

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 Organique

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

Présenté et soutenu par

OUARED Kahina

MAAMERI Lyna

18 juillet 2019

Thème

**“ Caractérisation et valorisation des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis cinealoferum* et du *Citrus limon*, et de l'huile végétale de *Prunus Armeniaca*”**

Mr HACHEMI Messaoud	Professeur FSI - UMBB	Président
Mlle BENOUDJIT Fouzia	Maitre de conférence B - FS-UMBB	Promoteur
Mr HAMMADI Mohamed	Professeur FS - UMBB	Examinateur
Mme GHEMMIT Naima	Maitre de conférence A - FS-UMBB	Examinatrice
Mlle BOUDIEB Naima	Maitre de conférence B - FS-UMBB	Examinatrice



# Liste des abréviations

**PAM : Plante aromatique et médicinale.**

**HE : Huile essentielle.**

**HV : Huile végétale.**

**I<sub>a</sub> : Indice d'acide.**

**KI : Indice de Kovats.**

**FTIR : Spectromètres infrarouge à transformée de Fourier.**

**GC-MS : Chromatographe en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse.**

# Listes des Figures

Figure I.1 : Séchage des PAM dans une chambre spéciale. ....	6
Figure I.2 : Utilisation des HE par les égyptiens.....	7
Figure I.3 : Structures histologiques des végétaux.....	7
Figure I.4 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau. ....	8
Figure I.5 : Installation de la distillation sèche. ....	9
Figure I.6 : Procédé d'extraction par expression à froid. ....	9
Figure I.7 : Unité d'isoprène. ....	10
Figure I.8 : Structure du phénylpropane.....	11
Figure I.9 : Composition globale d'une huile végétale. ....	14
Figure I.10 : Presse hydraulique.....	15
Figure I.11 : Procédé d'extraction par presse mécanique.....	15
Figure I.12 : Romarin. ....	16
Figure I.13 : Citron. ....	18
Figure I.14 : Abricot. ....	20
Figure I.15 : Phénomène et types d'émulsion.....	23
Figure II.1 : Refractomètre numérique Hanna HI 96801. ....	25
Figure II.2 : Spectromètre FTIR/ATR BUKER. ....	26
Figure II.3 : Spectromètre FTIR/ATR Thermo Scientific Nicolet iS 10.....	27
Figure II.4 : GC-MS.....	27
Figure II.5 : Microscope optique OPTIKA. ....	28
Figure II.6 : Centrifugeuse EBA 20.....	28

<b>Figure II.7 : Logo de la marque Lamsat Oustad. ....</b>	<b>29</b>
<b>Figure II.8 : HE de citron, HE de romarin et HV d'abricot, respectivement. ....</b>	<b>29</b>
<b>Figure II.9 : Méthode d'utilisation du refractomètre numérique HANNA HI 96801.....</b>	<b>32</b>
<b>Figure II.10 : Mode opératoire de l'indice d'acide. ....</b>	<b>33</b>
<b>Figure II.11 : Matières premières de la formulation. ....</b>	<b>36</b>
<b>Figure II.12 : Objectif du microscope optique OPTIKA. ....</b>	<b>39</b>
<b>Figure III.1 : Résultat du test au bleu de méthylène.....</b>	<b>50</b>
<b>Figure III.2 : Spectres FTIR de la crèmes cosmétiques au cours de la période d'étude. ....</b>	<b>53</b>

# Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Description monographique des plantes. ....	5
Tableau I.2 : Quelques molécules terpéniques. ....	10
Tableau I.3: Quelques composés dérivés du phénylpropane. ....	11
Tableau I.4: Activités de quelques HE. ....	13
Tableau I.5 : Principales différences entre HE et HV. ....	16
Tableau I.6 : Propriétés organoleptiques de l'HE de romarin. ....	17
Tableau I.7 : Propriétés physico-chimiques de l'HE de romarin. ....	17
Tableau I.8 : Compositions chimiques de quelques HE de romarin. ....	18
Tableau I.9 : Propriétés organoleptique de l'HE de citron.....	19
Tableau I.10 : Propriétés physiques de l'HE de citron.....	19
Tableau I.11 : Compositions chimiques de quelques HE de Citron.....	20
Tableau I.12 : Rôles et composants des crèmes cosmétique avec quelques exemples. ....	24
Tableau II.1 : Informations sur les HE et HV étudiées. ....	29
Tableau II.2 : Conditions opératoires pour l'analyse des HE et de l'HV par GC-MS.....	34
Tableau II.3 : Informations sur la crème cosmétique formulée. ....	35
Tableau II.4 : Natures, origines et fonctions des matières premières utilisées dans la formulation. ....	36
Tableau II.5 : Quantités des matières premières en pourcentage (%) ....	37
Tableau III.1 : Résultats des propriétés organoleptiques des huiles étudiées. ....	41
Tableau III.2 : Résultats des propriétés physicochimiques des huiles étudiées. ....	42
Tableau III.3 : Résultats d'analyse FTIR de l'HE de <i>Rosmarinus officinalis cinéoliferum</i> .....	44
Tableau III.4 : Résultats d'analyse FTIR de l'HE de <i>Citrus limon</i> . ....	44

<b>Tableau III.5 : Résultats d'analyse FTIR de l'HV de <i>Prunus armeniaca</i>.....</b>	<b>44</b>
<b>Tableau III.6 : Résultats d'analyse GC-MS de l'HE de <i>Rosmarinus officinalis cineoliferum</i>. .</b>	<b>46</b>
<b>Tableau III.7 : Résultats d'analyse GC-MS de l'HE de <i>Citrus limon</i>.....</b>	<b>47</b>
<b>Tableau III.8 : Résultats d'analyse GC-MS de l'HV de <i>Prunus armeniaca</i>.....</b>	<b>48</b>
<b>Tableau III.9 : Propriétés organoleptiques de la crème cosmétique formulée.....</b>	<b>50</b>
<b>Tableau III.10 : Résultats de l'essai à la centrifugation de la crème à différentes vitesses.....</b>	<b>51</b>
<b>Tableau III.11 : Evaluation de la taille des gouttelettes de la crème cosmétique formulée au cours du temps.....</b>	<b>52</b>
<b>Tableau III.12 : Résultats du test d'irritation de la crème cosmétique formulée. ....</b>	<b>54</b>

# Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Chapitre I : Rappels bibliographiques</b>	
I.1 Introduction .....	4
I.2 Généralités sur les plantes aromatiques et médicinales .....	4
I.2.1 Définitions .....	4
I.2.2 Monographie des plantes aromatiques et médicinales .....	4
I.2.2.1 Définition .....	4
I.2.2.2 Description .....	5
I.2.3 Critères de qualité des PAM .....	5
I.2.3.1 Cueillette .....	5
I.2.3.2 Séchage .....	6
I.2.3.3 Conservation .....	6
I.3 Généralité sur les huiles essentielles .....	6
I.3.1 Historique .....	6
I.3.2 Définition .....	7
I.3.3 Répartition et localisation dans la plante .....	7
I.3.4 Rôle dans la plante .....	8
I.3.5 Procédés d'extraction .....	8
I.3.5.1 Entraînement à la vapeur d'eau .....	8
I.3.5.2 Distillation sèche .....	8
I.3.5.3 Expression à froid .....	9
I.3.6 Composition chimique .....	9
I.3.6.1 Terpènes .....	10

I.3.6.2	Composés aromatiques .....	10
I.3.6.3	Composés d'origines diverses .....	11
I.3.7	Facteurs influençant la composition des huiles essentielles .....	12
I.3.7.1	Facteurs intrinsèques .....	12
I.3.7.2	Facteurs extrinsèques .....	12
I.3.8	Domaines d'utilisation .....	12
I.3.8.1	Industrie agroalimentaire .....	12
I.3.8.2	Formulations cosmétiques et parfumerie .....	12
I.3.8.3	Industrie pharmaceutique .....	12
I.3.9	Activités .....	13
I.3.10	Toxicité .....	13
I.4	Généralités sur les huiles végétales .....	13
I.4.1	Définition .....	13
I.4.2	Composition .....	14
I.4.3	Procédés d'extraction .....	14
I.4.3.1	Presse hydraulique .....	14
I.4.3.2	Presse mécanique .....	15
I.4.4	Différence entre les huiles essentielles et les huiles végétales .....	15
I.5	Rappels bibliographiques sur le matériel végétal étudié .....	16
I.5.1	Romarin ( <i>Rosmarinus officinalis</i> ) .....	16
I.5.1.1	Classification botanique et origine .....	16
I.5.1.2	Description botanique .....	16
I.5.1.3	Propriétés organoleptiques de l'HE .....	17

I.5.1.4	Propriétés physico-chimiques de l'HE	17
I.5.1.5	Activités de l'HE de romarin	17
I.5.1.6	Composition chimique de l'HE	17
I.5.2	Citron (Citrus limom)	18
I.5.2.1	Classification botanique et origine	18
I.5.2.2	Description botanique	18
I.5.2.3	Propriétés organoleptique de l'HE	19
I.5.2.4	Propriétés physique de l'HE	19
I.5.2.5	Activités de l'HE de citron	19
I.5.2.6	Composition chimique de l'HE	19
I.5.3	Abricot (Prunus armeniaca)	20
I.5.3.1	Classification botanique et origine	20
I.5.3.2	Description botanique	20
I.5.3.3	Propriétés organoleptiques et physicochimiques de l'HV	21
I.5.3.4	Activités de l'HV de noyau d'abricot	21
I.6	Principales notions sur la formulation cosmétique	21
I.6.1	Formulation	21
I.6.1.1	Définition	21
I.6.1.2	Produit formulé	21
I.6.2	Produit cosmétique	21
I.6.2.1	Définition	21
I.6.2.2	Composition	22
I.6.3	Crème cosmétique	22
I.6.3.1	Rappel sur le phénomène d'émulsion	22

I.6.3.2	Composition d'une crème cosmétique	23
I.7	Conclusion	24

## Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1	Introduction	25
II.2	Équipements	25
II.2.1	Refractomètre	25
II.2.2	Spectromètres infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	26
II.2.3	Chromatographe en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS)	27
II.2.4	Microscope optique	28
II.2.5	Centrifugeuse	28
II.3	Caractérisation des huiles essentielles et de l'huile végétale	29
II.3.1	Informations sur les huiles essentielles et l'huile végétale	29
II.3.2	Caractéristiques organoleptiques	30
II.3.3	Caractéristiques physico-chimiques	30
II.3.3.1	pH	30
II.3.3.2	Densité relative	30
II.3.3.3	Miscibilité à l'éthanol	31
II.3.3.4	Indice de réfraction	31
II.3.3.5	Indice d'acide (ISO, 1242)	32
II.3.4	Caractéristiques spectroscopique et chromatographique	33
II.3.4.1	Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	33
II.3.4.2	Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-SM)	33
II.4	Formulation et contrôle de l'émulsion	35
II.4.1	Objectif	35

II.4.2 Formulation .....	35
II.4.2.1 Choix du sens de l'émulsion .....	35
II.4.2.2 Matières premières .....	36
II.4.2.3 Préparation .....	37
II.4.3 Propriétés de l'émulsion .....	37
II.4.3.1 Examen macroscopique .....	37
II.4.3.2 Mesure du pH .....	37
II.4.3.3 Sens de l'émulsion .....	38
II.4.3.4 Essai à la centrifugation .....	38
II.4.4 Etude de stabilité de l'émulsion .....	38
II.4.4.1 Evaluation de la taille des gouttelettes .....	38
II.4.4.2 Spectromètre FTIR .....	39
II.4.5 Test d'irritation .....	39
II.5 Conclusion .....	40

## **Chapitre III : Résultats et discussions**

III.1 Introduction .....	41
III.2 Caractérisation des huiles essentielles et de l'huile végétale .....	41
III.2.1 Propriétés organoleptiques .....	41
III.2.2 Propriétés physicochimiques .....	42
III.2.2.1 pH .....	42
III.2.2.2 Densité .....	42
III.2.2.3 Indice d'acide .....	42
III.2.2.4 Indice de réfraction .....	43

III.2.2.5 Miscibilité à l'éthanol .....	43
III.2.3 Analyse par FTIR .....	43
III.2.4 Analyse par GC-MS .....	45
III.3 Formulation d'une crème cosmétique .....	49
III.3.1 Propriétés de l'émulsion .....	49
III.3.1.1 Examen macroscopique .....	49
III.3.1.2 pH .....	50
III.3.1.3 Sens de l'émulsion .....	50
III.3.1.4 Essai à la centrifugation .....	50
III.3.2 Etude de stabilité de l'émulsion .....	51
III.3.2.1 Evaluation de la taille des gouttelettes .....	51
III.3.2.1 Spectrométrie FTIR .....	53
III.3.3 Test d'irritation .....	54
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>57</b>

## **Références bibliographiques**

## **Annexes**

## **Résumé**

# **Introduction générale**

Depuis l'aube de l'humanité, les plantes permettent à l'homme non seulement de se nourrir, se vêtir, se loger, se chauffer, se parfumer..., mais aussi de maintenir son équilibre, soulager ses souffrances, préserver et soigner les maladies qui nuisent à sa santé.

L'histoire des plantes aromatiques et médicinales est associée à l'évolution des civilisations. Dans toutes les régions du monde, l'histoire des peuples montre que ces plantes ont toujours occupé une place importante et jouent un rôle économique considérable dans le secteur des industries de l'agroalimentaire, de la parfumerie, de la pharmacie et des cosmétiques.

Se trouvant dans le bassin méditerranéen avec de grandes variations climatiques du nord au sud, l'Algérie présente un terrain de prédilection au développement de ces cultures. La culture des plantes aromatiques et médicinales en Algérie reste traditionnelle. Elle se limite aux jardins familiaux et aux jardins d'agrément, notamment avec des espèces florales faisant l'objet de cultures de fleurs. La valorisation de ces ressources naturelles peut avoir des retombées économiques considérables pour notre pays. Récemment des projets de production des plantes aromatiques et médicinales ont vu le jour et sont essentiellement orientés vers l'exportation des plantes fraîches, des huiles essentielles et des huiles végétales.

En effet, les plantes représentent une source inépuisable de remèdes traditionnels, et efficaces grâce aux principes actifs qu'elles contiennent en l'occurrence les huiles essentielles et les huiles végétales.

Actuellement les huiles essentielles suscitent de plus en plus l'intérêt des médecins, biologistes...et surtout des chimistes en raison de leurs utilisations dans les produits de soin comme des actifs cosmétiques. Les huiles essentielles sont des produits de composition complexe, renfermant des produits volatils contenus dans les végétaux obtenus à partir d'une matière première végétale : fleur, feuille, bois, racine, écorce, fruit ou autre ; soit par entraînement à la vapeur d'eau, principal procédé d'extraction, soit par extraction mécanique. Les huiles essentielles sont aussi un assemblage de molécules complexes qui ont toutes des propriétés particulières. Les huiles végétales, quant à elle, sont constituées à 99 % d'acides gras et de composants mineurs tels que la vitamine E.

L'intérêt s'est porté, dans le présent travail, à l'étude de deux (02) huiles essentielles (huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon*) et une huile végétale ainsi qu'à la valorisation de ces huiles dans une crème cosmétique. Cette dernière est une émulsion aqueuse simple dont la forme est très utilisable en cosmétique.

Ce mémoire commence par une introduction générale qui énonce l'objet de ce mémoire. Il se compose de trois (03) chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à des généralités sur les plantes aromatiques et médicinales, les huiles essentielles et les huiles végétales. Elles sont suivies par des rappels bibliographiques sur les matériels végétales (i.e. *Rosmarinus officinalis cineoliferum*, *Citrus limon* et *Prunus armeniaca*) et des huiles dont elles sont extraites. Ce chapitre se termine par quelques notions sur les crèmes cosmétiques.
- Le deuxième chapitre est consacré au travail du laboratoire. Tout d'abord une présentation du matériel végétal étudié et des équipements utilisés pour la caractérisation des huiles essentielles *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et du *Citrus limon* et de l'huile végétale *Prunus armeniaca*, ensuite les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques organoleptiques, physico-chimiques (Indice d'acide, pH, miscibilité à l'éthanol, indice de réfraction, densité relative), spectroscopique (FTIR) et chromatographique (GC-MS) des huiles ont été décrits. Enfin la valorisation des huiles étudiées dans la formulation d'une crème cosmétique. D'abord en indiquant les constituants de cette crème. Ensuite en expliquant le mode de formulation. Enfin en détaillant les différentes analyses effectuées en vue de suivre sa stabilité.
- Le troisième et dernier chapitre regroupe tous les résultats obtenus aussi bien pour la caractérisation des huiles essentielles et de l'huile végétale que pour la caractérisation et l'étude de stabilité de la crème cosmétique formulée qui sont accompagnées de leurs interprétations respectives. Ce mémoire se termine par une conclusion générale qui récapitule les principaux résultats obtenus.

# **Chapitre I: Rappels bibliographiques**

## **I.1 Introduction :**

Les huiles essentielles, tout comme les huiles végétales, présentent des applications grandissantes aussi bien dans les domaines pharmaceutique et cosmétique que nutritionnel poussant de plus en plus de chercheurs à y porter toute leur attention.

Le présent mémoire s'est focalisé sur l'étude de deux (02) huiles essentielles et d'une huile végétale. C'est pourquoi ce chapitre aborde les différents points nécessaires à une meilleure compréhension du travail expérimental :

- D'abord des généralités sur les plantes aromatiques et médicinales.
- Puis les huiles essentielles et les huiles végétales ainsi que leurs méthodes d'extraction et d'analyse.
- Ensuite les végétaux étudiés dans ce mémoire et la composition des huiles dont elles sont extraites.
- Et enfin des notions de bases sur les formulations cosmétiques.

## **I.2 Généralités sur les plantes aromatiques et médicinales:**

### **I.2.1 Définitions :**

La définition la plus simple d'une plante aromatique et médicinale (PAM) est une plante ou partie d'une plante possédant des substances, appelées principes actifs, pouvant être utilisées à des fins thérapeutiques sans effets nocifs aux doses recommandées.

La pharmacopée française définit les plantes médicinales comme « *des drogues végétales qui peuvent être utilisées entières ou sous forme d'une partie de plante et qui possèdent des propriétés médicamenteuses* ». Ces plantes sont dites « Aromatiques » car elles synthétisent et sécrètent d'infimes quantités d'essences aromatiques avec plusieurs organes producteurs comme les feuilles, les fruits, les racines, l'écorce...

### **I.2.2 Monographie des plantes aromatiques et médicinales :**

#### **I.2.2.1 Définition :**

La monographie est la description complète des plantes. Elle assure leur classification selon des familles et sous-familles :

- En les identifiant afin d'éliminer tout risque d'erreur, de confusions ou de falsifications possibles.
- En connaissant leurs compositions.
- En repérant leurs propriétés qui expliquent leurs emplois, la toxicité, les effets indésirables, les contre-indications...

### I.2.2.2 Description :

Toute monographie s'organise comme le résumé le Tableau I.1 ci-dessous.

**Tableau I.1 : Description monographique des plantes.**

	<b>Monographie</b>
<b>Définition</b>	Noms français et latin. Famille.
<b>Etude botanique</b>	Description. Origine. Récolte. Caractères microscopique et macroscopique.
<b>Composition chimique</b>	Composés minéraux. Composés organiques.
<b>Action physiologique</b>	Action sur les fonctions et les organes. Toxicité.
<b>Analyse</b>	Caractérisations physicochimique et biologique.

