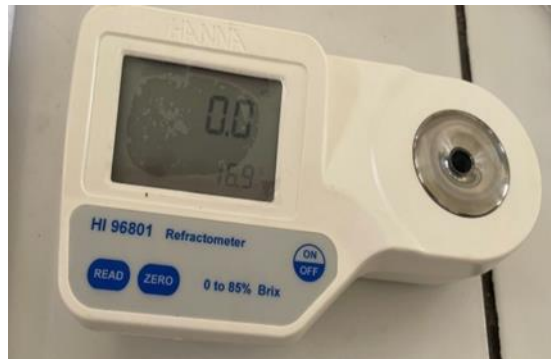


Figure II.7 : Réfractomètre HANNA HI 96801.

d) Teneurs en eau et en matières volatiles

Mode opératoire [58]

- Peser un creuset vide et noter sa masse.
- Introduire une quantité d'HV dans le creuset et noter sa masse.
- Placer le creuset dans l'étuve à 103 °C pendant 5h.
- Retirer le creuset de l'étuve et le laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Peser le creuset refroidi et noter sa masse.

La teneur en eau et en matières volatiles est calculée selon la formule :

$$H(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Avec :

m_0 : masse du creuset vide (g).

m_1 : masse du creuset rempli d'HV avant séchage (g).

m_2 : masse du creuset rempli d'HV après séchage (g).

II.3.3.2. Paramètres chimiques

a) Potentiel d'hydrogène

Les mesures du potentiel d'hydrogène (pH) des HVs étudiées ont été effectuées à l'aide d'un pH mètre de marque METTLER TOLEDO (Figure II.8) au niveau du laboratoire " VENUS SAPECO " qui se trouve à Oleud Yaich, wilaya de Blida.



Figure II.8 : pH mètre METTLER TOLEDO.

b) Indice d'acide et acidité

Mode opératoire [59]

- Dans un erlenmeyer dissoudre 2g d'HV dans 20ml d'éthanol neutralisé et ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine.
- Chauffer le mélange pendant quelques secondes à 40°C.
- Titrer le mélange par une solution de KOH (0,1M) jusqu'à apparition d'une couleur rose (Figure II.9).

L'indice d'acide se calcule par la formule suivante :

$$I_A = \frac{5.6 \times C \times V}{m}$$

Avec :

V : volume de KOH utilisé pour le dosage (ml).

C : concentration de la solution KOH (0,1 mol/l).

m : masse de la prise d'essai (g).

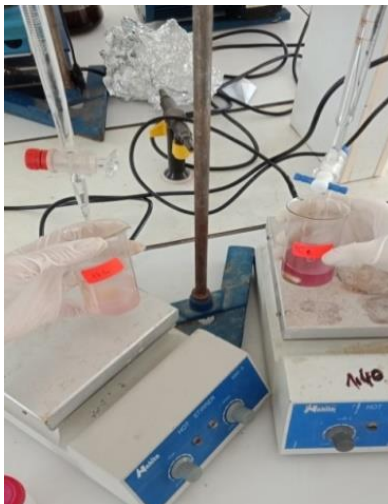


Figure II.9 : Apparition de la couleur rose lors de la détermination de l'indice d'acide.

L'acidité est calculée par la formule suivante :

$$\text{Acidité} = \frac{I_A}{2}$$

c) Indice de saponification

Mode opératoire [60]

- Dans un ballon introduire 2 g d'HV et y ajouter 25ml de KOH éthanolique (0,5N).
- Chauffer à reflux le mélange pendant une heure et demie.
- Ajouter à la solution chaude 1ml de phénolphthaléine et titrer par une solution d'HCL (0,5M) jusqu'à la disparition de la couleur rose.
- Un essai à blanc est effectué dans les mêmes conditions.

L'indice de saponification se calcule par la formule suivante :

$$I_S = \frac{(V_0 - V_1) \times C \times 56,1}{m}$$

Avec :

m : masse de la prise d'essai (g).

V_0 : volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc (ml).

V_1 : volume du HCl utilisé pour le titrage (ml).

C : concentration molaire de HCL (mol/l).

d) Indice d'ester

L'indice d'ester (I_E) est défini par le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la saponification des esters contenus dans 1 g de corps gras. L'indice d'ester est calculé à partir du I_A et I_S par la formule suivante :

$$I_E = I_S + I_A$$

Avec :

I_S : indice de saponification.

I_A : indice d'acide.

e) Impuretés

Les impuretés sont calculées par la formule suivante :

$$\% \text{ d'impuretés} = I_A / I_S \times 100$$

Avec :

I_S : Indice de saponification.

I_A : Indice d'acide.

II.3.4. Analyses spectrophotométriques

Les mesures des extinctions spécifiques et le dosage des pigments ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre UV de marque SHIMADZU UV-1800 (Figure II.10 (a)). La détérioration de l'indice de blanchiment a été accomplie à SAIDAL (El Harrach) à l'aide d'un spectrophotomètre modèle Lambda 25 (Figure II.10 (b)). Les SPF des HVs ont été mesurés par un spectrophotomètre Alpha Spectromètre UV-Vis de marque KLAB au niveau du laboratoire de recherche analyse d'absorption spectrophotométrique du Département du Génie des Procédés de l'Université Saad Dahleb de Blida1 (Figure II.10 (c))



(a)

(b)



(c)

Figure II.10 : Spectrophotomètres SHIMADZU UV-1800 (a), Lambda (b) et KLAB (c).

II.3.4.1. Extinction spécifique

Les diènes et les triènes conjugués sont dosés dans l'huile. Cette analyse spectrométrique dans l'UV peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse.

Mode opératoire [61]

- Diluer 0,5g d'HV dans 50 ml de cyclohexane.
- Effectuer la lecture des absorbances dans une cuve en quartz aux longueurs d'onde 232 nm, 270 nm.

L'extinction spécifique K est calculée par la formule suivante :

$$K = \frac{A(\lambda)}{C}$$

Avec :

$A(\lambda)$: absorbance à la longueur d'onde λ .

C : concentration de la solution (g/100ml).

II.3.4.2. Dosage des pigments

Mode opératoire [62]

- Diluer 7,5 g d'huile dans 25 ml de cyclohexane.
- Effectuer la lecture de l'absorbance à 670 nm pour la chlorophylle et à 470 nm pour le caroténoïde.

Les taux des pigments sont calculés par les formules suivantes :

$$C_{Ch} = \frac{A_{670} \cdot 10^6}{613 \cdot 100 \cdot d}$$

$$C_{Ca} = \frac{A_{470} \cdot 10^6}{2000 \cdot 100 \cdot d}$$

Avec :

C_{Ch} : teneur en chlorophylle (mg/kg).

C_{Ca} : teneur en caroténoïde (mg/kg).

d : épaisseur de la cuve (1cm).

II.3.4.3. Détérioration de l'indice de blanchiment

Mode opératoire

- Peser 0,04 g d'huile dans une fiole jaugée de 10 ml.
- Ajouter l'hexane jusqu'au trait de jauge.
- Mesurer l'absorbance aux longueurs d'onde 446 nm et 269 nm.

La détérioration de l'indice de blanchiment (DOBI) se calcule par la formule suivante :

$$DOBI = \frac{A_{446}}{A_{269}}$$

Tel que :

A_{446} : absorbance à 446 nm.

A_{269} : absorbance à 269 nm.

II.3.4.4. Détermination du SPF

Mode opératoire [64]

- Diluer 1g d'HV dans 100 ml d'hexane.
- Mesurer les absorbances de 290 nm à 320 nm par intervalle de 5 nm.

L'SPF est calculé par la formule suivante :

$$SPF = CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) \times I(\lambda) \times ABC(\lambda)$$

Avec :

CF : facteur de correction (=10).

EE(λ) × I : constantes (Tableau II.2)

A(λ) : absorbance de l'échantillon à la longueur d'onde λ.

Tableau II.2 : Valeurs de $EE(\lambda) \times I$ aux différentes longueurs d'ondes [65].

λ(nm)	EE(λ)×I
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180

II.3.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse spectroscopique IRTF été effectuée au sein de SAIDAL (El Harrach) à l'aide d'un spectromètre IR de marque IRAffinity-1S (Figure II.11).

Mode opératoire

- A l'aide d'une spatule, étaler l'échantillon sur la cellule ATR.
- Procéder à l'analyse.
- Enregistrer le spectre infrarouge de l'échantillon.



Figure II.11 : Spectrophotomètre IRTF IRAffinity-1S.

III.3.6. Observations microscopiques

Les observations microscopiques des HVs ont été effectuées en utilisant le microscope optique de la marque OPTIKA (Figure II.12) muni d'un objectif 40x et équipé d'une caméra OPTIKA. Les observations ont été réalisées au niveau du laboratoire " VENUS SAPECO ".

Mode opératoire

- Déposer une goutte d'HV entre une lame et une lamelle.
- Déposer la lame et la lamelle au-dessous de l'objectif du microscope optique.
- Regarder dans l'oculaire et ajuster l'objectif.
- Procéder à la capture de l'image à l'aide du logiciel OPTIKAMACROSCOPES.

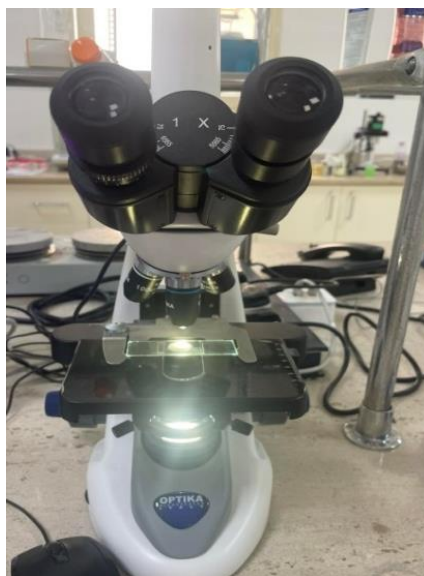


Figure II.12 : Microscope optique de type OPTIKA.

II.3.7. Analyses microbiologiques

Les tests microbiologiques consistent à rechercher l'activité antimicrobienne des HVs étudiées (HA1, HA2 et HC1, HC2) sur la croissance des microorganismes (dans notre cas trois bactéries, une levure et un champignon) selon la méthode de diffusion sur milieu gélosé, également nommée, aromagramme (ou antibiogramme). C'est une méthode de mesure *in vitro* du pouvoir antimicrobien. Les tests ont été réalisés au niveau du laboratoire d'hygiène qui se situe à « Les Bananniers », wilaya de Blida.

II.3.7.1. Souches microbiennes utilisées

Les souches utilisées dans ce travail sont regroupées dans le Tableau II.3.

Tableau II.3 : Liste des souches microbiennes utilisées.

Nom de la souche	Gram	Famille	Références
<i>Escherichia coli</i>	Négatif	<i>Entérobactéries</i>	ATCC 8139
<i>Staphylococcus aureus</i>	Positif	<i>Staphylococcaceae</i>	ATCC 6538
<i>Bacillus subtilis</i>	Positif	<i>Bacillaceae</i>	ATCC 6655
<i>Candida albicans</i>	/	<i>Saccharomycetaceae</i>	ATCC 10231
<i>Aspergillus brasiliensis</i>	/	<i>trichocomacées</i>	ATCC 16404

Les antibiotiques (ATB) utilisés comme référence sont récapitulés dans le Tableau II.4.

Tableau II.4 : Liste des antibiotiques utilisés.

Abréviation	Nom complet
CNT	Gentheraxine 80 mg/ 2 ml
CIP	Ciprolon 250 mg
METR	Imuzole 250 mg

II.3.7.2. Mode opératoire (Figure II.13)**a) Préparation des disques**

- Stériliser les disques de 8 mm de diamètre (a) dans un poupinel stérilisateur (b) pendant 30 min à 130 °C.

b) Préparation des milieux de culture

- Dans un bain marie, liquéfier le milieu Muller Hinton (MH) pour les bactéries et Gélose à l'Oxytétracycline Glucose (OGA) pour le champignon et la levure à 95°C (c).
- Couler aseptiquement à raison de 15 ml de gélose par boîte de Pétri, de 90 mm de diamètre, et laisser se solidifier sur la paillasse (d).

c) Préparation de l'inoculum

- Racler, à l'aide d'une pipette Pasteur scellée, quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques une culture pure.
- Dans un tube à essai introduire 5 ml d'eau physiologique stérile.
- Décharger la pipette Pasteur en la frottant dans les parois du tube en contact de l'eau physiologique pour une parfaite dilution (e).

d) Ensemencement

- Tremper un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne et l'essorer en le pressant fermement, en tournant sur la paroi interne du tube, afin de le décharger au maximum.
- Frotter l'écouvillon sur la totalité de la surface gélosée, sèche, de haut en bas, en stries serrées.
- Répéter l'opération trois fois, en tournant la boîte de Pétri de 60° à chaque fois sans oublier de faire pivoter l'écouvillon sur lui-même.

- Finir l'ensemencement en passant l'écouvillon sur la périphérie de la gélose.

e) Application des disques

Une fois les géloses MH et OGA ensemencées et les disques préalablement préparés, disposer sur la surface de la gélose dans des conditions stériles deux disques par boîte imbibés par échantillon à étudier, à l'aide d'une pince stérilisée au bec bunsen (f).



Figure II.13 : Stérilisation des disques, préparation des milieux de culture, préparation de l'inoculum et dépôt des disques.

f) Incubation

Les boîtes ont été incubées à l'étuve à 37 °C pendant 24 h pour les souches bactériennes et à 30 °C pendant 48 h pour le champignon et la levure.

g) Lecture

Les diamètres des zones d'inhibition ont été mesurés à l'aide d'un pied à coulisse. Ces diamètres permettent de classer la substance testée selon la croissance microbienne en cinq classes [66] :

- Très fortement inhibitrice : $ZI \geq 30$ mm.
- Fortement inhibitrice : $21 \text{ mm} \leq ZI \leq 29$ mm.
- Modérément inhibitrice : $16 \text{ mm} \leq ZI \leq 20$ mm.
- Légèrement inhibitrice : $11 \text{ mm} \leq ZI \leq 16$ mm.
- Non inhibitrice : $ZI < 10$ mm.

II.4. Incorporation des huiles végétales dans des crèmes solaires

Le but de cette partie est l'incorporation des HVs de *Cucurbita pepo* et *Prunus Amygdalus dulcis* étudiées dans des crèmes solaires, leurs caractérisations ainsi que l'étude de leurs stabilités au cours du temps.

II.4.1. Formulation des crèmes solaires

Les crèmes solaires ont été formulées au sein du laboratoire " VENUS SAPECO ". Nous avons élaboré trois (03) formulations :

- une crème de base comme témoin sans HVs (TF).
- une crème contenant HA1 et HC1 (F1).
- une crème contenant HA2 et HC2 (F2).

Une crème solaire commerciale de Laboratoire VENUS a été prise comme référence (Figure II.14).



Figure II.14 : Crème solaire de référence.

Les crèmes formulés ont été caractérisées et analysées pendant 28 jours à raison d'une fois par semaine. Les crèmes formulées, y compris la crème commerciale, ont également subi des cycles alternés de chaud et de froid et ont été caractérisées.

II.4.1.1. Composition des crèmes

Les compositions des trois formulations sont résumées dans le Tableau II.5.

Tableau II.5 : Composition des crèmes solaires formulées.

	Produits	TF	F1	F2	Pourcentage
Phase huileuse	PEG 20	+	+	+	13,08%
	PEG100 stéarate	+	+	+	
	Lanette	+	+	+	
	Glycérol stéarate	+	+	+	
Phase aqueuse	Eau distillée	+	+	+	76,62%
	Filtre OCR 1	+	+	+	
	Filtre BMB 2	+	+	+	
	Filtre BSA 3	+	+	+	
	Filtre OMTC	+	+	+	
	Dioxyde de titane	+	+	+	
	EDTA	+	+	+	
	Dipanthénol	+	+	+	
	Acrylate coss polymère	+	+	+	
	Xanthane	+	+	+	
	Octyle	+	+	+	
Additifs	Parfum	+	+	+	10,3%
	Vitamine E	+	+	+	
	TEA	+	+	+	
	HA1	-	+	-	
	HA2	-	-	+	
	HC1	-	+	-	
	HC2	-	-	+	
	Conservateur	+	+	+	

(+) : présence ; (-) : absence ; TF : témoin ; F1 : crème contenant HA1 et HC1 ; F2 : crème contenant HA2 et HC2.

II.4.1.2. Protocole de préparation

Les trois crèmes solaires TF, F1 et F2 (Figure II.15) ont respectivement été formulées en trois étapes :

a) Préparation des deux phases huileuse et aqueuse

- Peser les ingrédients de la phase huileuse : PEG 20, PEG 100, Linette, Glycérol.

