

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

HAMOUDI Imene
ABOULOZ Asmaa

18 juillet 2019

Thème

***“ Caractérisation et valorisation des huiles essentielles
et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas ”***

Mr HAMMADI Mohamed	Professeur FS - UMBB	Président
Mlle BENOUDJIT Fouzia	Maitre de conférence B FS - UMBB	Promotrice
Mme GHEMMIT Naima	Maitre de conférence A FS - UMBB	Examinatrice
Mlle BOUDIEB Naima	Maitre de conférence B FS - UMBB	Examinatrice

Remerciements

Avant toute chose, nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir données la force et la patience.

Toute œuvre qui résulte d'un effort humain est explicitement ou implicitement le fruit d'une vaste collaboration. Ainsi, que tous ceux qui ont pris une part active dans la réalisation de ce mémoire puissent trouver dans ces lignes l'expression de notre profonde gratitude.

A notre enseignant Mr le Professeur HAMMADI Mohamed pour nous avoir initiées à la chimie organique et nous avoir transmis ses connaissances dans ce domaine, tout au long de notre cursus, et surtout d'avoir eu la gentillesse d'accepter de présider le jury de soutenance et de juger la qualité du travail effectué.

A Mme GHEMMIT Naima, Maitre de conférence A, et à Mme BOUDIEB Naima, Maitre de conférence B, de nous avoir fait l'honneur de juger notre mémoire et d'en être les examinatrices.

A notre promotrice et enseignante Mme BENOUDJIT Fouzia qui a su nous faire partager toutes ses connaissances. Nous avons eu le privilège de travailler avec vous et d'apprécier vos qualités et valeurs. Vos compétences et votre sens du devoir nous ont énormément marquées.

Ce travail est pour nous l'occasion de vous témoigner notre profonde gratitude. Vous nous avez toujours réservées le meilleur accueil, malgré vos obligations professionnelles. Vos encouragements inlassables, votre amabilité, votre gentillesse méritent toute admiration. Sans votre aide ce travail n'aurait jamais vu le jour. Veuillez trouver ici l'expression de notre respectueuse considération et notre profonde admiration pour toutes vos qualités scientifiques et humaines.

Aux ingénieurs du CRD de SONATRACH Mme MOURAIA Amina, Fouad, Khaled et Mourad qui nous ont aidées à effectuer les différentes analyses et qui étaient toujours présents malgré leurs obligations professionnelles.

Aux laborantines de MADI LAB ainsi qu'aux membres du laboratoire SPIC pour nous avoir facilitées la tâche et pour nous avoir assurées un bon environnement de travail.

Sans jamais oublier Mr le Professeur ALIOUCHE Djamel, Directeur du Laboratoire de Traitement et Mise en Forme des Polymères (L.T.M.F.P) de l'UMBB, d'avoir eu la gentillesse de nous faire, lui-même, des analyses au sein de son laboratoire.

Dédicaces

« En vérité, le chemin importe peu, la volonté d'arriver suffit à tout »

Albert Camus.

A la mémoire de nos pères, qui auront aimé voir ce jour.

A nos chères courageuses mamans, qui ont mené un combat à nos côtés, qui nous ont soutenues et encouragées pour nous voir réussir.

A nos frères et sœurs et à Chiraz en particulier.

A tous les membres de nos familles et à nos amis qui étaient une source d'inspiration et de soutien moral.

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : Etudes bibliographiques	
I.1. Introduction	3
I.2. Plantes aromatiques et médicinales (PAM)	3
I.2.1. Définition	3
I.2.2. Plantes aromatiques et médicinales en Algérie, au Maroc et en Egypte	3
I.3. Huiles essentielles (HE)	5
I.3.1. Historique	5
I.3.2. Définition	5
I.3.3. Répartition et localisation dans la plante	5
I.3.4. Rôle des huiles essentielles dans la plante	5
I.3.5. Classification des huiles essentielles (classes chimiques)	5
I.3.6. Facteurs influençant la composition des huiles essentielles	5
I.3.6.4. Stade de développement botanique	6
I.3.7. Propriétés des huiles essentielles	6
I.3.7.1. Propriétés physiques	6
I.3.7.2. Composition chimique	6
I.3.8. Toxicité des huiles essentielles	8
I.3.9. Activités des huiles essentielles	8
I.3.10. Conservation des huiles essentielles	9
I.3.11. Domaines d'utilisation des huiles essentielles	9
I.3.12. Réglementation	9
I.3.13. Production mondiale des huiles essentielles	9
I.4. Hydrolats	10
I.4.1. Définition	10
I.4.2. Composition	11

I.5. Méthodes d'extraction des huiles essentielles et d'obtention des hydrolats	11
I.5.1. Hydrodistillation	11
I.5.2. Hydrodiffusion	11
I.5.3. Entraînement à la vapeur d'eau	12
I.5.4. Extraction par solvants	12
I.5.5. Extraction par micro-ondes	13
I.5.6. Extraction au CO ₂ supercritique	14
I.5.7. Rendement d'extraction	14
I.6. Données bibliographiques sur le matériel végétal étudié	15
I.6.1. Présentation de la citronnelle	15
I.6.1.1. Description botanique	15
I.6.1.2. Noms de citronnelle	15
I.6.1.3. Classification botanique	15
I.6.1.4. Origine	15
I.6.1.5. Répartition géographique	15
I.6.1.6. Récolte	16
I.6.1.7. Extraction de l'huile essentielle	16
I.6.1.8. Composition chimique de l'huile essentielle	16
I.6.1.9. Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle ISO 3217	16
I.6.1.10. Caractéristiques physiques de l'huile essentielle ISO 3217	17
I.6.1.11. Activités biologiques de l'huile essentielle	17
I.6.1.12. Emplois	17
I.6.1.13. Conditionnement et conservation de l'huile essentielle	17
I.6.2. Présentation du cèdre de l'Atlas	17
I.6.2.1. Description botanique	17
I.6.2.2. Noms du cèdre de l'Atlas	18
I.6.2.3. Classification botanique	18

I.6.2.4. Origine et répartition géographique	18
I.6.2.5. Récolte	19
I.6.2.6. Extraction de l'huile essentielle	19
I.6.2.7. Composition chimique de l'huile essentielle	19
I.6.2.8. Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle	20
I.6.2.9. Caractéristiques physiques de l'huile essentielle	20
I.6.2.10. Activité biologique de l'huile essentielle	20
I.6.2.11. Emplois	21
I.6.2.12. Conditionnement et conservation de l'huile essentielle	21
I.7. Gels dermiques	21
I.7.1. Définition	21
I.7.2. Classification	21
I.7.3. Composition des hydrogels	21
I.7.5. Conseils d'utilisation	22
I.7.6. Précautions d'emploi	22
I.8. Conclusion	22
Chapitre II : Matériel et méthodes	
II.1. Introduction	23
II.2. Informations sur le matériel végétal, les huiles essentielles et les hydrolats	23
II.2.1. Citronnelle	23
II.2.2. Cèdre de l'Atlas	23
II.3. Caractérisation des huiles essentielles et des hydrolats	24
II.3.1. Caractéristiques organoleptiques	24
II.3.2. Propriétés physiques	24
II.3.2.2 Densité relative à 20 °C	24
II.3.2.3. Indice de réfraction 20 °C	25
II.3.2.4. Miscibilité à l'éthanol	26

II.3.3. Propriétés chimiques	26
II.3.3.1. Indice d'acide (Ia)	26
II.3.3.2. Indice d'iode (Ii)	26
II.3.3.3. Indice de peroxyde (IP)	27
II.3.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) ...	28
II.3.5. Analyse chromatographique : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM)	28
II.4. Formulation d'un gel anti-inflammatoire et étude de sa stabilité	29
II.4.1. Formulation d'un gel anti-inflammatoire	29
II.4.1.1. Composition	29
II.4.1.2. Protocole de préparation	29
II.4.2. Etude de stabilité	30
II.4.2.1. Propriétés organoleptiques	30
II.4.2.2. Observations macroscopiques	31
II.4.2.3. Potentiel d'hydrogène (pH)	31
II.4.2.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	31
II.4.2.5. Observations microscopiques	32
II.5. Conclusion	33
Chapitre III : Résultats et discussions	
III.1. Introduction	34
III.2. Caractérisation des HE et des hydrolats	34
III.2.1. Caractéristiques organoleptiques	34
III.2.2. Propriétés physiques	35
III.2.3. Propriétés chimiques	37
III.2.3.1. Indice d'acide (Ia)	37
III.2.3.2. Indice d'iode (Ii)	38
II.2.3.3. Indice de peroxyde (IP)	38

III.2.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	39
III.2.5. Analyse chromatographique : CG-SM	42
III.2.5.1. Analyse chromatographique de l'HE de citronnelle	42
III.2.5.2. Analyse chromatographique du cèdre de l'Atlas	44
III.2.5.3. Interprétation des résultats d'analyses chromatographiques des HE étudiées ..	45
III.3. Etude de stabilité du gel anti-inflammatoire formulé	46
III.3.1. Propriétés organoleptiques	46
III.3.2. Observations macroscopiques	47
III.3.3. Potentiel d'hydrogène (pH)	47
III.3.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	48
III.3.5. Observations microscopiques	51
Conclusion générale	52
Références bibliographiques	54
Annexe	
Résumé	