### I.2.3 Critères de qualité des PAM :

Afin de tirer le meilleur parti des PAM, il convient de veiller à ce que les herbes et leurs dérivés (huiles essentielles) soient d'excellente qualité. Cela exige qu'elles soient cultivées dans de bonnes conditions, correctement séchées, bien conservées et que leur date limite de consommation soit respectée. Le recours à des plantes de mauvaise qualité est bien souvent une perte de temps et d'argent. La qualité des PAM dépend donc de plusieurs facteurs pour lesquels des mesures doivent être prises.

#### I.2.3.1 Cueillette :

- Il est toujours préférable de procéder à la récolte par un temps sec et chaud. Les plantes mouillées de pluie ou de rosée s'altèrent, moisissent, fermentent et perdent toute valeur thérapeutique.
- Certaines parties de la plante doivent être cueillies à des moments précis. En effet de nombreuses plantes, en phase de repos, stockent la majeure partie de leurs substances utiles dans leurs organes souterrains (Hadjer, 2015).

Avant le séchage (voir I.2.3.2) les plantes doivent être :

- soigneusement nettoyées, mais pas à l'eau, et débarrassées de tous les corps étrangers greffés sur elles ;
- étalées en fines couches sur une toile dans une pièce aérée et pas humide et remuées chaque jour pour laisser passer l'air.

### **I.2.3.2 Séchage :**

Une fois la récolte terminée, les plantes sont séchées afin d'éviter tout risque de putréfaction (Figure I.1). Cette opération est aussi délicate que la précédente. Il s'agit surtout de diminuer le plus possible la quantité d'eau contenue dans les plantes.



**Figure I.1 : Séchage des PAM dans une chambre spéciale.**

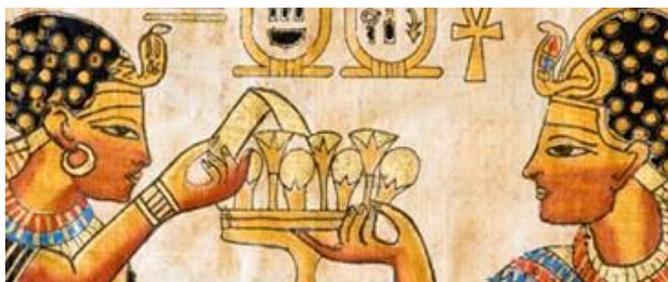
### **I.2.3.3 Conservation :**

Les plantes séchées ne doivent être exposées ni à la lumière, ni à la poussière. Elles doivent surtout être placées dans des endroits secs. Le nom et la date de récolte doivent être indiqués.

## **I.3 Généralité sur les huiles essentielles :**

### **I.3.1 Historique :**

Les premières preuves de fabrication et d'utilisation des huiles essentielles (HE) datent de l'an 3000 avant J.C. Les HE semblent donc avoir accompagné la civilisation humaine depuis ses premières genèses. Les égyptiens (Figure I.2) puis les grecs et les romains ont employés diverses matières premières végétales ainsi que les produits qui en découlent, notamment les HE. Ces utilisations concernaient différents domaines : parfumerie, médecine, rites religieux, alimentation... L'étape byzantine de la civilisation a permis l'instauration des bases de la distillation. Avec l'ère arabe, les HE deviennent l'une des principales produits de commercialisation internationale. Ainsi, vers l'an mille, Avicenne, médecin et scientifique persan, a défini précisément le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau. L'Iran et la Syrie deviennent les principaux centres de production de divers types d'extraits aromatiques. Par la suite les HE ont bénéficié des avancées scientifiques au niveau des techniques d'obtention et de l'analyse de leur composition chimique.



**Figure I.2 : Utilisation des HE par les égyptiens.**

### **I.3.2 Définition :**

La commission de la pharmacopée européenne a adopté une définition d'une HE, qui est très semblable à celle de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO). L'HE est ainsi un produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, par distillation à la vapeur d'eau, distillation sèche ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'HE est généralement séparée de la phase aqueuse par un processus physique qui n'affecte pas de manière significative sa composition (Keitel, 2016).

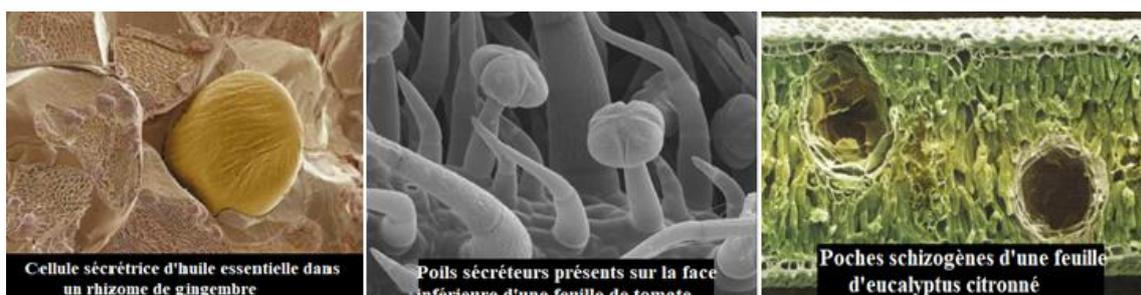
### **I.3.3 Répartition et localisation dans la plante :**

La synthèse et l'accumulation d'une HE dans les végétaux sont généralement liées à l'existence de structures histologiques spécialisée. Elles sont localisées en certains points des tissus, le plus souvent situées sur ou à proximité de la surface de la plante.

Ces structures histologiques sont (Figure I.3) :

- des cellules sécrétrices isolées pouvant être épidermiques ou internes ;
- des poils sécréteurs externes ou internes;
- des canaux sécréteurs.

Ces structures histologiques diffèrent par leur taille, leur paroi ou leur contenu, caractérisant parfois une famille donnée. Elles jouent un rôle important dans la détermination des conditions d'extraction des produits volatils qu'elles contiennent (i.e.HE). De ce fait les HE peuvent être extraites, selon les plantes aromatiques, des fruits, des feuilles, des graines, des écorces, des racines, des bois ou des fleurs.



Cellule sécrétrice d'huile essentielle dans un rhizome de gingembre

Poils sécréteurs présents sur la face inférieure d'une feuille de tomate

Poches schizogènes d'une feuille d'eucalyptus citronné

**Figure I.3 : Structures histologiques des végétaux.**

### I.3.4 Rôle dans la plante :

Les HE sont des messagers chimiques utilisés par les plantes aromatiques pour interagir avec leur environnement. Elles permettent d'éloigner les maladies et les parasites. Elles se comportent aussi comme protecteur face aux rayonnements du soleil par régulation de la température à l'intérieur de la plante lui permettant ainsi de mieux supporter la chaleur. Les HE jouent également un rôle important dans la reproduction et la dispersion des espèces végétales puisqu'elles permettent d'attirer les insectes pollinisateurs.

### I.3.5 Procédés d'extraction :

L'extraction des HE se fait par divers procédés. Ces derniers ont un impact certain sur leurs qualités. En effet la localisation histologique des composés aromatiques, dans le végétal, ainsi que la destination finale du produit extrait peuvent orienter la technologique. A l'heure actuelle, seules trois (03) méthodes d'obtention d'HE sont autorisées par la pharmacopée européenne : l'entraînement à la vapeur d'eau, la distillation sèche et l'expression à froid pour les HE des péricarpes des plantes du genre Citrus (Hélène, 2015).

#### I.3.5.1 Entraînement à la vapeur d'eau :

Le matériel végétal, dans ce procédé (Figure I.4), n'est pas en contact avec l'eau. La vapeur d'eau est pulsée à travers la masse végétale disposée sur des plaques perforées. Les cellules se relâchent ainsi et les particules d'huile se libèrent. Ces dernières sont alors vaporisées et condensées dans un serpentin réfrigéré puis séparées par décantation. Ce procédé a été mis au point de façon à éviter l'hydrolyse des composants des HE.

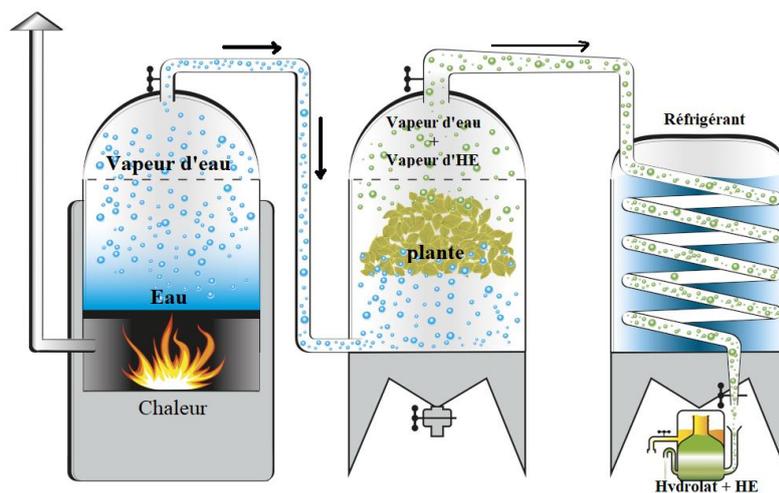


Figure I.4 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau.

#### I.3.5.2 Distillation sèche :

La distillation sèche (Figure I.5) est une méthode d'extraction des HE reconnue par la pharmacopée européenne. Cependant, en pratique, peu de documents s'y rapportant sont disponibles. Cette technique, très peu utilisée, consiste en un chauffage doux de la matière première, sans eau ni solvant

organique. Les substances volatiles sont ensuite condensées et récupérées. La température est inférieure à 100°C, ce qui limite une nouvelle fois les phénomènes de dénaturation liés au chauffage. L'absence d'eau permet également de préserver les substances volatiles de l'hydrolyse. Une HE de grande qualité fidèle à l'essence présente dans la plante mais avec un rendement très faible est ainsi obtenue. Cette méthode convient aux matières premières particulièrement fragiles.

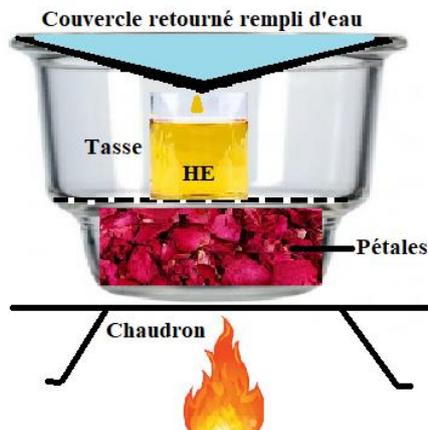


Figure I.5 : Installation de la distillation sèche.

### I.3.5.3 Expression à froid :

L'extraction par expression à froid est un procédé très simple (Figure I.6). Il est souvent utilisé pour extraire les HE à partir de fruits (citron, orange...). Son principe consiste à rompre, mécaniquement, les poches à essences. L'HE est séparée par décantation ou centrifugation. Certaines machines brisent les poches par pression et recueillent directement l'HE. Ce qui évite les dégradations liées à l'action de l'eau. Dans ce cas le terme « essence » est utilisé plutôt que « huile essentielle ».



Figure I.6 : Procédé d'extraction par expression à froid.

## I.3.6 Composition chimique :

Comme toute substance, les HE se caractérisent par des compositions chimiques très variables. Ces constituants appartiennent, de façon quasi exclusive, à trois (03) groupes caractérisés par des origines distinctes (Ouis, 2015) :

### I.3.6.1 Terpènes :

Les terpènes sont des hydrocarbures formés par assemblage de deux ou plusieurs unités isopréniques (Figure I.7). Ce sont des polymères de l'isoprène de formule brute  $(C_5H_8)_n$ . Les terpènes sont de structures très diverses (acycliques, monocycliques, bicycliques...) et contiennent la plupart des fonctions chimiques des matières organiques. Les HE contiennent particulièrement des monoterpènes, des sesquiterpènes et peu souvent des diterpènes.

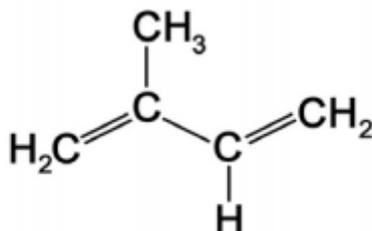
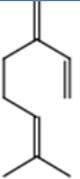
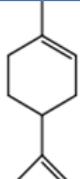
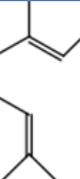
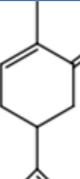
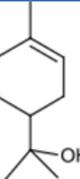
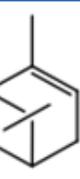
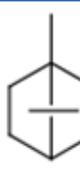
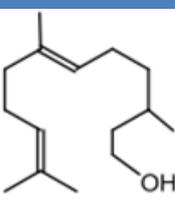
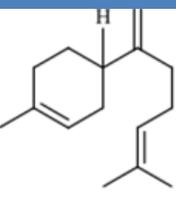
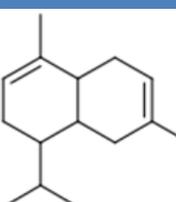
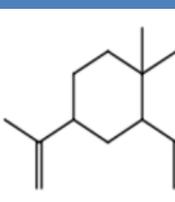


Figure I.7 : Unité d'isoprène.

Le Tableau I.2 illustre quelques molécules terpéniques.

Tableau I.2 : Quelques molécules terpéniques.

Monoterpènes			
 Myrcène	 Limonène	 Géraniol	 Carvone
 α-Terpinéol	 α-Pinène	 Bornéol	 Camphre
Sesquiterpènes			
 Farnésol	 β-Bisabolène	 Cadinène	 β-sélinène

### I.3.6.2 Composés aromatiques :

Les composés aromatiques dérivent du phénylpropane (Figure I.8). Ils sont moins fréquents que les terpènes. Cette classe comprend des composés odorants.

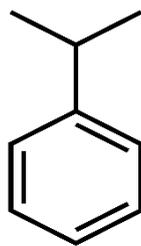


Figure I.8 : Structure du phénylpropane.

Le Tableau I.3 illustre quelques composés aromatiques.

Tableau I.3: Quelques composés dérivés du phénylpropane.

<i>Nom</i>	<i>Structure</i>	<i>Nom</i>	<i>Structure</i>
<i>Apiole</i>		<i>Eugénol</i>	
<i>Estragole</i>		<i>Vanilline</i>	
<i>Cis-anéthole</i>		<i>Trans-cinnamaldéhyde</i>	

### I.3.6.3 Composés d'origines diverses :

Ce sont des produits résultant de la transformation de molécules non volatiles qui peuvent être entraînées par la vapeur d'eau. Il s'agit de composés issus de la dégradation d'acides gras et de terpènes. Les HE peuvent renfermer aussi divers composés aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire, qui peuvent être entraînés lors de l'hydro-distillation (alcools, aldéhydes, esters, produits azotés ou soufrés...).

## **I.3.7 Facteurs influençant la composition des huiles essentielles :**

La composition chimique des HE est très fluctuante. Parmi les principaux facteurs de variabilité de cette composition :

### **I.3.7.1 Facteurs intrinsèques :**

- Origine botanique.
- Organe végétal concerné.
- Cycle biologique.
- Chémotype.

### **I.3.7.2 Facteurs extrinsèques :**

- Facteurs climatiques.
- Facteurs pédologiques.
- Facteurs géographiques.
- Facteurs technologiques.

## **I.3.8 Domaines d'utilisation :**

En raison de leurs diverses propriétés, les HE sont devenues une matière d'importance économique considérable avec un marché en constante croissance. En effet elles sont commercialisées et présentent un grand intérêt dans divers secteurs industriels.

### **I.3.8.1 Industrie agroalimentaire :**

Les HE jouent un rôle capital dans l'aromatization des aliments. En effet elles donnent la saveur aux condiments et aux aromatisants. A faible dose, certaines substances ont un effet favorable sur la digestion.

### **I.3.8.2 Formulations cosmétiques et parfumerie :**

Les propriétés odoriférantes des HE confèrent à ces dernières une consommation importante en parfumerie et en cosmétique. Elles représentent environ 60% des matières premières de l'industrie des parfums synthétiques, des produits cosmétiques de soin et des produits d'hygiène.

### **I.3.8.3 Industrie pharmaceutique :**

Les HE représentent un outil thérapeutique très efficace qui permet d'élargir le champ des traitements médicaux conventionnels. Les HE peuvent être utilisées directement comme agents thérapeutiques, mais aussi comme matières premières pour la synthèse de principes actifs.

### I.3.9 Activités :

La diversité moléculaire des composants présent dans les HE leur confère des rôles et des propriétés biologiques tellement variés qu'il est impossible de les mentionner tous. Le Tableau I.4 regroupe les principales activités de quelques HE.

**Tableau I.4: Activités de quelques HE.**

Activités	Huiles essentielles
<b>Bactéricide</b>	Thym, menthe poivrée, girofle...
<b>Digestive/ gastro-protective</b>	Citron...
<b>Antivirale</b>	Niaouli...
<b>Antifongique</b>	Basilic sacré, arbre à thé...
<b>Antiparasitaire</b>	Cannelle...
<b>Anti-inflammatoire</b>	Romarin, citron...
<b>Antalgique</b>	Menthe poivrée...
<b>Tonifiante</b>	Romarin à cinéol...

### I.3.10 Toxicité :

La majorité des intoxications par les HE connues sont causées par un surdosage car leur accumulation dans l'organisme crée des affections dégénératives et même des effets secondaires plus banales (vomissements, vertiges ...). L'abus d'HE concentrées peut aussi provoquer l'engorgement du foie et la rétention d'urine. Il existe également des HE qui peuvent provoquer des irritations cutanées lorsqu'elles sont utilisées de façon externe. Les effets toxiques se manifestent par des réactions allergiques.

## I.4 Généralités sur les huiles végétales :

### I.4.1 Définition :

L'huile végétale (HV) est un corps gras obtenu par pression à froid d'une noix, d'un fruit ou d'une graine oléagineuse. Ce mode d'extraction est exclusivement mécanique et s'effectue à basse température afin de préserver la teneur en acide gras essentiels (oméga 3, 6 et 9), en vitamines liposolubles (vitamines A, D, K...) et en antioxydants naturels (Ex. Vitamine E), ne nécessitant, de ce fait, aucun additif. En effet les HV sont très riches en acides gras essentiels qui participent à la structure des membranes des cellules de la peau. Elles la tonifient, l'assouplissent et la régénèrent. Elles sont également riches en vitamines liposolubles permettant ainsi de combattre le risque de dégénérescence et d'oxydation responsables du vieillissement prématuré de la peau (Hélène, 2015).

## I.4.2 Composition :

Les propriétés physiques et chimiques des HV dépendent de la composition chimique des corps gras qu'elles contiennent notamment le nombre de carbones, le degré d'insaturation et la stéréochimie. Les HV sont essentiellement des glycérides, appelées fractions saponifiables. Ils se composent également d'une fraction quantitativement mineure, appelée fraction insaponifiable (Figure I.9) (Bourachouche, 2017).