- Mettre la phase huileuse dans un bain marie à 75°C.
- Peser les ingrédients de la phase aqueuse les filtres, l'eau distillée, le dioxyde de titane, l'EDTA, le dipanthenol, l'acrylate coss polymère, le xanthane octyle.
- Diviser la quantité d'eau sur 3 béchers et les chauffer à 75°C.
- Dans le bécher 1 ajouter à la quantité d'eau l'Acrylate et le Xanthane et poursuivre le chauffage du mélange en agitant manuellement jusqu'à obtention d'un gel.
- Dans le bécher 2 ajouter à la quantité d'eau les filtres en poudres (BMA et BSB) et le Dipanthenol.
- Dans le bécher 3 ajouter à la quantité d'eau les filtres liquides (OMTC et OCR), l'EDTA et l'Octyle.

b) Mélange des deux phases

- Transférer le contenu du bécher 2 dans un autre bécher et l'agiter avec un agitateur (1300 rpm).
- Ajouter le contenu du bécher 1 (i.e. le gel) à ce mélange et poursuivre l'agitation.
- Ajouter le contenu du bécher 3 au mélange en agitant.
- Ajouter la phase huileuse au mélange et continuer l'agitation.

c) Ajout des additifs

- Après 10 mn d'agitation, ajouter les HVs et le conservateur.
- A la fin ajouter le TEA, la vitamine E et le parfum.
- Continuer l'agitation jusqu'à homogénéisation.



Figure II.15 : Crèmes solaires F1, F2, et TF respectivement.

II.4.1.3. Conservation des formulations

Chacune des formulations est transférée dans 6 boîtes appropriées : 4 sont conservées à température ambiante et 2 suivent un cycle de vieillissement.

II.4.2. Caractérisation des crèmes solaires

II.4.2.1. Caractérisation macroscopique

a) Caractéristiques organoleptiques

Les paramètres organoleptiques (aspect, odeur, couleur) ont été examinés par analyse sensorielle.

b) Observations macroscopiques

b.1) Test d'homogénéité : frotter la formulation sur un objet en verre. La préparation doit être homogène et ne doit pas contenir de grumeaux.

b.2) Test de lavabilité : une portion de la crème est appliquée sur la peau. Elle sera éliminée à la force de l'eau du robinet pendant 10 minutes. Le temps de l'élimination complète de la crème est noté.

II.4.2.2. Caractérisation physico-chimique

a) Potentiel d'hydrogène

Les mesures du pH des formulations ont été effectuées à l'aide du pH mètre METTLER TOLEDO (Figure II.8).

b) Viscosité

La viscosité est une propriété physique caractéristique de tous les fluides. Elle représente la résistance à l'écoulement du fluide, liée au frottement interne. La mesure de la viscosité a été réalisée à l'aide d'un viscosimètre de marque BROOKFIELD au niveau du laboratoire « VENUS SAPECO » (Figure II.116).

Mode opératoire

- Allumer le viscosimètre.
- Placer la tige numéro 6.
- Régler la mobilité à 10.

- Appuyer sur « Start » et lire la valeur de la viscosité sur l'écran.



Figure II.16 : viscosimètre de marque BROOKFIELD.

c) Indice de réfraction

Les indices de réfraction des crèmes ont été mesurés avec le réfractomètre de marque Anton Paar au niveau du laboratoire « VENUS SAPECO » (Figure II.17).

Mode Opérateur

- Allumer le réfractomètre en appuyant sur le bouton start/stop
- A l'aide d'une pissette versez quelques gouttes d'eau distillée sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur la touche START pour étalonner le refractomètre.
- Nettoyer la cellule du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Déposer une petite quantité de la crème à analyser dans la cellule de mesure.
- Appuyer le bouton START et noter la valeur affichée en nD.



Figure II.17 : réfractomètre de marque Anton Paar.

d) Essais de centrifugation

Le test de centrifugation est exécuté au niveau du Laboratoire « VENUS SAPECO » à l'aide d'une centrifugeuse de marque SIGMA 3-30KS (Figure II.18).

Mode opératoire

- Prendre des tubes secs et propres adaptés à la centrifugeuse.
- Remplir chacun de ces tubes avec l'échantillon à tester.
- Allumer la centrifugeuse et la régler à 3500 tour/min pendant 30 min.
- Noter après la centrifugation la présence ou non de déphasage.



Figure II.18 : Centrifugeuse de marque SIGMA 3-30KS.

e) Turbidité

La turbidité est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible-7220G, qui se trouve au niveau d'un laboratoire du Département de Chimie (FS-UMBB) réglé sur une longueur d'onde de 600 nm (Figure II.19).



Figure II.19 : spectrophotomètre UV-Visible-7220G.

Mode opératoire

- Verser dans la première cuve de l'eau distillée et appuyer sur %.
- Remplir les trois autres cuves avec les échantillons à analyser.
- Régler la longueur d'onde.
- Noter la valeur de l'absorbance pour chaque échantillon

f) Sens de l'émulsion

Test au bleu de méthylène : mettre une quantité de chaque formulation sur des lames. Ajouter quelques gouttes d'une solution de bleu de méthylène en verre et mélanger le tout. Noter les observations.

g) Teneurs en eau et en matières volatiles

Mode opératoire

- A l'aide d'une balance analytique peser un creuset vide et noter sa masse.
- Verser une quantité de la formulation dans ce creuset puis le peser et noter sa masse.
- Placer le creuset dans l'étuve à 105°C pendant 24 heures.
- Retirer le creuset et le laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Peser le creuset après refroidissement et peser sa masse.

La teneur en eau et en matières volatiles est calculée par la formule suivante :

$$H = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} \times 100$$

Avec

m_0 : masse du creuset vide (g).

m_1 : masse du creuset rempli avant séchage (g).

m_2 : masse du creuset rempli après séchage (g).

h) Teneurs en cendre

Mode opératoire

- Mettre les creusets de la partie (g) dans un four à moufle à 550°C pendant 2 heures.
- Retirer les creusets et les laisser refroidir dans le dessiccateur.

- Peser les creusets après refroidissement.

Les teneurs en cendres pour chaque formulation sont respectivement est calculées par la formule suivante :

$$MV = \frac{(m_3 - m_0)}{(m_2 - m_0)} \times 100$$

Avec :

m_0 : masse du creuset vide (g).

m_2 : masse du creuset après séchage et refroidissement (g).

m_3 : masse du creuset après calcination (g).

II.4.2.3. Observations microscopiques

Les observations microscopiques des formulations ont été effectuées en utilisant le microscope optique de la marque OPTIKA muni d'un objectif 40x et équipé d'une caméra (laboratoire « VENUS SAPECO »).

Mode opératoire (voir partie II.3.6)

II.4.2.4. Analyses microbiologiques

Mode opératoire (Figure II.20)

- Peser 10g de l'échantillon dans un flacon vide.
- Ajouter 100 ml de Neutralising Broth DE et bien agiter pour avoir une solution homogène (a).
- Liquéfier respectivement les milieux de culture Sabouraud (SB) et Plate Count Agar (PCA).
- Prendre 1 ml de chaque échantillon et le déposer dans deux boîtes de pétrie.
- Couler respectivement 15ml de chaque milieu de cultures dans les boîtes de pétrie avec une agitation en forme de 8 pour que le DE se mélange à la gélose (b).
- Laisser refroidir un moment et incuber les boîtes de pétrie dans une étuve (PCA à 32°C pendant 3 jours et SB à 25°C pendant 5 jours).
- Noter les observations des colonies.

Le taux des bactéries et des moisissures est calculé par les formules suivantes :

$$\text{Taux des bactéries} = \text{Nombre de colonies} \times 10$$

$$\text{Taux des moisissures} = \text{Nombre de colonies} \times 10$$



Figure II.20 : Préparation des boîtes de pétri (a : préparation des solutions, b : coulage des milieux de culture avec les solutions).

II.4.2.5. Détermination de l'SPF

Les SPF des crèmes formulées (TF, F1 et F2) ainsi que de la crème commerciale (Réf) ont été mesurés par le spectrophotomètre Alpha Spectromètre UV-Vis de marque KLAB (Figure II.10 (c)).

Mode opératoire

- Dans une fiole jaugée de 100ml diluer 1 g d'échantillon dans un mélange (éthanol/ eau).
- Agiter le mélange jusqu'à obtention d'une solution homogène et filtrer la solution.
- Transférer une aliquote de 5 ml de la solution filtrée dans une fiole jaugée de 50 ml et la diluer avec le mélange (éthanol/ eau) puis filtrer.
- Transférer une aliquote de 5 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée de 25 ml, et la diluer avec le mélange (éthanol/ eau).
- Utiliser la solution éthanol/eau comme blanc.
- Mesurer les absorbances de 290 nm à 320 nm par intervalle de 5 nm.

L'équation et la méthode de calcul des SPF est la même que celles utilisées pour les HVs (voir partie II.3.4.5)

II.4.2.6. Rhéologie

La rhéologie des crèmes a été effectuée en utilisant un rhéomètre MCR 302 de marque Anton Paar (Figure II.21) qui se trouve au niveau d'un laboratoire de recherche du Département Génie des Procédés de l'Université Saad Dahleb, Blida1.

Mode opératoire

- Déposer l'échantillon sur le plan du rhéomètre.
- Abaisser la géométrie de type cône-plan sur l'échantillon.
- Procéder aux mesures.
- La vitesse de cisaillement est $\dot{\gamma} = 0 - 6000 \text{ s}^{-1}$.

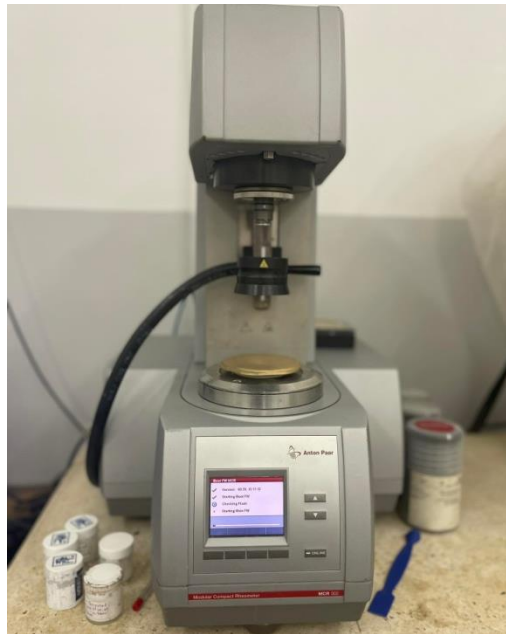


Figure II.21 : rhéomètre MCR 302 de marque Anton Paar.

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Rendement d'extraction

Le rendement en huile obtenu varie considérablement selon la matière végétale. D'après la Figure III.1, on remarque que *Prunus Amygdalus dulcis* 2 présente un meilleur rendement en HV (37,2%) par rapport à *Prunus Amygdalus dulcis* 1 (25,0%). Aussi, le rendement d'extraction de la *Cucurbita pepo* 2 (28,0%) est supérieur à celui de *Cucurbita pepo* 1 (16,7%). Ces différences peuvent être justifiées par divers paramètres tels que la période de récolte, le climat, la zone géographique, etc.

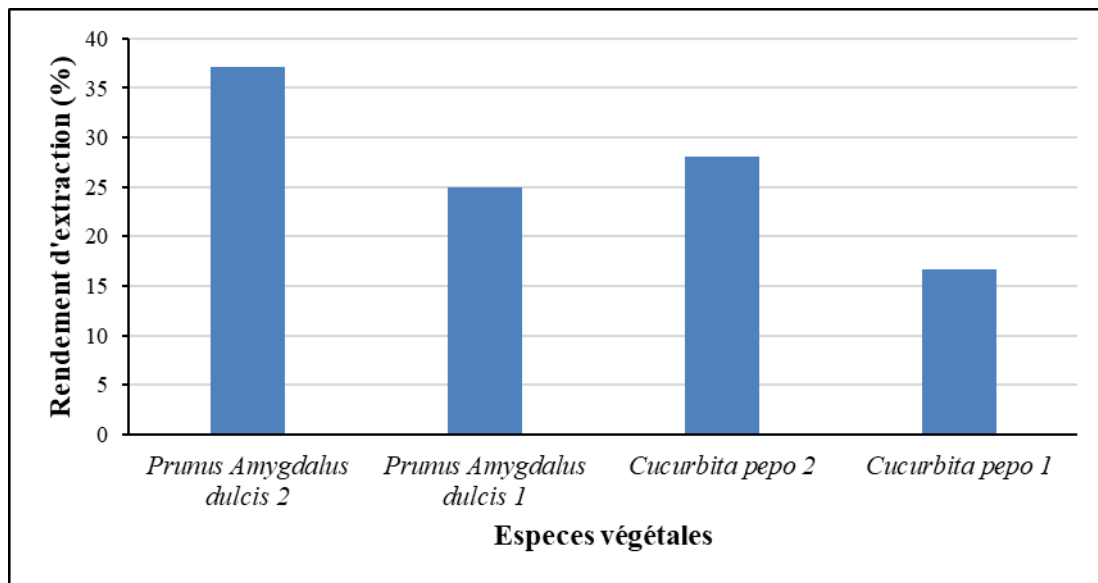


Figure III.1 : Rendement d'extraction d'HVs des quatre espèces végétales étudiées.

III.2. Résultat des essais effectués sur le matériel végétal

La Figure III.2 illustre les résultats des teneurs en eau et en matières volatiles ainsi que les teneurs en cendres de chaque matière végétale.

On constate que la teneur en eau et en matières volatiles des *Prunus Amygdalus dulcis* 1 et 2 sont compris entre 4 et 5%. Ces valeurs sont inférieures à celle de *Cucurbita pepo* 2 qui est d'environ 7%.

Les teneurs en cendres sont cependant semblables. On constate des teneurs d'environ 3% pour les *Prunus Amygdalus dulcis* 1 et 2 et de 4% pour la *Cucurbita pepo* 2.

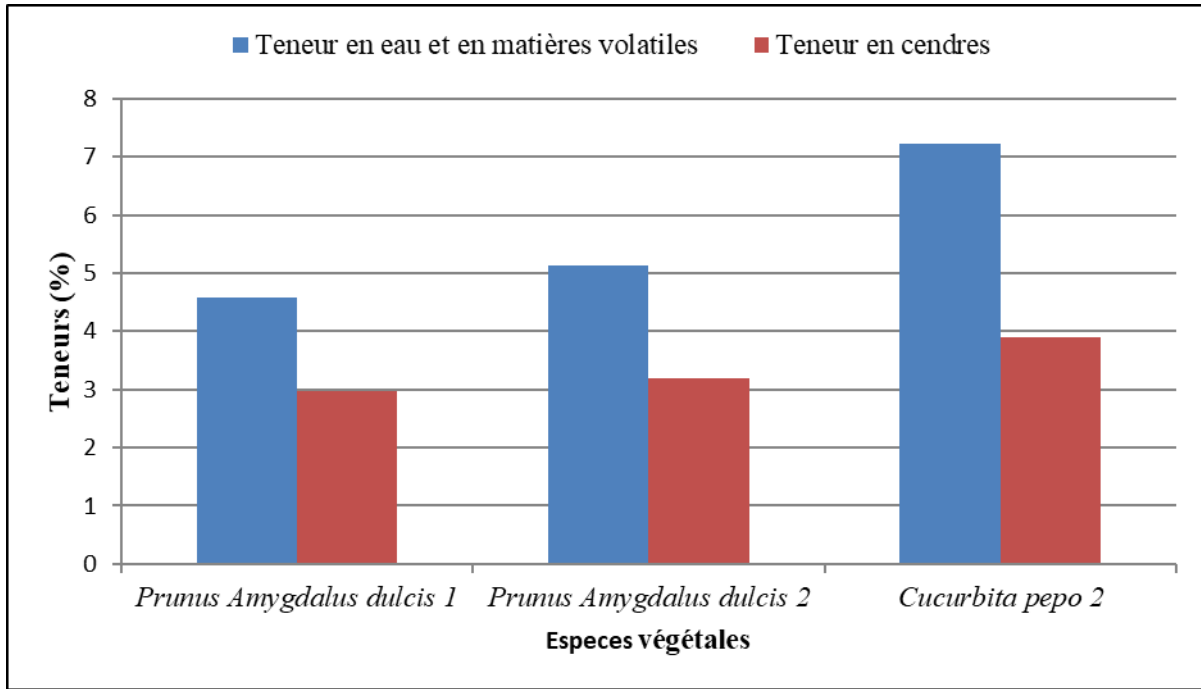


Figure III.2 : Teneurs en eau et en matières volatiles, et en cendres des espèces végétales.

III.3. Résultats des essais et analyses effectuées sur les huiles végétales

III.3.1. Propriétés organoleptiques et physico-chimiques

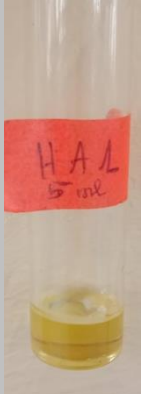
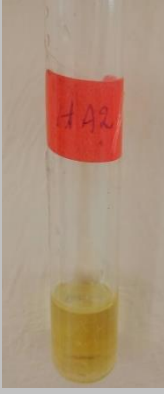
Les caractères organoleptiques et physico-chimiques des huiles végétales sont regroupés dans le Tableau III.1.

III.3.1.1. Caractéristiques organoleptiques

Les huiles HA1 et HA2 sont des liquides mobiles. On constate que HA2 est moins limpide que HA1 et que la couleur jaune est plus prononcée dans HA1. HA1 et HA2 dégagent une même odeur caractéristique.

L'HC1 et l'HC2 sont des liquides légèrement visqueux. L'HC2 a une couleur verte sombre et est moins limpide que HC1 qui est de couleur marron avec des reflets rouges foncés. Les deux huiles dégagent une odeur légère qui rappelle celle de la courge.

Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques des HVs.

Propriétés	HA1	HA2	HC1	HC2
Aspect	 Liquide mobile et limpide	 Liquide mobile et moins limpide	 Liquide légèrement visqueux et limpide	 Liquide légèrement visqueux et moins limpide
Odeur	Odeur caractéristique	Odeur caractéristique	Odeur légère qui rappelle celle de la courge	Odeur légère qui rappelle celle de la courge
Couleur	Jaune	Jaune	Marron avec des reflets rouges foncés	Vert sombre
pH	5,23	6,80	6,11	6,26
ρ_T	0,902	0,896	0,901	0,901
Miscibilité dans l'éthanol à 96%	Non Miscible	Non Miscible	Non Miscible	Non Miscible
Miscibilité dans l'hexane	Miscible 1/1V	Miscible 1/1V	Miscible 1/1V	Miscible 1/1V
Miscibilité dans le cyclohexane	Miscible 1/1V	Miscible 1/1V	Miscible 1/1V	Miscible 1/1V
n_D^{20}	1,469	1,470	1,472	1,472
Teneurs en eau et en matières volatiles (%)	2,97	1,72	0,04	0,010
I_A (mg/g d'HV)	1,80	0,45	0,90	0,40
Acidité (%)	0,90	0,22	0,44	0,44
I_S (mg/g d'HV)	199,16	185,13	221,60	232,82
I_E (mg/g d'HV)	196,36	184,68	220,70	231,92
Impuretés (%)	0,90	0,24	0,40	0,38

III.3.1.2. Propriétés physico-chimiques

a) Potentiel hydrogène

Le pH des HVs étudiés varie entre 5 et 6. Ceci signifie qu'ils possèdent un caractère légèrement acide. Ces valeurs du pH rendent ces extraits intéressants pour leur utilisation directe sur la peau ou leur incorporation dans des formulations à usage cutané.

b) Densité à 20°C

La densité d'une huile peut être un indicateur de qualité. Elle est fonction de la composition chimique de l'huile considérée et de la température [67]. Les résultats obtenus montrent que les densités de HA1 et HA2 sont 0,902 et 0,896 respectivement. Les densités de HC1 et HC2 sont similaires (0,901). Ces valeurs sont conformes à la norme du Codex Alimentarius [68] des huiles végétales brutes.

c) Miscibilité

Les HVs étudiées sont non miscibles dans l'éthanol, mais sont miscibles dans l'hexane et le cyclohexane pour un volume d'HV et un volume de solvant.

d) Indice de réfraction

L'indice de réfraction est considéré comme un critère de qualité d'une huile. Les indices de réfractions de HA1 et HA2 sont respectivement 1,469 et 1,470. Ces résultats sont conformes au Codex Alimentarius [68].

Les HC1 et HC2 ont la même valeur de l'indice de réfraction qui est égale à 1,472. Cette valeur est similaire à la gamme rapportée par Lazos (1986) [69] [1,466 à 1,474].

e) Teneurs en eau et en matières volatiles

Les teneurs en eau et en matières volatiles de HA1 et HA2 sont 2,97% et 1,72% respectivement. Ces valeurs sont élevées par rapport à la norme qui fixe la teneur maximale à 0,2% à la température de 105 °C [68]. En effet, une teneur en eau supérieure à 0,3% favorise l'oxydation enzymatique de l'huile [70]. Ainsi, pour éviter le rancissement précoce des huiles, il faut les conserver à l'abri de la chaleur et de la lumière.

L'HC1 et l'HC2, quant à eux ont des teneurs en eau et en matières volatiles égales à 0,04 et 0,01 % respectivement. Ces valeurs sont inférieures à celle trouvée par Schinas *et al.* [71], qui égale de 0,0584% et largement inférieure à la norme du Codex Alimentarius [68].

f) Indice d'acide et acidité

L'indice d'acide est un critère de qualité d'une huile. Il permet de déterminer la teneur en acide gras libres, la stabilité et la pureté de l'huile. Les valeurs de l'indice d'acide de HA1, HA2, HC1 et HC2 sont respectivement 1,80, 0,45, 0,9 et 0,4 mg de KOH/g d'HV. Les quatre HVs étudiées ont des indices d'acide faibles qui sont largement inférieures au seuil maximal admis par le Codex Alimentarius [68]. On peut donc conclure que les HVs étudiées sont de bonne qualité car leurs indices d'acide leur confèrent une forte stabilité face à l'oxydation.

Les valeurs de l'acidité de HA1 et HA2 sont respectivement 0,22% et 0,90%. L'HC1 et l'HC2 ont une valeur d'acidité similaire égale à 0,44%. Ces résultats sont inférieurs à la valeur maximale égale à 3% recommandée par Onyeike et Acheru (2002) [72] pour une huile alimentaire. Sachant qu'une faible valeur d'acidité caractérise la pureté et la stabilité d'une huile à la température ambiante [70].

g) Indice de saponification

Les valeurs de l'indice de saponification sont 199,16 et 185,13 mg/g d'HV pour l'HA1 et l'HA2 respectivement. Cependant, les indices de saponification des HC1 et HC2 sont respectivement 221,60 et 232,82 mg/g d'HV. Les valeurs obtenues pour les HA sont comprises dans l'intervalle admis par le Codex Alimentarius [68] alors que celles des HC sont légèrement supérieures. Ces résultats signifient que les HC contiennent plus d'acides gras à courtes chaînes que les HA [73].

h) Indice d'ester

L'indice d'ester permet de connaître la longueur des chaînes carbonées des acides gras et d'évaluer la masse molaire des esters présents dans les huiles étudiées [74].

HA1 et HA2 ont des indices d'ester respectifs de 196,36 et 184,68 mg/g d'HV qui sont inférieurs aux indices d'ester de HC1 et HC2 (220,70 et 231,92 mg/g d'HV respectivement).

i) Impuretés

On constate que l'HA1 a le pourcentage le plus élevé d'impureté avec 0,90% suivi par l'HC1 (0,40%), l'HC2 (0,38%) et l'HA2 avec 0,24% d'impuretés. Ces valeurs sont supérieures au seuil maximal de 0,05% admis par le Codex Alimentarius [68] pour les huiles comestibles.

La présence de niveaux élevés d'impuretés dans l'huile comestible peut provoquer une oxydation et un rancissement. Dans notre cas les valeurs sont soit à cause de l'absence du raffinage soit un traitement incorrect de clarification par décantation et filtration.

III.3.2. Analyses spectrophotométriques

III.3.2.1. Extinction spécifique

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues (K_{232} et K_{270}) pour les HVs étudiées ainsi sont représentées sur la Figure III.3.

A noter que l'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile reflète son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte, plus elle est peroxydée. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation [75].

K_{232} et varient K_{270} entre 1,09 et 3,26 et entre 3,14 et 8,20. Ces valeurs sont globalement < 5 signifiant une bonne stabilité oxydative ainsi qu'une bonne qualité des HVs étudiées [76] sauf pour l'HA1 dont le K_{270} est de 8,20. Cette altération pourrait être due à l'exposition excessive des graines d'amandes A1 ou de l'huile extraite à l'oxygène de l'air et à la lumière [77].

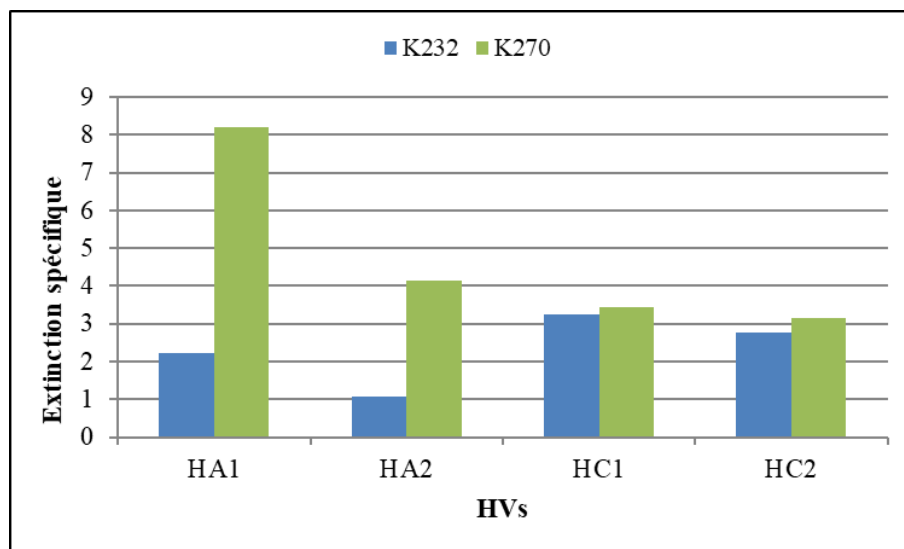


Figure III.3 : Extinctions spécifiques des HVs étudiées.

III.3.2.2. Dosage des pigments

Les pigments, qui sont exclusivement synthétisés à partir des plantes et assimilés par l'homme uniquement par l'alimentation [78], peuvent être divisés en deux classes principales : Les caroténoïdes et les dérivés de la chlorophylle [62]. Les pigments déterminent la couleur distinctive des huiles : les chlorophylles sont responsables de la couleur verte des végétaux ; les couleurs jaune et orange reviennent à la présence des caroténoïdes. Ces pigments présentent bien d'autres avantages au point de vue de la santé. En effet, ils constituent l'un des plus puissants antioxydants qui existent et qui aident à protéger les cellules du corps contre les dommages cellulaires causés par les radicaux libres [79]. Les teneurs en pigments sont représentées sur la Figure III.4.

Les deux huiles HA et HC ont des teneurs différentes en chlorophylles et en caroténoïdes. Ces dernières sont plus élevées dans HC1 et HC2 par rapport à HA1 et HA2. Aussi, les teneurs en pigments sont plus importantes dans HC2 que dans HC1 et dans HA1 par rapport à HA2. Ces résultats confirment la différence de couleurs entre les HAs et celle des HCs.

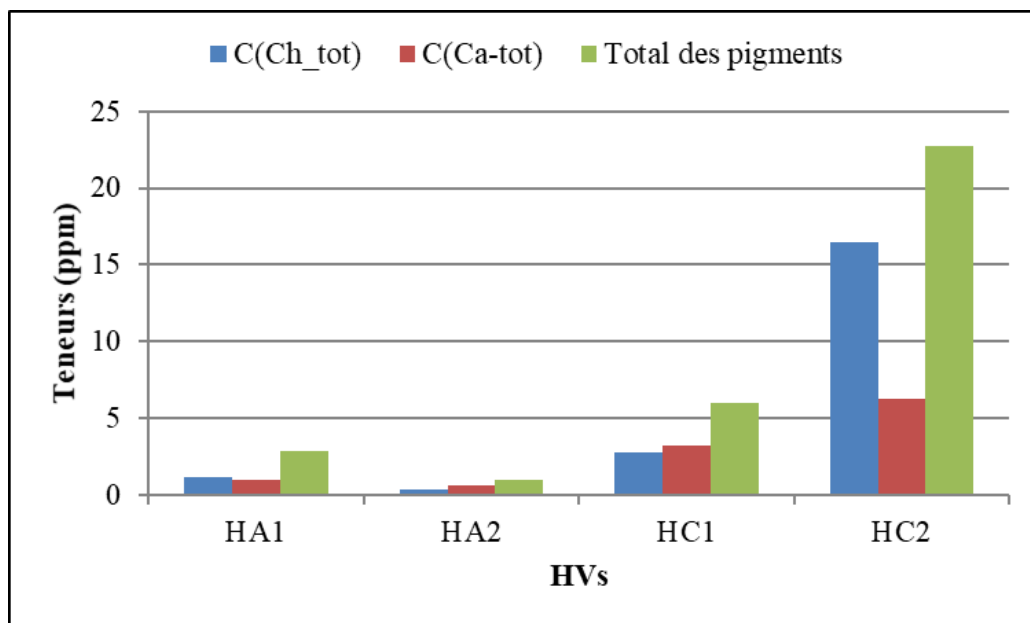


Figure III.4 : Teneur en pigment des HVs étudiées.

III.3.2.3. Détérioration de l'indice de blanchiment

Les valeurs des DOBI des HVs étudiées sont illustrées dans la Figures III.5. Les résultats montrent que seul l'HA1 a une valeur supérieure à 1,5 par contre celles de HA2, HC1 et HC2 sont largement inférieures à 1,5. Selon [80] lorsque $DOBI < 1,5$ il y a une forte possibilité que la couleur de l'huile s'assombrisse avec le temps.

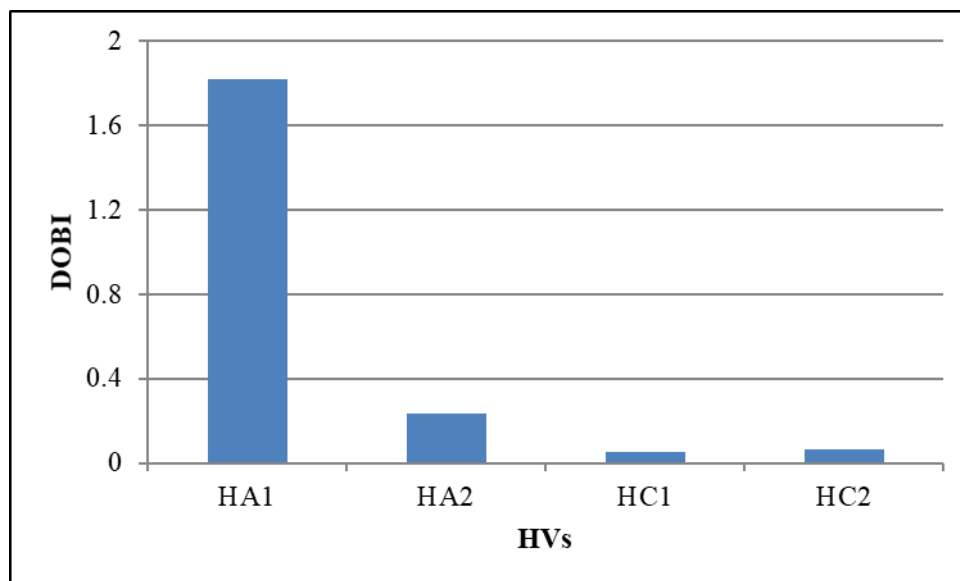


Figure III.5 : Valeurs des DBOI des quatre HVS.

III.3.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Les spectres infrarouges de HA1, HA2, HC1 et HC2 sont représentés dans les Figures III.6, III.7, III.8 et III.9 respectivement. Les nombres d'ondes ainsi que les fonctions chimiques correspondantes pour chaque HV sont récapitulés dans le Tableau III.2.

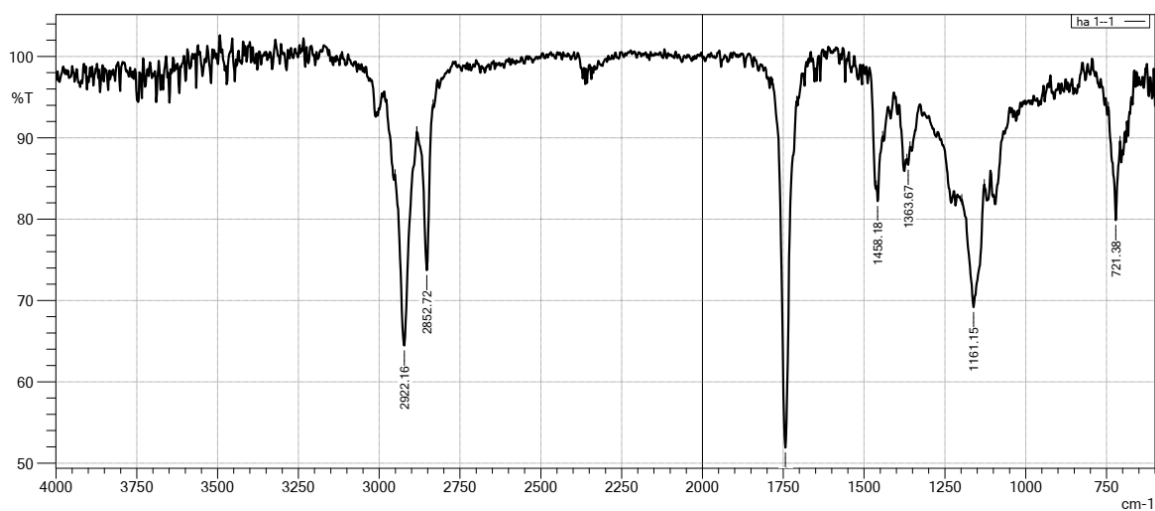


Figure III.6 : Spectre infrarouge de l'HA1.