Liste des figures

Figure I.1 : Provenance des HE en fonction des différentes parties des plantes	3
Figure I.2 : Exemples de structures de quelques monoterpènes	6
Figure I.4 : Exemples de structures de quelques composés aromatiques	7
Figure I.5 : Répartition des taux de production d'HE par pays à travers le monde en 2008 ...	9
Figure I.6 : Hydrodistillation à l'échelle industrielle	10
Figure I.7 : Hydrodistillation au laboratoire	10
Figure I.8 : L'hydrodiffusion	11
Figure I.9 : Entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle industrielle	11
Figure I.10 : Entraînement à la vapeur d'eau au laboratoire	11
Figure I.11 : Extraction par solvants	12
Figure I.12 : Extraction par micro-ondes	12
Figure I.13 : Extraction au CO ₂ supercritique	13
Figure I.14 : Citronnelle	14
Figure I.15 : Cèdre de l'atlas	16
Figure II.1 : HE (à droite) et hydrolat (à gauche) de la citronnelle	21
Figure II.2 : HE (à droite) et hydrolat (à gauche) du cèdre de l'Atlas	21
Figure II.3 : Densimètre	23
Figure II.4 : Réfractomètre	23
Figure II.5 : Couleur de la solution à titrer à l'équivalence	24
Figure II.6 : Couleur de la solution à titrer avant et après équivalence, respectivement	25
Figure II.7 : Couleur de la solution à titrer avant et après équivalence, respectivement	26
Figure II.8 : Appareil FTIR	27
Figure II.9 : Moule pour pastille	27
Figure II.10 : Appareil CG-SM	27
Figure II.11 : XETHOL	28
Figure II.12 : Etapes de formulation du gel anti-inflammatoire	29

Figure II.13 : Appareil IR ATR	30
Figure II.14 : Microscope optique	31
Figure III.1 : Photos des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas, respectivement	33
Figure III.2 : Spectre infra-rouge de l'HE de citronnelle	38
Figure III.3 : Spectre infra-rouge de l'hydrolat de citronnelle	39
Figure III.4 : Spectre infra-rouge d'HE du cèdre d'Atlas	40
Figure III.5 : Spectre infra-rouge de l'hydrolat du cèdre de l'Atlas	41
Figure III.6 : Chromatogramme GC-MS de l'HE de citronnelle	43
Figure III.7 : Chromatogramme GC-MS de l'HE du cèdre de l'Atlas	44
Figure III.8 : Spectres IRTF du gel anti-inflammatoire au cours de la période d'étude	48

Liste des tableaux

Tableau I.1 : PAM les plus demandées par l'herboristerie en Algérie	1
Tableau I.2 : PAM produites en Algérie, au Maroc et en Egypte	2
Tableau I.3 : Découvertes des rôles des HE par quelques chercheurs	4
Tableau I.4 : Production mondiale en 2008 des plus importantes HE	9
Tableau I.5 : Poids nécessaire de différentes plantes pour l'obtention d'1 kg d'HE	13
Tableau I.6 : Classification botanique de citronnelle	14
Tableau I.7 : Composition chimique globale de quelques HE de citronnelle	15
Tableau I.8 : Classification botanique du cèdre de l'atlas	17
Tableau I.9 : Composition chimique globale de quelques HE de Cedrus Atlantica	18
Tableau II.1 : Conditions opératoires des analyses GC-MS	28
Tableau II.2 : Composition du gel anti-inflammatoire	29
Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas	33
Tableau III.2 : Propriétés physiques des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas	34
Tableau III.3 : Indice d'acide pour les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas	37
Tableau III.4 : Indice d'iode pour les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas	37
Tableau III.5 : Indice de peroxyde pour les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas	38
Tableau III.6 : Fonctions chimiques d'HE de citronnelle	39
Tableau III.7 : Fonctions chimiques de l'hydrolat de citronnelle	40
Tableau III.8 : Fonctions chimiques de l'HE du cèdre d'Atlas	40
Tableau III.9 : Fonctions chimiques de l'hydrolat du cèdre d'Atlas	41
Tableau III.10 : Composition chimique d'HE de citronnelle	43
Tableau III.11 : Composés majoritaires de l'HE de la citronnelle	43
Tableau III.12 : Compositions chimiques d'HE du cèdre de l'Atlas	44
Tableau III.13 : Composés majoritaires d'HE du cèdre de l'Atlas	45
Tableau III.14 : Les propriétés organoleptiques du gel	46
Tableau III.15 : Résultats de l'observation macroscopiques	47
Tableau III.16 : Le suivi du pH du gel	47
Tableau III.17 : Résultats de l'observation au microscope optique du gel	50

Liste des abréviations

PAM : plantes aromatiques et médicinales

HE : huile essentielle

AFNOR : association Française de Normalisation.

ISO : organisation internationale de normalisation.

pH : potentiel d'hydrogène

I_a : indice d'acide

I_i : indice d'iode

IP : indice de peroxyde

IRTF : spectroscopie infrarouge á transformée de Fourier

IR : infra-rouge

GC-MS : chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

C.citratus : Cymbopogon citratus

C.Atlantica : Cedrus Atlanica

Introduction générale

De nos jours, les plantes aromatiques et médicinales connaissent un engouement sans précédent que ce soit en Algérie ou dans d'autres pays. Elles suscitent de plus en plus l'intérêt des chimistes, des biologistes et des médecins en raison de leurs importances considérables dans le secteur des industries, de la parfumerie et des cosmétiques. En effet les plantes aromatiques et médicinales sont douées non seulement de qualités parfumantes mais aussi des vertus médicinales variées grâce aux différents principes actifs qu'elles contiennent. Ce qui les rend une source inépuisable de remèdes traditionnels.

Les applications des huiles essentielles sont vastes. Cela concerne à la fois le bien-être, la santé en passant par la beauté. Depuis longtemps les hommes ont utilisé les vertus des huiles essentielles pour soulager leurs maux. En l'espace d'une décennie, les huiles essentielles ont fait un chemin remarquable dans la conscience collective. En revanche il n'en va pas de même des hydrolats qui sont des produits de la distillation des plantes aromatiques et médicinales et qui restent bien souvent peu exploités. Ces "eaux magiques" ont pourtant, elles aussi, des vertus thérapeutiques hors pair, issues de la plante, mais aussi de la faculté purificatrice de l'eau. Malgré sa faible concentration en principes actifs, l'hydrolat présente certaines activités pharmacologiques intéressantes. Certains sont utilisés depuis des siècles dans des préparations cosmétiques, thérapeutiques et culinaires. Leur intérêt principal est qu'ils sont toujours beaucoup mieux tolérés que les huiles essentielles.

Comme il est connu que les maux articulaires et musculaires sont fréquents et insupportables et que les comprimés anti-inflammatoires et antalgiques ont des effets secondaires sur le système digestif et qu'ils prennent du temps pour agir dans le corps, il est préférable d'utiliser des crèmes ou des gels pour calmer ces douleurs instantanément. C'est pourquoi le présent travail s'intéresse à la formulation d'un gel anti-inflammatoire à base d'huiles essentielles de citronnelle « *Cymbopogon citratus* » et du cèdre de l'Atlas « *Cedrus Atlantica* » préalablement caractérisés.

Le but de ce modeste travail est de comprendre la composition des huiles essentielles et des hydrolats et de formuler à base de ces derniers et grâce à leurs effets thérapeutiques et aux molécules qu'ils contiennent un gel parapharmaceutique pour calmer les douleurs musculaires et articulaires.

Notre mémoire s'articule en trois chapitres :

- Le premier chapitre est réservé à une étude bibliographique qui introduit les connaissances nécessaires à la compréhension de ce travail notamment les plantes aromatiques et médicinales, les huiles essentielles, les hydrolats, les plantes étudiées et les gels anti-inflammatoires.
- Le deuxième chapitre est consacré aux différentes techniques et méthodes d'analyses utilisés pour caractériser les huiles essentielles et les hydrolats de *Cymbopogon citratus* et de *Cedrus Atlantica*. Ce chapitre détaille également les différents protocoles utilisés pour formuler un gel anti-inflammatoire et étudier sa stabilité.

- Le troisième chapitre expose les résultats des différentes analyses et leurs interprétations respectives, ainsi que le suivi de stabilité du gel formulé sur une durée déterminée.

Enfin, ce travail se termine par une conclusion et quelques perspectives.

Chapitre I :

Etudes bibliographiques

I.1. Introduction :

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, et soigner les maladies qui nuisent à sa santé. Les plantes et les composants qui peuvent en être extraits, en l'occurrence les huiles essentielles (HE) et les hydrolats, revêtent un intérêt grandissant. Ils représentent une source inépuisable de remèdes traditionnels et efficaces grâce aux principes actifs qu'ils contiennent.