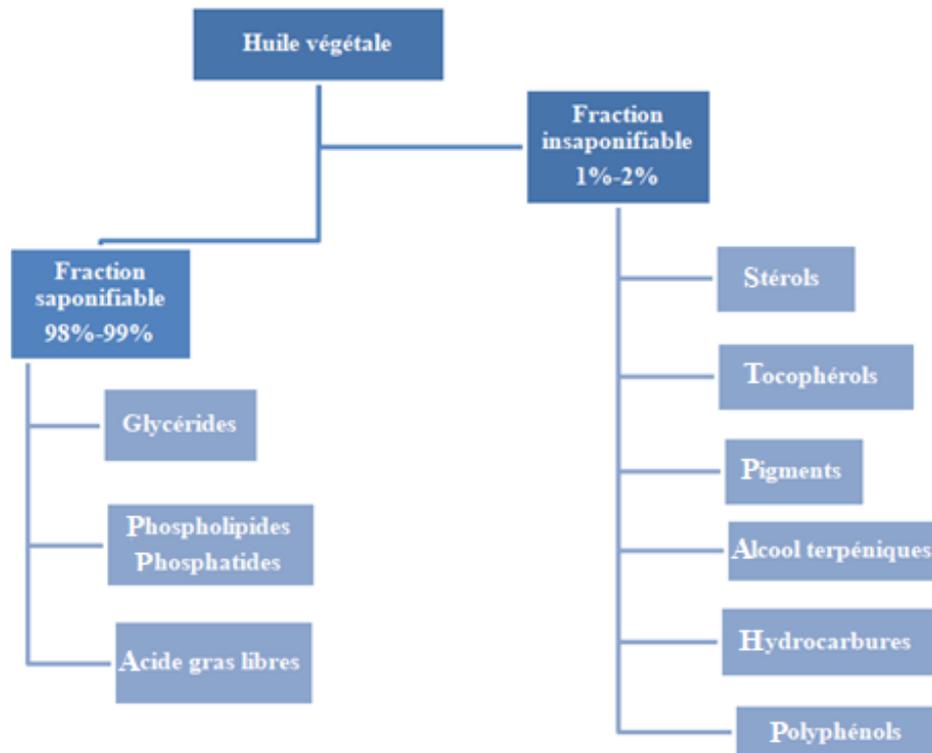


Figure I.9 : Composition globale d'une huile végétale.

## I.4.3 Procédés d'extraction :

Afin de produire des HV les fruits d'oléagineux ou les graines subissent, d'abord, une préparation. Les feuilles et les tiges sont retirées et les graines sont décortiquées et parfois chauffées légèrement afin de fluidifier l'huile et d'en augmenter le rendement.

### I.4.3.1 Presse hydraulique :

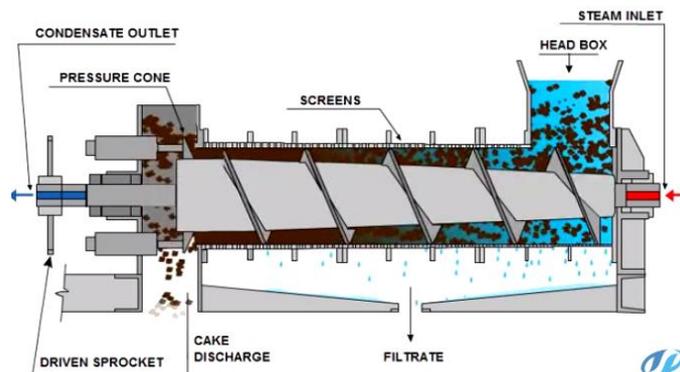
Les fruits secs sont pressés à froid afin d'offrir une HV vierge d'une excellente qualité (Figure I.10). Les huiles ainsi produites sont étiquetées « première pression à froid » : un choix à privilégier pour garantir un procédé respectueux de la nature.



**Figure I.10 : Presse hydraulique.**

### **I.4.3.2 Presse mécanique :**

Les graines sont triturées et légèrement chauffées (Figure I.11). Une huile pure dénuée de toute substance étrangère et ayant conservée les qualités diététiques de la graine est obtenue. C'est la méthode la plus couramment employée.



**Figure I.11 : Procédé d'extraction par presse mécanique.**

## **I.4.4 Différence entre les huiles essentielles et les huiles végétales :**

Les HV favorisent la diffusion des HE à travers la peau. Ces deux types d'huiles sont lipophiles et se mélangent très bien ensemble mais leurs compositions biochimiques sont totalement différentes. C'est pourquoi il est indispensable de bien connaître leurs différences pour ne pas commettre d'impair. Le Tableau I.5 ci-dessous récapitule les principales différences entre HE et HV.

**Tableau I.5 : Principales différences entre HE et HV.**

Propriétés	Huile essentielle	Huile végétale
<b>Texture</b>	Non huileuse	Huileuse
<b>Mode d'obtention</b>	Entraînement à la vapeur d'eau généralement	Première pression à froid
<b>Volatilité</b>	Oui	Non
<b>Oxydation</b>	Très sensible	Très peu sensible
<b>Prix</b>	Cher	Pas cher par rapport à l'HE
<b>Rendement</b>	Très faible	Bon

## I.5 Rappels bibliographiques sur le matériel végétal étudié :

### I.5.1 Romarin (*Rosmarinus officinalis*) :

#### I.5.1.1 Classification botanique et origine :

- Règne : *Plantae*.
- Division : *Magnoliophyta*.
- Classe : *Magnoliopsida*.
- Ordre : *Lamiales*.
- Famille : *Lamiaceae*.
- Genre : *Rosmarinus*.
- Espèce : *Rosmarinus officinalis* à *cincoliferum*.
- Origine : Bassin méditerranéen.
- Noms vernaculaires : Romarin, iklil al jabal, klil, Aklel, rosemary.



#### I.5.1.2 Description botanique :

**Figure I.12 : Romarin.**

Le Romarin (Figure I.12), plante odorante commune à l'état sauvage, est l'une des plantes les plus populaires en Algérie, puisqu'elle se trouve dans la plupart des jardins et des parcs en bordure. Le romarin est un arbrisseau de hauteur de 50 cm à 1 mètre et même plus. Le romarin est toujours vert, très aromatique, très rameux et très feuillé. Ses feuilles sont coriaces, persistantes, linéaires, entières, enroulées sur les bords, vertes, blanches à la face inférieure. L'écorce du romarin s'écaille sur les branches les plus âgées et son odeur est extrêmement odorante et tenace. La floraison commence dès les mois de janvier-février et se poursuit jusqu'en avril – mai. Les fleurs sont réunies au sommet des rameaux, bleues pâles à blanchâtre, pratiquement sessiles.

### I.5.1.3 Propriétés organoleptiques de l'HE :

Le Tableau I.6 ci-dessous regroupe les propriétés organoleptiques de l'HE de romarin selon la norme ISO 1342.

**Tableau I.6 : Propriétés organoleptiques de l'HE de romarin.**

Propriétés organoleptiques	
Aspect	Liquide, mobile, clair
Couleur	Transparent à jaune pâle ou jaune vert
Odeur	Cinéolée

### I.5.1.4 Propriétés physico-chimiques de l'HE :

Les propriétés physico-chimiques de l'HE de romarin, selon la norme ISO 1342, sont rassemblées dans le Tableau I.7.

**Tableau I.7 : Propriétés physico-chimiques de l'HE de romarin.**

Propriétés physiques	
Densité à température ambiante	0,892 – 0,920
Indice de réfraction à 20°C	1,464 à 1,472
Propriétés chimiques	
Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)	≤ 1
Miscibilité à l'éthanol	≤ 3 <sub>EtOH</sub>

### I.5.1.5 Activités de l'HE de romarin :

- Stimulante.
- Détoxifiante.
- Antibactérienne.
- Antivirale.
- Antiseptique.
- Anti-inflammatoire.
- Circulatoire.
- Antimycosique.

### I.5.1.6 Composition chimique de l'HE :

La composition chimique de l'HE de romarin, comme toutes les HE, dépend de plusieurs facteurs précédemment cités (voir partie I.3.7). Le Tableau I.8 ci-dessous regroupe les compositions chimiques globales de quelques HE de romarin à cinéol trouvées dans la littérature.

**Tableau I.8 : Compositions chimiques de quelques HE de romarin.**

Pays	Tunisie /					
Composition	Molécules	RT	%	Molécules	RT	%
	1,8cineol	10,4	35,32	1,8cineol	5,59	25,1
	caryophyllene	14,7	14,47	2-methoxy-3-(2-propenyl)phenol	7,5	28,1
	Borneol	12,05	9,37	camphor	9,07	14,65
	camphor	11,8	8,97	carvophyllene	19,44	6,08
	$\alpha$ -pinene	9,3	7,9	limonene	5,48	5,78
Références	Selmi et al, 2017			Kiran et Bhanu, 2015		
Pays	/ Maroc					
Composition	Molécules	RT	%	Molécules	RT	%
	1,8cineol	34,24	32,9	1,8cineol	10,4	23,67
	$\beta$ -caryophyllene	41,13	17,77	camphor	11,4	18,74
	Camphor	14,6	11,81	Borneol	11,64	15,46
	$\alpha$ -pinene	12,6	10,7	$\alpha$ -pinene	9,31	14,07
	$\beta$ -pinene	14,9	5,91	caryophyllene	14,7	8,66
Références	Pereira et al, 2017			Bouyahya et al, 2017		

RT : temps de rétention.

## I.5.2 Citron (*Citrus limon*) :

### I.5.2.1 Classification botanique et origine :

- Règne : *Plantae*.
- Division : *Spermatophytes*.
- Classe : *Eudicotylédones*.
- Ordre : *Sapindales*.
- Famille : *Rutaceae*.
- Genre : *Citrus*.
- Espèce : *Citrus limonum*.
- Origine : Sud-est asiatique.
- Nom vernaculaire : citron, leymoune, hamedhe, talimett, lemon.



**Figure I.13 : Citron.**

### I.5.2.2 Description botanique :

Le citronnier dont le citron (Figure I.13) est le fruit est un arbuste vert et aromatique dont la taille peut varier de 2 à 10 m de haut. Il porte 5 à 6 branches charpentières très fournies en rameaux. Les racines superficielles forment un réseau dans les 80 premiers centimètres de sol. Les feuilles des citronniers sont vertes, alternatives et persistantes, très odorantes en raison des multiples poches à essence, visibles à l'œil nu, qu'elles contiennent.

### I.5.2.3 Propriétés organoleptique de l'HE :

Le Tableau I.9 ci-dessous regroupe les propriétés organoleptiques de l'HE de citron selon la norme ISO 855.

**Tableau I.9 : Propriétés organoleptique de l'HE de citron.**

Propriétés organoleptiques	
Aspect	Liquide mobile limpide
Couleur	De jaune pâle à vert foncé
Odeur	Caractéristique (péricarpe de citron frais)

### I.5.2.4 Propriétés physique de l'HE :

Les propriétés physiques de l'HE de citron, selon la norme ISO 855, sont rassemblées dans le Tableau I.10.

**Tableau I.10 : Propriétés physiques de l'HE de citron.**

Propriétés physiques	
Densité à température ambiante	0,849 à 0,858
Indice de réfraction à 20°C	1,473 à 1,479

### I.5.2.5 Activités de l'HE de citron :

- Antiseptique.
- Antibactérienne.
- Antivirale.
- Stimulante immunitaire.
- Anti cellulitique.
- Eclat du teint.
- Dynamisante et stimulante.
- Régulatrice du système nerveux.

### I.5.2.6 Composition chimique de l'HE :

La composition chimique de l'HE de citron, comme toutes les HE, dépend de plusieurs facteurs précédemment cités (voir partie I.3.7). Le Tableau I.11 ci-dessous regroupe les compositions chimiques globales de quelques HE de citron citées dans la littérature.

**Tableau I.11 : Compositions chimiques de quelques HE de Citron.**

Pays	Inde			Oman		
Composition	Molécule	RT	%	Molécule	RT	%
	Limonene	8,3	53,5	Limonene	8,32	84,73
	L-aterpineol	14,5	15,1	$\beta$ -pinene	6,7	3,36
	$\beta$ -pinene	6,7	7,44	l- $\alpha$ terpineol	14,5	2,8
	$\alpha$ -terpinolene	10,4	4,33	$\beta$ Myrcene	7,05	2,16
	Terpinen-4ol	13,9	3,55	Terpinen-4-ol	13,9 3	1,8
Références	AL-Jabri et Amzad Hossain, 2014			Nasser AL-Jabri et Amzad Hossain, 2016		
Pays	Algérie			Turquie		
Composition	Molécule	TR	%	Molécule	RT	%
	Limonene	26,4	61,68	Limonene	8,32	78,9
	Neral	44,32	21,66	$\beta$ -pinene	6,7	5,08
	$\beta$ -pinene	24,04	10,23	l- $\alpha$ terpineol	14,5	4,62
	$\gamma$ -terpinene	27,86	6,42	$\beta$ -Myrcene	7,05	1,75
	/	/	/	$\alpha$ -pinene	5,54	1,47
Références	Ammad et al, 2018			AL-Jabri et Amzad Hossain, 2014		

RT : temps de rétention.

### I.5.3 Abricot (*Prunus armeniaca*) :

#### I.5.3.1 Classification botanique et origine :

- Règne : *Plantae*.
- Sous-règne : *Tracheobionta*.
- Classe : *Magnoliopsida*.
- Sous-classe : *Rosidae*.
- Ordre : *Rosales*.
- Famille : *Rosaceae*.
- Genre : *Prunus*.
- Espèce : *Prunus armeniaca*.
- Origine : Nord-est de la Chine.
- Noms vernaculaires : Abricot, méchméche, apricot.



**Figure I.14 : Abricot.**

#### I.5.3.2 Description botanique :

L'abricotier est un arbre à écorce brun rougeâtre et à port assez étalé de 4 à 5 m de haut. Les feuilles sont caduques, alternes, stipulées, simples, limbe de forme elliptique cordiforme, à bord crénelé et denté. Les fleurs de l'abricotier sont assez grandes, blanches ou roses pâles qui apparaissent avant les

feuilles. Le fruit (Figure I.14) de forme globuleuse est une drupe à peau veloutée, de couleur jaune orangé avec des noyaux, présente un sillon longitudinal.

### **I.5.3.3 Propriétés organoleptiques et physicochimiques de l'HV :**

Il a noté qu'aucune norme, relative aux propriétés organoleptiques et physicochimiques, n'a été établie concernant cette HV de noyau d'abricot.

### **I.5.3.4 Activités de l'HV de noyau d'abricot :**

- Tonifiante, nourrissante, hydratante, assouplissante, revitalisante, régénérant pour la peau.
- Illumine du teint.
- Soin des peaux fatiguées.
- Protection légère des rayons solaires.
- Support pour les massages.

## **I.6 Principales notions sur la formulation cosmétique :**

### **I.6.1 Formulation :**

#### **I.6.1.1 Définition :**

La formulation peut être définie comme l'ensemble des connaissances et des opérations mises en œuvre lors du mélange, de l'association ou de la mise en forme d'ingrédients d'origines naturelles ou synthétiques, souvent incompatibles entre eux, de façon à obtenir un produit commercial caractérisé par sa fonction d'usage.

#### **I.6.1.2 Produit formulé :**

Un produit formulé est obtenu par association et mélange de diverses matières premières d'origines synthétiques ou naturelles parmi lesquelles sont distinguées généralement :

- **Les matières actives :** Elles remplissent la fonction principale recherchée.
- **Les auxiliaires de formulation :** Ils jouent des rôles accessoires facilitant ainsi la préparation ou la mise en œuvre du produit fini ou prolongeant sa durée de vie.

### **I.6.2 Produit cosmétique :**

#### **I.6.2.1 Définition :**

Substance ou préparation destinée à être mise en contact avec diverses parties superficielles du corps humain, notamment l'épiderme, les systèmes pileux et capillaire, les ongles, les lèvres... en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de les protéger et de les maintenir en bon état (Antzoulatos, 2016).

Les produits cosmétiques sont classés en quatre (04) grandes catégories :

- Produits capillaires.
- Produits d'hygiène et de soins.
- Produits de maquillage.
- Parfumerie alcoolique.

### **I.6.2.2 Composition :**

Tous les produits cosmétiques ont une composition de base globale similaire. Elles sont composées comme suit (Antzoulatos, 2016) :

- **Produit actif (ou principe actif) :** Il constitue la matière première qui apporte son efficacité au produit cosmétique.
- **Excipients :** Ils représentent le véhicule ou le support du principe actif du produit cosmétique.
- **Additifs (ou adjuvants) :** Ils représentent des substances ajoutées en petites quantités pour améliorer certaines propriétés du produit cosmétique (conservation, stabilité, parfum, couleur...).

## **I.6.3 Crème cosmétique :**

### **I.6.3.1 Rappel sur le phénomène d'émulsion :**

Une émulsion (Figure I.15) est un système bi-phasique préparé en combinant deux liquides non miscibles, dans lesquels de petites gouttelettes d'un liquide sont dispersés uniformément dans l'autre liquide. Le liquide dispersé en petites gouttelettes est appelé la phase dispersée, interne ou discontinue. Le 2<sup>ème</sup> liquide est le milieu de dispersion, la phase externe ou la phase continue.

Lorsque l'huile est la phase dispersée et une solution aqueuse est la phase continue, le système est désigné comme une émulsion huile dans eau (H/E) (Figure I.15). A l'opposé lorsque l'eau ou une solution aqueuse est la phase dispersée et que l'huile ou la matière grasse est la phase continue, le système est désigné comme une émulsion eau dans huile (E/H) (Figure I.15) (Bechlaghem, 2017).

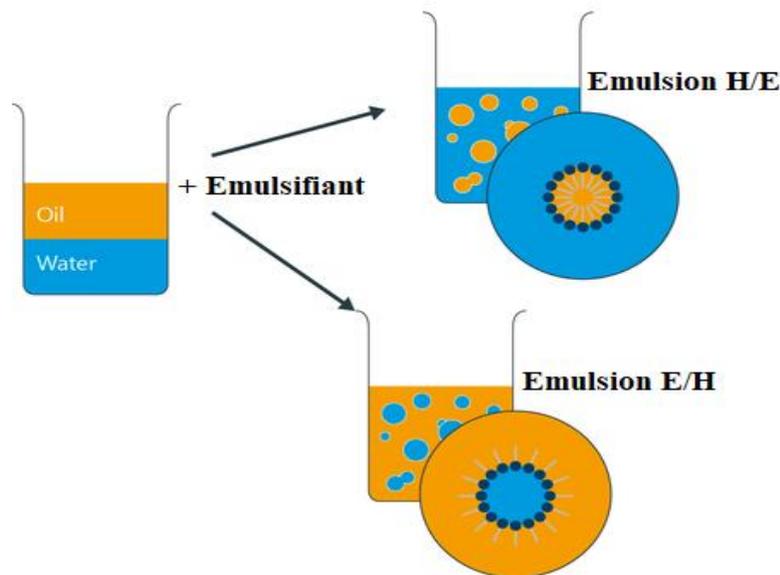


Figure I.15 : Phénomène et types d'émulsion.

### I.6.3.2 Composition d'une crème cosmétique :

Les crèmes sont des préparations bi-phasiques composées d'une phase lipophile et d'une phase aqueuse (Bechlaghem, 2017) :

➤ **Phase lipophile** : Elle constitue la phase huileuse, appelée également phase grasse, phase hydrophobe ou phase organique. La phase lipophile comporte des huiles, des cires et des graisses d'origines végétale, animale ou minérale. Des substances synthétiques dérivées ou non de substances naturelles sont aussi utilisées. La phase huileuse d'une émulsion est généralement composée d'un mélange d'ingrédients.

➤ **Phase aqueuse** : Elle constitue la phase hydrophile qui contient l'eau et divers composants hydrosolubles. Les solutés de la phase aqueuse sont de natures diverses : ions minéraux, acides, bases, vitamines, glucides, protéines...L'eau ou les hydrolats sont les solvants les plus utilisées dans les formulations des crèmes pour leurs propriétés hydratantes, adoucissantes et de solvation. L'eau est le principal composant de la phase aqueuse. Sa teneur dans la formulation des émulsions à usage cosmétique est de l'ordre de 60% à 85%.