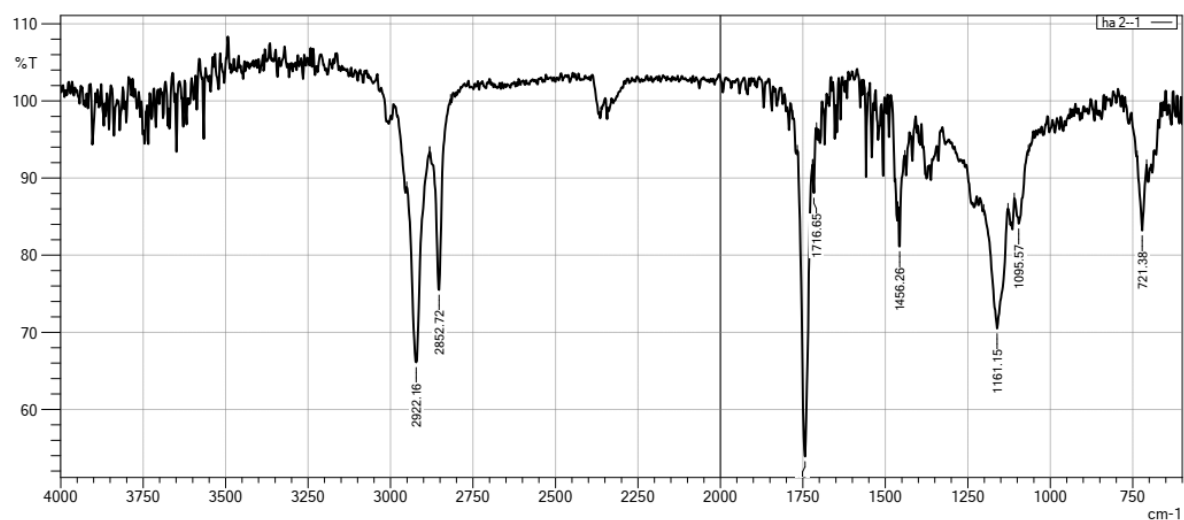


Figure III.7 : Spectre infrarouge de l'HA2.

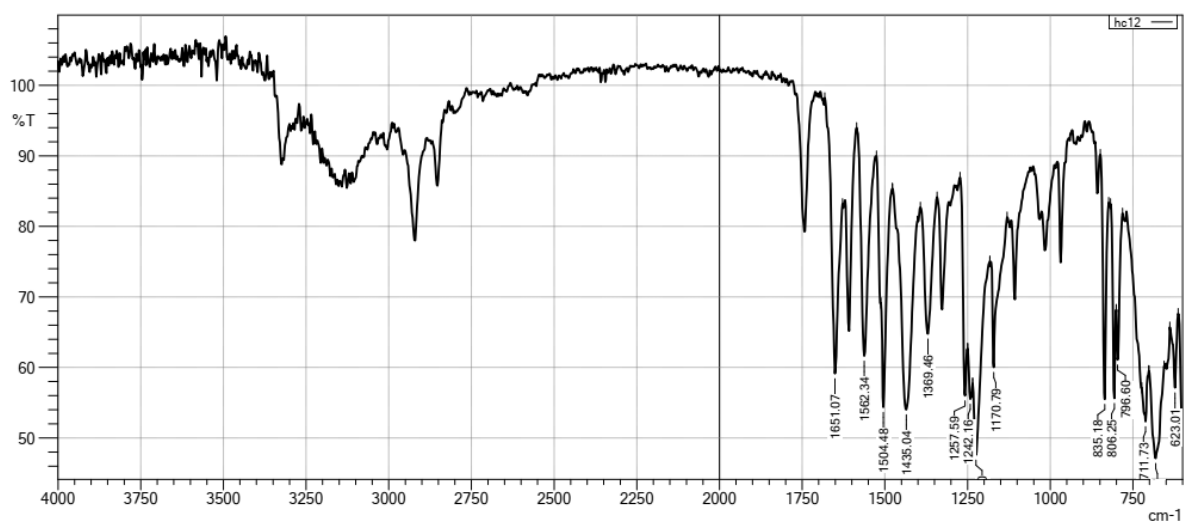


Figure III.8 : Spectre infrarouge de l'HC1.

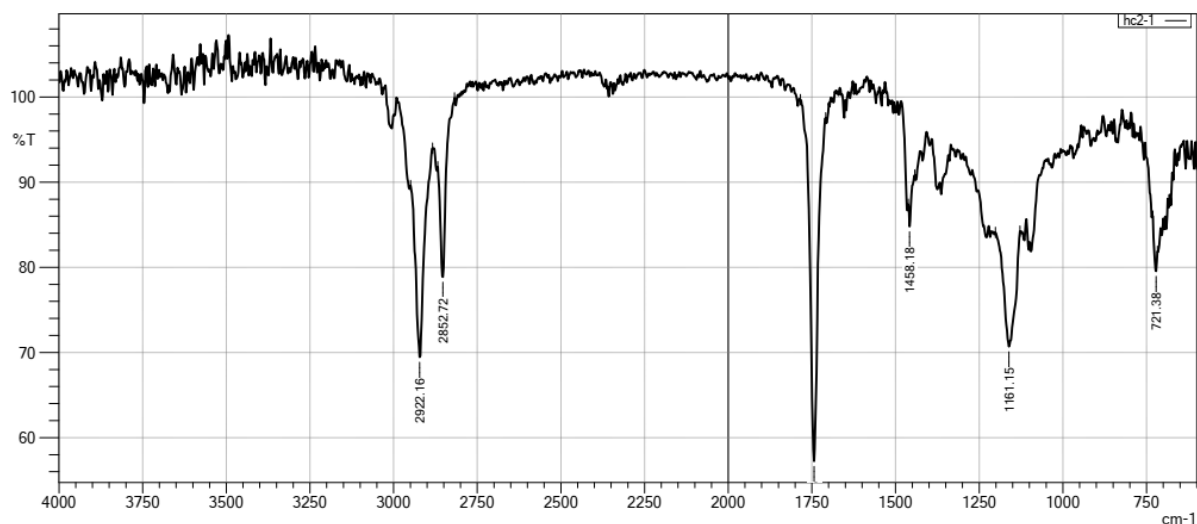


Figure III.9: Spectre infrarouge de l'HC2.

Tableau III.2 : Fonctions chimiques des HVs étudiées.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)				Fonction chimique	Nature	Composé chimique
HA1	HA2	HC1	HC2			
2922	2922	2922	2922	-CH ₂ -	Elongation	Alcane
2852	2852	2852	2852	C-H	Elongation	Alcane
1750	1750	1750	1750	C=O	Elongation	Carbonyle
/	/	1651	/	C=C	Elongation	Alcène
1458	1456	1435	1458	C=C	Elongation	Alcène
1363	/	1369	/	C-H	Déformation	Alcane
1161	1161	1170	1161	C-O	Elongation	Ester
/	/	835	/	=C-H	Déformation	Alcène aromatique
/	/	806	/	=C-H	Déformation	Alcène aromatique
/	/	796	/	=C-H	Déformation	Alcène aromatique
721	721	711	721	-CH ₂ -	Déformation	Alcène aromatique
/		623	/	≡C-H	Déformation	Alcyne

Les spectres infrarouges des quatre HVs étudiées montrent des similitudes. En effet, ces huiles se composent d'alcane, d'alcènes, d'esters et d'acides carboxyliques. L'HC1 également de l'alcyne et d'alcènes aromatiques.

III.3.4. SPF des huiles et de leurs combinaisons

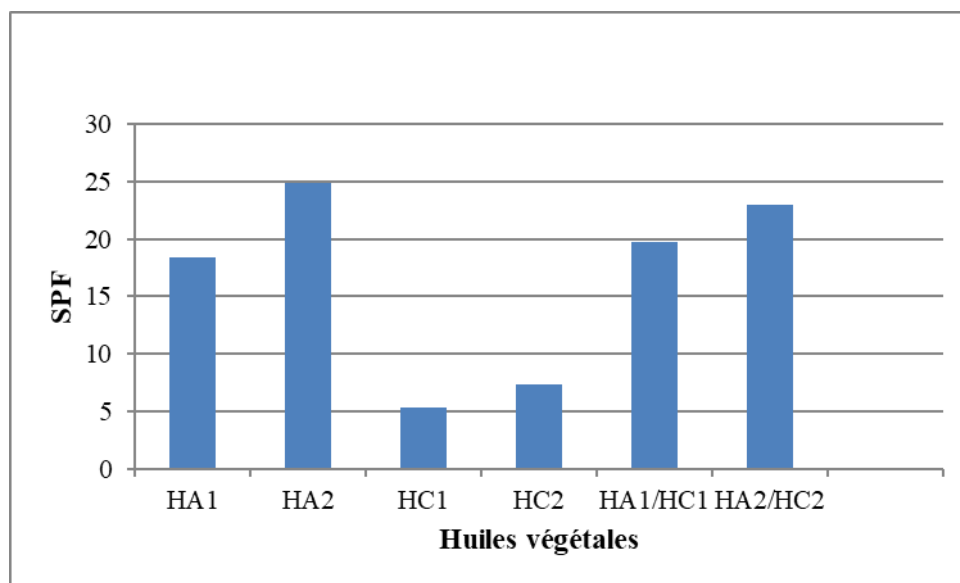


Figure III.10 : SPF des HVs et leurs combinaisons.

Les valeurs des SPF des HVs seuls et de leurs combinaisons sont représentées sur la Figure III.10. On remarque que HA2 a une valeur plus élevée à celle de l'HA1. Ceci pourrait être justifiées par divers paramètres tels que la période de récolte, le climat et la zone géographique qui peuvent avoir un effet sur la composition chimique de l'HV. Ces résultats sont supérieurs à ceux trouvés par Kaur et Saraf [81] et par Ranjithkumar et al [82] qui ont trouvé des SPF de 4,659 et 4,8 respectivement. Des valeurs faibles par rapport à celle des HA ont été obtenues pour les HC. On constate un SPF pour HC1 inférieur à celui de HC2. Ceci signifie que les HC ont une faible capacité de protection contre les UV-B.

En ce qui concerne les combinaisons, HA2/HC2 montre un SPF plus important que HA1/HC1 ; ce qui est en accord avec les résultats des SPF de chaque HV seul.

III.3.5. Observations microscopiques

Les observations microscopiques des HVs étudiées (Figure III.11) montrent une absence totale des microparticules. Ceci signifie une bonne extraction des HVs ainsi qu'une bonne séparation des résidus subsistant dans l'huile par simple décantation.

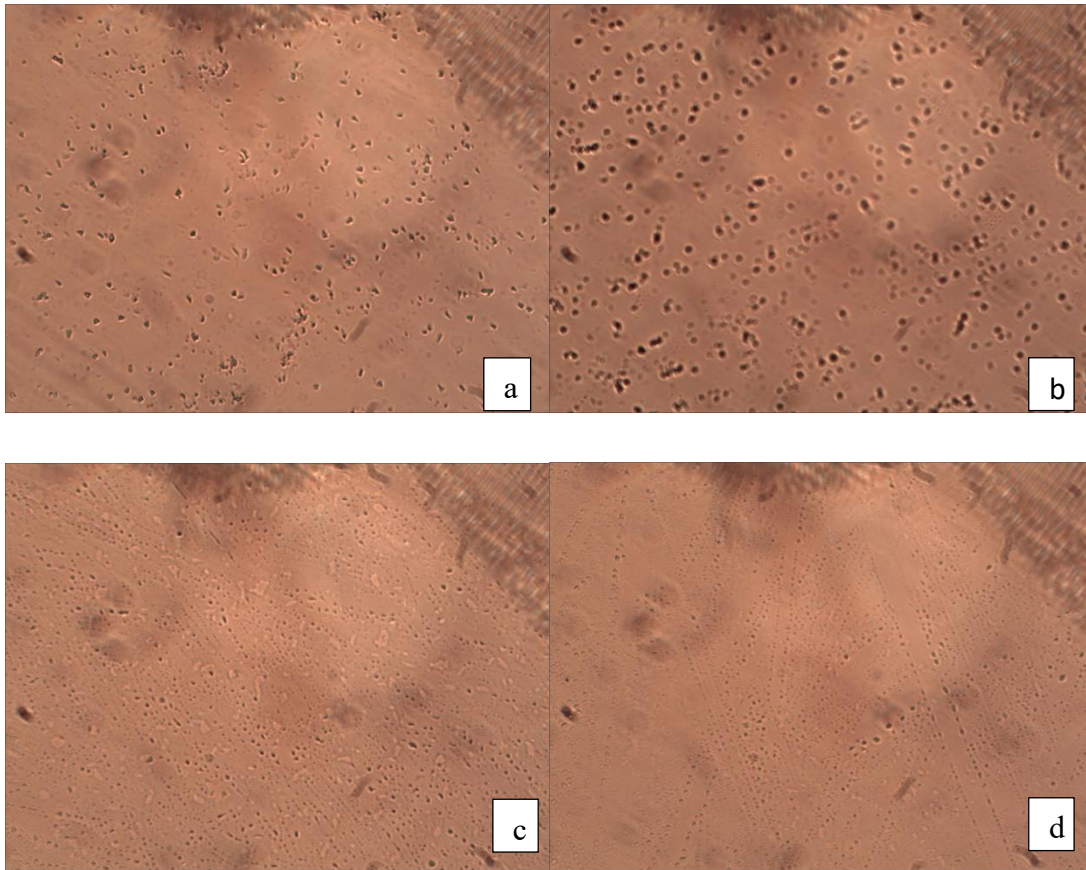


Figure III.11 : Observations microscopiques de (a : HA1, b : HA2, c : HC1, d : HC2).

III.3.6. Activité antimicrobienne

La sensibilité des différentes souches microbiennes se traduit par un halo autour du disque imprégné du composé testé. Les diamètres des zones d'inhibition (DZI) des quatre HVs et de leurs combinaisons pour les diverses souches étudiées sont représentées dans la Figure III.12.

Les résultats obtenus montrent que toutes les HVs sont inactives sur la souche *Candida albicans*.

L'HA1 et l'HA2 présentent des activités antimicrobiennes globalement similaires. Un effet positif a été observé sur quatre souches bactériennes (*Staphylococcus aureus* et *Escherichia coli* et *Bacillus subtilis* et *Aspergillus brasiliensis*) avec des zones d'inhibitions qui varient entre 13 mm et 15 mm.

L'HC1 et l'HC2 possèdent également des activités antimicrobiennes globalement similaires. Une activité antibactérienne vis-à-vis de *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Bacillus subtilis* a été observée avec des zones d'inhibitions comprises entre 11mm et 16 mm. Par contre la souche *Aspergillus brasiliensis* a montré une résistance vis-à-vis des HC étudiées.

résistante ce qui permet de dire que ces huiles n'ont pouvoir inhibiteur sur la souche considérée.

Les combinaisons des huiles HA1/HC1, HA1/HC2, HA2/HC1 et HA2/HC2 présentent des effets positifs sur les souches bactériennes *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* mais aucun effet sur *Candida albicans*. Les résultats obtenus montrent aussi que HA1/HC1, HA1/HC2 sont actifs sur *Aspergillus brasiliensis* cependant HA2/HC1 et HA2/HC2 ne le sont pas *Candida albicans* et *Aspergillus brasiliensis*.

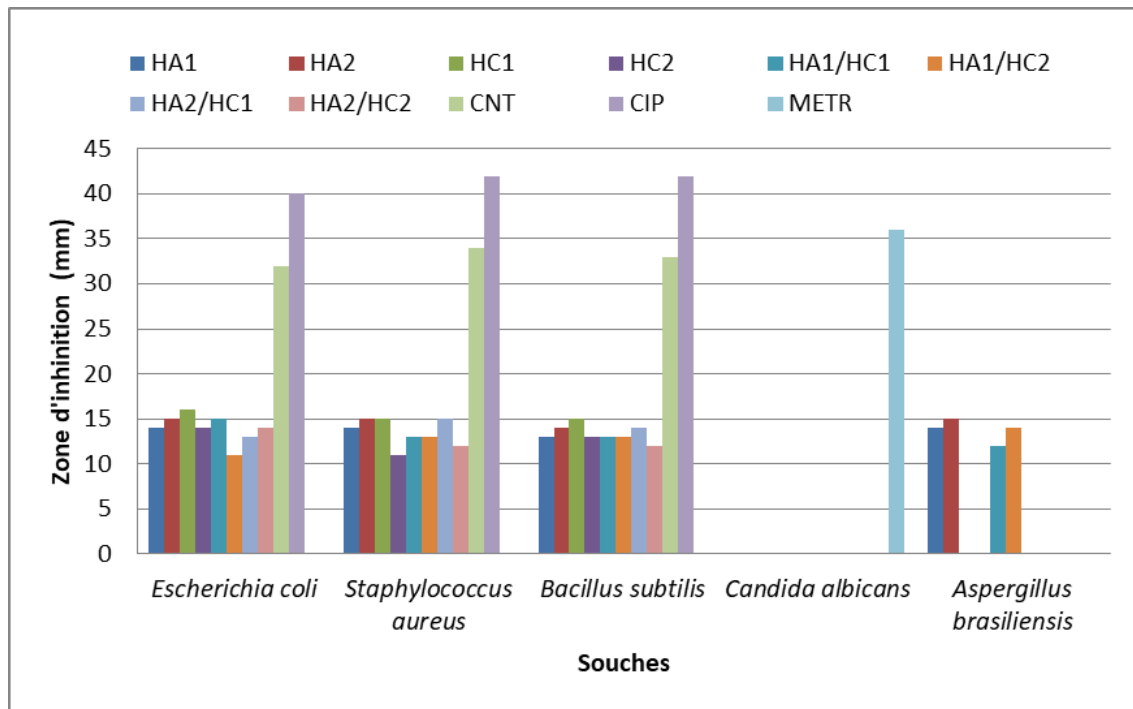


Figure III.12 : diamètres des zones d'inhibition des HVs et de leurs combinaisons pour différentes souches étudiées.