C'est pourquoi ce chapitre traitera d'abord les plantes aromatiques et médicinales (PAM) qui jouent un rôle économique considérable dans divers secteurs industriels de l'agroalimentaire, de la parfumerie, des cosmétiques et de la pharmacie. Par la suite seront abordées les HE, qui suscitent de plus en plus l'intérêt des chimistes, des biologistes et des médecins en raison de leurs utilisations dans le traitement de certaines maladies. Les hydrolats, qui possèdent des propriétés thérapeutiques intéressantes et bien souvent différentes de celles des HE correspondantes, y seront également abordés. Comme il sera aussi question de décrire les principales méthodes d'extraction des HE et d'obtention des hydrolats ainsi que le matériel végétal qui a fait l'objet de ce mémoire. Cette partie sera accompagnée de quelques résultats issus de travaux antérieurs concernant les HE.

Enfin ce chapitre se terminera par des généralités sur les gels anti-douleurs, dans lesquels les HE et les hydrolats vont être valorisés.

I.2. Plantes aromatiques et médicinales (PAM) :

I.2.1. Définition :

Les PAM sont des plantes végétales au sens de la Pharmacopée européenne (1433) dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses. Il est peu fréquent que la plante soit utilisée entière. Il s'agit, le plus souvent, d'une ou de plusieurs parties qui peuvent avoir chacune des utilisations différentes (ANSM, Pharmacopée française, 2000).

Les plantes médicinales ont toujours été associées aux comportements et au savoir traditionnel et culturel. Selon les statistiques de 2003, de l'organisation mondiale de la santé (OMS), 80% de la population mondiale a recours aux médecines traditionnelles pour satisfaire des besoins en soins de santé primaire. Il pousse dans le monde plus de 20000 espèces de végétaux à usages condimentaires, médicinaux ou cosmétiques, dont 50% est utilisé en industrie pharmaceutique (Riyaha, 2013).

I.2.2. Plantes aromatiques et médicinales en Algérie, au Maroc et en Egypte :

I.2.2.1. Cas de l'Algérie :

L'Algérie possède plus de 600 espèces de PAM (Mokkadem, 1999). En Algérie, comme dans tous les pays du Maghreb, les PAM sont utilisées surtout dans les milieux ruraux par les personnes âgées qui connaissent encore certaines recettes de tisane. Dans le Hoggar, et en absence de médecins, dans certaines contrées isolées, les touaregs se soignent avec les PAM dont ils connaissent le secret transmis de père en fils. En Kabylie, lorsqu'il y a de la neige et les routes

sont coupées, les montagnards utilisent des PAM pour se soigner. Comparé à d'autres pays africains, l'Algérie a très peu de tradi-praticiens reconnus et d'herboristes agréés (Mokkedem, 2004).

Tableau I.1 : PAM les plus demandées par l'herboristerie en Algérie (Mokkedem, 2004).

Espèces	Noms scientifiques	Parties utilisées
Lavande	Lavandula officinalis	Fleurs
Menthe verte	Menthe verte	Feuilles
Cumin	Cuminum cyminum	Graines
Basilic	Ocimum basilicum	Sommités fleuries
Sauge	Salvia officinalis	Sommités fleuries

I.2.2.2. Cas du Maroc :

Le Maroc offre une gamme variée de bioclimats méditerranéens permettant le développement d'une flore riche constituée de plus de 4200 espèces.

Le secteur des PAM au Maroc, qui contient entre 500 à 600 espèces, constitue l'un des plus grands fournisseurs traditionnels du marché mondial en PAM (Zrira, 2009).

I.2.2.3. Cas de l'Égypte :

Avec une flore qui comprend plus de 2100 espèces spontanées, dont 350 espèces sont connues pour des usages thérapeutiques, l'Égypte est réputée par sa longue histoire dans le domaine de la production et de la commercialisation des PAM et des épices.

Le secteur des PAM dans ce pays présente les principales caractéristiques suivantes :

- Une superficie cultivée dépassant les 30.000 hectares. Ce qui représente moins de 0,8% de la superficie totale cultivée.
- Une valeur de production ne représentant que 0,02% du marché mondial (Neffati et Seghaier, 2014).

Dans le Tableau I.2 ci-dessous sont mentionnées les principales PAM cultivées et spontanées en Algérie, au Maroc et en Égypte.

Tableau I.2 : PAM produites en Algérie, au Maroc et en Égypte (Neffati et Sghaier, 2014).

Pays	PAM cultivées	PAM spontanées
Algérie	Cumin, Lavande, Anis, Menthe poivrée, Sauge	Romarin, Laurier, Thym, Caroubier, Myrte
Maroc	Cumin, Safran, Coriandre, Anis, Lavande, Jasmin, Cactus	Romarin, Menthe pouliot, Thym, Armoise, Laurier
Égypte	Camomille, Cumin, Basilic, Menthe poivrée, Citronnelle	

I.3. Huiles essentielles (HE) :

I.3.1. Historique :

Les premiers textes relatant l'utilisation des HE et des parfums sont des papyrus hiéroglyphes égyptiens datant de plus de 2800 ans. Les civilisations chinoises et indiennes employaient également les HE pour les soins thérapeutiques et cosmétiques.

Les hindous connaissaient la fermentation. Les premières distillations ont servi à obtenir de l'alcool à partir d'un vin et de l'esprit à partir de miel fermenté.

Dans l'histoire moderne les vertus thérapeutiques des HE occupent une place de plus en plus importante. En 1928 le chimiste français René-Maurice Gattefosse a utilisé le terme « aromathérapie » pour décrire les propriétés curatives des HE lorsqu'il découvrit par accident que la lavande a guéri une brûlure à sa main. En 1964 le docteur français Jean Valunet a connu un certain succès en traitant des patients en médecine et en psychiatrie avec des HE. Aujourd'hui il a été reconnu que les HE ont des effets thérapeutiques et physiologiques sur l'homme (Benabdelkader, 2012).

I.3.2. Définition :

Une HE est définie comme un produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques : soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation sèche (ISO 9235).

I.3.3. Répartition et localisation dans la plante :

Une HE peut être extraite de différentes parties d'un végétal comme illustré dans la Figure I.1 ci-dessous.



Figure I.1 : Provenance des HE en fonction des différentes parties des plantes.

Si tous les organes d'une même espèce peuvent renfermer de l'HE, la composition de cette dernière peut varier selon sa localisation (Bekhechi et Abdelouahid, 2014).

I.3.4. Rôle des huiles essentielles dans la plante :

Plusieurs hypothèses ont été avancées sur le rôle des HE. La plus ancienne a été de dire que les HE sont des produits métaboliques sans intérêt biologique. Depuis le début du XXème siècle différentes suppositions ont été établies dont quelques-unes sont énumérées dans le Tableau I.3 ci-dessous.

Tableau I.3 : Découvertes des rôles des HE par quelques chercheurs.

Chercheurs	Découvertes
Verschaffelt et Stahl, 1915	Les essences constituent un moyen de défense contre les prédateurs (champignons, insectes ...).
Lutz, 1940	Certains constituants des HE sont des modérateurs des réactions d'oxydation intramoléculaire protégeant la plante contre les agents atmosphériques et d'autres comme source d'énergie.
Nicholas, 1973	Les monoterpènes et sesquiterpènes peuvent jouer un rôle varié dans la relation des plantes avec leur environnement. Ex : le 1,8-cinéole et le camphre inhibent la germination des organes des plantes infectées.
Croteau, 1986	Les huiles volatiles ont un rôle de régulateur thermique au profit de la plante. Elles réguleraient la transpiration en absorbant les rayons ultraviolets par leurs constituants insaturés.
Bruneton, 1987	La volatilité et l'odeur marquée des essences constituent des éléments de communication chimique.

I.3.5. Classification des huiles essentielles (classes chimiques) :

La classification des HE se fait en fonction des principes actifs qu'elles contiennent. Cette information peut être retrouvée sur les flacons d'HE. Il s'agit du chémotype. Ce dernier indique la molécule que l'on trouve en plus grande quantité dans telle ou telle huile.

La mise en évidence du chémotype, nommé également chymiotype ou composition chimique, s'explique par le fait qu'une même plante aromatique synthétise une essence unique qui sera chimiquement différente en fonction du biotope dans lequel elle se développe. Cette classification dépend de facteurs qui peuvent influencer la composition de l'HE (voir partie I.3.6.).

I.3.6. Facteurs influençant la composition des huiles essentielles :

I.3.6.1. Origine géographique :

Une plante aromatique élabore une HE de composition différente, aux propriétés déterminées en fonction du pays d'où elle provient. La connaissance de l'origine géographique (nom du pays ou de la région) apporte des précisions importantes sur le biotype, et donc sur les actifs majoritaires produits. Ce qui au final fera varier les propriétés thérapeutiques.

I.3.6.2. Facteurs extrinsèques :

Les facteurs de l'environnement ont un impact direct sur la composition des HE. Cela se vérifie d'autant plus avec les espèces qui possèdent des structures histologiques de stockage superficielles. Ces espèces sont très susceptibles aux variations de températures, d'humidité, de régimes des vents, de durée totale d'insolation Au contraire, les plantes ayant des structures aromatiques plus en profondeur présentent une qualité beaucoup plus constante.