Le Tableau I.12 suivant définit les rôles des composés qui constituent les crèmes cosmétiques en leur attribuant quelques exemples.

**Tableau I.12 : Rôles et composants des crèmes cosmétique avec quelques exemples.**

<b>Compositions</b>	<b>Rôles</b>	<b>Exemples</b>
<b>Principe actifs</b>	Assurer l'efficacité du produit cosmétique.	HE, protéines, vitamines...
<b>Excipients</b>	Support dans le produit cosmétique.  Accélérer la diffusion du principe actif dans la peau.	HV, beurre, cire, alcools, des gélifiants, tensioactifs...
<b>Additifs</b>	Conserver, parfumer, colorer le produit cosmétique.	Conservateurs, colorants, parfums...

## **I.7 Conclusion :**

Ce chapitre a permis d'obtenir une idée globale sur la composition et sur les propriétés des huiles essentielles et des huiles végétales, en général, et de celles faisant l'objet de ce mémoire en particulier. De ce fait il a pu être déduit que la variabilité des compositions de ces huiles est le fruit de l'influence d'une multitude de facteurs s'appliquant aux végétaux tout au long de leurs développements et s'étendant jusqu'à l'extraction et au stockage de ces huiles. C'est pourquoi chaque huile est unique et nécessite une caractérisation pour pouvoir être valorisée dans un domaine approprié en l'occurrence dans les formulations cosmétiques.

Le travail expérimental de ce mémoire s'est ainsi articulé comme suit :

- Caractérisation des huiles essentielles du romarin et du citron, et de l'huile végétale de noyaux d'abricot.
- Formulation d'une crème à usage cosmétique, évaluation de sa stabilité et tests d'irritation.

## **Chapitre II : Matériel et méthodes.**

## II.1 Introduction :

Une parfaite connaissance de la composition chimique des huiles essentielles et des huiles végétales est nécessaire afin de mettre en évidence une éventuelle spécificité locale et d'en évaluer la qualité en vue d'une bonne efficacité des produits formulés, en l'occurrence les crèmes cosmétiques, à base de ces huiles.

L'analyse des huiles est ainsi une étape primordiale qui nécessite la mise en œuvre de diverses techniques dont quelques-unes seront développées au cours de ce chapitre. En premier lieu seront énoncées des informations sur le matériel végétal ainsi que sur les huiles essentielles (i.e. HE de romarin à cinéol et de citron) et l'huile végétale (HV de noyaux d'abricot) utilisées. En second lieu seront présentés tous les appareils utilisés pour la caractérisation des huiles essentielles et de l'huile végétale. En troisième lieu seront décrits les modes opératoires ayant permis d'effectuer la caractérisation physico-chimique de ces huiles ainsi que leurs analyses spectrale et chromatographique. En quatrième lieu seront exposés les constituants et le mode de formulation d'une crème cosmétiques à base des huiles faisant l'objet du présent mémoire. En dernier lieu sera décrit le contrôle de la formulation obtenue en touchant plusieurs paramètres qui assure la stabilité de cette émulsion.

## II.2 Équipements :

### II.2.1 Refractomètre :

Le refractomètre est un instrument optique numérique. Il permet de mesurer l'indice de réfraction d'un échantillon pour déterminer la concentration d'une substance dans un liquide. Le refractomètre utilisé, pour l'analyse des HE et de l'HV, dans ce mémoire est un Hanna HI 96801 (Figure II.1) qui se trouve au niveau du laboratoire du département de chimie (Faculté des Sciences UMBB). Cet appareil affiche automatiquement la valeur de l'indice de réfraction en unités de concentration.



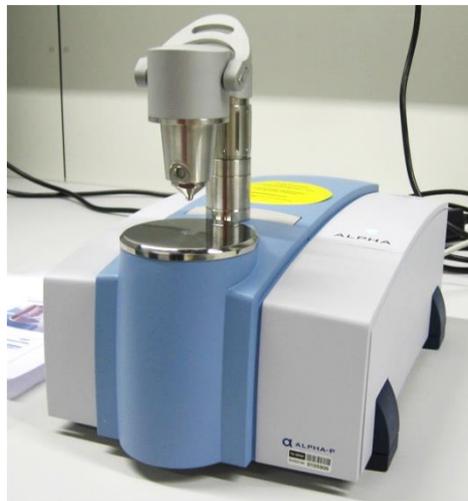
Figure II.1 : Refractomètre numérique Hanna HI 96801.

## **II.2.2 Spectromètres infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :**

La spectrométrie FTIR est une méthode qui permet d'analyser des échantillons de faibles dimensions. La spectrométrie FTIR est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau étudié. Elle permet de détecter les vibrations caractéristiques des différents groupements qui forment la molécule.

Le spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) utilisant la technique ATR (réflectance totale atténuée) est un outil idéal pour caractériser tout type d'échantillon, film, poudre, liquide et solide. Il assure des résultats exacts et précis dans peu de temps de mesure grâce à son excellente sensibilité.

Deux (02) spectromètres FTIR/ATR ont été utilisés dans ce travail. Le premier, employé pour la caractérisation des huiles étudiées, est un (ALPHA) FTIR de marque BRUKER muni d'un accessoire de ATR en cristal de diamant robuste (Figure II.2). Il se trouve au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyse Physico-chimique (CRAPC) de Bou Ismail. Le second spectromètre, utilisé pour l'analyse de la crème cosmétique, est un Thermo Scientific Nicolet iS 10 FT-IR muni d'un accessoire ATR en cristal de ZnSe (Figure II.3). Ce spectromètre se trouve dans le Laboratoire de Traitement et Mise en Forme des Polymères (L.T.M.F.P) de l'université de Boumerdès.



**Figure II.2 : Spectromètre FTIR/ATR BUKER.**



**Figure II.3 : Spectromètre FTIR/ATR Thermo Scientific Nicolet iS 10.**

### **II.2.3 Chromatographe en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS) :**

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse est une méthode d'analyse qui combine les performances de la chromatographie en phase gazeuse et de la spectrométrie de masse afin d'identifier et/ou de quantifier précisément de nombreuses substances. La méthode est basée sur la séparation des constituants à l'aide de la GC et leur identification par le biais de la MS. La combinaison de ces deux techniques d'analyses GC-MS permet de séparer les composants de l'échantillon et d'identifier chaque composant. Ce qui permet de faire une analyse complète aussi bien qualitative que quantitative du produit à analyser.

L'analyse par GC-MS de la composition chimique des huiles étudiées a été opérée au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyse Physico-chimique CRAPC à Bou Ismail. L'appareil est composé d'un chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent / HP de type GC 6890 plus avec EPC couplé à un spectromètre de masse de marque Agilent de type 5973 MSD (Figure II.4).



**Figure II.4 : GC-MS.**

## II.2.4 Microscope optique :

Le microscope utilisé pour l'étude de la crème cosmétique est un microscope optique de marque OPTIKA (Figure II.5). Ce dernier se trouve dans une salle d'observation appartenant au département de biologie de la faculté des sciences de l'Université de Boumerdès.



Figure II.5 : Microscope optique OPTIKA.

## II.2.5 Centrifugeuse :

La centrifugeuse utilisée pour le contrôle de la crème cosmétique est de marque HETTICH modèle EBA 20 (Figure II.6). Cette dernière se trouve au niveau d'un laboratoire du département de chimie de la faculté des sciences de l'Université de Boumerdès.



Figure II.6 : Centrifugeuse EBA 20.

## II.3 Caractérisation des huiles essentielles et de l'huile végétale :

### II.3.1 Informations sur les huiles essentielles et l'huile végétale :

Les huiles étudiées sont préparées et extraites par la distillerie Lamsat Oustad (Figure II.7) de Bourdj El Bahri. Le Tableau II.1 regroupe des informations sur l'HE de romarin à cinéol, l'HE de citron et l'HV de noyau d'abricot (Figure II.8).



Figure II.7 : Logo de la marque Lamsat Oustad.

Tableau II.1 : Informations sur les HE et HV étudiées.

Huile	Nom Botanique	Mode d'obtention	Provenance de la plante	Organe à extraire
HE de citron	<i>Citrus limon</i>	Expression à froid	Metidja	Zeste
HE de romarin	<i>Rosmarinus officinalis cinéolifurum</i>	Entrainement à la vapeur d'eau	Guelma	Sommité
HV de noyau d'abricot	<i>Prunus Armeniaca</i>	Expression à froid	Batna	Amande de noyau de fruit



Figure II.8 : HE de citron, HE de romarin et HV d'abricot, respectivement.

## II.3.2 Caractéristiques organoleptiques :

Les caractéristiques organoleptiques étaient autre fois les seules indications permettant d'évaluer la qualité d'une huile. En effet chaque huile est caractérisée par ses propriétés organoleptiques qui sont les suivantes :

➤ **Odeur.**

➤ **Couleur :** La coloration d'une huile dépend des produits qui la constituent. Certains solvants ont le pouvoir d'extraire beaucoup de pigments. Ce qui intensifie la couleur d'une huile donnée.

➤ **Aspect :** L'aspect d'une huile dépend des produits qui la constituent et qui peuvent apparaître sous forme solide, liquide ou solide- liquide.

## II.3.3 Caractéristiques physico-chimiques :

Toutes les huiles étudiées ont été contrôlées et analysées par des méthodes physico-chimiques en mesurant quelques paramètres :

### II.3.3.1 pH :

Il s'agit d'un coefficient permettant de savoir si la solution est acide, basique ou neutre : elle est acide si son pH est inférieur à 7, neutre s'il est égal à 7 et basique s'il est supérieur à 7. Cette mesure a été effectuée à l'aide d'un papier pH.

### II.3.3.2 Densité relative :

Elle correspond au rapport entre la masse d'un certain volume d'huile et la masse du même volume d'eau pris à la même température. L'expérience a été effectuée à température ambiante qui était égale à 20°C.

#### Mode opératoire :

- Peser une éprouvette graduée vide bien nettoyée et séchée à l'aide d'une balance analytique ;
- Noter la masse  $m_0$  de l'éprouvette graduée vide ;
- Remplir l'éprouvette graduée avec **1ml** d'eau distillée puis la peser ;
- Noter la masse  $m$  de l'éprouvette graduée rempli d'eau distillée ;
- Vider, nettoyer et bien sécher l'éprouvette graduée ;
- Remplir l'éprouvette graduée avec **1ml** d'huile ;
- Noter la masse  $m_1$  de l'éprouvette graduée contenant l'huile.

La densité est donnée par la formule ci-dessous :

$$d^{20} = \frac{(m_1 - m_0)}{(m - m_0)}$$

Où :

- $d^{20}$  : densité relative.
- $m_0$  : masse de l'éprouvette vide.
- $m$  : masse de l'éprouvette remplie d'eau.
- $m_1$  : masse de l'éprouvette remplie d'huile.

### **II.3.3.3 Miscibilité à l'éthanol :**

La miscibilité à l'éthanol est déterminée par le volume (V) d'alcool nécessaire pour former avec 1mL d'H.E une solution limpide.

#### **Mode opératoire :**

- A l'aide d'une pipette introduire 1 ml d'huile dans un tube à essai et lui ajouter un volume V en ml d'éthanol à 96% par fractions de 1 ml.
- Agiter le mélange après chaque ajout.
- Noter le volume d'éthanol additionné une fois que la solution devient limpide.

### **II.3.3.4 Indice de réfraction :**

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile maintenue à une température constante (Mohamdi, 2005). L'indice de réfraction n'a pas d'unité. Plus la lumière est ralentie plus la matière a un indice de réfraction élevé.

#### **Mode opératoire :**

- Allumer le réfractomètre HANNA HI 96801 (Figure II.1) en appuyant sur la touche ON/OFF.
- Nettoyer la cellule du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- A l'aide d'une pipette en plastique, versez de l'eau distillée sur la cellule de mesure puis appuyer sur la touche ZERO pour étalonner le réfractomètre.
- Nettoyer la cellule du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Déposer quelques gouttes d'huile à analyser dans la cellule du réfractomètre (Figure II.9).
- Appuyer sur la touche READ puis noter la valeur affichée, Les mesures seront affichées en % BRIX.



**Figure II.9 : Méthode d'utilisation du refractomètre numérique HANNA HI 96801.**

### **II.3.3.5 Indice d'acide (ISO, 1242) :**

L'indice d'acide constitue le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour la neutralisation des acides libres contenus dans 1g d'HE. La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps. L'indice d'acide permet donc de juger l'état de détérioration des huiles (Mohamdi, 2005).

#### **Mode opératoire :**

- Dans un erlenmeyer introduire 1g d'huile, 5 ml d'éthanol à 96% et environ 2 gouttes d'indicateur coloré (phénophtaléine).
- Agiter le mélange formé puis le titrer par une solution alcoolique de potasse (KOH) 0,1 N jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante (Figure II.10).

L'indice d'acide  $I_a$  est déterminé par la formule suivante :

$$I_a = V \times C \times \frac{56,11}{m}$$

Où :

- $I_a$  : indice d'acide en mg KOH/g d'huile.
- $V$  : volume de la solution de KOH en mL.
- $C$  : concentration de KOH g/mol.
- $m$  : masse de l'huile en g.



**Figure II.10 : Mode opératoire de l'indice d'acide.**

## **II.3.4 Caractéristiques spectroscopique et chromatographique:**

### **II.3.4.1 Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :**

#### **Mode opératoire :**

A l'aide d'une pipette verser environ deux (02) gouttes d'huile à analyser sur la cellule du spectromètre FTIR/ART (Figure II.2). Ce dernier est équipé d'un ordinateur qui permet d'obtenir directement les spectres de transmittances (%) en fonction du nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ ). Après chaque analyse la cellule est nettoyée soigneusement avec de l'alcool (éthanol).

### **II.3.4.2 Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-SM):**

La GC-MS est la technique la plus utilisée pour l'analyse des huiles en raison en grande partie de la facilité de prise en main des systèmes de séparation et de détection performants avec un coût relativement faible.

#### **Mode opératoire :**

A l'aide d'une seringue prélever le volume nécessaire d'huile puis l'injecter directement dans la colonne GC-MS (Figure II.4). Pour l'HV il faut passer tout d'abord par l'estérification. Cette dernière consiste à transformer un acide gras en ester méthylique d'acide gras.

#### **Conditions opératoires :**

Le Tableau II.2 ci-dessous détaille toutes les conditions opératoires pour l'analyse par GC-MS des HE et de l'HV.

**Tableau II.2 : Conditions opératoires pour l'analyse des HE et de l'HV par GC-MS.**

Huile	HE	HV
<b>Injecteur</b>		
<b>Température</b>	250°C	250°C
<b>Mode d'injection</b>	Split 80:1	Splitless
<b>Volume injecté</b>	0,2 µL	1 µL
<b>Colonne</b>		
<b>Type</b>	HP-5MS	HP-5MS
<b>Dimensions</b>	30 m x 0,25 mm x 0,25 µm	30 m x 0,25 mm x 0,25 µm
<b>Phase stationnaire</b>	5% Phenyl 95% dimethylpolysiloxane.	5% Phenyl 95% dimethylpolysiloxane.
<b>Température du four</b>	60°C pendant 8 min, 2°C/min jusqu'à 250°C, isotherme pendant 10min.	70°C pendant 5 min, 10°C/min jusqu'à 130°C, isotherme pendant 2 min, 3°C/min jusqu'à 220°C, isotherme pendant 4 min, 10°C/min jusqu'à 280°C, isotherme pendant 7 min
<b>Durée d'analyse</b>	113 min	60 min
<b>Gaz vecteur</b>	Hélium	Hélium
<b>Débit GV</b>	0,5 ml/min	0,5 ml/min
<b>Détecteur de masse</b>		
<b>Mode d'analyse</b>	Scan TIC (de 30 à 550)	Scan TIC (de 30 à 550)
<b>Délai du solvant</b>	3,5 min	3,5 min
<b>Température de l'interface</b>	270 °C	270 °C
<b>Type d'ionisation</b>	Impact électronique	Impact électronique
<b>Intensité du filament</b>	70 éV	70 éV
<b>Type de l'analyseur de masse</b>	Quadripôles	Quadripôles
<b>Température de la source</b>	230 °C	230 °C

### Indice de Kovats :

L'un des problèmes de la CPG est le manque de reproductibilité des temps de rétention d'un appareil à l'autre ou d'une colonne à l'autre, même si elles sont de nature identique. Pour résoudre ce problème Kovats a proposé l'utilisation d'un indice de rétention (IK). L'indice de rétention est une grandeur caractéristique de chaque composé et du type de colonne. Les IK sont calculés par comparaison entre les temps de rétention (Tr) du composé étudié et ceux d'une série d'alcane linéaires permettant un « étalonnage » du chromatogramme.

Ces IK pour la programmation de température sont définis par la relation suivante :

$$IK = 100 \times n + 100 \times [Tr(X) - Tr(C_n) / Tr(C_{n+1}) - Tr(C_n)]$$

Où :

- **IK** : indice de rétention.
- **n** : nombre de carbone de la molécule recherchée.
- **Tr(X)** : temps de rétention de la molécule recherchée.
- **Tr(C<sub>n</sub>)** : temps de rétention de l'alcane à n carbones.
- **Tr(C<sub>n+1</sub>)** : temps de rétention de l'alcane à n+1 carbones.

## II.4 Formulation et contrôle de l'émulsion :

### II.4.1 Objectif :

L'objectif de cette partie du travail est la formulation d'une crème cosmétique en utilisant la formulation par émulsion huile dans l'eau H/E. La crème cosmétique est préparée à base des HE de romarin à cinéol et de citron. L'HV de noyau d'abricot représente la phase huileuse dans la préparation. Le Tableau II.3 ci-dessous regroupe les principales informations sur le produit formulé.

**Tableau II.3 : Informations sur la crème cosmétique formulée.**

Informations	
<b>Produit formulé</b>	Produit cosmétique de soin
<b>Type de produit</b>	Crème (émulsion)
<b>Mode d'utilisation</b>	Cutané (visage)
<b>Fonction d'usage</b>	Crème nourrissante/Réparatrice
<b>Période d'utilisation</b>	Soir/Nuit

### II.4.2 Formulation :

La formulation proprement dite consiste à élaborer une forme plus ou moins complexe qui, aux impératifs de stabilité et de degré de pénétration à conférer, devra dans toute la mesure du possible, ajouter des critères d'ordre cosmétiques, importants pour l'observance et donc l'efficacité du traitement. Dans une émulsion, aux trois éléments de base (huile, eau et émulsionnant) viennent s'ajouter des constituants divers : principes actifs, épaississant, conservateurs... Dans chaque cas, les trois constituants de base doivent être choisis avec beaucoup de soin pour avoir une émulsion aux caractéristiques bien déterminées.

#### II.4.2.1 Choix du sens de l'émulsion :

Les crèmes aqueuses tendent à être préférées par les utilisateurs car elles sont facilement applicables. Elles rafraîchissent et pénètrent bien la peau grasse qui est caractérisée par une production excessive de sébum. C'est pourquoi le sens d'émulsion choisi est une émulsion huile dans l'eau H/E.

## II.4.2.2 Matières premières :

Les matières premières (Figure II.11) utilisées pour la formulation de la crème cosmétique sont de différentes natures et origines. Le Tableau II.4 ci-dessous détaille les natures, les origines et les fonctions des matières premières utilisées dans la formulation.