III.4. Caractérisation et étude de stabilité des émulsions formulées

III.4.1. Caractéristiques organoleptiques et observations macroscopiques

Les caractéristiques organoleptiques et les observations macroscopiques des huit émulsions formulées (TF, F1, F2) au cours du temps (28 jours), conservées à température ambiante, sont regroupées dans le Tableau III.3.

Tableau III.3 : Caractérisation organoleptiques et observations macroscopiques des émulsions au cours du temps.

Jours	formulation	Apparence	Couleur	Odeur	Homogénéité	Texture	Touché	Sensation	Lavabilité
0	TF	SS	B	P	H	O	D	SC	F
	F1	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
	F2	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
1	TF	SS	B	P	H	O	D	SC	F
	F1	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
	F2	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
7	TF	SS	B	P	H	O	D	SC	F
	F1	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
	F2	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
14	TF	SS	B	P	H	O	D	SC	F
	F1	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
	F2	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
21	TF	SS	B	P	H	O	D	SC	F
	F1	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
	F2	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
28	TF	SS	B	P	H	O	D	SC	F
	F1	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
	F2	SS	BC	P	H	O	D	SC	F
/	Réf	SS	B	P	H	O	D	SC	F

TF : témoin, **F1** : formulation 1, **F2** : formulation 2, **SS** : semi-solide, **B** : blanche, **BC** : blanc cassé, **P** : Parfumé, **H** : homogène, **O** : onctueuse, **D** : doux, **SC** : semi-collante, **F** : facile.

Les résultats ont démontré que les trois crèmes préparées (TF, F1, F2) sont homogènes avec des apparences semi-solides et des textures onctueuses. Elles ont des touchés doux et semi-collants lors de leurs applications sur la peau. Aussi, les crèmes étaient faciles à éliminer par lavage à l'eau. Ces paramètres sont semblables à ceux de la Réf.

TF, F1 et F2 dégagent une odeur caractéristique à celle du parfum utilisé dans leurs formulations.

TF est de couleur blanche comme la Réf. Cependant, F1 et F2 sont caractérisées par une couleur blanc cassé qui est due à la présence des HVs dans leurs compositions

Tous les paramètres précédemment cités n'ont subi aucun changement au cours du temps (28 jours).

III.4.2. Caractérisation physico-chimique

III.4.2.1. Potentiel d'hydrogène

Les résultats du pH des trois formulations (TF, F1 et F2) ainsi que de la Réf sont illustrés sur la Figure III.13. On note que le pH est compris entre 6,5 et 7 au cours des 28 jours. Ces valeurs de pH sont proches du pH de la peau et sont similaires à l'intervalle de pH admis par le Laboratoire Venus [6,8-7,2]. Cela indique qu'il n'y aura pas d'oxydation lorsque les crèmes sont appliquées sur la peau [83].

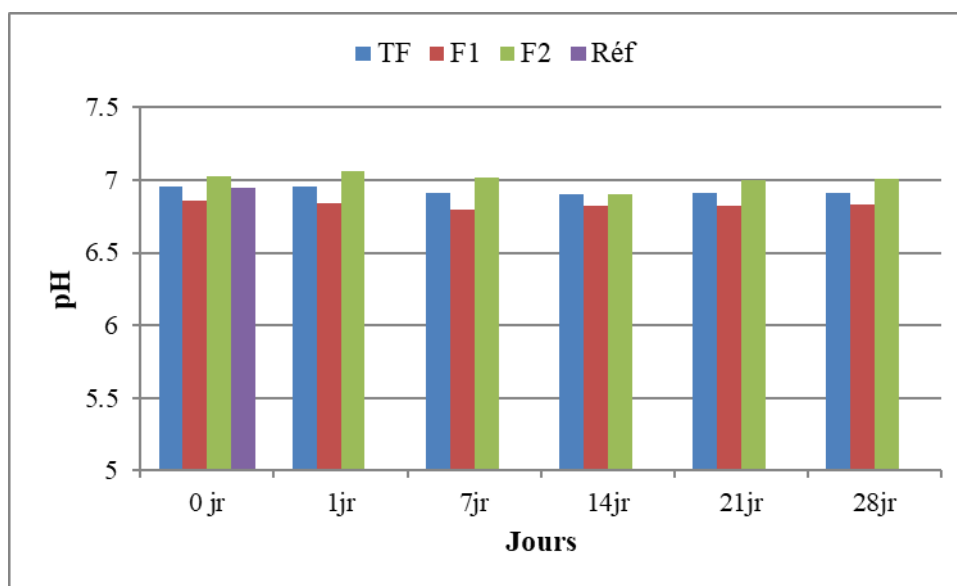


Figure III.13 : Evolution du pH des formulations au cours du temps.

III.4.2.2. Viscosité

La mesure de la viscosité permet d'indiquer si l'émulsion est suffisamment visqueuse ou facile à étaler, selon l'usage qui en sera fait [84,85]. D'après les résultats obtenus (Figure III.14), les émulsions formulées ont des viscosités comprises dans l'intervalle admis par le laboratoire VENUS [15000-25000] mPa.s qui leur permettent une facilité de pénétration lors de leurs applications sur la peau.

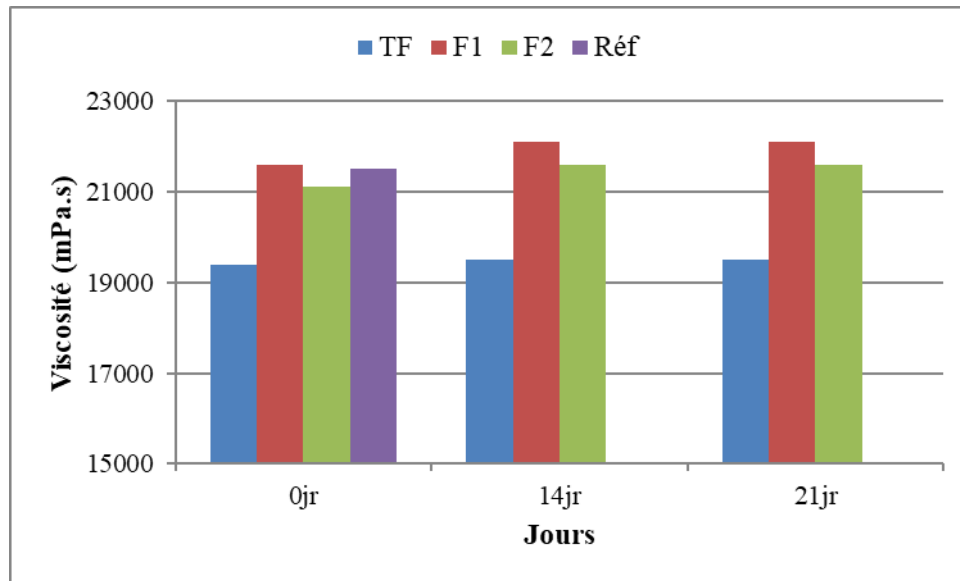


Figure III.14 : Evolution de la viscosité des formulations au cours du temps.

III.4.2.3. Indice de réfraction

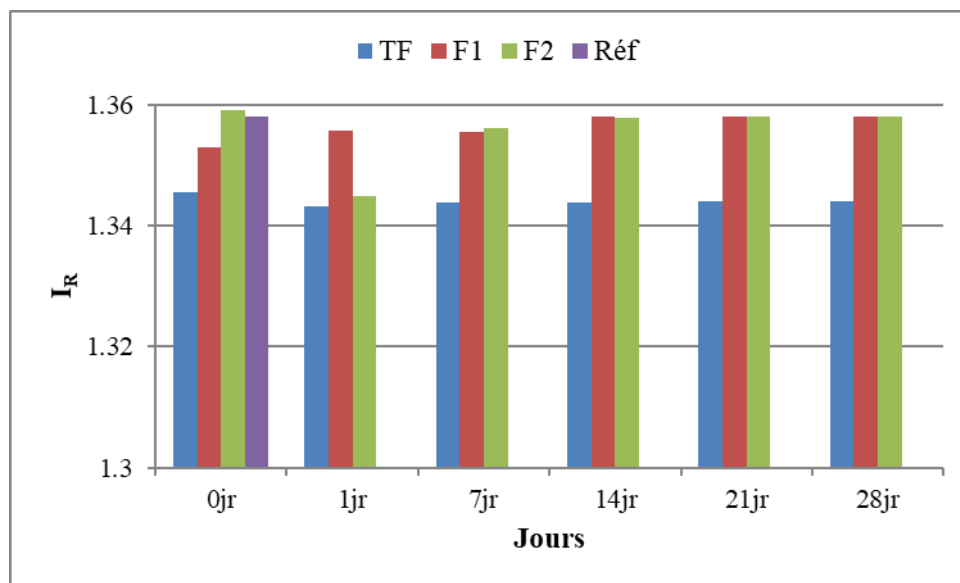


Figure III.15 : Evolution de l'indice de réfraction des formulations au cours du temps.

Les valeurs des indices de réfraction (Figure III.15) des trois formulations (TF, F1 et F2) sont comprises entre 1,34 et 1,36 et sont au voisinage de l'indice de réfraction de la référence (1,358) plus particulièrement les formulations des lesquelles les HVs ont été incorporées (i.e. F1 et F2). Ces valeurs sont proches de l'indice de réfraction de l'eau (1,33) ce qui confirme que la phase aqueuse est la phase continue (émulsion H/E).

III.4.2.4. Essais de centrifugation

Les tests de centrifugations subies par les trois crèmes formulées pendant la période d'étude permettent, en effet, d'accélérer le vieillissement des échantillons et d'évaluer leurs stabilités respectives. Les résultats (Figure III.16) montrent que les crèmes étudiées n'ont subi aucun déphasage et sont restées stables.

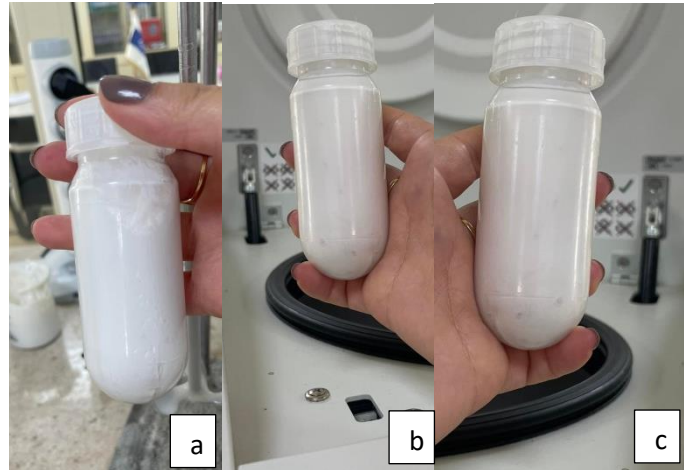


Figure III.16 : Résultats des tests de centrifugation des émulsions formulées (a : TF, b : F1, c : F2)

III.4.2.5. Turbidité

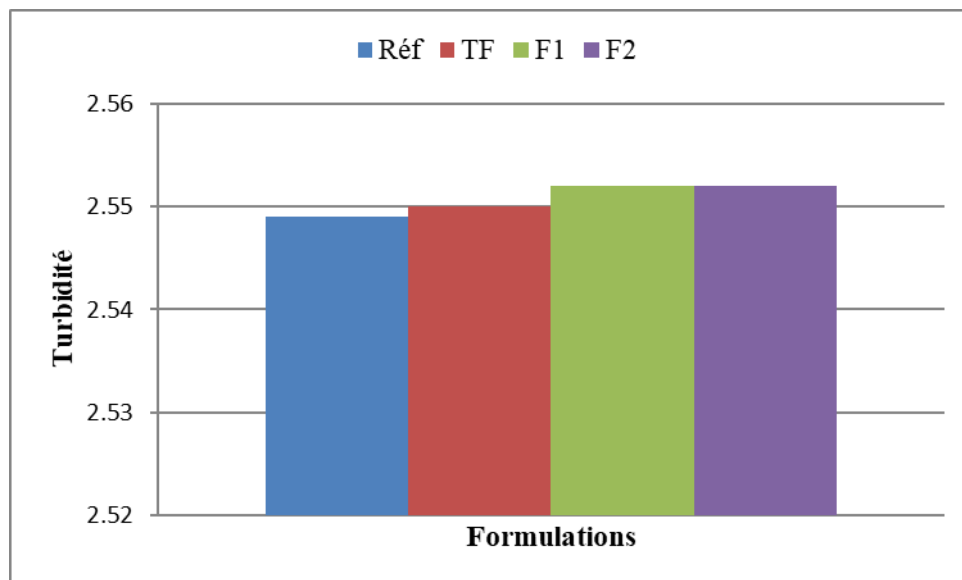


Figure III.17: Turbidité des formulations formulées.

La Figure III.17, montre que les turbidités des trois formulations sont d'environ 2,55 signifiant une opacité qui est légèrement supérieure mais reste proche à celle de la référence (2,54).

III.4.2.6. Sens de l'émulsion



Figure III.18 : Images macroscopiques du test de méthylène de TF, F1, F2 et Réf respectivement.

Le test au bleu de méthylène sur les émulsions (Figure III.18) révèle une bonne diffusion et une coloration homogène pour tous les échantillons étudiés. Ces observations indiquent que les formulations étudiées sont de type H/E comme la Réf.

III.4.2.7. Teneurs en eau et en matières volatiles et teneurs en cendre

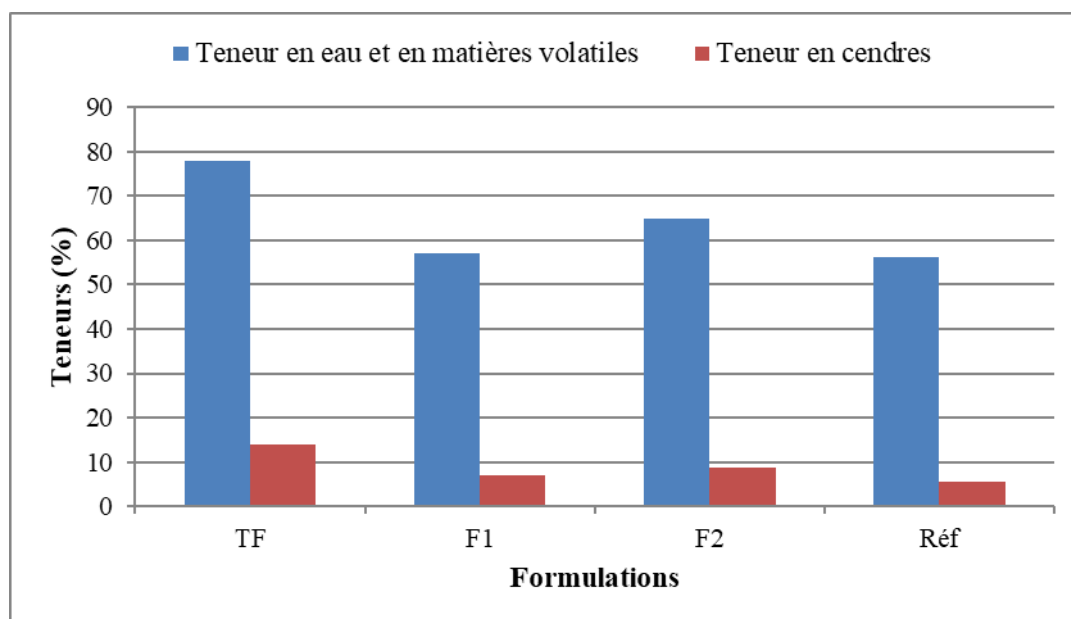


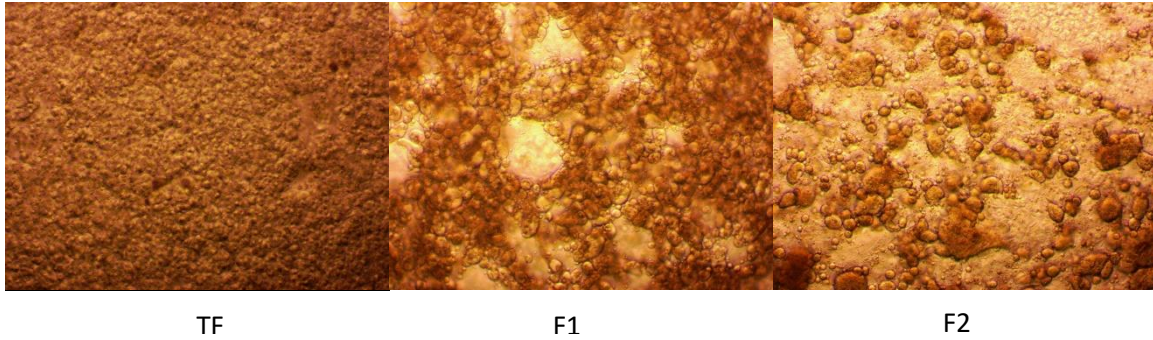
Figure III.19: Teneurs en eau et en matières volatiles et teneurs, en cendre pour les formulations.

Les teneurs en eau et en matières volatiles des émulsions et de la référence sont illustrés sur la Figure III.19. On constate que les cendres ont des teneurs en cendres comprises entre 5% et 14%. Les résultats montrent par contre une teneur en eau considérable dans toutes formulations et qui dépasse 50%. Ceci s'explique par le fait que la phase majoritaire dans les

formulations est la phase aqueuse. Ces résultats confirment encore une fois le sens de toutes les émulsions qui est de type H/E.