I.3.6.3. Conditions de cultures :

Les conditions de culture (modes de récolte, de séchage, de fragmentation et de stockage) ont une action déterminante sur la qualité des végétaux. Elles indiquent si la plante est sauvage ou cultivée, si la récolte se fait de manière manuelle ou mécanisée et si elle est issue ou non d'une culture biologique.

I.3.6.4. Stade de développement botanique :

On parle de cycle végétatif. Pour une espèce donnée, la proportion des différents constituants d'une HE peut varier tout au long du développement. C'est pour cela que toutes les plantes aromatiques ne sont pas cueillies au même stade. Des variations très importantes sont couramment observées dans certaines espèces, par exemple pour la coriandre où la teneur en linalol est de 50% plus élevée chez le fruit mûr que chez le fruit vert (Franchomme et Penoel, 2001).

Il sera donc très important de choisir la date de la cueillette en fonction du moment où la plante est la plus riche en essence (Laurent, 2017).

I.3.7. Propriétés des huiles essentielles :

I.3.7.1. Propriétés physiques :

Les HE ont les propriétés physiques suivantes (Bekhechi et Abdelouahid, 2014) :

- Parfums volatils, odorants, qui s'oxydent rapidement généralement incolores ou jaune pâle.
- Solubilité dans la plupart des solvants organiques (alcool, éther, le chloroforme, les huiles fixes, les émulsifiants...) et peu de solubilité dans l'eau à laquelle, toutefois, elles communiquent leur odeur.
- Point d'ébullition variant entre 160° et 240°C.
- Densité le plus souvent inférieure à 1 (entre 0,75 et 0,99).
- Indice de réfraction souvent élevé avec un pouvoir rotatoire.
- Dissolution de graisses, de l'iode, du soufre, du phosphore.

I.3.7.2. Composition chimique :

Les HE sont des mélanges de complexes et éminemment variables de constituants qui appartiennent de façon exclusive à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : le groupe des terpénoïdes, d'une part, et le groupe des composés aromatique dérivés du phénylpropane beaucoup moins fréquents, d'autre part (Boughendjioua, 2015).

a) Terpénoïdes :

Dans le cas des HE, seuls seront rencontrés les terpènes les plus volatils :

a.1) Monoterpènes :

Ils constituent les composés les plus simples de la série et représentent parfois 90% des HE. Les variations structurales des monoterpènes justifient l'existence de nombreuses molécules parmi lesquelles les suivantes (Figure I.2) :

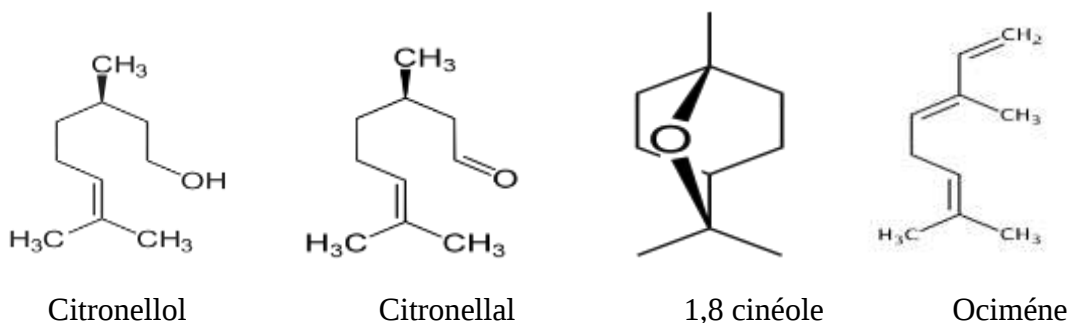


Figure I.2 : Exemples de structures de quelques monoterpènes.

a.2) Sesquiterpènes :

Ce sont des constituants habituels des HE des végétaux supérieurs. La Figure I.3 ci-dessous donne des exemples de structures de quelques sesquiterpènes.

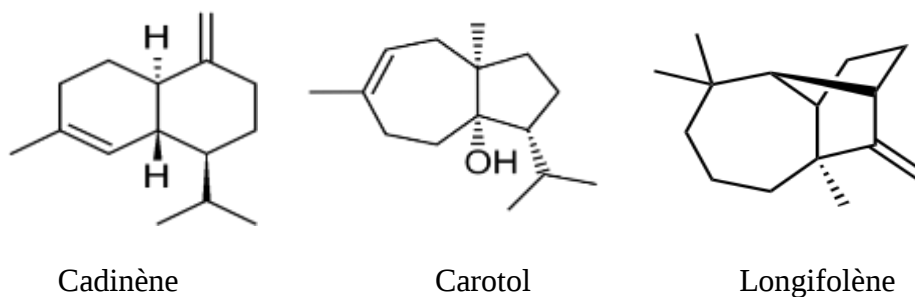
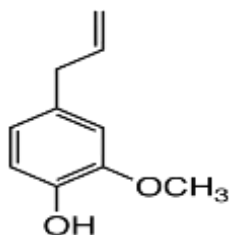


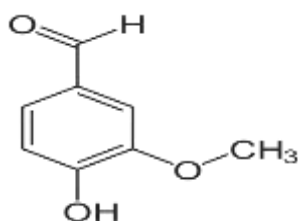
Figure I.3 : Exemples de structures de quelques sesquiterpènes.

b) Composés aromatiques :

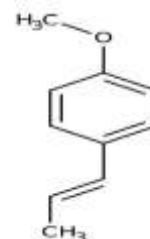
Les dérivés du phénylpropane (Figure I.4) sont beaucoup moins fréquents que les terpénoïdes. Ce sont très souvent des allyles et des propénylphénols ou des aldéhydes (Bekhechi et Abdelouahid, 2014).



Eugénol



Vanilline



E-anéthole

Figure I.4 : Exemples de structures de quelques composés aromatiques.**I.3.8. Toxicité des huiles essentielles :**

Comme le disait Paracelse, alchimiste et médecin Suisse : « TOUT EST POISON, RIEN N'EST POISON, SEULE LA DOSE COMPTE ». Certaines essences (HE) peuvent ainsi présenter un risque de toxicité à un dosage élevé (10-20 ml) (Padrini et Lucheroni 1996).

Plusieurs intoxications peuvent être engendrées par les HE. Parmi elles (Ouis, 2015) :

- Hémorragies utérines chez les femmes.
- Hématuries chez l'homme.
- Spasme de la glotte qui mène à une asphyxie.
- Convulsions.
- Gastralgie avec nausées.
- Diarrhée.
- Neurotoxicité, causée par des HE à thyones ou à pinocamphone, qui se traduit par des crises épileptiformes et tétaniformes ainsi que des troubles psychiques et sensoriels.

I.3.9. Activités des huiles essentielles :

Selon Roulier (2005), les arômes végétaux (HE) agissent sur notre organisme de plusieurs manières :

- Directement sur l'épiderme en favorisant, par activation de la microcirculation, la nutrition des tissus, la régénérescence cellulaire et l'élimination des déchets et toxines du métabolisme.
- Sur l'équilibre acido-basique.
- Sur l'équilibre nerveux : plusieurs familles de molécules aromatiques exercent un effet relaxant qui permet de diminuer les effets de stress.
- Sur l'énergie générale : action relaxante.
- Au plus profond de l'inconscience, sur l'équilibre émotionnel, par l'odorat et par le cerveau limbique. La perception varie selon le terrain biologique et culturel.

Ces effets sur les parties les plus intimes du cerveau constituent la clé de l'étonnant pouvoir qu'exercent sur les humains les molécules odoriférantes des HE (Bekhechi et Abdelouahid, 2014).

I.3.10. Conservation des huiles essentielles:

Les HE sont extrêmement volatiles. Elles ne supportent ni la lumière ni la chaleur. Les HE sont transférées dans des flacons étanches et de faible volume filtrant les radiations infra-rouge et ultra-violet. Ces flacons sont en acier inoxydable, en aluminium ou en verres colorés, avec des bouchons inertes (Faucon, 2012).

La durée de conservation d'une HE varie entre 12-18 mois avec une température maximale de 25°C (Pharmacopée européenne, 2013).

NF T 75-001 : Septembre 1996 HE. Les règles générales concernant les caractéristiques des récipients destinés à contenir des HE et recommandations pour leur conditionnement et leur stockage sont répertoriées dans la norme NF T 75-001.

I.3.11. Domaines d'utilisation des huiles essentielles :

Les HE sont utilisés :

- **en cosmétologie** : Ex : Utilisation des HE dans les parfums et les savons ;
- **en industrie chimique** : Ex : Utilisation des HE comme matières premières pour la synthèse des principes actifs médicamenteux, des vitamines et des substances odorantes ;
- **en agroalimentaire** : Ex : Fabrication d'arômes alimentaires, d'essences fruitées, de boissons rafraichissantes, de liqueurs de pâtisseries et de confiseries.