Figure II.11 : Matières premières de la formulation.

Tableau II.4 : Natures, origines et fonctions des matières premières utilisées dans la formulation.

Matière	Origine	Nom INCI	Source d'obtention	Rôle	Incorporation
<b>Eau Déminéralisée</b>	Naturelle	<i>Aqua</i>	Laboratoire SPIC	Hydratante	Phase aqueuse
<b>HV noyaux d'abricot</b>	Végétale	<i>Prunus armeniaca</i>	LamsatOustad	Nourrissante	Phase huileuse
<b>Olivem 1000</b>	Végétale	<i>Cetearylolate, sorbitan olivate</i>	AROMA ZONE	Emulsifiant	Phase huileuse
<b>Alcool cétéarylique</b>	Végétale	<i>Cetearylalcohol</i>	AROMA ZONE	Co-émulsifiant et émoullit	Phase huileuse
<b>Vitamine E</b>	Végétale	<i>Tocopherols</i>	AROMA ZONE	Conservateur et antioxydant	Emulsion
<b>Cosgard</b>	Synthétique	<i>Benzyl alcohol, dehydroacetic acid</i>	AROMA ZONE	Conservateur	Emulsion
<b>HE de citron</b>	Végétale	<i>Citrus limon</i>	LamsatOustad	Actif cosmétique	Emulsion
<b>HE de romarin</b>	Végétale	<i>Rosmarinus officinalis cinéolifirum</i>	LamsatOustad	Actif cosmétique	Emulsion

Les fiches techniques des matières utilisées dans la formulation sont mis en Annexe 1.

### II.4.2.3 Préparation :

Le Tableau II.5 détaille les quantités des matières premières en pourcentage (%) utilisées dans la formulation.

**Tableau II.5 : Quantités des matières premières en pourcentage (%)**

<b>Matière première</b>	<b>Quantité (%)</b>
<b>Eau déminéralisée</b>	66%
<b>HV de noyau d'abricot</b>	16%
<b>Olivem 1000</b>	4%
<b>Alcool cétéarylique</b>	7%
<b>Vitamine E</b>	1,4%
<b>HE de romarin à cinéol</b>	0,7%
<b>HE de citron</b>	2,7%
<b>Cosgard</b>	1%

- Dans un bécher introduire les matières grasses (HVde noyau d'abricot, olivem 1000, alcool cétéarylique).
- Dans un autre bécher introduire la phase aqueuse (eau déminéralisée).
- Transférer les deux béchers dans un bain marie.
- Chauffer les deux phases jusqu'à 70C° à l'aide d'un bain marie.
- Verser la phase aqueuse dans la phase huileuse puis agiter pendant 3min.
- Continuer l'agitation en refroidissant la préparation.
- Une fois l'émulsion est bien formée ajouter les actifs cosmétiques (HE de citron, HE de romarin à cinéol).
- Ajouter les conservateurs (Cosgard, vitamine E).

### II.4.3 Propriétés de l'émulsion :

Les propriétés de l'émulsion (i.e. Crème cosmétique fraîchement préparée), ont été déterminées à l'aide des paramètres suivants :

#### II.4.3.1 Examen macroscopique :

L'observation macroscopique des émulsions est un des tests d'acceptabilité de l'utilisateur. L'examen est pratiqué à l'œil nu directement sur l'émulsion conservée. Les principaux caractères observés sont : la couleur, l'aspect, l'odeur et l'homogénéité de la préparation.

#### II.4.3.2 Mesure du pH :

##### Mode opératoire :

Etaler une quantité de crème, à l'aide d'une spatule sur le papier pH. Déterminer ainsi, en comparant la couleur avec celle de l'échelle, une valeur approximative de la valeur du pH

### **II.4.3.3 Sens de l'émulsion :**

Le sens de l'émulsion a été déterminé par la méthode au colorant. Le principe de cette méthode repose sur le fait qu'une goutte de colorant hydrophile ou lipophile mélangée à une goutte d'émulsion se dissout ou non dans sa phase externe en colorant de façon homogène ou non cette dernière. L'indicateur coloré utilisé dans ce travail est le bleu de méthylène.

#### **Mode opératoire :**

- Déposer une petite quantité de la crème cosmétique sur un verre de montre.
- Verser dessus une goutte d'une solution de bleu de méthylène et mélanger le tout.

### **II.4.3.4 Essai à la centrifugation :**

Cet essai permet d'observer le comportement d'une émulsion soumise à la centrifugation par la présence ou non d'un déphasage.

#### **Mode opératoire :**

- Remplir, à moitié, un tube à centrifuger en verre de crème et l'introduire dans la centrifugeuse (Figure II.6).
- Soumettre l'échantillon à une centrifugation de 10 minutes, la première à 1500 tours/minute, la deuxième à 3000 tours/minute et la dernière à 4000 tours/minute.
- Noter après chaque centrifugation la présence ou non de déphasage.

## **II.4.4 Etude de stabilité de l'émulsion :**

L'étude de stabilité de l'émulsion (i.e. Crème cosmétique) a été effectuée par observation microscopique et par spectrométrie FTIR. Ces opérations ont été établies sur la crème fraîchement préparée puis répétées une fois par semaine pendant quatre (04) semaines.

### **II.4.4.1 Evaluation de la taille des gouttelettes :**

La taille des gouttelettes est déterminée à l'aide du microscope optique (Figure II.5).

#### **Mode opératoire :**

- Déposer une goutte d'émulsion entre lame et lamelle.
- Déposer lame et lamelle au-dessous de l'objectif du microscope optique d'un grossissement de 40 (Figure II.12). L'examen se fait immédiatement.
- Noter l'homogénéité ou l'hétérogénéité de l'émulsion ainsi que la taille des gouttelettes dispersées.



**Figure II.12 : Objectif du microscope optique OPTIKA.**

#### **II.4.4.2 Spectromètre FTIR :**

L'avantage de la FTIR est son caractère non destructif. Cette technique permet d'identifier les produits de dégradation qui apparaissent lors de l'oxydation. Il a semblé intéressant d'utiliser cette technique pour suivre l'évolution de la stabilité de l'émulsion H/E dans leur ensemble et non pas, comme cela se fait actuellement, uniquement celle des matières premières et ce en raison des interactions chimiques et des produits issus d'oxydation qui peuvent apparaître.

##### **Mode opératoire :**

A l'aide d'une spatule verser une petite quantité de crème à analyser sur la cellule du spectromètre FTIR/ART (Figure II.3). Ce dernier est équipé d'un ordinateur qui permet d'obtenir directement les spectres d'absorbance en fonction du nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ ). Après chaque analyse la cellule est nettoyée soigneusement avec de l'alcool (éthanol).

#### **II.4.5 Test d'irritation :**

Le teste d'irritation s'est opéré sur dix (10) volontaires de différents âges classés sous forme de trois (03) catégories : moins de 18ans, entre 18 et 40ans et plus de 40ans.

##### **Mode opératoire :**

- Nettoyer une petite partie de l'intérieur du bras, près du coude de préférence. Rincer et bien essuyer.
- Appliquer une noisette de crème cosmétique à l'aide d'une spatule.
- Etaler et masser doucement jusqu'à pénétration.
- Attendre 48h.
- Examiner la peau pour noter les éventuelles rougeurs, démangeaisons ou imperfections.

## **II.5 Conclusion :**

Dans ce chapitre ont été abordées différentes méthodes d'analyse des huiles et de la crème cosmétique. D'abord les méthodes de caractérisation des propriétés organoleptiques et physico-chimiques des huiles ont été établies puis leurs analyses par la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier et par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. Ensuite ont été décrites les matières premières entrant dans la composition de la crème cosmétique ainsi que le protocole de formulation de celle-ci. Ce chapitre s'est terminé, enfin, par les différentes étapes de contrôle de cette émulsion (i.e. Crème cosmétique), du suivi de sa stabilité au cours du temps et par son test d'irritation.

# **Chapitre III : Résultats et discussions**

### III.1 Introduction :

Ce dernier chapitre récapitule tous les résultats et interprétations des essais et analyses réalisés dans ce mémoire. Il est divisé en deux parties. En premier lieu seront abordés les résultats, accompagnés de leurs interprétations, des analyses physicochimiques, spectroscopique et chromatographique des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon* ainsi que de l'HV de *Prunus armeniaca*. En deuxième lieu seront traités les résultats obtenus concernant la formulation de la crème et le suivie de sa stabilité pendant une période d'un mois.

### III.2 Caractérisation des huiles essentielles et de l'huile végétale :

#### III.2.1 Propriétés organoleptiques :

La couleur, l'odeur et l'aspect sont les trois paramètres qui donnent la première impression sur la durée de vie et la conservation d'une huile. La plupart des HE sont de couleur jaune pâle et parfois incolore. Les résultats des propriétés organoleptiques des huiles étudiées, obtenus par l'analyse sensorielle, sont regroupés dans le Tableau III.1 ci-dessous.

**Tableau III.1 : Résultats des propriétés organoleptiques des huiles étudiées.**

Huiles	Couleurs	Odeurs	Aspects
<i>Rosmarinus officinalis cineoliferum</i>	Transparente	Forte, cinéolée	Liquide, mobile, clair
<i>Citrus limon</i>	Jaune claire	Forte (péricarpe de citron frais)	Liquide, mobile
<i>Prunus armeniaca</i>	Jaune pale	Légère	Liquide, visqueux

Les HE analysées sont des liquides de couleurs différentes et dont les odeurs sont très variables (Tableau III.1). Ces huiles possèdent des notes olfactives proches des arômes originaux.

Les HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon* ont des caractéristiques organoleptiques comparables à celles données par les normes ISO 1342 et ISO 855 respectivement (voir Tableaux I.6 et I.9). Une étude analogue menée par Hilan et al.,(2006) a indiqué que l'HE de *Rosmarinus officinalis* du Liban est un liquide limpide à odeur très marquée.

Le Tableau III.1 montre aussi que les propriétés organoleptiques de l'HV étudiée sont différentes par rapport aux HE. Contrairement aux HE l'HV de *Prunus armeniaca* montre un aspect visqueux et une odeur légère. La même observation concernant la couleur et l'aspect de l'HV a été établie par Bachheti (2012).

## III.2.2 Propriétés physicochimiques :

Les propriétés physico-chimiques constituent un moyen de vérification et de contrôle de la qualité d'une huile. Les essais ont été effectués selon un protocole précis (voir II.3.3). Le Tableau III.2 détaille les résultats des propriétés physicochimiques des huiles étudiées.

Tableau III.2 : Résultats des propriétés physicochimiques des huiles étudiées.

Huiles Paramètres	HE de <i>Rosmarinus officinalis cineoliferum</i>	HE de <i>Citrus limon</i>	HV de <i>Prunus armeniaca</i>
pH	5	6	5
Densité	0,897	0,894	0,935
Indice de réfraction	1,468	1,475	1,472
Indice d'acide (I <sub>a</sub> )	0,56	2,1	5,04
Miscibilité à l'EtOH	miscible 1V/1V <sub>EtOH</sub>	miscible 1V/5V <sub>EtOH</sub>	Non miscible à 1V/11V <sub>EtOH</sub>

### III.2.2.1 pH :

Les pH approximatifs des huiles étudiées varient entre 5 et 6. Les pH les plus faibles sont ceux de l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et *Prunus armeniaca*. Ce résultat peut signifier la richesse de ces huiles en composés à caractère acide.

### III.2.2.2 Densité :

Le Tableau III.2 montre que les densités des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus Limon* sont égales à 0,894 et 0,897 respectivement. La densité de l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* est conforme à la norme ISO 1342 (voir Tableau I.7).

Selon Zabeirou et Hachimou (2005) plus la densité est faible plus l'huiles contient des monoterpènes. Ceci suppose que l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* est moins riche en composés monoterpéniques que l'HE de *Citrus limon*.

La densité de l'HV de *Prunus armeniaca* est de 0,935. Cette valeur est semblable à celle obtenue par Manzoorlet al., (2012). La densité de l'HV est plus élevée que celle des deux HE étudiées. Cette différence suppose la présence des composés monoterpéniques dans la composition des HE et leur éventuelle absence dans l'HV.

### III.2.2.3 Indice d'acide :

L'indice d'acide révèle d'une part le degré de conservation des huiles et d'autre part leur qualité. Il augmente avec l'augmentation de la période de stockage. C'est pendant la période de stockage qu'une huile peut subir des dégradations (Lazouni et al., 2007).

Les indices d'acides des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon* sont 0,56 et 2,10 respectivement (Tableau III.2). L'indice d'acide de *Citrus limon* est supérieur à celui de

*Rosmarinus officinalis cineoliferum*. L'indice d'acide de HV *Prunus armeniaca* est, quant à lui, ( $I_a=5,04$ ) supérieure à ceux des HE. L'indice d'acide de l'HV est similaire à celui obtenu par Gubta et al., (2009).

#### **III.2.2.4 Indice de réfraction :**

L'indice de réfraction des HE varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. En effet une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé alors qu'une forte teneur en dérivés oxygénés donnera un indice bas (Boukhatem et al., 2010). Dans les HV, par contre, l'indice de réfraction diminue avec l'augmentation de la longueur des chaînes carbonées et du degré d'insaturation (AOAC, 1997).

Les valeurs de l'indice de réfraction des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon* sont 1,468 et 1,476 respectivement (Tableau III.2). Ces dernières sont en accord avec les normes ISO 1342 et ISO 855 respectivement (voir Tableaux I.7 et I.10). Ces valeurs supposent la richesse de l'HE de *Citrus limon* en monoterpène par rapport à l'HE *Rosmarinus officinalis cineoliferum*.

L'indice de réfraction de l'HV de *Prunus armeniaca* qui est égale à 1,472 (Tableau III.2) est dans le même ordre que ceux obtenus par Sharma et al., (2004) et Tilakratne (2007).

#### **III.2.2.5 Miscibilité à l'éthanol :**

L'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* est soluble dans l'éthanol (Tableau III.2). Ce résultat est en accord avec la norme ISO 1342 (voir Tableau I.7). Le Tableau III.2 indique que l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* est plus soluble que celle du *Citrus limon*. Les HE sont ainsi solubles dans l'éthanol contrairement à l'HV de *Prunus armeniaca* qui ne l'est pas à volume ( $1V/11V_{EtOH}$ ).

### **III.2.3 Analyse par FTIR :**

Les résultats d'analyse des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon*, et de l'HV de *Prunus armeniaca*, obtenus par FTIR, sont détaillés dans les Tableaux III.3, III.4 et III.5 respectivement. Les spectres FTIR sont mis en Annexe 2.

**Tableau III.3 : Résultats d'analyse FTIR de l'HE de *Rosmarinus officinalis cinéoliferum*.**

Nombres d'ondes (cm <sup>-1</sup> )	Groupements fonctionnelles	Natures
<b>2921</b>	C <sub>tet</sub> -H	Elongation
<b>1745</b>	C=O	Elongation
<b>1463</b>	C <sub>tet</sub> -H C=C	Déformation
<b>1374</b>	-OH	Déformation
<b>1214</b>	C-O	Elongation
<b>1166</b>	C <sub>tet</sub> -OH C-O	Elongation
<b>1079</b>	C-O	Elongation
<b>1052</b>	C-O	Elongation
<b>983</b>	C=C	Déformation
<b>842</b>	C <sub>tri</sub> -H	Déformation

**Tableau III.4 : Résultats d'analyse FTIR de l'HE de *Citrus limon*.**

Nombres d'ondes (cm <sup>-1</sup> )	Groupements fonctionnelles	Natures
<b>2917</b>	C <sub>tet</sub> -H	Elongation
<b>1643</b>	C-O	Elongation
<b>1436</b>	C <sub>tet</sub> -H	Déformation
<b>1375</b>	-OH	Déformation
<b>885</b>	C <sub>tet</sub> -H	Elongation
<b>797</b>	C=C	Déformation

**Tableau III.5 : Résultats d'analyse FTIR de l'HV de *Prunus armeniaca*.**

Nombres d'ondes (cm <sup>-1</sup> )	Groupements fonctionnelles	Natures
<b>2922,23</b>	C <sub>tet</sub> -H	Elongation
<b>2852,96</b>	C <sub>tet</sub> -H	Elongation
<b>1743,48</b>	C=O	Elongation
<b>1460,78</b>	C <sub>tet</sub> -H	Déformation
<b>1159,82</b>	C-O	Elongation
<b>721,55</b>	C=C	Déformation

L'observation des spectres FTIR des deux HE étudiées (i.e. *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et *Citrus limon*) (Annexe 2) montrent la présence des pics similaires. Les pics compris entre 2840 cm<sup>-1</sup> et 3000 cm<sup>-1</sup> présentent les vibrations d'élongation des alcanes. Les pics à 1374 cm<sup>-1</sup> et à 1375 cm<sup>-1</sup> pour les HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et *citrus limon* respectivement indiquent la déformation de la liaison –OH dans les phénols.

Les résultats de l'analyse FTIR de l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* (Tableau III.3) révèle un moyen pic est observé vers  $1745\text{ cm}^{-1}$ . Il est attribué à la vibration d'élongation C=O. Le pic à  $1166\text{ cm}^{-1}$  peut-être dû à la présence de deux (02) groupements fonctionnels C-OH et/ou C-O. Ces derniers correspondent à la présence des alcools et/ou des esters. Le pic à  $983\text{ cm}^{-1}$  caractérise la présence de doubles liaisons C=C qui désigne l'éventuelle présence d'alcène dans l'HE. Enfin un pic de faible intensité est examiné vers  $842\text{ cm}^{-1}$ . Ce dernier indique la présence de composés aromatiques.

Le spectre FTIR de l'HE de *Citrus limon* présente des pics de faibles intensités vers  $1643\text{ cm}^{-1}$  et vers  $797\text{ cm}^{-1}$  (Tableau III.4) sont attribués à la vibration d'élongation et de déformation C=C des alcènes respectivement. Le long pic à  $885\text{ cm}^{-1}$  montre la présence de composés aromatiques.

L'analyse du spectre FTIR de l'HV de *Prunus armeniaca* présente un pic vers  $2922\text{ cm}^{-1}$  (Tableau III.5) (Annexe 2), semblable à ceux des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon*, qui montre une vibration d'élongation C-H indiquant la présence des alcanes. Un pic d'une forte intensité est noté vers  $1743\text{ cm}^{-1}$  à une forte intensité désigne une élongation d'ester et /ou d'acide carboxylique C=O. Le pic de moyenne intensité à  $1159\text{ cm}^{-1}$  désigne une élongation de C-O due à la présence d'esters. Enfin le pic de faible intensité à  $721\text{ cm}^{-1}$  provient d'une déformation C=C dans les alcènes.

Les résultats obtenus par l'analyse des spectres FTIR des huiles étudiées pourraient être confirmés par la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC-MS.

### **III.2.4 Analyse par GC-MS :**

Les résultats d'analyse par GC-MS des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon*, et de l'HV de *Prunus armeniaca* sont détaillés dans les Tableaux III.6, III.7 et III.8 respectivement. Les chromatogrammes sont mis en Annexe 3.

Tableau III.6 : Résultats d'analyse GC-MS de l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum*.