III.4.3. Observations microscopiques

0 jr



28jr

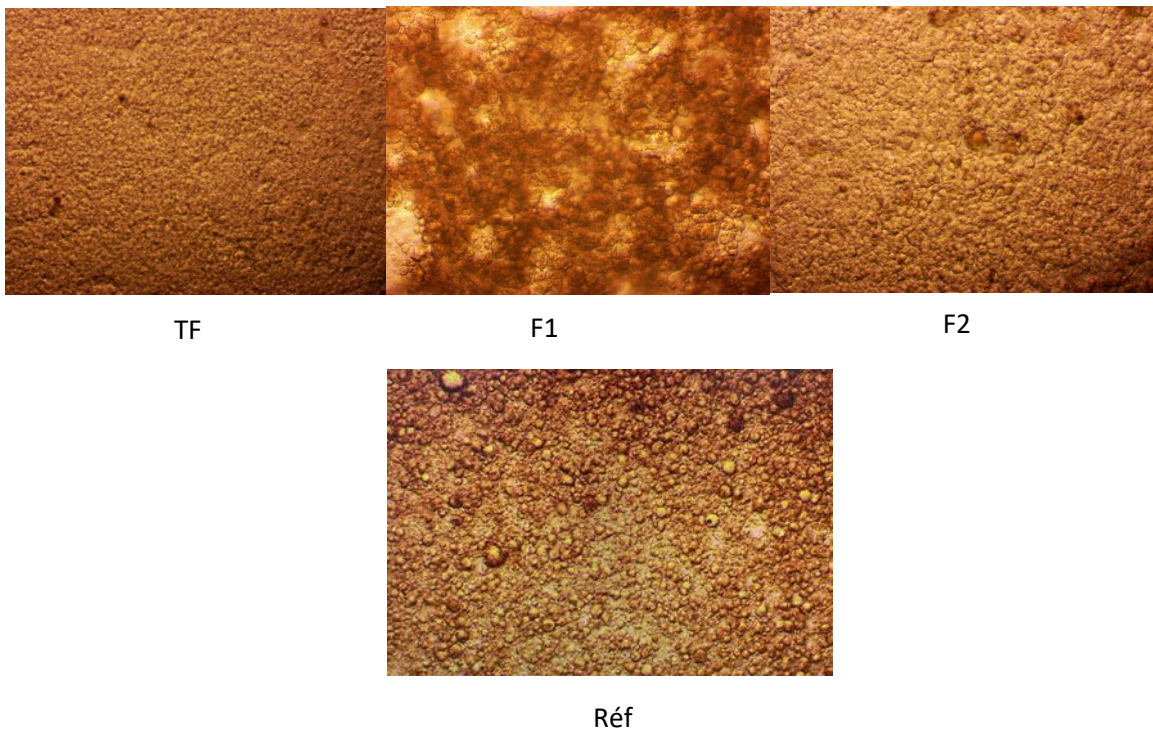


Figure III.20 : Observations microscopiques des émulsions formulées.

Les observations microscopiques des émulsions formulées et de la formule de références sont regroupées dans la Figure III.20. Le jour de la formulation les émulsions formulées présentaient des gouttelettes dispersées de taille différentes (petites, moyennes et grosses). Ce qui signifie l'absence d'homogénéité des gouttelettes et des émulsions. Au 28^{ème} jour, on observe des gouttelettes dont les tailles deviennent plus petites et plus proches. Ce qui signifie que les émulsions sont plus homogènes. Les résultats des observations microscopiques

montrent que plus le temps passe, plus les tailles des gouttelettes dans les émulsions formulées diminuent. Ces dernières deviennent plus homogènes. On constate également que F2 est plus homogène que F1. La crème de référence présente des gouttelettes de tailles différentes (petites, moyennes). Ce qui signifie que l'émulsion est plus au moins homogène.

III.4.4. Analyses microbiologiques des produits cosmétiques

Au vu des résultats regroupés dans le Tableau III.4, le taux des bactéries est de 10 pour TF et F1, et nul pour F2 et Réf. Le taux de levures et moisissures est de 100 pour TF et F1 et nul pour F2 et Réf. Ces valeurs sont conformes au seuil maximal admis par le laboratoire VENUS.

Tableau III.4 : Résultats d'analyses microbiologiques des formulations.

Formulations	Bactéries	Levures et moisissures	Norme
TF	10	10	Levures et moisissures < 1000 Bactéries < 100
F1	10	10	
F2	0	0	
Réf	0	0	

III.4.5. SPF des formulations

Les valeurs des SPF des formulations des formulations élaborées et de la crème de référence sont récapitulés sur la Figure III.21. On constate que la crème Réf a un SPF 40, mentionné sur son emballage, qui a diminué à 34,25. Ceci pourrait être dû à la date de péremption du produit (juin 2022). On peut donc conclure que l'SFP peut subir une dégradation avec le temps.

L'SPF de la crème TF est égal à 16, 81. Par contre, les formulations F1 et F2 dans lesquelles les HVs ont été incorporées ont des SPF plus élevés de 23,03 et 25,41 respectivement. Ceci permet de déduire que les HVs contribuent à augmenter l'SPF et l'efficacité des formulations à bloquer les rayons UV.

F1 et F2 ont ainsi une bonne capacité de protection contre les rayonnements UV-B qui est comprise entre 90% et 96,6% [86] une crème solaire SPF 30 est la plus recommandée dans la plupart des cas.

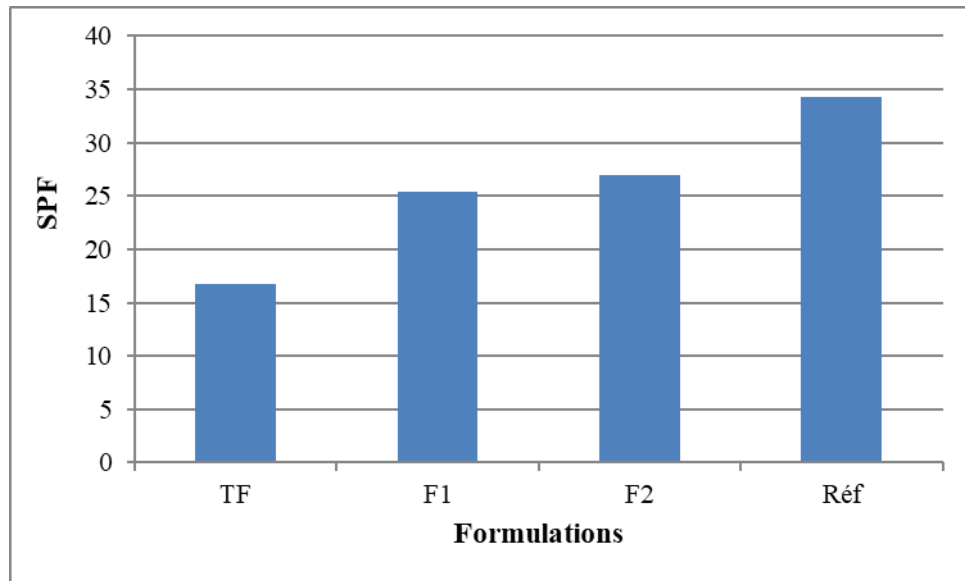


Figure III.21 : Valeurs des SPF des formulations élaborées et la crème de référence.

III.4.6. Analyses rhéologiques

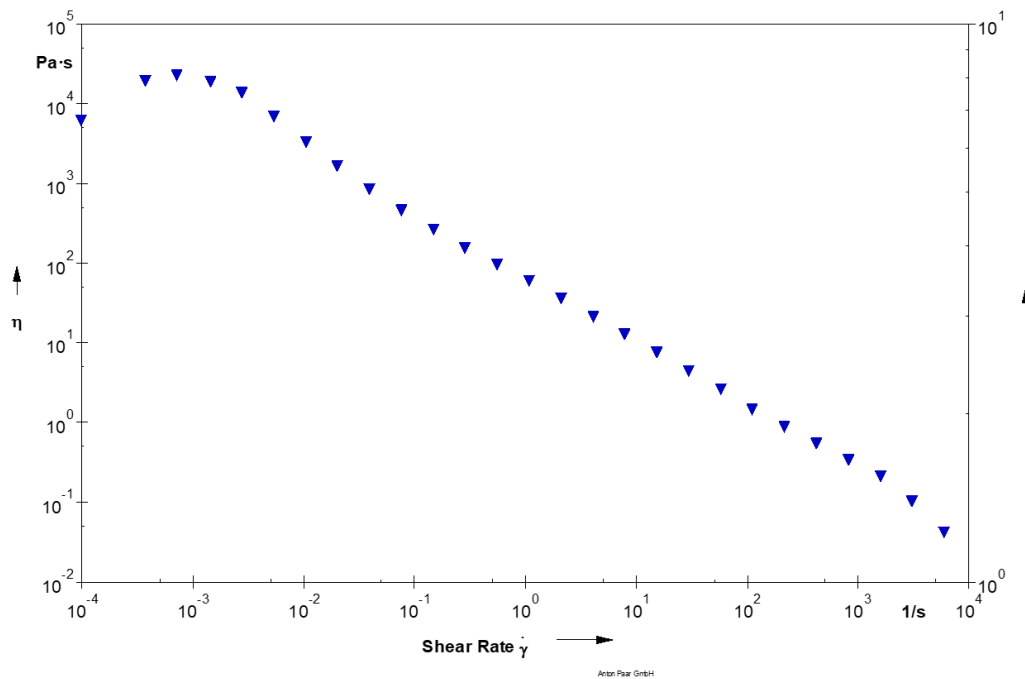


Figure III.22 : Rhéogramme de TF.

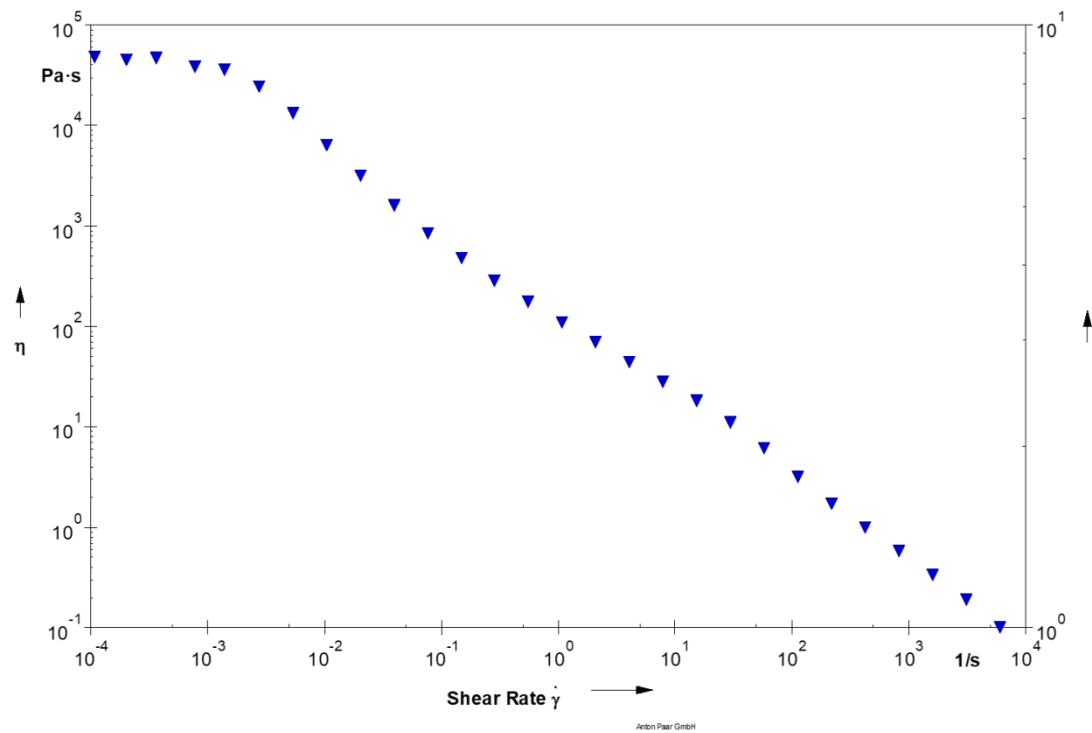


Figure III.23 : Rhéogramme de F1.

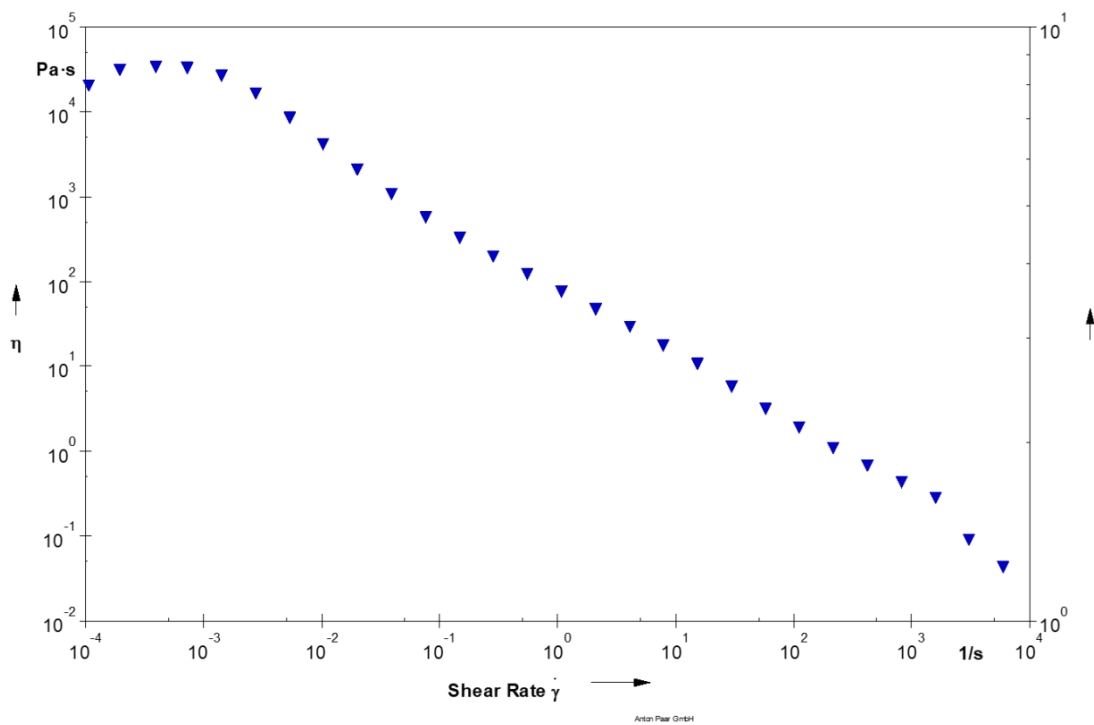


Figure III.24 : Rhéogramme de F2.

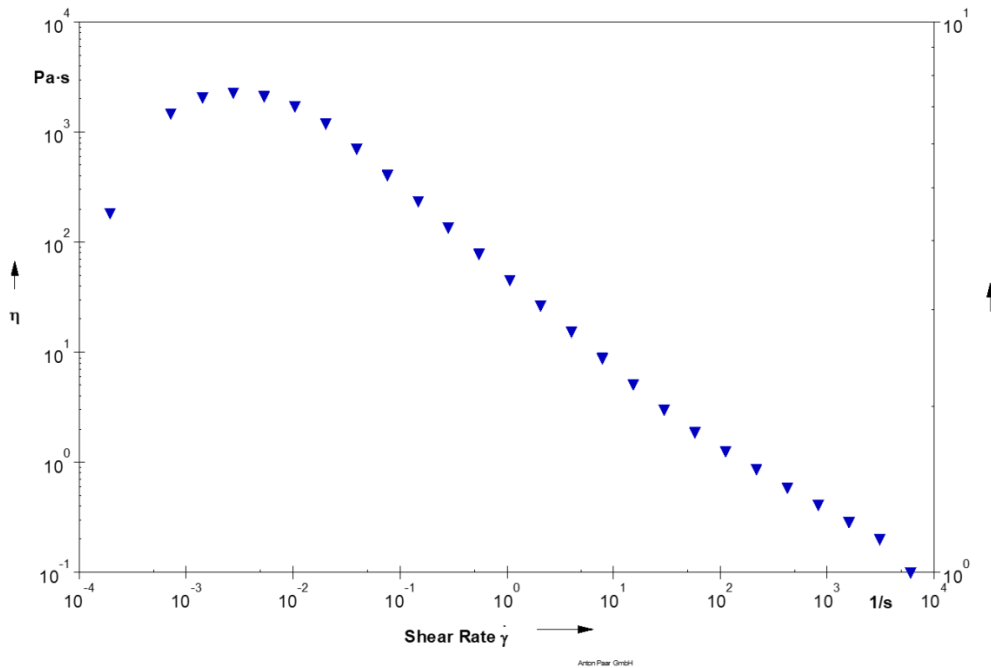


Figure III.25 : Rhéogramme de Réf.

Les rhéogrammes des formulations (Figures III.22, III.23, III.24 et III.25) révèlent qu'un comportement non newtonien et rhéofluidifiant avec une diminution constante de la viscosité en fonction de l'augmentation de la contrainte de cisaillement [87].