I.3.12. Règlementation :

Il n'existe pas de définition juridique spécifique des HE en Algérie. Les normes appliquées sur les HE sont des normes internationales et/ou européennes. Parmi elles :

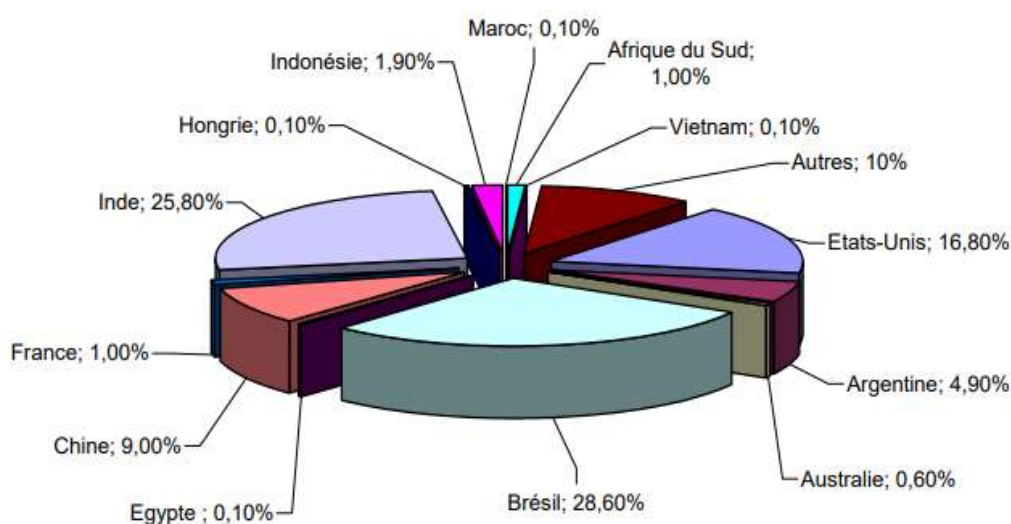
- La norme ISO/TS 210 (2014) relative aux règles générales d'emballage, de conditionnement et de stockage des HE.
- La norme NF ISO 4720 (2009) relative à la nomenclature botanique normalisée des HE.
- La norme NF T 75-002 (1996) qui précise les mentions obligatoires sur l'étiquetage.
- La norme NF T 75-004 (1976) qui précise les règles de dénomination des HE selon les diverses situations.

I.3.13. Production mondiale des huiles essentielles :

L'utilisation des HE dans différents secteurs de l'industrie montre un intérêt et une croissance économique grandissante. Le Tableau I.4 et la Figure I.5 illustrent la production mondiale des plus importantes HE et la répartition des taux de production des HE par pays à travers le monde, respectivement.

Tableau I.4 : Production mondiale en 2008 des plus importantes HE (Lawrance, 2009).

Huiles essentielles	Production en tonnes	Principaux pays producteurs
Orange	51000	Etats-Unis, Brésil, Argentine
Menthe des champs	32000	Inde, Chine, Argentine
Citron	9200	Argentine, Italie, Espagne
Eucalyptus	4000	Chine, Inde, Australie, Afrique du sud
Menthe poivrée	3300	Inde, États-Unis, Chine
Feuilles de clous de girofle	1800	Indonésie, Madagascar
Citronnelle	1800	Chine, Sri Lanka
Menthe verte	1800	Etats-Unis, Chine
Cèdre	1650	Etats-Unis, Chine
Listée	1200	Chine
Patchouli	1200	Indonésie, Inde
Lavandin grosso	1100	France
Eucalyptus citronné	1000	Chine, Brésil, Inde, Vietnam

**Figure I.5 : Répartition des taux de production d'HE par pays à travers le monde en 2008 (Lawrence, 2009).**

I.4. Hydrolats :

I.4.1. Définition :

Selon la norme ISO 9235, l'hydrolat est un «distillat aqueux qui subsiste après l'entraînement à la vapeur d'eau et la séparation de l'HE lorsque c'est possible ».

Les hydrolats sont des sous-produits issus de la distillation de fleurs ou de plantes aromatiques. Ils sont également appelés « eaux florales » lorsqu'il s'agit de distillation de fleurs.

I.4.2. Composition :

Les hydrolats contiennent, en petite quantité, des composés volatils semblables à ceux présents dans l'HE ainsi que des composés solubles dans l'eau non retrouvés dans l'huile (Price et al., 2005). La composition des hydrolats s'éloigne donc de celle des huiles : les molécules oxygénées hydrophiles s'y trouvent en grandes quantités alors que les composés lipophiles, comme les hydrocarbures terpéniques, sont la plupart du temps quasi absents. Certains hydrolats présentent une plus grande proportion de molécules lipophiles comme ceux de *Mentha piperita* ou *Melissa officinalis* (Piochon, 2008).

I.5. Méthodes d'extraction des huiles essentielles et d'obtention des hydrolats :

I.5.1. Hydrodistillation :

L'hydrodistillation est une méthode d'extraction des HE (Figures I.6 et I.7). Son principe correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition à pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique. La durée d'une hydrodistillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter.

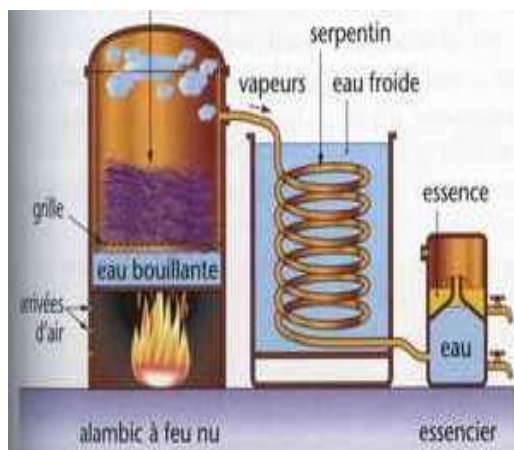


Figure I.6 : Hydrodistillation à l'échelle industrielle.

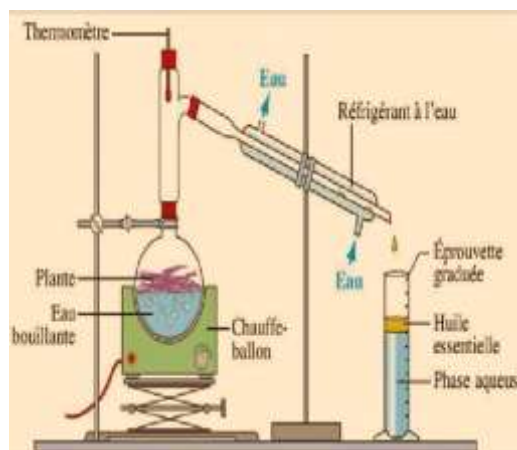


Figure I.7 : Hydrodistillation au laboratoire.

I.5.2. Hydrodiffusion :

Dans le cas de l'hydrodiffusion (Figure I.8), le flux de vapeur n'est pas ascendant mais descendant. Cette méthode présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau.

Elle permet également une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et de la consommation de vapeur.

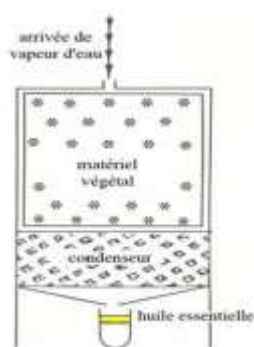


Figure I.8 : L'hydrodiffusion.

I.5.3. Entraînement à la vapeur d'eau :

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes d'obtention des HE (Figures I.9 et I.10). Contrairement à l'hydrodistillation cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter.

En effet la vapeur d'eau traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Les cellules éclatent et libèrent ainsi l'HE qui est vaporisée pour former un mélange « eau + HE ». Ce mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique.

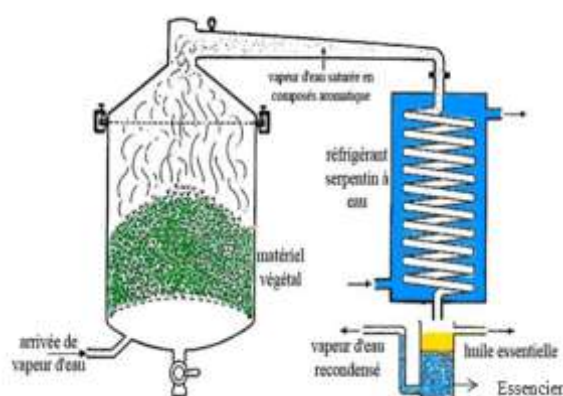


Figure I.9 : Entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle industrielle.

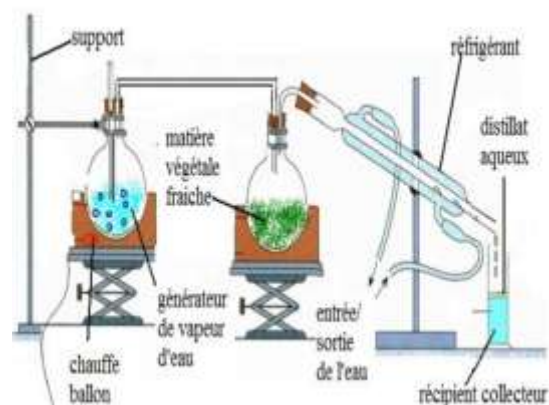


Figure I.10 : Entraînement à la vapeur d'eau au laboratoire.

I.5.4. Extraction par solvants :

Elle consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et de la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu

est appelé concrète. Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Une absolue est obtenue après une dernière concentration (Figure I.11).

Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation. Pour le choix du solvant c'est souvent le méthanol, l'éthanol ou encore le dichlorométhane. Cette technique d'extraction a été récemment combinée aux micro-ondes (voir partie I.5.5).

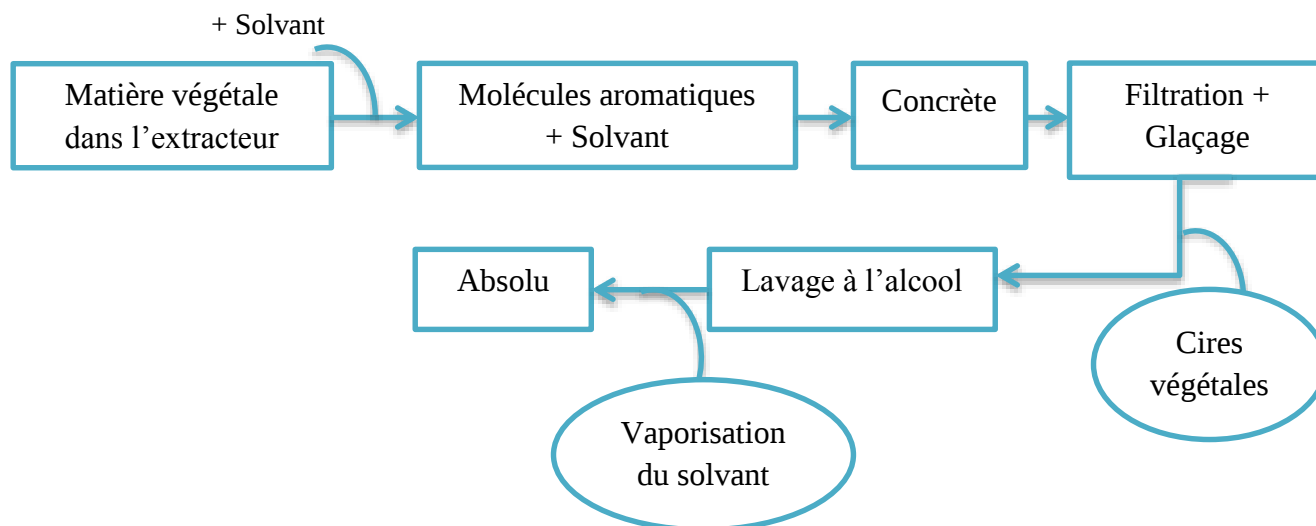


Figure I.11 : Extraction par solvants.

I.5.5. Extraction par micro-ondes :

Dans ce procédé (Figure I.12) la matrice végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau formée à partir de l'eau propre à la plante. Ils sont ensuite récupérés à l'aide des procédés classiques de condensation, refroidissement et décantation. Ce procédé permet un gain de temps, jusqu'à 10 fois, et d'énergie considérable par rapport à l'hydrodistillation (Piochon, 2008). Ex : l'extraction par micro-ondes de 2 kg de menthe poivrée permet d'obtenir environ 1% d'HE en 15 minutes alors que 2 heures d'hydrodistillation sont nécessaires pour obtenir un rendement similaire à partir de la même masse de plante (Mengal et al., 1993).

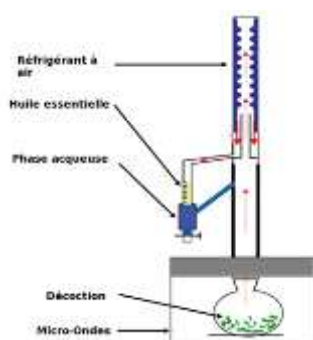


Figure I.12 : Extraction par micro-ondes.

I.5.6. Extraction au CO₂ supercritique :

L'originalité de cette technique d'extraction (Figure I.13) réside dans le type de solvant employé : le CO₂ supercritique. Au-delà du point critique ($P = 73,8$ bars et $T = 31,1$ °C), le CO₂ possède des propriétés intermédiaires entre celles des liquides et celles des gaz. Ce qui lui confère un bon pouvoir d'extraction qui est plus facilement modulable en jouant sur les conditions de température et de pression. Le CO₂ supercritique est un solvant idéal puisqu'il est naturel, inerte chimiquement, ininflammable, non toxique, sélectif, aisément disponible, peu coûteux et s'élimine facilement de l'extrait. Cette technique présente, ainsi, énormément d'avantages (Piochon, 2008).



Figure I.13 : Extraction au CO₂ supercritique.

I.5.7. Rendement d'extraction :

La teneur en HE varie en fonction des plantes. Elle reste en général très faible (inférieure à 1%). Le rendement d'extraction est donc limité : de plusieurs kilogrammes à plusieurs tonnes d'organes producteurs sont nécessaires pour obtenir un kilogramme d'HE (Tableau I.5). Ce volume de matériel à récolter est souvent important, ce qui explique les coûts élevés de certaines HE.

Tableau I.5 : Poids nécessaire de différentes plantes pour l'obtention d'1 kg d'HE (Pierron, 2014).

Plantes	Organes producteurs distillés	Poids nécessaires pour obtenir 1 kg d'HE	Rendements (%)
Lavande vraie	Sommités fleuries	7	14
Menthe poivrée	Feuilles	20	5
Thym vulgaire	Parties aériennes	50	2
Rose de Damas	Pétales	150	0,7
Clou de girofle	Boutons floraux séchés	1000	0,1
Ylang-ylang	Fleurs	1200	0,08
Badiane de Chine	Fruits	4000	0,03

I.6. Données bibliographiques sur le matériel végétal étudié :

I.6.1. Présentation de la citronnelle :

I.6.1.1. Description botanique :

La citronnelle (Figure I.14) est une plante médicinale dotée de tiges aux qualités aromatiques, de hauteur entre 0,9 m et 1,5 m et de croissance rapide. Ces tiges sont à feuilles rubanées, étroites et lancéolées, à pédoncules en forme de branches, légèrement parfumées (odeur citronnée au froissement) de couleur jaune pâle.



Figure I.14 : Citronnelle.

I.6.1.2. Noms de citronnelle :

- **Nom scientifique (latin) :** *Cymbopogon citratus* (C.citratus).
- **Noms communs :** Verveine des Indes, citronnelle de l'Inde, citronnelle de Madagascar,
- **Nom arabe :** Citronnella.
- **Nom anglais :** Lemon grass.

I.6.1.3. Classification botanique :

Le Tableau I.6 ci-dessous regroupe la classification botanique de la citronnelle.

Tableau I.6 : Classification botanique de la citronnelle.

Famille	Poacées	Sous-famille	Panicoideae
Tribu	Andropogoneae	Sous-tribu	Andropogoninae
Genre	Cymbopogon	Ordre	Cyperales
Classe	Liliopsida	Règne	Plantae
Catégorie	Vivace herbacée		

I.6.1.4. Origine :

La citronnelle est une plante originaire du sud de l'Inde et du Sri Lanka. Cette plante est cultivée dans tous les pays tropicaux.

I.6.1.5. Répartition géographique :

La citronnelle est cultivée en Asie (Chine), au Nord de l'Afrique (Algérie, Égypte, Maroc), à Chypre, en Afrique Centrale (Gabon), en Amérique du Sud, aux Caraïbes (Cuba, Haïti, Jamaïque...), en Mésoamérique (Mexique, Costa Rica, Salvador, Panama), ainsi qu'au Venezuela, au Brésil, en Colombie et au Pérou.

I.6.1.6. Récolte :

La citronnelle est persistante. Sa période de végétation intense va de mai à octobre. C'est donc dans ces périodes qu'elle peut être coupée. La récolte des feuilles se fait à volonté en leurs laissant juste le temps de repousser. Il ne faut, cependant, pas couper les feuilles trop près des racines sous peine de faire mourir la plante et cesser la récolte 3 semaine avant le froid car la citronnelle a besoin de tout son feuillage en cette période de l'année.

I.6.1.7. Extraction de l'huile essentielle :

L'HE de citronnelle est obtenue par hydrodistillation (voir partie I.5.1) ou par distillation à la vapeur d'eau (voir partie I.5.3) des parties aériennes (tiges et feuilles).

I.6.1.8. Composition chimique de l'huile essentielle :

Les composants principaux de la citronnelle sont regroupés dans le Tableau I.7 ci-dessous. Cependant aucun tableau n'a pu être établi pour l'hydrolat de la citronnelle en raison de l'absence de données de ce dernier dans la littérature.

Tableau I.7 : Composition chimique globale de quelques HE de citronnelle.