Molécules	Formules Brutes	Classes chimiques	IK	Pourcentages (%)
Tricyclene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	932	0,15
$\alpha$ -Phellandrene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	936	0,46
$\alpha$ -pinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	943	11,82
Camphene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	955	5,21
2- $\beta$ -pinenepinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	980	9,09
1 octen 3 ol	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	Alcène	1241	0,08
3-octanone (cas)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	Cétone	1249	0,04
$\beta$ -myrcene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	993	1,33
L-Phellandrene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1004	0,17
Delta-3-carene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1009	0,24
$\alpha$ -terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1016	0,43
P-Cymene	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	Alcène	1024	0,41
1,8-cineole	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Ether	1036	38,89
Cis-Ocimene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1039	0,039
$\beta$ -ocimene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1049	0,06
$\gamma$ -terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1058	0,83
Trans-Sabinene hydrate	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1065	0,15
$\alpha$ -terpinolene	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcène	1087	0,45
Cis-sabinene hydrate	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub>	Alcène	1096	0,06
Linalol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1101	0,81
$\alpha$ -fenchol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1113	0,02
m-Mentha-1(7),8-diene (R)(-)	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcane	1121	0,02
Camphor	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	Cétone	1146	12,96
Borneol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1166	3,51
4-terpinenol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1177	0,86
(+)- $\alpha$ -terpineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1192	2,44
Myrtenol	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	Alcool	1196	0,04
Estragol	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O	Alcool	1198	0,02
Borneol, acetate,	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	Ester	1285	1,41
$\alpha$ -cubebene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1336	0,05
$\alpha$ -copaene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1360	0,07
$\alpha$ -copaene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1365	0,30
Veratrole	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	Ether	1380	0,06
Trans-Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1414	5,12
$\beta$ -cubebene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1422	0,07
1H-Cycloprop[e] azulene,decahydro-1,1,7 trimethyl-4-methylene-, (1a.a)	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1432	0,06
$\beta$ -selinene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1448	0,67
Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,6,8a-alcène-octahydro-7-methyl-4-methylene-1-(1-methylethyl)-, (1. $\alpha$ .,4a. $\alpha$ .,8a. $\alpha$ .)-	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1473	0,27
Aromandendrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1482	0,02
Valencene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1492	0,09
$\alpha$ -Amorphene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1498	0,07
$\beta$ - bisabolene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1508	0,08
$\gamma$ -Cadinene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1512	0,16
Delta-cadinene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1522	0,45
Caryophylleneoxide	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	Ether	1580	0,21
<b>Monoterpènes</b>			<b>30,7602%</b>	
<b>Dérivés oxygénés</b>			<b>61,7186%</b>	
<b>Sesquiterpènes</b>			<b>7,4957%</b>	
<b>TOTALE</b>			<b>99,97%</b>	

Tableau III.7 : Résultats d'analyse GC-MS de l'HE de *Citrus limon*.

Molécules	Formules brute	Classes chimiques	IK	Pourcentages (%)
$\alpha$ -Thujene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	936	0,44
$\alpha$ -Pipene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	942	1,93
Camphene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	953	0,03
$\beta$ -Pinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	979	11,24
$\beta$ -Myrcene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	993	1,68
Delta-3-Carene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1004	0,05
$\alpha$ -Terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1016	0,20
$\alpha$ -Limonene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1037	64,75
cis-Ocimene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1040	0,08
Trans-Ocimene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1049	0,17
$\gamma$ -Terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1061	11,72
trans-4-thuyanol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1066	0,027
$\alpha$ -Terpinolene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Alcène	1087	0,50
Linalool	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1099	0,11
Nonanal	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	Aldehyde	1123	0,04
(1R,2S,4R)-1,2-Epoxy-p-menth-8-ene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	Epoxyde	1132	0,02
Limoneneoxide	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	Ether	1136	0,032
(R)-(+)-Citronellal	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Aldehyde	1153	0,18
Menthol	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	Alcool	1171	0,16
4-Terpinenol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1176	0,03
$\alpha$ -Terpineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1189	0,19
Nerol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1228	0,04
1,6,2,3-Dianhydro-4deoxy- $\beta$ - d-ribo-hexopyranose	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	Oxyde Ether	/	0,03
Neral	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	Aldehyde	1241	0,96
trans-Geraniol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Alcool	1255	0,03
Géranial	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	Aldehyde	1271	1,68
Citronellylacetate	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	Ester	1351	0,03
Nerylacetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	Ester	1362	0,60
Geranylacetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	Ester	1380	0,39
Trans-caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1411	0,43
Cis- $\alpha$ -bergamotene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1431	0,72
$\alpha$ -caryophyllène	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1448	0,02
Trans- $\beta$ -farnesene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1454	0,06
b- caryophyllène	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1482	0,02
Trans- $\alpha$ -bisabolene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1502	0,06
$\beta$ -Bisabolene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1508	1,03
(Z,Z)- $\alpha$ -Farnesene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	Alcène	1574	0,04
$\alpha$ -Bisabolol	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	Alcool	1680	0,02
Citroptene	C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	Cétone	1823	0,09
<b>Monoterpènes</b>			<b>92,8474%</b>	
<b>Dérivés oxygénés</b>			<b>4,7418%</b>	
<b>Sesquiterpènes</b>			<b>2,4108%</b>	
<b>TOTALE</b>			<b>100%</b>	

**Tableau III.8 : Résultats d'analyse GC-MS de l'HE de *Prunus armeniaca*.**

Molécules	Pourcentages (%)
Acide palmitoléique	0,67
Acide palmitique	6,50
Acid 2-hexyl Cyclopropaneoctanoïque	0,06
Acide linoléique	35,37
Z- 13-Octadecenoic acid	55,78
Acide stéarique	1,35
Di-(2-ethylhexyl)phthalate	0,24

Les deux HE étudiées sont formées d'hydrocarbures représentés par des monoterpènes et des sesquiterpènes ainsi que des composés oxygénés tels que les alcools, les esters, les éthers, les aldéhydes et les cétones. Les Tableaux III.6 et III.7 montrent que les HE étudiées n'ont pas la même composition chimique. Une différence relativement importante est remarquée en niveau de la nature des familles majoritaires. La famille des monoterpènes correspond aux principaux composants de l'HE de *Citrus limon* contrairement à l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* dont la famille des composés oxygénés vient en première position en tant que famille majoritaire. Les Tableaux III.6 et III.7 montrent également que l'analyse GC-MS a identifié 45 et 39 composés dans les HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon* respectivement.

L'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* est caractérisée par la présence de deux (02) familles majoritaires. En première position les dérivés oxygénés avec un taux d'environ 61%. Les monoterpènes arrivent en deuxième position avec un pourcentage d'environ 30%. Les composés majoritaires sont : 1,8-cineole (39%), camphor (13%),  $\alpha$ -pinene (12%),  $\beta$ -pinene (9%) et camphene (5%). Ces composés sont suivis par d'autres composés en concentrations plus faibles. Les pourcentages des composés identifiés de l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* sont en accord avec ceux de la pharmacopée européenne (voir Annexe 4). Ce résultat rend l'HE étudiée autorisée pour l'incorporation dans les formulations pharmaceutiques et parapharmaceutiques. Le profil chimique de l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* étudiée est similaire aux études trouvées dans la littérature. En effet Pereira et al., (2017) montrent que les principaux constituants de l'HE de *Rosmarinus officinalis* qui, analysée par GC-MS, étaient le 1,8 cinéole, careophyllene, camphor et l'alpha et bêta –pinène (voir Tableau I.8). Cependant ce profil chimique diffère de celui obtenu par Salmi et al., (2017) dont les résultats obtenus par analyse GC-MS de l'HE de *Rosmarinus officinalis* ont révélé la présence de quinze composés dont les principales molécules sont : 1,8-cinéole (35%), caryophyllene (14%), bornéol (9%), camphre (9%),  $\alpha$ -pinène (8%) et  $\alpha$ -thujone (6%).

L'analyse GC-MS de l'HE de *Citrus limon* a identifié 12 hydrocarbures monoterpéniques représentant environ 93% de la totalité des composés volatils dont les plus importants sont : limonène (65%),  $\gamma$ -terpinene (12%),  $\beta$ -pinene (11%),  $\alpha$ -pipene (2%) et  $\beta$ -myrcene (2%). Les dérivés oxygénés viennent en seconde place avec un faible pourcentage d'environ 5%. Parmi ces composés les aldéhydes sont les plus représentés avec une teneur d'environ 3%. 2,41% est le pourcentage des sesquiterpènes. Par comparaison avec les résultats rapportés par la littérature Djenane (2015) a rapporté, après analyse de l'HE de *Citrus limon*, que le limonène était le composé majoritaire (51,40%) suivi du  $\beta$ -pinène (17,04%) et du  $\gamma$ -terpinène (13,46%). Les travaux de Dongmo et al (2002)

ont signalé que l'HE du *Citrus limon* Espagnol analysée est riche en limonène (56,99%), en  $\beta$ -pinène (9,74%) et en  $\gamma$ -terpinène (4,79%). Hamdan et al (2013) ont rapportés que le limonène (52,73%), le  $\beta$  pinène (7,67%) et le  $\gamma$ -terpinène (9,88%) étaient les principaux composés chimiques présents dans l'HE du citron de l'Égyptien. Selon les auteurs cités précédemment, les composés majoritaires sont semblables à l'HE de *Citrus limon* abordée dans ce travail. La différence réside au niveau des pourcentages des composés chimiques qui sont légèrement inférieurs par rapport aux résultats de l'HE analysée. Dans le même cadre Baba et al (2016) annoncent que la limonène (54%) suivie par la  $\gamma$ -terpinène (12%) et le  $\beta$ -pinène (9%) sont les molécules qui représentent la majorité des composés identifiés.

Les Tableaux III.6 et III.7 montrent que l'HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* est plus riche en dérivés oxygénés que l'HE de *Citrus limon*. Les pourcentages des dérivés oxygénés des huiles de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et de *Citrus limon* sont d'environ 61% et 4 % respectivement. Ces valeurs confirment les résultats obtenus par la mesure du pH (voir Tableau III.2).

Les pourcentages des composés monoterpéniques des HE de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* et du *Citrus limon* sont d'environ 30 et 93 % respectivement. Ces valeurs sont en accord avec celles obtenues par la mesure des densités et des indices de réfraction (Voir Tableau III.2).

Les variations qualitatives et quantitatives des HE étudiées prouvent que leurs compositions chimiques dépendent de plusieurs facteurs (voir I.3.7).

La composition chimique de l'HV de *Prunus armeniaca* est complètement différente de celle des HE. Le Tableau III.8 montre que 7 composés ont été identifiés dans l'HV. Les acides gras représentent la totalité des composés qui constituent l'HV avec une teneur de 99,76%. L'acide Z- 13-Octadecenoïque (55,78%) et l'acide linoléïque (35,37%) sont les composés majoritaires suivis par l'acide palmitique (6,51%).

L'absence des monoterpènes dans l'HV de *Prunus armeniaca* (Tableau III.8) explique la valeur élevée de sa densité par rapport aux HE étudiées (Voir Tableau III.2).

## **III.3 Formulation d'une crème cosmétique :**

### **III.3.1 Propriétés de l'émulsion :**

#### **III.3.1.1 Examen macroscopique :**

L'examen macroscopique est basé sur l'analyse sensorielle des propriétés organoleptiques de la crème cosmétique formulée au bout de 24h. Le Tableau III. 9 ci-dessous regroupe les propriétés organoleptiques de la crème cosmétique formulée.

**Tableau III.9 : Propriétés organoleptiques de la crème cosmétique formulée.**

Propriétés organoleptiques	
<b>Couleur</b>	Jaune pâle
<b>Odeur</b>	Fraiche, citronnée
<b>Aspect</b>	Légèrement épais
<b>Homogénéité</b>	Bonne

La crème cosmétique formulée est caractérisée par une couleur jaune pâle qui provient de l'HE de citron. La crème a également été aromatisée par l'essence de citron. L'odeur de la crème est de ce fait très agréable et fraîche. La crème a un aspect légèrement épais avec un touché un peu gras en premier contact avec la peau. Ce constat s'explique par la richesse de la crème cosmétique en matières grasses qui apportent à la peau les bienfaits des huiles étudiées. L'homogénéité à l'échelle macroscopique est bonne par l'absence des grumeaux et de déphasage.

### **III.3.1.2 pH :**

La mesure du pH de la crème cosmétique formulée est d'environ 6. Cette valeur du pH est proche à celle de l'épiderme (5,5 en moyenne). Ce résultat indique que cette crème est compatible avec l'usage cosmétique.

### **III.3.1.3 Sens de l'émulsion :**

Le résultat du test au bleu de méthylène (hydrophile) permettant de déterminer le sens de l'émulsion dans la crème cosmétique est illustré dans la (Figure III.1). Cette dernière indique une bonne diffusion du bleu de méthylène. Ce qui mène à conclure que la crème formulée est une émulsion de type H/E.



**Figure III.1 : Résultat du test au bleu de méthylène.**

### **III.3.1.4 Essai à la centrifugation :**

Le Tableau III.10 ci-dessous détaille l'essai à la centrifugation de la crème cosmétique 24h après sa formulation à différentes vitesses. L'absence de déphasage au cours de la centrifugation a montré que l'émulsion est stable en toutes vitesses.

**Tableau III.10 : Résultats de l'essai à la centrifugation de la crème à différentes vitesses.**

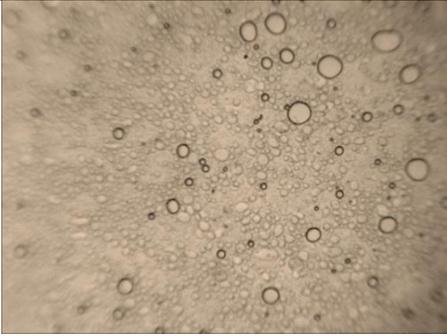
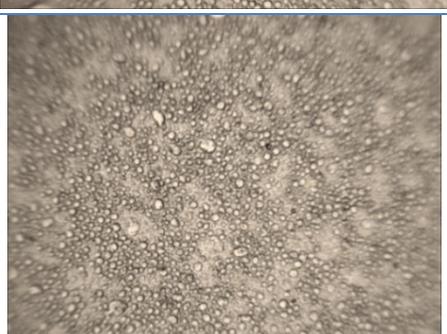
Vitesses	Observations	Resultats
<b>1600 tours/min</b>	Absence de déphasage  (absence de rupture de l'émulsion)	
<b>3000tours/min</b>	Absence de déphasage  (absence de rupture de l'émulsion)	
<b>4000tours/min</b>	Absence de déphasage  (absence de rupture de l'émulsion)	

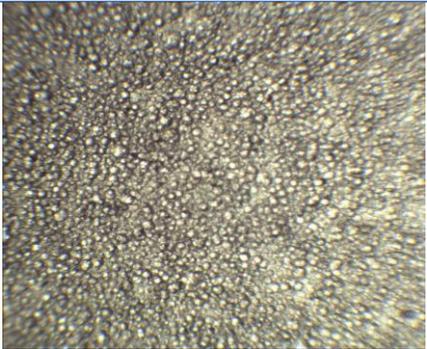
### **III.3.2 Etude de stabilité de l'émulsion :**

#### **III.3.2.1 Evaluation de la taille des gouttelettes :**

La taille des gouttelettes au cours du temps (i.e. Chaque semaine pendant 04 semaines) a été appréciée par des observations au microscope optique grossissement 40. Le Tableau III.11 détaille l'évaluation de la taille des gouttelettes de la crème cosmétique.

**Tableau III.11 : Evaluation de la taille des gouttelettes de la crème cosmétique formulée au cours du temps.**

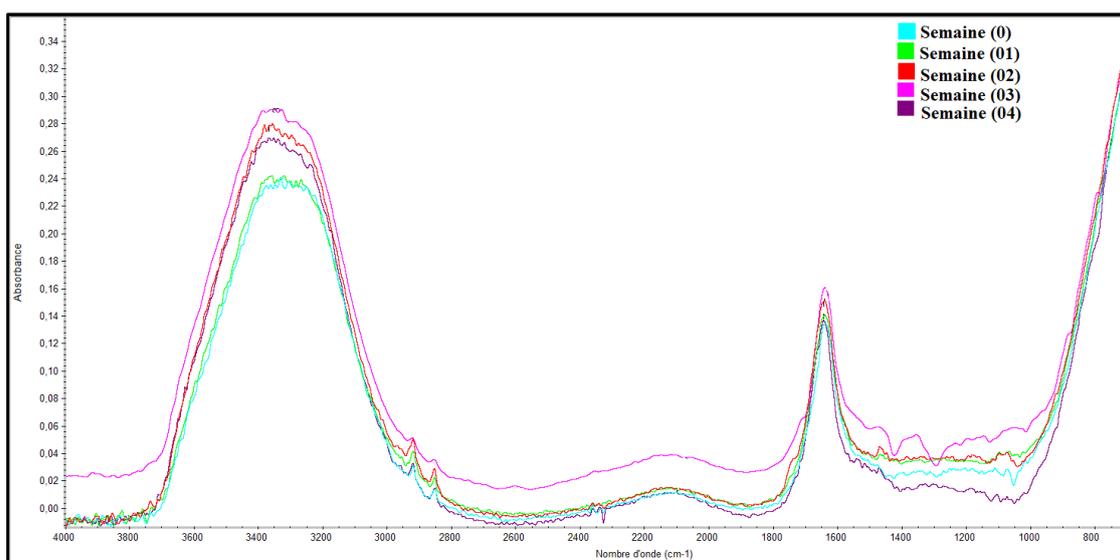
Observations microscopiques	Echéances	Commentaires
	24h après formulation	<p>Gouttelettes de taille différentes (petites, moyennes et grosses).</p> <p>Milieu moyennement hétérogène</p>
	Semaine (1)	Gouttelettes petites et grosses seulement.
	Semaine (2)	Petites gouttelettes avec quelques grosses gouttelettes éparpillées.
	Semaine (3)	Petites gouttelettes

	Semaine (4)	Petites gouttelettes uniformes et milieu homogène
---	-------------	---

D'après le Tableau III.11 une amélioration de l'homogénéité a été remarquée au niveau de la crème cosmétique au cours de la période d'étude par l'uniformité de la taille des gouttelettes au cours du temps.

### III.3.2.1 Spectrométrie FTIR :

La Figure III.2 ci-dessous illustre les spectres FTIR obtenus par l'analyse de la crème cosmétique formulée au cours du temps.



**Figure III.2 : Spectres FTIR de la crèmes cosmétiques au cours de la période d'étude.**

D'après les spectres d'analyse FTIR de la crème cosmétique, suivie pendant un mois, deux (02) importants pics ont été détectés à chaque fois. Le premier est une large bande à environ  $3350\text{ cm}^{-1}$  qui représente la fonction O-H due à la présence de molécules d'eau provenant particulièrement de la phase aqueuse de la crème cosmétique formulée. Le deuxième pic se situe aux alentours de  $1637\text{ cm}^{-1}$ . Cette valeur correspond à la double liaison C=C.

Aucune modification spectrale n'a été observée dans la crème cosmétique formulée durant la période d'étude. La Figure III.2 montre qu'il n'y pas eu apparition d'un pic C=O  $1700\text{ cm}^{-1}$  qui peut représenter la formation d'une nouvelle espèce chimique issue de l'oxydation telle que les cétones,

les aldéhydes et les acides, d'une part. D'autre part, aucune diminution de pic C=C 1637 cm<sup>-1</sup> qui peut représenter une rupture au niveau de la liaison C=C des acides gras qui constituent la phase huileuse de la crème cosmétique issu de la variation de la température au cours de la période de stockage.

### III.3.3 Test d'irritation :

Les résultats du test d'irritation de la crème sur dix (10) volontaires sont détaillés dans le Tableau III.12 ci-dessous.