La viscosité au taux de cisaillement nul de la Réf correspond à celle d'un produit beaucoup plus laiteux que la crème. En effet, les crèmes ont généralement des viscosités au repos aux alentours de 10000 Pa.s. Les viscosités au repos au taux de cisaillement nul de TF, F1 et F2 sont, quant à elles, proches de cette dernière. Ces valeurs sont toutes supérieures d'une décade par rapport à la Réf ce qui indique que TF, F1 et F2 sont plus visqueuses qu'elle (i.e. Réf). De ce fait, il est recommandé de réduire les agents épaississants ou viscosifiants si on veut obtenir des valeurs similaires à la référence (Réf). Par ailleurs, ces valeurs révèlent une stabilité potentielle contre la séparation de phase, du fait que la vitesse de Stocks est ralentie d'un facteur d'environ 10000 pour TF, F1 et F2. Ces facteurs correspondent aux valeurs de leurs viscosités respectives au repos.

III.5. Caractérisation des émulsions formulées après vieillissement (cycles chaud/froid)

III.5.1. Caractéristiques organoleptiques et observations macroscopiques

Les résultats ont démontré que les émulsions (T1, F1, F2) n'ont subi aucun changement dans leurs caractéristiques organoleptiques et macroscopiques après vieillissement. Ainsi, les

émulsions ont gardé des apparences semi-solides et des couleurs blanches pour TF et blanc cassé pur F1 et F2. Les émulsions TF, F1, F2 ont gardé leurs odeurs ainsi leurs homogénéités, leurs textures onctueuses, les touchés doux, les sensations semi-collantes lorsqu'elles sont appliquées sur la peau, ainsi que la facilité d'élimination par l'eau.

III.5.2. Potentiel d'hydrogène

Le Figure III.26 montre que le pH des formulations après vieillissement est resté dans l'intervalle du pH de la peau. Ceci indique une stabilité chimique des émulsions formulées au vieillissement.

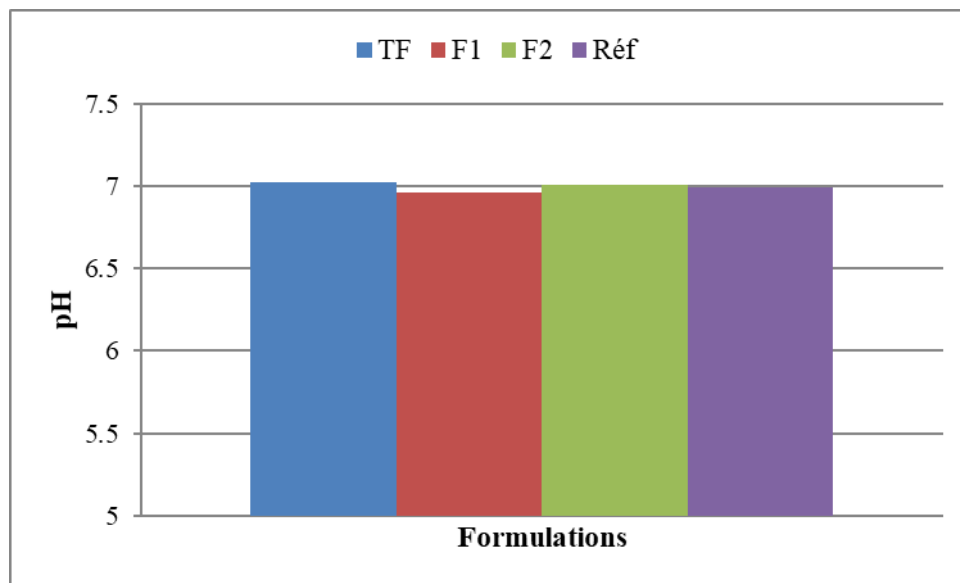


Figure III.26 : pH des formulations vieilles.

III.5.3. Viscosité

La Figure III.27 indique que les valeurs de la viscosité des formulations après vieillissement sont restées dans l'intervalle requis par le laboratoire VENUS. Ces résultats montrent leurs stabilités physiques intéressantes.

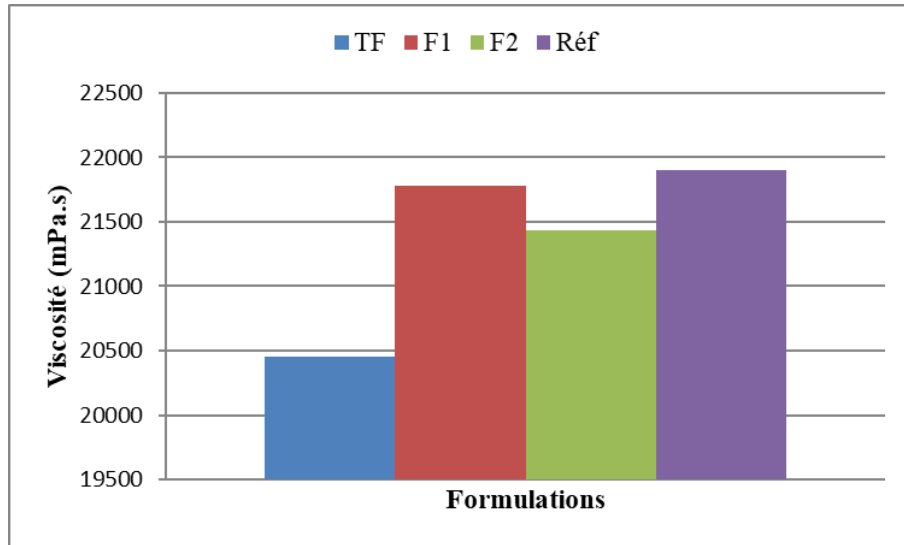


Figure III.27 : Viscosité des formulations vieilles.

III.5.4. Indice de réfraction

La Figure III.28 révèle que les indices de réfraction des formulations vieilles varient entre 1,34 et 1,37. Elles sont pratiquement similaires aux indices de réfraction des formulations conservées à température ambiante. Ces valeurs sont toujours proches de l'indice de réfraction de l'eau (1,33) ce qui prouve que la phase aqueuse est toujours la phase continue (émulsion H/E).

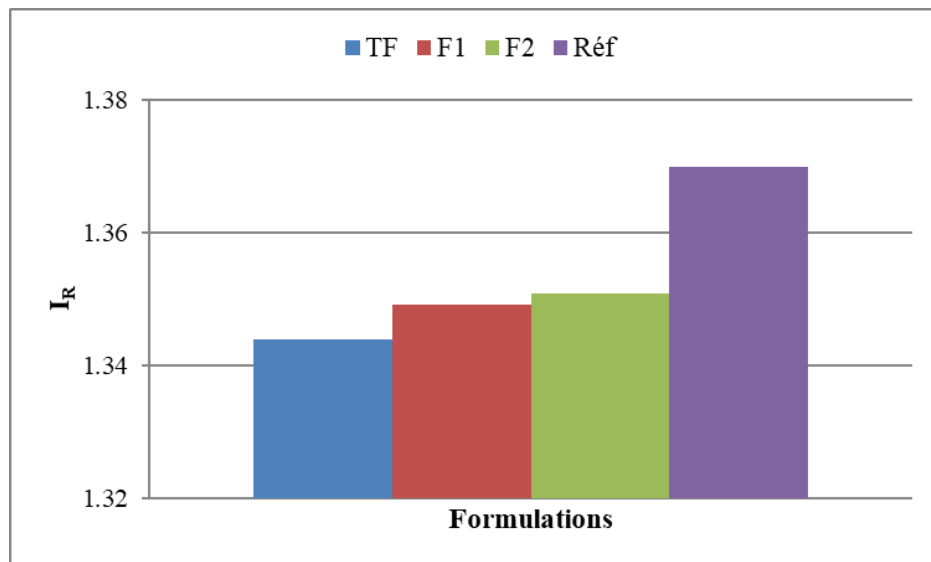


Figure III.28 : Indice de réfraction des formulations vieilles.

III.5.5. Turbidité

D'après la Figure III.29, une légère diminution dans la turbidité des formulations vieilles est observée. Les valeurs obtenues pour toutes les formulations vieilles sont comprises entre 2,54

et 2,55. Ces résultats indiquent que le vieillissement n'a qu'un faible impact sur l'opacité des formulations.

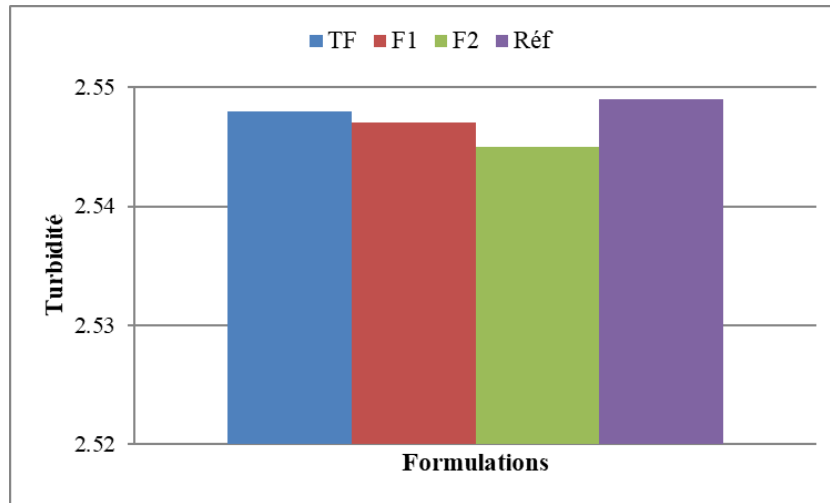


Figure III.29: Turbidité des émulsions formulées après vieillissement..

III.5.6. Sens de l'émulsion

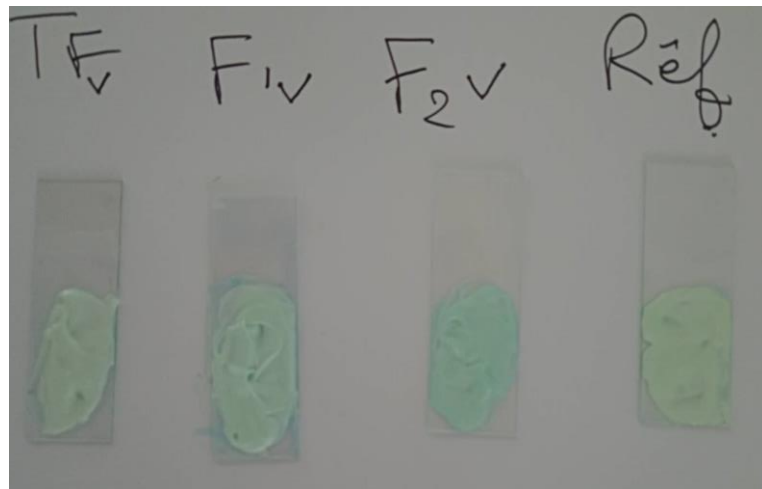


Figure III.30 : Image macroscopiques du test de bleu de méthylène de TF, F1, F2, Réf après vieillissement.

Le test au bleu de méthylène (Figure III.30) des formulations vieilles ne montre aucun changement dans le sens de l'émulsion. Malgré le vieillissement le type des émulsions est toujours de type H/E.

III.5.7. Observations microscopiques

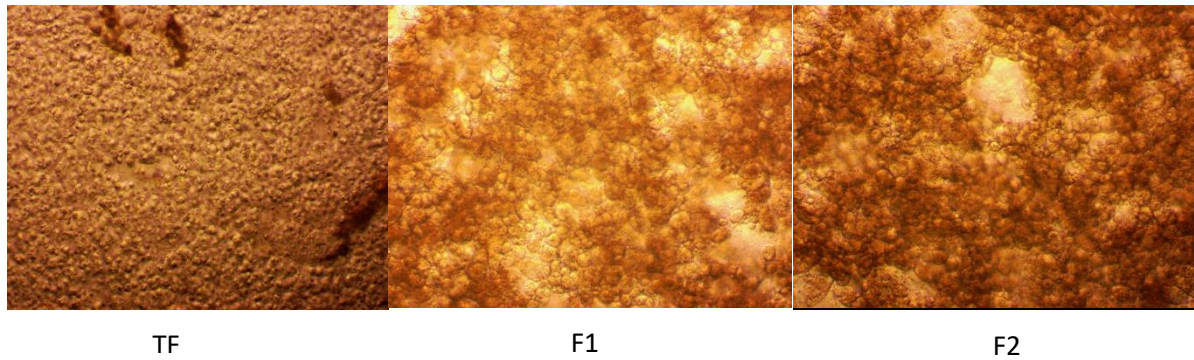


Figure III.31 : Observations microscopiques des formulations vieilles.

La Figure III.31 montre que les formulations vieilles ont subi une légère augmentation des tailles des gouttelettes. Cette augmentation est plus importante dans F2 par rapport à F1 et TF. Cependant, cette augmentation n'a pas influé sur les propriétés macroscopiques de ces formulations.

III.5.8. Analyses microbiologiques

Au vu des résultats regroupés dans le Tableau III.5, le taux des bactéries et des levures et moisissures est nul pour toutes les formulations vieilles. Ceci signifie que les formulations vieilles ne sont pas contaminées et restent conformes au seuil maximal admis par le laboratoire VENUS.

Tableau III.5 : Résultats d'analyses microbiologiques des formulations vieilles.

Formulations	Bactéries	Levures et moisissures	Norme
TF	0	0	Levures et moisissures < 1000 Bactéries < 100
F1	0	0	
F2	0	0	

Conclusion

L'objectif de notre travail était de déterminer les propriétés organoleptiques, physico-chimiques et microbiologiques des HVs de *Prunus Amygdalus dulcis* (*Prunus Amygdalus dulcis* 1 et *Prunus Amygdalus dulcis* 2) et des graines de *Cucurbita pepo* (*Cucurbita pepo* 1 et *Cucurbita pepo* 2), récoltées de différentes régions de l'Algérie, obtenues par expression à froid, ainsi que la caractérisation et l'étude de stabilité d'émulsions formulées à base de ces huiles végétales.

Nous pouvons retenir de l'ensemble des résultats obtenues ce qui suit :

- L'extraction par expression à froid des quatre espèces végétales *Prunus Amygdalus dulcis* 1 et *Prunus Amygdalus dulcis* 2, *Cucurbita pepo* 1 et *Cucurbita pepo* 2 donne un rendement en HV de 25%, 37,2%, 16,7% et 28% respectivement.
- Les HA1 et HA2 sont des liquides mobiles de couleurs jaunes et dégageant une odeur caractéristique. Les HC1 et HC2 sont des liquides légèrement visqueux avec une odeur légère qui rappelle celle de la courge. L'HC2 a une couleur verte sombre tandis que HC2 est de couleur marron avec des reflets rouges foncés.
- Les résultats obtenus lors des mesures de la densité relative et de l'indice de réfraction montrent la bonne qualité des HVs étudiées.
- Les valeurs des indices d'acide et de saponification des quatre HVs sont globalement conformes aux normes exigées par le Codex Alimentarius. Ceci confirme que la bonne qualité des HVs étudiées est bonne.
- Les deux huiles HA et HC ont des teneurs différentes en chlorophylles et en caroténoïdes. Ces dernières sont plus élevées dans HC1 et HC2 par rapport à HA1 et HA2
- L'analyse infrarouge des HVs révèle une composition riche en esters et acides carboxyliques, alcanes et alcènes. Plus l'alcyne et d'alcènes aromatiques pour HC1.
- Les HVs ont une faible activité antimicrobienne sur les souches bactériennes *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* et *Aspergillus brasiliensis* et sont inactives vis-à-vis de *Candida albicans*.
- Les émulsions formulées, et dans lesquelles les HVs ont été incorporées, conservées à température ambiante et vieilles se sont révélées stables du point de vue macroscopique et physico-chimiques et sont conforme aux normes suivies par le Laboratoire VENUS.