Références	Compositions chimiques	Pourcentages respectifs (%)	Pays
Kessiane et al., 2018	Geranial,. Neral,. Geraniol,. Geranyl acetate,. trans-Caryophyllene,. Limonene,. Linalool,.	53,2; 36,37; 2,66; 1,5; 1,03; 0,99; 0,42.	Brésil
Tofiño-Riveraa et al., 2016	Geranial,. Neral,. Myrcene,. trans-Verbenol,. Linalool,. (E)- β -Ocimene,. Citronellol,.	31,3; 26,7; 15,6; 3,8; 1,4; 0,9; 0,6.	Colombie
Degnon et al., 2016	Geranial,. Neral,. Myrcene,. Geraniol,. Geranyl acetate,. 6-méthyl-hep-5-èn-2-one,. β -Ocimène,.	41,3; 33; 10,4; 6,6; 2,4; 1,2; 0,4.	Benin
Hanaa et al., 2012	Geranial,. Neral,. Myrcene,. Cis-Carveol,. Linalool,. Z- β -Ocimene,. Citronellal,.	40,72; 34,98; 15,69; 1,18; 1,03; 0,97; 0,6.	Égypte
Koba et al., 2004	Geranial,. Neral,. Myrcene,. Geraniol,. Geranyl acetate,. α -Terpineol,. Citronellol,.	43,15; 31,36; 10,65; 5,47; 01,22; 0,85; 0,27.	Togo

I.6.1.9. Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle ISO 3217 :

- **Aspect** : Liquide mobile limpide.
- **Couleur** : Jaune pâle à jaune orangé.
- **Odeur** : Fraiche, citronnée.

I.6.1.10. Caractéristiques physiques de l'huile essentielle ISO 3217 :

- **Densité à 20°C** : 0,872 – 0,897.
- **Indice de réfraction à 20°C** : 1,483 – 1,489.

I.6.1.11. Activités biologiques de l'huile essentielle :

Diverses activités biologiques de l'HE du *C. citratus* ont été révélées :

- Activité antibactérienne.
- Activité anti-mutagénique et anti-cancérigène.
- Activité insecticide.
- Activité anti-inflammatoire.
- Activité antidiabétique et hypolipémique.

I.6.1.12. Emplois :

- Tonique : En cas d'état fébrile ou de fatigue, y compris mentale.
- Action répulsive : Contre les insectes et particulièrement les moustiques.
- Activités pharmacologiques
- Activité pharmacologique : De nombreux essais précliniques et thérapeutiques ont montré que l'HE de *C. citratus* possède des différentes propriétés pharmacologiques (voir partie I.6.1.11).

I.6.1.13. Conditionnement et conservation de l'huile essentielle :

La durée de conservation de l'HE de citronnelle est de 24 mois à compter de la date d'extraction et de conditionnement dans les conditions de stockage recommandées (voir partie I.3.10). Ces HE doivent être conservées dans l'emballage d'origine, fermé, à l'abri de l'air, de la lumière, à une température modérée (max 15°C) et stable. Si ces conditions ne sont pas respectées, il peut se produire une diminution de la teneur en substances aromatiques ou une légère coloration du produit (NF ISO 4718).

I.6.2. Présentation du cèdre de l'Atlas :

I.6.2.1. Description botanique :

Le cèdre de l'Atlas est un grand arbre persistant pouvant atteindre 30 à 40 m de haut. Ses branches sont plutôt dressées lorsqu'il est jeune, puis, prenant de l'âge, l'arbre s'élargit, au point de prendre un magnifique port tabulaire. Les branches s'aplatissent en éventails horizontaux et sa croissance est lente.



Figure I.15 : Cèdre de l'atlas.

I.6.2.2. Noms du cèdre de l'Atlas :

- **Nom scientifique (latin) :** Cedrus Atlantica.
- **Noms communs :** Cèdre de l'Atlas, Cèdre bleu, Cèdre argenté.
- **Nom arabe :** Arz ou Meddad.
- **Nom anglais :** Atlas cedar, Atlantica cedar.

I.6.2.3. Classification botanique :

Le Tableau I.8 ci-dessous regroupe la classification botanique de cèdre de l'Atlas.

Tableau I.8 : Classification botanique du cèdre de l'atlas.

Famille	Pinaceae	Sous famille	Abiétées
Ordre	Coniferales	Sous ordre	Abiétales
Genre	Cedrus	Espèce	Arbres conifères
Classe	Equisetopsida	Règne	Plantae
Catégorie	Arbre		

I.6.2.4. Origine et répartition géographique :

Le cèdre de l'Atlas forme d'importants peuplements dans les montagnes de l'Afrique du Nord : en Algérie (dans les Aurès, la Kabylie et l'Ouarsenis) mais surtout au Maroc (dans le Moyen Atlas, le Rif et le Haut Atlas Oriental).

I.6.2.5. Récolte :

Il n'y a pas de période de récolte précise pour le bois du cèdre de l'Atlas.

I.6.2.6. Extraction de l'huile essentielle :

L'HE du cèdre de l'Atlas est obtenue par hydrodistillation (voir partie I.5.1) ou par distillation à la vapeur d'eau (voir partie I.5.3) du bois.

I.6.2.7. Composition chimique de l'huile essentielle:

Les principaux composants de l'HE du cèdre de l'Atlas sont cités dans le Tableau I.9 ci-dessous. Cependant aucun tableau n'a pu être établi pour l'hydrolat de la citronnelle en raison de l'absence de données de ce dernier dans la littérature.

Tableau I.9 : Composition chimique globale de quelques HE de Cedrus Atlantica.

Références	Compositions chimiques	Pourcentages respectifs (%)	Pays
Uwineza et al., 2018	α -Pinene,, 1-Tetradecene,, Acetate de menthyle,, Caryophyllène,, Decene,,	36,45; 15,56; 13,24; 10,69; 4,82.	Maroc
Ayaka Uehara et al., 2017	β -Himachalene,, α -Himachalene,, γ -Himachalene,, (E)- α -Atlantone,, α -dehydro-ar-Himachalene,, γ -Cadinene,,	33,45; 12,74; 8,31; 6,23; 3,11; 2,78.	Maroc
Badr Satrani et al., 2013	(E)- α -Atlantone,, β -Himachalene,, α -Himachalene,, (Z)- α -Atlantone,, γ -Himachalene,, Deodaronne,,	28,75; 14,62; 5,72; 5,16; 4,82; 4,42.	Maroc
Saab et al., 2005	Himachalol,, γ -Himachalene,, α -Himachalene,, β -Himachalene,, allo-Himachalol,, (E)- γ -Atlantone,,	46,32; 13,95; 8; 7,03; 4,97; 1,47.	Liban
	Himachalol,, γ -Himachalene,, β - Himachalene,, α -Himachalene,, allo-Himachalol,, (E)- γ -Atlantone,,	42,2; 15,80; 6,6; 6,1; 4,7; 2,3.	

I.6.2.8. Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle :

Aucune norme sur l'HE du cèdre de l'Atlas n'a été établie.

- **Aspect** : liquide (Merck, 2015).
- **Couleur** : Transparent à Jaune claire (Merck, 2015).
- **Odeur** : Boisée (odeur du cèdre) (Cedar Oil Industries, 2006).

I.6.2.9. Caractéristiques physiques de l'huile essentielle :

Aucune norme sur l'HE du cèdre de l'Atlas n'a été établie.

- **Densité à 20°C** : 0,940 – 0,950 (Merck, 2015).

I.6.2.10. Activité biologique de l'huile essentielle :

Les activités biologiques de l'HE du cèdre de l'Atlas sont les suivantes :

- Activité anti-inflammatoire.
- Activités lipolytique et antidiurétique.
- Activité antiparasitaire et antiproliférative.
- Activités décongestionnante veineuse et lymphatique.
- Activité anti-infectieuse.

- Activité anti-oxydante.

I.6.2.11. Emplois :

L'HE du cèdre de l'Atlas a divers emplois :

- Traitement de la toux et des rhumes.
- Antidouleur pour les maux articulaires et le rhumatisme.
- Cicatrisant.
- Actions hypotensives, antalgiques, relaxantes et sédatives.
- Traitement des problèmes d'addictions (drogues, alcools, nourritures, tabac ...), d'angoisse, d'anxiété, de déprime latente, de stress....

I.6.2.12. Conditionnement et conservation de l'huile essentielle :

Comme toutes les HE, l'HE du cèdre de l'Atlas obéit aux mêmes conditions de conditionnement et de conservation (voir partie I.6.1.13).

I.7. Gels dermiques :

I.7.1. Définition :

Le gel est un état de la matière. Il s'agit généralement d'une solution ou d'une suspension colloïdale homogène qui subit une transformation physique ou chimique conduisant à un état semi-solide tout en conservant une grande partie du solvant à l'intérieur de sa structure. Les gels sont solubles dans l'eau ou dans l'alcool.

Le gel, préparé dans ce mémoire et dans lequel la citronnelle et le cèdre de l'Atlas vont être valorisés (i.e. HE et hydrolats) est un anti-inflammatoire pour massage. Il servira à soulager et à apaiser les douleurs musculaires et articulaires grâce à l'action conjuguée de la chaleur et de fraîcheur.

I.7.2. Classification :

Il existe deux (02) catégories de gels :

I.7.2.1. Oléogels :

Les oléogels sont des gels hydrophobes ou lipogels.

I.7.2.2. Hydrogels :

Les hydrogels, objet de valorisation dans ce mémoire, sont les plus fréquents. Ce sont des gels hydrophiles. Ils sont de plus en plus utilisés car ils assurent une bonne pénétration des principes actifs

I.7.3. Composition des hydrogels :

Les principaux composants des hydrogels sont :

- a) **Solvants hydrophiles** : Eau, glycérol, propylène glycol.