**Tableau III.12 : Résultats du test d'irritation de la crème cosmétique formulée.**

Volontaires		Ages (ans)	Résultats après 48h
		18 ≥	Aucune irritation remarquée
		18 ≥	Aucune irritation remarquée
		Entre 18 et 40	Aucune irritation remarquée
		Entre 18 et 40	Aucune irritation remarquée

	Entre 18 et 40	Aucune irritation remarquée
	Entre 18 et 40	Aucune irritation remarquée
	$\geq 40$	Aucune irritation remarquée
	$\geq 40$	Aucune irritation remarquée
	$\geq 40$	Aucune irritation remarquée
	$\geq 40$	Aucune irritation remarquée

Après toutes les analyses et tous les contrôles effectués sur la crème cosmétique formulée, le test d'irritation reste le premier contrôle qui est en contact direct avec l'utilisateur.

Les résultats du Tableau III.13 montre qu'aucune irritation ou rougeur n'a été observées chez aucun des dix (10) volontaires 48h après application de la crème. Ceci signifie qu'aucune réaction chimique n'a été formée entre les composés de la crème et la zone superficielle de la peau.

# **Conclusion générale**

Ce travail a été mené dans le cadre de l'étude des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis cinealoforum* et de *Citrus limon*, et de l'huile végétale de *Prunus armeniaca*. Le but était de caractériser ces huiles en vue de faire quelques estimations sur leurs propriétés et leurs qualités, et d'avoir une idée sur leurs compositions afin de pouvoir les valoriser.

La partie expérimentale a été, de ce fait, menée en deux volets. Le premier représente une caractérisation physico-chimique, spectrométrique et chromatographique des huiles étudiées. Le deuxième volet est une valorisation de ces huiles en les incorporant dans la formulation d'une crème cosmétique et le contrôle de sa stabilité pendant une période d'un mois.

Les principaux résultats obtenus de la caractérisation des huiles étudiées sont comme suit :

- Les HE de et de *Rosmarinus officinalis cinealoforum* et de *Citrus limon* ont des caractéristiques organoleptiques comparables à celles données par les normes ISO 1342 et ISO 855 respectivement. □ Les propriétés physicochimiques (densité, indice d'acide, indice de réfraction et miscibilité à l'éthanol) de huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis cinealoforum* sont en accord avec les normes ISO 1342. □ L'indice de réfraction de l'HE de *Citrus limon* est en accord avec la norme ISO 855, mais la valeur de la densité a été supérieure à cette norme. □ L'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis cinealoforum* est constituée de dérivés oxygénés (62%), d'hydrocarbures monoterpéniques (31%) et d'hydrocarbures sesquiterpéniques (7%). □ L'huile essentielle de *Citrus limon* est majoritairement composée de monoterpènes (93%). Elle est également composée, dans une moindre mesure, de dérivés oxygénés (5%) et d'hydrocarbures sesquiterpéniques (2%). □ L'acide Z- 13-Octadecenoïque (56%) et l'acide linoléique (35%) représentent les composés majoritaires rentrant dans la composition chimique de l'huile végétale de *Prunus armeniaca*.

Les résultats obtenus de la première partie de cette étude ont permis de constater que les huiles essentielles sont composées d'un grand nombre de constituants chimiques connus qui leurs permettent des utilisations dans plusieurs domaines. De plus la composition chimique de l'huile végétale est totalement différente de celle des huiles essentielles. Cette différence est remarquée non seulement dans la composition mais aussi dans les propriétés physicochimiques. L'étude de la stabilité de la crème cosmétique formulée à partir des huiles étudiées a permis de faire les constats suivants :

- Le suivi par les observations microscopiques a montré une diminution de la taille des gouttelettes et une amélioration de l'homogénéité de la crème cosmétique au cours du temps.
- L'analyse effectuée par la FTIR sur l'émulsion a montré que la crème cosmétique n'a subi aucune modification chimique au cours de la période d'étude.

# **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

AL-Jabri Najwa Nasser, Mohammad Amzad Hossain, Comparative chemical composition and antimicrobial activity study of essential oils from two imported lemon fruits samples against pathogenic bacteria, Beni-suef university journal of basic and applied sciences 3 (2014) 247-253.

AL-Jabri Najwa Nasser, Mohammad Amzad Hossain, Chemical composition and antimicrobial potency of locally grown lemon essential oil against selected bacterial strains, Journal of King Saud University – Science (2018) 30, 14 –20.

Ammad Faiza, Oussama Moumen, Gasem Abdelbaset, Salam Othmane, Kato-Noguchi Hisashi, Bachar Zebib, Othmane Merahe, The Potency of lemon (Citrus limon) essential oil to control some fungal diseases of grapevine wood, C.R.Biologies 341 (2018) 97–101.

Antzoulatos.V,*Formulation, le portail national physique-chimie, ministère de l'éducation nationale et de la jeunesse*, France, 2016.

AOAC, Official Methods of Analysis, Association of Official Analytical Chemists, 16th ed. (Cd.41) Association of Official Analytical Chemists, Washington, 1997.

Baba Esin, Ümit Acar , Canan Öntaş, Osman Sabri Kesbiç, Sevdan Yılmaz, Evaluation of Citrus limon peels essential oil on growth performance,immune response of Mozambique tilapia *Oreochromis mossambicus* challenged with *Edwardsiella tarda*, Aquaculture 465 (2016) 13-18.

Bachheti, R.K.Rai, I. and Joshi, A. and Rana.V, Physico-chemical study of seed oil of *Prunus armeniaca* grown in Garhwal region (India) and its comparison with some conventional food oils,International Food Research Journal 19(2) 577-581 (2012).

Bechlaghem.D, *Essais de mise au point de formulation d'une crème cosmétique hydratante anti âge, mémoire*, Université Abou Bekr Belkaïd, Tlemcen, 2017.

Boukhatem mohamed Nadjib, Mohand Said Hamaidi, Fairouz Saidi, Yahia Hakim, Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie), Revue « Nature et Technologie ». n° 03/Juin 2010.

Bourachouche.b, *Caractérisation Physico-chimique des huiles végétales alimentaires, Mémoire*, Université A. MIRA, BEJAIA, 2017.

Bouyahya Abdelhakim, Abdeslam Et-Touys, Youssef Bakri, Ahmed Talbaui , Hajiba Fellah, Jamal Abrini, Nadia Dakka, Chemical composition of *Mentha pulegium* and *Rosmarinus officinalis* essential oils and their antileishmanial, antibacterial and antioxidant activities, Microbial Pathogenesis 111 (2017) 41 -49.

Djenane.D, Chemical profile antibacterial and antioxidant activity of Algerian Citrus essential oils and their application in *Sardina pilchardus*, *Foods*, 4 Jun 2015 (2): 208–228.

Dongmo, P, M, J., Kuate, J., Boyom, F, F., Duceller, D., Damesse, F., Zollo, P, H, A., Menut, C., Bessiere, J, M, Composition chimique et activité antifongique in vitro des huiles essentielles de citrus sur la croissance mycélienne de *phaeoramulariaangolensis*, *Fruits*, vol.57, P.95-104, 2002.

Gupta A, Sharma PC. Standardization of methods for apricot kernel oil extraction, packaging and storage, *J Food Sci Technol*, 46(2):121–126, 2009.

Hadjer.L, *Etude de l'activité antibactérienne et antioxydante de l'huile essentielle de Petroselinum Sativum de la région d'Ain Defla*, Mémoire, Université Djilali Bounaama, Khemis Miliana, 2015.

Hamdan, D., Ashour, M.L., Mulyaningsih, S., El-Shazly, A. Wink, M, Chemical composition of the essential oils of variegated pink-fleshed lemon (*Citrus x Limon L. Burm. f.*) and their anti-inflammatory and antimicrobial activities, Heidelberg, Germany, 2013.

Hélène.V, *Valorisation officinale des huiles essentielles autorisées dans les phytomédicaments*, These, France, 2015.

Hilan.C, Sfeir.R, Jawish D. & Aitour.S, Huiles essentielles de certaines plantes médicinales libanaises de la famille des Lamiceae. *Lebanaise Science Journal* Vol.7 (2) : 13- 22, 2006.

ISO. (1242). : 1999 : *Huiles essentielles - Détermination de l'indice d'acide*.

Keitel, *Guidance on essential oil in cosmetic products*, pharmacopée européenne 9<sup>ème</sup> édition, 2016.

Kiran S, Bhanu Prakash, Toxicity and biochemical efficacy of chemically characterized *Rosmarinus officinalis* essential oil against *Sitophilus oryzae* and *Oryzaephilus surinamensis*, *Industrial Crops and Products* 74(2015) 817–823.

Lazouni H.A, Benmansour A, Taleb-Bendiab S.A. & Chabane Sari D, Composition des constituants des huiles essentielles et valeurs nutritives du *Foeniculum vulgare* Mill, *Sciences & Technologie C – N°25*, 2007.

Manzoor1, F. Anwar, M. Ashraf and K.M. Alkharfy, Physico-chemical characteristics of seed oils extracted from different apricot (*Prunus armeniaca L.*) varieties from Pakistan, 63 (2), 193-201, 2012.

Mohamdi, *Etude du pouvoir et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen*, Thèse de doctorat, université Abou Baker belkaïd, Tlemcen, 2005.

Ouis.N, *Etude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil et de persil*, These, Université ahmed ben bella, Oran, 2015.

Pereiraa Pedro S. Ana J. Maiab, Saulo R. Tintinob, Cícera Datiane de M. Oliveira-Tintinoa, Iranir Sâmya de S. Raulinob, Maria C. Vegab, Miriam Rolónb, Cathia Coronelb, Luiz Marivando Barrosc, Antônia Eliene Duarte, Irwin R.A. de Menezesd, Henrique D.M. Coutinhoe, Teresinha G. da Silva, Trypanocide, antileishmania and cytotoxic activities of the essential oil from *Rosmarinus officinalis* L in vitro, *Industrial Crops & Products* 109 (2017) 724–729.

Salmi slimen, Kais Rtibi, Dhekra Grami, Hichem Sebai, Lamdjed Marzouki, Rosemary (*Rosmarinus officinalis*) essential oil components exhibit anti-hyperglycemic, anti-hyperlipidemic and antioxidant effects in experimental diabetes, *Pathophysiology* 24 (2017) 297–303.

Sharma PC, Sharma R, Kamboj P, Methodology for extraction of kernel oil practical manual, Dr. YS Parmar, University of Horticulture and Forestry, Solan (H.P.) India, 2004.

Tilakratne BMKS, Studies on utilization of kernel oil and press cake of apricot for value addition. Ph.D, Thesis. Department of Post-Harvest Technology, Dr. Yaswant Singh Parmar University of Horticulture and Forestry, Solan (H.P.), India, 2007, 129.

Zabeirou et Hachimou, Étude comparative entre les Huiles essentielles de la Menthe Verte (*Mentha Spicta* L) et de la Poivree (*Mentha Piperita* L) dans la région d'Ouargla, Mémoire de DES Biochimie , Université de Kasdi Merbbah Ouargla, 2005.

# **Annexes**

# Annexe 1

## Fiches techniques Aroma Zone

### EMULSIFIANT OLIVEM 1000

Cet émulsifiant dérivé de l'huile d'olive permet la réalisation facile d'émulsions très fines et pénétrantes avec des textures en parfaite affinité avec la peau. Il apportera un effet émollient et hydratant\*, et un toucher soyeux à vos crèmes. L'Olivem 1000 forme des structures lamellaires (cristaux liquides) au sein de l'émulsion, ce qui assure un effet hydratant longue durée et une diffusion progressive des actifs. C'est un émulsifiant très rapidement absorbé par la peau, idéal pour un toucher non gras.

#### Carte d'identité :

**Procédé d'obtention :** Acides gras de l'huile d'olive estérifiés par de l'alcool cétéarylique et du sorbitan d'origine végétale

**Fonction :** Emulsifiant, permet la formation et la tenue d'une émulsion (mélange crémeux ou laiteux d'une phase aqueuse et d'une phase huileuse) dans le temps. Qualité Origine 100% végétale (olive, sucre)

**Désignation INCI :** Cetearyl olivate, Sorbitan olivate Présentation Solide cireux en paillettes de couleur blanc cassé, conditionné en sachets zippés Type Auto-émulsifiant huile dans eau, non ionique, non éthoxylé

**Type d'émulsions :** Emulsions huile dans eau

**Type de peau :** Tous types de peaux

#### Propriétés :

- Auto-émulsifiant : permet de réaliser des émulsions stables sans nécessité de co-émulsifiant ou stabilisant
- Formation d'émulsions au toucher fin et onctueux
- Favorise l'hydratation longue durée de la peau Favorise la diffusion progressive des actifs.
- Toucher onctueux mais frais

#### Utilisations :

Préparation de crèmes et laits pour le visage ou le corps. Idéal en particulier pour réaliser vos :

- Soins hydratants visage et corps Soins antirides / anti-âge.
- Crèmes "gelées" extra-légères sans huile.

- Soins contour des yeux.

**Précautions :** Tenir hors de portée des enfants, ne pas avaler, éviter le contact avec les yeux

## **EMULSIFIANT ALCOOL CÉTÉARYLIQUE**

L'alcool cétéarylique s'utilise comme co-émulsifiant et agent de texture pour épaissir et stabiliser vos crèmes. Très utilisé par les professionnels du cosmétique, il permet d'obtenir des textures épaisses, onctueuses et émollientes, mais sans effet gras et avec un toucher frais et agréable. Il s'associe facilement aux émulsifiants et co-émulsifiants de notre gamme. Il est idéal notamment pour épaissir les soins capillaires obtenus avec le Conditionneur végétal sans alourdir les cheveux et avec une bonne facilité de rinçage.

### **Carte d'identité :**

**Procédé d'obtention :** Alcool gras dérivé d'acides gras végétaux

**Fonction :** Co-émulsifiant (améliore la qualité et la stabilité des émulsions), agent de texture (épaississant) et émollient (assouplit la peau) Qualité Origine 100% végétale (huiles de coco et palmiste)

**Désignation INCI :** Cetearyl alcohol Présentation Solide cireux en paillettes de couleur blanche et d'odeur neutre, conditionné en sachets zippés Type Co-émulsifiant huile dans eau, non ionique, non éthoxylé.

**Type d'émulsions :** Emulsions huile dans eau

**Type de peau :** Tous types de peaux

### **Propriétés :**

- Co-émulsifiant : permet de stabiliser les émulsions
- Agent de consistance : épaissit les émulsions, les huiles et les baumes
- Agent de texture : enrichit le toucher des crèmes sans effet gras, apporte de l'onctuosité
- Emollient : assouplit la peau, favorise le maintien de l'hydratation cutanée Effet non alourdissant sur les cheveux, très bonne rinçabilité

### **Utilisations :**

- Stabilisation et épaississement de tous types d'émulsions.
- Épaississement d'huiles végétales et réalisation de baumes huileux :
- Réalisation de "beurres" végétaux à partir d'huiles végétales Préparation de sérums huileux

### **Précautions :**

Tenir hors de portée des enfants, ne pas avaler, éviter le contact avec les yeux

# CONSERVATEUR COSGARD

Ce conservateur permettra de conserver efficacement toutes vos préparations contenant une phase aqueuse (crèmes, laits, lotions, gels...). Il est d'origine synthétique mais c'est l'un des rares conservateurs autorisés par Ecocert et il est donc très utilisé en cosmétique Bio.

## Carte d'identité :

**Fonction :** Conservateur antibactérien et antifongique à large spectre, assure la conservation des préparations cosmétiques contenant une phase aqueuse (eau, hydrolat).

**Qualité :** Synthétique, qualité cosmétique, agréé par Ecocert en cosmétique BIO

**Désignation INCI :** Benzyl alcohol, Dehydroacetic acid, aqua (Water).

**Présentation :** Liquide fluide de couleur jaune pâle à jaune foncé et d'odeur caractéristique, conditionné dans un flacon en verre avec codi-goutte et bouchon sécurité enfants

## Propriétés :

Antibactérien et antifongique à large spectre, empêche les développements de bactéries, levures, moisissures dans les produits cosmétiques contenant de l'eau

## Utilisations :

- Conservation d'émulsions (crèmes, laits)
- Conservation de produits lavants (shampooings, gels douche, démaquillants)
- Conservation de gels et lotions aqueuses

## Précautions :

- Attention, l'alcool benzylique est potentiellement allergisant, il est donc essentiel de faire un test d'allergie dans le creux du bras (test du produit fini ou du conservateur dilué à 1%), en attendant bien au moins 24 h (idéalement 48 h) pour observer une éventuelle réaction.
- Tenir hors de portée des enfants.
- Ne pas avaler, ne pas inhaler, éviter le contact avec les yeux.
- Respecter les doses recommandées. - Dangereux. Respecter les précautions d'emploi. - Nocif en cas d'ingestion. Nocif par inhalation.

## **ANTIOXYDANT VITAMINE E NATURELLE**

Cet antioxydant naturel permet de préserver les huiles et beurres végétaux du rancissement. L'ajout de vitamine E est donc recommandé dans toutes les préparations contenant des huiles sensibles et dans les formules de baumes et mélanges huileux, dont elle prolongera la durée de conservation. La vitamine E a aussi un rôle très intéressant sur la peau : c'est un excellent actif anti-âge, particulièrement recommandé pour les peaux sèches et matures et dans les soins réparateurs après-soleil.

### **Carte d'identité :**

**Fonction :** Antioxydant (évite le rancissement des huiles et beurres végétaux) et anti-âge (prévient le vieillissement cutané lié à l'oxydation)

**Qualité :** 100% d'origine végétale (huile de tournesol), garantie sans OGM

**Désignation INCI :** Tocopherols (mixed), helianthus annuus seed oil.

**Composition :** Mélange de tocophérols naturels issus du tournesol, dilués dans de l'huile de tournesol. La teneur minimale en tocophérols est de 50 %.

**Présentation :** Liquide visqueux orangé à brun d'odeur caractéristique de l'huile de tournesol, conditionné en flacon en verre avec codigoutte

### **Propriétés :**

- Antioxydant : protège les huiles et beurres du rancissement.
- Anti-âge : bloque l'action des radicaux libres sur la peau, réduit notamment les dommages cellulaires liés à l'exposition aux UV.
- Activité anti-inflammatoire sur la peau (utile en cas de coups de soleil, érythèmes...)
- Aide à maintenir l'élasticité et l'hydratation de la peau en renforçant le film hydrolipidique cutané. Améliore la microcirculation cutanée.

### **Utilisations :**

**Comme antioxydant :**

- Dans vos baumes, beurres, huiles de soin, huiles de massage... pour en prolonger la durée de conservation
- Dans vos émulsions, surtout si elles contiennent des huiles sensibles à l'oxydation
- A ajouter dans vos flacons d'huiles végétales "sensibles" dès réception pour en prolonger la durée de conservation

**Comme antioxydant et actif :**

- Dans vos crèmes ou huiles de soin anti-âge Dans vos soins après-soleil ou préparateurs au soleil.
- Dans les soins pour peaux sèches et déshydratées.

**Précautions :**

La vitamine E que nous vous proposons est destinée uniquement à un usage cosmétique

Tenir hors de portée des enfants, ne pas avaler, éviter le contact avec les yeux.