En perspectives et tenant compte des résultats obtenus dans ce travail, il serait intéressant de poursuivre cette étude en réalisant ce qui suit :

- Déterminer la composition en acides gras des HVs étudiées par chromatographique en phase gazeuse et ce afin d'avoir l'identification complète de leurs compositions.
- Déterminer les teneurs en tocophérols par chromatographie en phase liquide à haute performance.
- Etudier les activités antioxydantes des HVs et des émulsions formulées.
- Elargir la durée d'étude de stabilité des émulsions formulées.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Boutayeb A., (2013) Etude bibliographique sur les huiles essentielles et végétales. Mémoire de licence. Université Ibn Tofail.
- [2] Gornay J., (2006) Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.
- [3] Tremoleires J. et al., (1980) Manuel d'alimentation humaine. Tome 1 : les bases d'alimentation Ed : E.S.F. Paris.
- [4] Frenot M. et Vierling E., (2001) Biochimie des aliments, Diététique du sujet bien portant. Ed Doin éditeurs, Centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine, Bordeaux.
- [5] Morin O., Pages-Xatart-Pares X., (2012) Huiles et corps gras végétaux: ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. OCL, 19, p 63-75.
- [6] Weil J. H., (1995) Biochimie générale, Ed : Elsevier *Masson*, Paris.
- [7] Mendy F., (2016) Un regard passionné sur les lipides ou matières grasses, EDP sciences, ebook disponible sur : <https://www.edpopen.org>.
- [8] Naudet M., (1992) Manuel des corps gras, Tome 1, Ed : TEC & DOC, Lavoisier, Paris.
- [9] Ollivier D., (2006) Compositions en acides gras et en triglycérides d'huiles d'olive vierges françaises (*Olea europaea*, subsp *europaea*). Application à la détermination de leurs origines variétales et géographiques, Thèse de Doctorat, Université Paul Cézanne, Aix-Marseille III.
- [10] Wolff J. P., (1968) Manuel d'analyse des corps gras. Ed : Azoulay, Paris.
- [11] Bourgeois C., (2003) Les vitamines dans les industries agroalimentaires, Ed : TEC & DOC, France.
- [12] Alais C., (2003) Biochimie alimentaire, Ed : Dunod, Paris.
- [13] Benseghier K., Khamed O., (2014) Huiles Alimentaire de graines *Pinus pinea*. Extraction et caractérisation physique-chimique, Mémoire d'ingénieur, Université Kasdi Merbah, Ouargla.
- [14] François R., (1974) Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisance et réglementation, Ed : Lavoisier, Paris.
- [15] Stryer L., Berg J., Tymoczko J., (2003) Biochimie, Ed: Flammarion, Paris.
- [16] Weil J. H., Bonnet J., Boulenger Y. Ebel J. P et al. (2001) Structure des lipides. In biochimie générale, Ed : Dunod, Paris.
- [17] Bodjolle-d'Almeida L., (2018) Intérêt des plantes issues de la biodiversité brésilienne et africaine dans les soins capillaires, Thèse de Doctorat soutenue à la faculté de pharmacie, Université d'Aix-Marseille.

- [18] Association Française Interprofessionnelles de l'Olive., (2012) Rapport D'activités, Afidel, France, Article disponible sur : <https://afidol.org/>.
- [19] Rastoin J. L., Benabderrazik H., (2014) Céréales et oléo-protéagineux au Maghreb, Institut de prospective économique du monde méditerranéen (IPEMED), p 22-26.
- [20] Aguié Z., Messai Belgacem M., (2018) Valorisation des arachides (*Arachis hypogaea* L.) cultivées à la Wilaya D'El-Oued, Mémoire de Master, Université Echahid Hamma Lakhdar d'El-Oued.
- [21] Fisk W. A., Agbai O., Lev-Tov H.A., Sivamani R. K., (2013) The use of botanically derived agents for hyperpigmentation, Dovepress, 70(2), p 352-365.
- [22] Penchev P.I., (2010) Etude des procédés d'extraction et de purification des produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions, Thèse du Doctorat, l'Université de Toulouse.
- [23] Tedjini B., (2006) Extraction des huiles essentielles et des concrètes de l'huile visqueuse, Mémoire d'ingénieur d'Etat, Ecole Nationale Polytechnique, Alger.
- [24] Berrim H., Ben Amar R., (2013) Mise en valeur des huiles de soja. Mémoire de master académique. Université Kasdi Marbah .Ouargla.
- [25] Chemat F., (2011) Eco-extraction du végétal procédés innovants et solvants alternatifs. Ed: Dunod, Paris.
- [26] Fullbrook P.D., (1983) The use of enzymes in the processing of oil seeds, J.A.O.C.S, 60(2), p 476-479.
- [27] Frenot M., Vierling E., (2001) Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Ed : Doin, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine, Bordeaux.
- [28] Erard P., (2002) La courgette C.t.i.f.l. (Centre technique interprofessionnel des fruits et légumes, Ed : Buguet comptour, Macon-Ctifl- Paris.
- [29] Site de l'atlas : <https://www.atlasbig.com/fr-lu/pays-par-production-de-citrouille>
- [30] Site de l'Algérie Presse Service : <https://www.aps.dz/regions/105426-ghardaia-la-courge-du-m-zab-suscite-un-vif-engouement>
- [31] Caili F., Huan S., Quanhong L., (2006) A review on pharmacological Activities and Utilisation Technologies of pumpkin. Plant Foods for Human Nutrition, 61, p 73-80.
- [32] Xanthopoulou M. N., Nomikos T., Fragopoulou E et Antonopoulou S., (2009) Antioxidant and lipoxygenase inhibitory activities of pumpkin seed extracts. Food Research International, 42, p 641–646.

- [33] Rafidmanantsoa P., (2010) Caractérisation de l'huile de pepins de passiflora edulis et de l'huile de pepins de cucurbita pepo en vue de leur valorisation, Mémoire de Master Université D'Antananarivo. Madagascar.
- [34] Nakavoua, A. H. W., Enoua, G.C., Manhan-Iniangas, S., Chalard P., Figuéredo G., (2021) Use of Cucurbita pepo Oil to Fight against the UV Action on the Skin. Green and Sustainable Chemistry, Congo, 11, p 49-58.
- [35] Vieille A., (2018), Journal sur huile essentielle amande amère Maroc prunus Armenia l, Article disponible sur : <https://www.albertvieille.com/>.
- [36] Felipe, A. J., (2000), El almendro, el material vegetal, 1 ère Ed, Espagne.
- [37] Roberte, (1985), Les arbres à fruits secs : amandier —châtaignier- noisetier- noyer, Flammarion, Paris, France.
- [38] Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAOSTAT), (2017) Article disponible sur : <https://www.fao.org>.
- [39] Tozanli S., (2018) Étude du marché algérien intérieur et import/export de la pistache, de la câpre, de l'amande amère et du safran. Expert chaîne globale de valeur. PAP-ENPARD, Algérie.
- [40] Bansa I. P., Sannd R., Srikanth N., Lavekar G. S., (2009) Effect of a traditionally designed nutraceutical on the stress induced immunoglobulin changes at Antarctica., Afr J biochem Res,3, p 84-88.
- [42] Pinelo M., Rubilar M., Sineiro J., Nunez M. J., (2004) Extraction of antioxidant phenolics from almond hulls (Prunus amygdalus) and pine sawdust (Pinuspinaster). Food chemistry, 85, p 267-273.
- [43] Puri A., Sahai R., Singh K.L., Saxena R.P., (2000) Immuno stimulant activity of dry fruitsand plant materials which are used in the Indian traditional medical system for mother safterchild birth and invalids. J Ethanopharmacol, 71, p 89-92.
- [44] Tonelli N., (2013) Des fruits et des graines comestibles du monde entier, Ed : Lavoisier, France.
- [45] Interchimie, (2018) *Prunus Amygdalus Dulcis* Oil, Article disponible sur : <https://www.interchimie.fr/produits/huiles-vegetales/huile-damande-douce-raffinee-pharmacopee-europeenne/>
- [46] Garcia L. C., Grane T. N., Berenguer N. V., Garcia J. E., et Martin C. M. L., (1996) Major fatty acids composition of 19 almond cultivars of different origins, A chemometric approach. Journal of agricultural and food chemistry, 44 (7), p 1751-1755.
- [47] Jacqueline M. M., Maria T., Lindsay V. C., (2007) Newborn and infant nursing reviews, Northwestern University, 7(1), p 39 – 46.
- [48] Qing-An Z., Xue-Hui F., Zhi-Qi Z., Bao-Shan Z., Zeqing Z., Xiao-Yan J., (2009) Optimization of SC-CO₂ extraction of oil from almond pretreated with autoclaving, Food Science and Technology, 42, p 1530- 1537.
- [49] Doumeix O., (2011) Opérations Unitaires En Génie Biologique. Tome 1: Les Émulsions, Ed : CRDP d'Aquitaine, France.
- [50] Bechlaghem M., Derras M.I., (2017) Essais de mise au point de formulation d'une crème Cosmétique hydratante anti âge, Mémoire de Master, Université de Tlemcen.

- [51] Règlement (CE), (2009) du Parlement européen et du Conseil du 30 novembre 2009 relatif aux produits cosmétiques, No 1223/2009, Article disponible sur : <https://eur-lex.europa.eu>.
- [52] Recommandation de la Commission européenne du 22 septembre 2006 relative aux produits de protection solaire et aux allégations de fabricants quant à leur efficacité, Article disponible sur: <https://eur-lex.europa.eu>
- [53] Beani P, J, C., Brin A, J., Cadet P, J. et al., (2006) Recommandations concernant les conditions d'étiquetage des produits de protection solaire, Article disponible sur: <https://archiveansm.integra.fr>
- [54] ISO 665 :2020 : Graines oléagineuses-Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.
- [55] ISO 2171 : 2017 : Générales, légumineuses et produits dérivés-Dosage du taux de cendre par incinération.
- [56] ISO 6883 : 2000 : Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de la masse volumique conventionnelle dans l'air (« poids du litre dans l'air »).
- [57] ISO 6320 : 2017 : Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination l'indice de réfraction.
- [58] ISO 662 : 2016 : Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.
- [59] ISO 660 : 2020 : Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de l'indice d'acide et acidité.
- [60] ISO 3657 : 2020 : Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de l'indice de saponification.
- [61]ISO 3565 : 2011 : Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet, exprimée sous la forme d'extinction spécifique en lumière ultraviolette.
- [62] Borello E.,Domenici V., (2019) Determination of Pigments in Virgin and Extra-Virgin Olive Oils: A Comparison between Two Near UV-Vis Spectroscopic Techniques, MDPI, 8(1),p 1-13.
- [63] Górnas P., Siger A. B., Seglin D., (2013) Physicochemical characteristics of the cold pressed Japanese quince seed oil: New promising unconventional bio-oil from by-products for the pharmaceutical and cosmetic industry, Industrial Crops and Products, Elsevier, 48, p 60-637.
- [64] Ahmady A., Humayoon M A., Zhakfar A M., Babak G., Sediqi M N., (2020) Sun Protective Potential and Physical Stability of Herbal Sunscreen Developed from Afghan Medicinal Plants, Turk J Pharm Sci, (17)3, p 285-291.

- [65] Sayre R. M., Agin P. P., Levee G. J., Marlowe E., (1979) Comparison of in vivo and in vitro testing of sun screening formulas, *Photochem Photobiol* Oxford, 29 (3), p 559-566.
- [66] Mattai C., Bii C., Vagiadc C., Abatis D., (2009) Antimicrobial activitt of *Acacia mellifera* extracts and lupone tritrpenes, *Journal of Eyhnopharmacology*, 1, p 143-148.
- [67] Karleskind A., (1992) Manuel des corps gras, ED : Lavoisier, France.
- [68] CODEX-STAN 210 (1999) Codex Standard for Named Vegetable Oils.
- [69] Lazos E. S., (1986) Nutritional, Fatty Acid and Oil Characteristics of Pumpkin and Melon Seeds, *Journal Food Science*, 51, p 1382–1383.
- [70] Novidzro K. M., Wokpor K., Fagla B. A., Dotse K., Osseyi E., Koumaglo K. H., (2019) Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de *Griffonia simplicifolia*, *International Journal of Biological and Chemical Sciences (IJBCS)*, 13(4), p 2360-2373.
- [71] Schinas P., Karavalakis G., Davaris C., Anastopoulos G., Karonis D., Zannikos F., Stournas S. et Lois E. (2009) Pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) seed oil as analternative feedstock for the production of biodiesel in Greece, *BIOMASS and BIOENERGY*, 33, p 44–49.
- [72] Onyeike E. N, Acheru G. N., (2002) Chemical composition of selected Nigerian oil seeds and physicochemical properties of the oil extracts, *Food Chem*, 77, p 431-437.
- [73] Lion P. H., (1955) Travaux pratiques de chimie organique, Ed : Dunod, Paris.
- [74] Guendzi C., (2017) Contribution à l'analyse physico-chimique de l'huile d'arachides, d'amandes et de leur mélange. Détermination de leurs pouvoirs antimicrobiens, Mémoire de master, Université de Tlemcen.
- [75] Wolff J. P., (1968) Manuel d'analyse des corps gras, Ed : Azoulay, Paris.
- [76] Bardaa S., Ben Halima N., Aloui F., Ben Mansour R., Jabeur H et al (2016), Oil from pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) seeds: evaluation of its functional properties on wound healing in rats, *Lipids in Health and Disease*, 15(73), p 2-12.
- [77] Boulfane S., Maata N., Anouar A., et Hilali S., (2014) Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc, *Journal of Applied Biosciences*, 87, p 8022– 8029.
- [78] Goodwin T.W., (1984) The Biochemistry of the Carotenoids, Ed : Springer, London UK.
- [79] Donaldson T., Wangb S. H., Jacobsen T. L., Schnepf B., Price J., Simcox A., (2004) Regulation of the *Drosophila* epidermal growth factor-ligand vein is mediated by multiple domain, *Genetics*, 167(2), p 687-698.

Références bibliographiques

- [80] Rangkuti I. U. P., Julianti E., Elisabeth J., (2018) The tocol content of crude palm oil based on the level ripeness and their relationship to the quality and their stability, International Conference on Agriculture, Environment, and Food Security, 122, p 1-6.
- [81] Kaur H, D., Saraf S., (2010) In vitro sun protection factor determination of herbal oils used in cosmetics, Pharmacognosy Research, 2(1), p 22-25.
- [82] Ranjithkumar J., Sameesh A, et al., (2016) Sun Screen Efficacy of Punica granatum (Pomegranate) and Citrullus colocynthis (Indrayani) Seed Oils, Ijarbs, 10(3), p 199-206.
- [83] Ordu J.I., Jaja G.O., (2018) Evaluation of pulp oil from persea Americana (Avocado Fruit) in pharmaceutical cream formulation, 4, p 14-25.
- [84] Pierat N., (2010) Préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation, Thèse de doctorat en Pharmacie, Université Henri Poincare – Nancy.
- [85] Brochette P., (1999) Emulsification : Elaboration et étude des émulsions, Technique de L'ingénieur, 2, p 1-18.
- [86] Schalka S., Reis V. M. S. d., (2011) Fator de proteção solar: significado e controvérsias, Anais Brasileiros de Dermatologia, 86, p 507-515.
- [87] Simões A., Miranda M., Cardoso C., (2020) Rheology by Design: A Regulatory Tutorial for Analytical Method Validation, pharmaceutics, 12, p 1-26.

Résumé :

Le présent travail est une contribution à l'incorporation de quatre huiles végétales extraites dont deux du *Prunus Amygdalus dulcis* et deux du *Cucurbita pepo* dans la formulation de crèmes solaires. Cette étude s'est divisée en deux parties. Dans la première partie, une caractérisation organoleptique, physico-chimiques et microbiologique des huiles végétales extraites a été opérée afin d'évaluer leurs qualités. Ceci a été suivi par une mesure des indices de protection solaire de ces huiles afin de déterminer leur pouvoir de protection vis-à-vis des rayons solaires. Dans la deuxième partie, des crèmes solaires ont été formulées à base des huiles végétales étudiées. Ces formulations ont fait l'objet de caractérisations organoleptique, physico-chimique, microbiologique et rhéologique ainsi que d'études de stabilité. Les indices de protection solaire de ces formulations ont également été déterminés. Les résultats obtenus prouvent la bonne qualité des extraits utilisés ainsi que la stabilité des formulations élaborées.

Mots clés : huiles végétales, *Prunus Amygdalus dulcis*, *Cucurbita pepo*, extraction, caractérisation, formulations, étude de stabilité.

ملخص :

هذا العمل هو مساهمة في دمج أربعة زيوت نباتية مستخلصة اثنان من اللوز الحلو و اثنان منها من بذور اليقطين ، في صياغة واقى الشمس. تم تقسيم هذه الدراسة إلى قسمين. في الجزء الأول ، تم إجراء التوصيف العضوي والفيزيائي والكيميائي والميكروبيولوجي للزيوت النباتية المستخرجة من أجل تقييم جودتها . تبع ذلك قياس مؤشرات الحماية من أشعة الشمس لهذه الزيوت لتحديد قوتها في الحماية من أشعة الشمس. في الجزء الثاني، تمت صياغة كريمات الشمس أساسها الزيوت النباتية التي تمت دراستها. كانت هذه التركيبات موضوعاً للتوصيفات العضوية والفيزيائية والكيميائية والميكروبيولوجية والريولوجية بالإضافة إلى دراسة استقرارها. كما تم تحديد مؤشرات الحماية من أشعة الشمس لهذه التركيبات. أثبتت النتائج التي تم الحصول عليها جودة المستخلصات المستخدمة وكذلك استقرار التركيبات المطورة.

كلمات البحث: الزيوت النباتية، اللوز الحلو، بذور اليقطين، استخلاص، توصيف، تركيبات، دراسة استقرار.

Abstract:

The present work is a contribution to the incorporation of four vegetable oils which two of them were extracted from *Prunus Amygdalus dulcis* and two from *Cucurbita pepo* in sunscreen formulations. This study was divided into two parts. In the first part, organoleptic, physicochemical and microbiological characterizations of the extracted vegetable oils were carried out in order to evaluate their qualities. This was followed by a measurement of the sun protection factors of these oils in order to determine their power of protection against the solar rays. In the second part, sunscreen creams were formulated on the basis of the studied vegetable oils. These formulations were subjected to organoleptic, physicochemical, microbiological and rheological characterizations. The stability of each formulation was also followed. The sun protection indices of these formulations were also determined. The obtained results revealed the good quality of the extracts and the stability of the formulations elaborated.

Keywords: vegetable oils, *Prunus Amygdalus dulcis*, *Cucurbita pepo*, extraction, characterization, formulations, stability study.