## Annexe 2

Spectres infra-rouge des huiles étudiée :

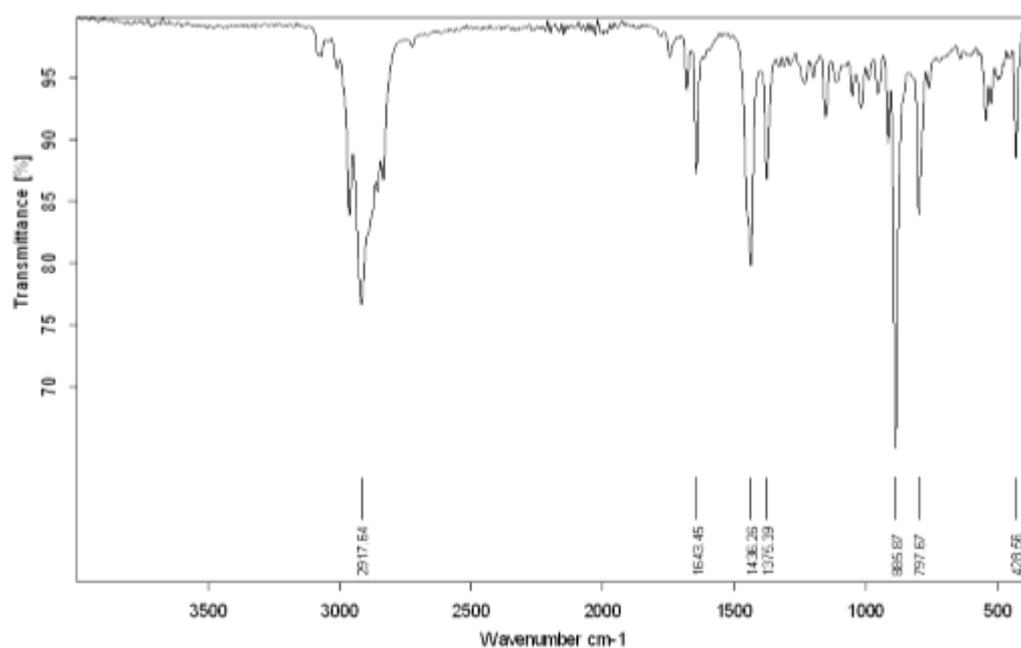
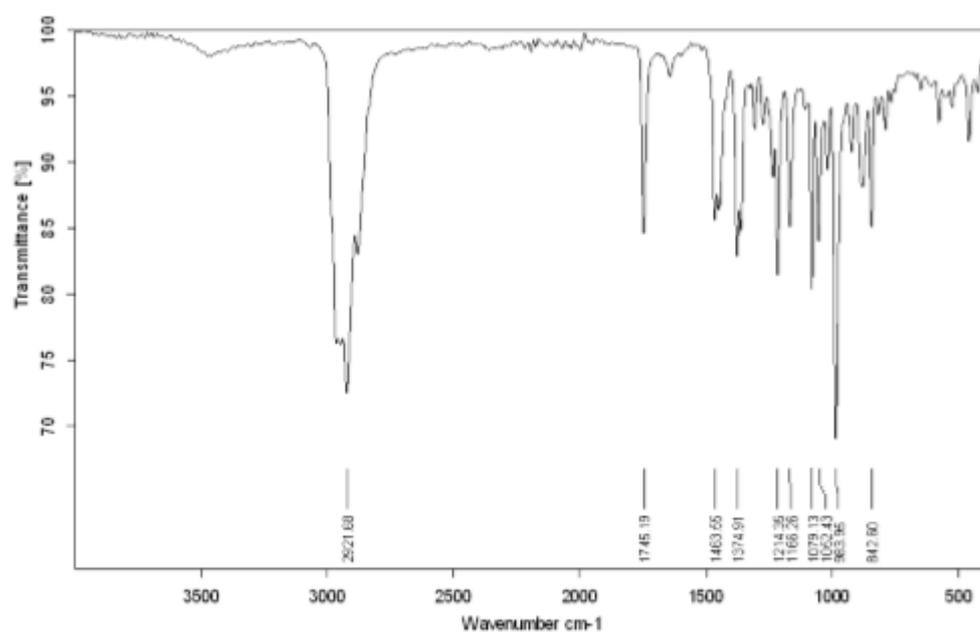
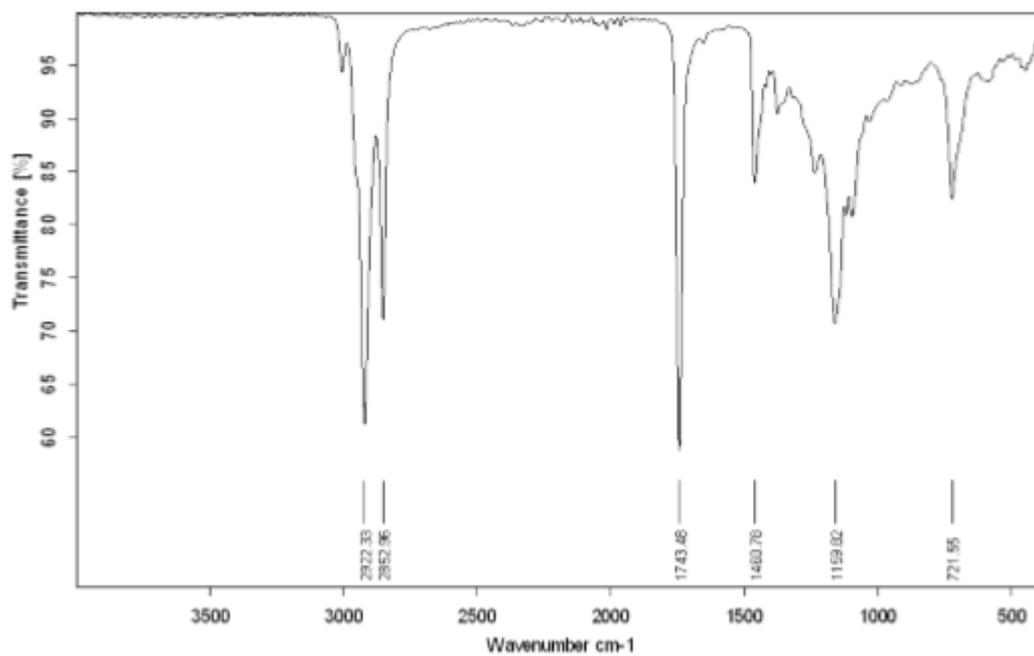


Figure 1 : Spectre IR de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis cineoloferum*.



**Figure 2 : Spectre IR de l'huile essentielle de Citrus limon.**



**Figure 3 : Spectre IR de l'huile végétale de Prunus armeniaca.**

## Annexe 3

Chromatogrammes des huiles étudiée :

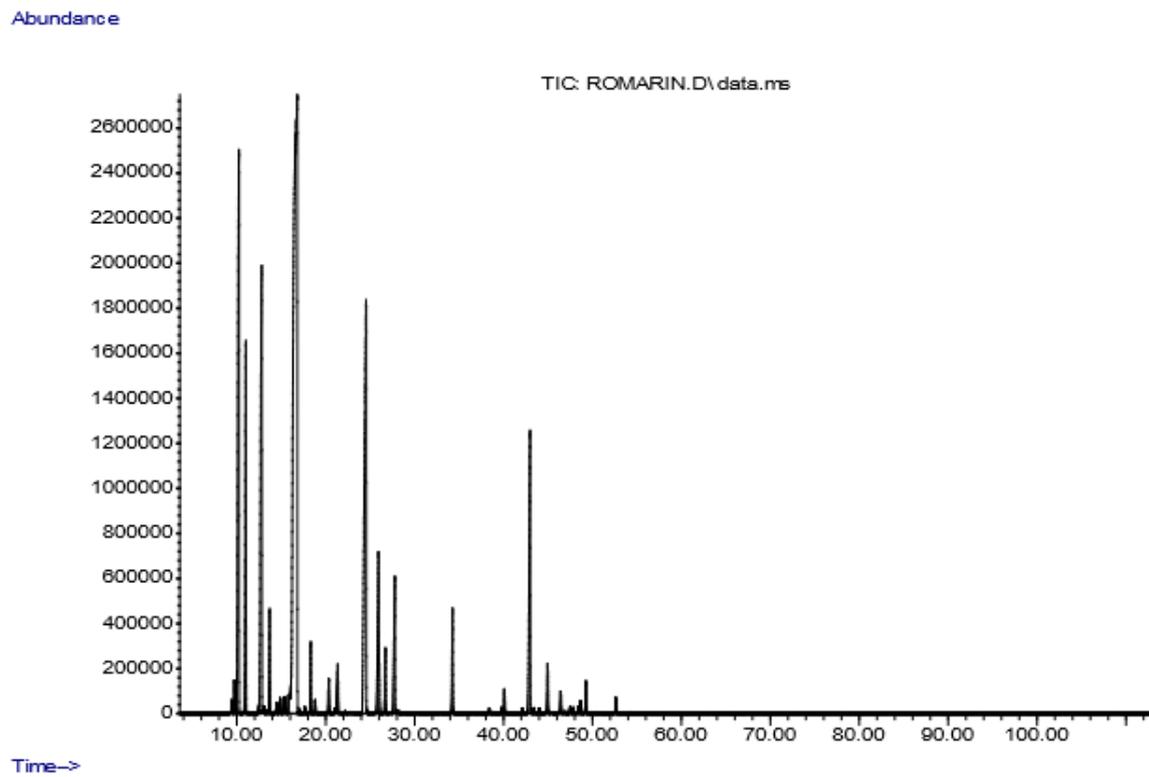
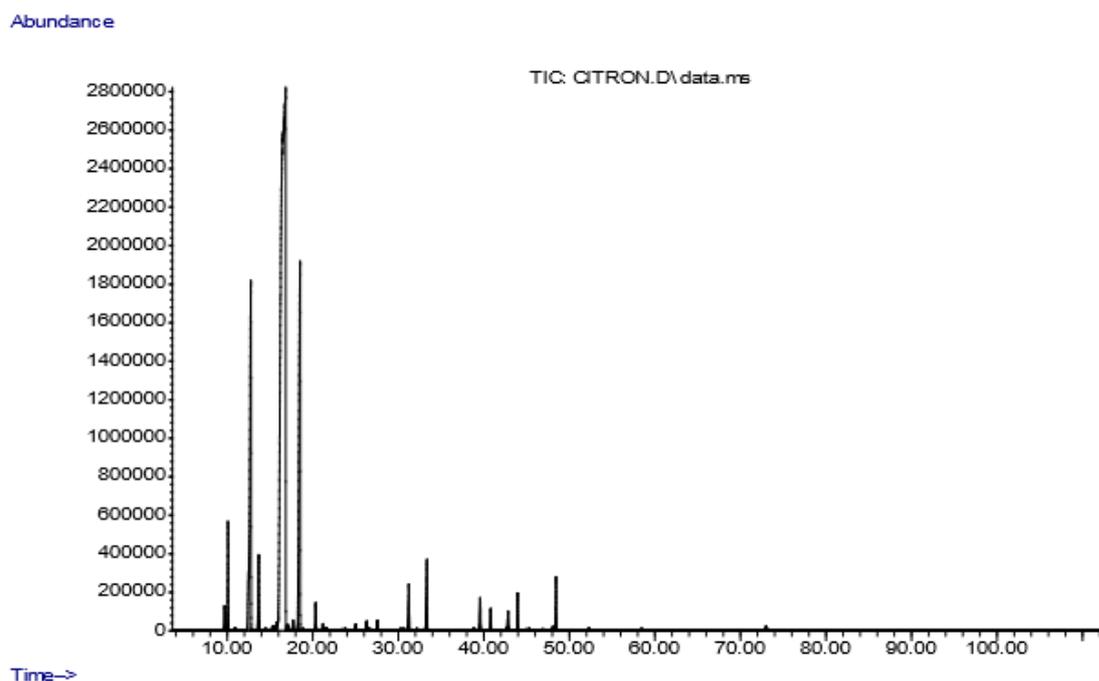
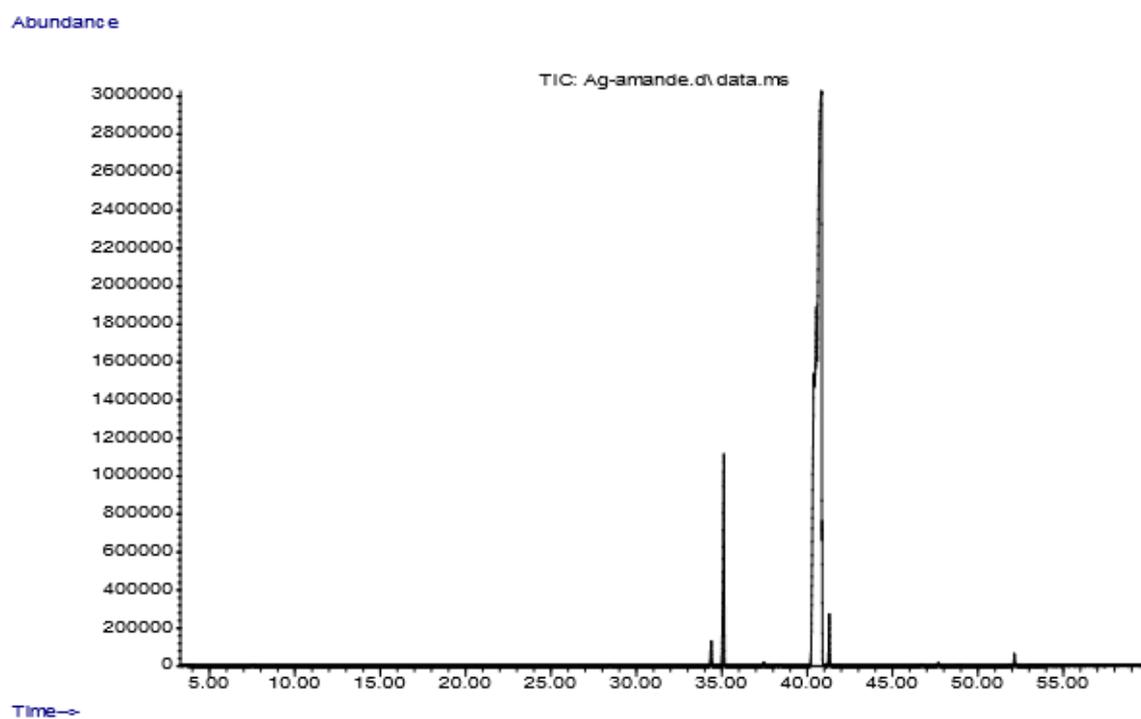


Figure 4 : Chromatogramme de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis cinealoferum*.



**Figure 5 : Chromatogramme de l'huile essentielle de *Citrus limon*.**



**Figure 6: Chromatogramme de l'huile végétale de *Prunus armeniaca*.**

## Annexe 4

molécules	CT camphre	CT 1,8 cinéole
1,8 cinéole	16-25%	38-55%
Camphre	13-21%	5-15%
Alpha-pinène	18-26%	9-14%
Bornéol	2,0-4,5%	1,5-5,0%
Acétate de bornyle	0,5-2,5%	0,1-1,5%
Verbénone	0,7-2,5%	<0,4%
p-cymène	1,0-2,2%	0,8-2,5%
Myrcène	1,5-5%	1-2%
Camphène	8-12%	2,5-6%
Limonène	2,5-5%	1,5-4%
Beta-pinène	2-6%	4-9%
Alpha-terpinéol	1,0-3,5%	1,0-2,6%

Composition de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis camphoriferum* et de celle de *Rosmarinus officinalis cineoliferum* selon la Pharmacopée Européenne

**Figure 7 : Composition de l'HE de *Rosmarinus officinalis cinéoliferum* selon la pharmacopée européenne.**

## Résumé

Ce travail vise à la caractérisation de deux huiles essentielles et d'une huile végétale afin de les valoriser. Les huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis cinealoferum* et de *Citrus limon*, et l'huile végétale de *Prunus armeniaca* cultivées dans les régions de Guelma, Metidja et Batna, respectivement, ont été choisies. La caractérisation s'est opérée par une évaluation des propriétés organoleptiques et par des analyses physicochimiques, spectrométrique (spectroscopie infrarouge) et chromatographique (chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse). Les propriétés organoleptiques et les résultats d'analyses physicochimiques obtenues sont en accord avec les normes ISO pour certaines huiles étudiées dans ce mémoire. Les profils spectraux et chromatographique montrent la variation de la composition chimique des huiles.

Les huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis cinealoferum* et de *Citrus limon*, et l'huile végétale de *Prunus armeniaca* ont été valorisées dans la formulation d'une crème cosmétique. La stabilité de cette dernière a été prouvée par son suivi et son évaluation, au cours du temps (i.e. 01 mois) à température ambiante, par microscope optique et par Spectroscopie infrarouge.

**Mots clés :** Huile essentielle, huile végétale, *Rosmarinus officinalis cinealoferum*, *Citrus limon*, *Prunus armeniaca*, caractérisation, valorisation, crème cosmétique, formulation, étude de stabilité.

## Abstract

This work aims at the characterization of two essential oils and a vegetable oil in order to valorize them. The essential oils of *Rosmarinus officinalis cinealoferum* and *Citrus limon*, and vegetable oil of *Prunus armeniaca* grown in the regions of Guelma, Metidja and Batna, respectively, were chosen. The characterization was carried out by an evaluation of the organoleptic properties and by physicochemical analyzes, spectrometric (infrared spectroscopy) and chromatographic (gas chromatography coupled to the mass spectrometry). The organoleptic properties and the results of physicochemical analyzes obtained are in accordance with the ISO standards for certain oils studied in this memoir. The spectral and chromatographic profiles show the variation of the chemical composition of the oils.

The essential oils of *Rosmarinus officinalis cinealoferum* and *Citrus limon*, and the vegetable oil of *Prunus armeniaca* have been valued in the formulation of a cosmetic cream. The stability of the latter has been proven by its monitoring and evaluation, over time (i.e. 01 months) at room temperature, by optical microscope and infrared spectroscopy.

**Key words:** Essential oil, vegetable oil, *Rosmarinus officinalis cinealoferum*, *Citrus limon*, *Prunus armeniaca*, characterization, recovery, cosmetic cream, formulation, stability study.

## ملخص

يهدف هذا العمل إلى توصيف اثنين من الزيوت العطرية وزيت نباتي و ذلك من أجل تثمينها. تم اختيار كلا من الزيتين العطريين لاكليل الجبل و الليمون و الزيت النباتي لنواة المشمش المزروعة في كل من منطقة قالمة، متيجة و باتنة على التوالي. تم اجراء هذا التوصيف عن طريق تقويم و دراسة الخصائص الحسية، الفيزيوكيميائية، التحليل الطيفي (بالأشعة تحت الحمراء) و الكروماتوجرافي (اللونى للغاز مقرونا بقياس الطيف الكتلي) لهذه الزيوت. ان الخصائص الحسية و نتائج التحاليل الفيزيوكيميائية المتحصل عليها، جاءت مطابقة للمعايير الدولية ISO بالنسبة لبعض من الزيوت التي تم دراستها في هذه المذكرة. ان البيانات الطيفية و الكروماتوغرافية تظهر الاختلاف المدرج في التركيبة الكيميائية لهذه الزيوت.

تم تثمين الزيتين العطريين لاكليل الجبل و الليمون والزيت النباتي لنواة المشمش و ذلك باستغالها لصناعة كريم تجميلي. استقرار هذا الاخير على تركيبته و على شكله الاولي تاكدت عن طريق متابعته لمدة قدرة بشهر في درجة حرارة الغرفة بواسطة المجهر البصري و بالتحليل الطيفي (بالأشعة تحت الحمراء).