- b) **Agents épaississants et/ou gélifiants** : Gomme adragante, alginates, dérivés cellulosiques, polymères carboxyvinyles, silicates colloïdaux, et les produits synthétiques type Carbopol®.

I.7.5. Conseils d'utilisation :

- Appliquer en massant légèrement 2 à 3 fois par jour sur les zones douloureuses.
- Se laver les mains après utilisation.

I.7.6. Précautions d'emploi :

- Eviter le contact avec les yeux et les muqueuses. En cas de contact accidentel rincer à l'eau.
- Ne pas laisser à la portée des enfants.
- Bien refermer après usage.
- Ne pas appliquer en cas d'allergie à l'un des constituants.
- Usage externe uniquement.

I.8. Conclusion :

La partie bibliographique montre l'importance des PAM et des HE qui ont toujours été utilisés par les civilisations du monde entier pour leurs vertus thérapeutiques. De nombreuses publications ont étayé scientifiquement les propriétés ainsi que la composition de diverses HE. Cependant un manque de résultats considérables est noté concernant la composition des hydrolats alors que leur impact économique et thérapeutique est tout autant promoteur que celui des HE.

Le choix du présent mémoire s'est porté, de ce fait, sur l'étude des HE et des hydrolats respectifs du *Cedrus Atlantica* et du *Cymbopogon Citratus*, pour leurs activités anti-inflammatoires. Les objectifs de ce travail de mémoire sont :

- Caractérisation physico-chimique, spectrale et chromatographique des HE et des hydrolats respectifs du *Cedrus Atlantica* et du *Cymbopogon Citratus*.
- Valorisation des HE et des hydrolats respectifs du cèdre de l'Atlas et de la citronnelle dans la formulation d'un gel anti-inflammatoire et étude de sa stabilité.

Chapitre II :

Matériel et méthodes

II.1. Introduction :

Les plantes demeurent la principale source de principes actifs dont le rôle et l'utilisation sont très variés. C'est pourquoi il s'avère primordial de caractériser les HE et les hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas étudiés afin d'en évaluer la qualité avant de les valoriser.

Dans ce chapitre sera présenté, dans un premier temps, le matériel végétal à partir duquel les HE et les hydrolats ont été obtenus. Dans un second temps seront décrits les différents protocoles d'analyses employés pour la caractérisation des HE et des hydrolats. Dans un dernier temps, enfin, sera présentée la formulation dans laquelle ces derniers seront valorisés ainsi que les différentes analyses réalisées pour étudier sa stabilité.

II.2. Informations sur le matériel végétal, les huiles essentielles et les hydrolats :

Dans ce mémoire, l'étude s'est portée sur les HE et les hydrolats de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas provenant de la distillerie Extral-bio de Chiffa (Wilaya de Blida). Les HE et les hydrolats de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas, conditionnés dans des flacons en verre brun, sont illustrés dans les Figures II.1 et II.2, respectivement. Les informations relatives au matériel végétal, en l'occurrence la provenance, la période de récolte, la partie distillée pour l'obtention de l'HE et de l'hydrolat, le mode d'extraction et le rendement d'extraction en HE sont récapitulées ci-dessous.

II.2.1. Citronnelle :

- Provenance : Chiffa – Wilaya de Blida.
- Période de récolte : Aout 2018.
- Partie distillée : Tiges.
- Mode d'extraction : Hydrodistillation.
- Rendement : 0,8%.



Figure II.1 : HE (à droite) et hydrolat (à gauche) de la citronnelle.

II.2.2. Cèdre de l'Atlas :

- Provenance : Oued El Had – Wilaya de Ain Defla.
- Période de récolte : Décembre 2018.
- Partie distillée : Bois.
- Mode d'extraction : Hydrodistillation.
- Rendement : 0,2%.



Figure II.2 : HE (à droite) et hydrolat (à gauche) du cèdre de l'Atlas.

II.3. Caractérisation des huiles essentielles et des hydrolats :

II.3.1. Caractéristiques organoleptiques :

Les caractéristiques organoleptiques étaient autrefois les seuls indicateurs permettant d'évaluer la qualité d'une HE. Cependant ces propriétés ne donnent que des informations très limitées sur ces essences. De ce fait il est nécessaire de faire appel à d'autres techniques de caractérisation plus précises, tel que les indices physicochimiques, qui permettent d'estimer la qualité d'une HE.

Les caractéristiques organoleptiques (apparence, couleur, odeur) des HE et des hydrolats de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas ont été déterminées.

II.3.2. Propriétés physiques :

II.3.2.1 Densité relative à 20 °C :

Les densités relatives à 20 °C des HE et des hydrolats ont été mesurées à l'aide d'un densimètre DMA48 de marque AP PAAR (Figure II.4) suivant la norme ASTM D 4052, Ces mesures ont été effectuées au niveau du Centre de Recherche et de Développement (CRD) SONATRACH, Boumerdès.



Figure II.4 : Densimètre.

- **Mode opératoire :**

- Injecter 2 g d'échantillon dans l'appareil à l'aide d'une seringue.
- Attendre que l'appareil se stabilise.
- Noter la valeur de la densité.

II.3.2.2. Indice de réfraction 20 °C :

Les mesures des indices de réfraction des HE et des hydrolats sont effectuées à l'aide d'un réfractomètre digital de type Hanna HI 96801 couplé à un thermomètre (Figure II.5) au sein

de la faculté des sciences de l'université de Boumerdès. L'indice de réfraction s'affiche sur l'écran du réfractomètre en % Brix et varie en fonction de la température.



Figure II.5 : Réfractomètre.

- **Mode opératoire :**

- Appuyer sur le bouton d'allumage et attendre que l'appareil, préalablement étalonné, se stabilise.
- Verser l'échantillon sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur la touche READ. La valeur de l'indice de réfraction s'affiche ainsi sur l'écran.
- Une fois la valeur notée, ôter l'échantillon du puits de mesure à l'aide d'un tissu doux.
- Rincer soigneusement la cellule à l'eau distillée.

II.3.2.3. Miscibilité à l'éthanol :

La miscibilité à l'éthanol est déterminée par le volume (V) d'alcool nécessaire pour former avec 1ml d'HE un mélange limpide.

- **Mode opératoire :**

- Ajouter un volume (V) d'éthanol à 96% par fractions de 1 ml, à l'aide d'une pipette graduée, à 1 ml d'HE.
- Agiter le mélange après chaque ajout.
- Noter le volume d'éthanol additionné lorsque la solution devient limpide.

II.3.3. Propriétés chimiques :

II.3.3.1. Indice d'acide (I_a) : ISO 1242

L'indice d'acide (I_a) exprime le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans 2 g d'HE. Cette analyse a été effectuée au sein d'un laboratoire appartenant au département de chimie de la faculté des sciences de l'université de Boumerdès.

- **Mode opératoire :**

- Peser 2 g d'HE dans un bécher.

- Introduire dans ce bécher 5 ml d'éthanol à 95% et 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine.
- Procéder au titrage du liquide avec une solution de KOH (0,1M) contenue dans une burette jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante (Figure II.6).
- Noter le volume de la solution de KOH utilisé.



Figure II.6 : Couleur de la solution à titrer à l'équivalence.

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

$$I_a = \frac{V}{m} \times 5,61$$

Tel que :

V : volume de solution d'hydroxyde de potassium utilisé pour le titrage (ml).

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

5,61 : correspond à 0,1 mol/l de KOH ajoutée.

II.3.3.2. Indice d'iode (I_i) : (JO n° 9, 2013)

L'indice d'iode est la quantité d'iode susceptible d'être fixée par 100g de substance par la rupture de la double liaison. Les deux atomes d'iode se fixent sur les deux carbones voisins. Cette analyse a été effectuée au sein du laboratoire de contrôle de qualité « Madi Lab », Corso-Boumerdès.

- **Mode opératoire :**
 - Peser 0,2 g d'HE dans une fiole.
 - Introduire dans cette fiole 15 ml de chloroforme et 25 ml d'une solution Wij's & Iodine.
 - Agiter doucement et laisser le mélange 1heure à l'abri de la lumière.
 - Ajouter, au terme de cette durée, 20 ml d'une solution d'iodure de potassium (KI) et 150 ml d'eau distillée.

- L'excès d'iode est titré par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) en présence d'empois d'amidon jusqu'à qu'à la disparition de la couleur jaune orangée due à l'iode (Figure II.7).
- Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions que précédemment.

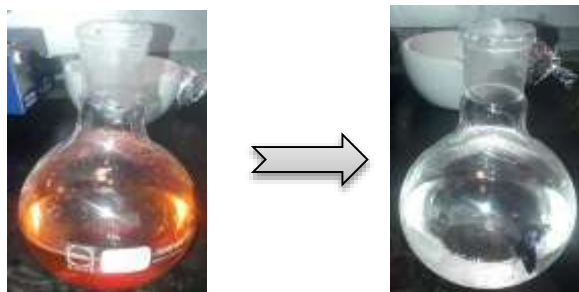


Figure II.7 : Couleur de la solution à titrer avant et après équivalence, respectivement.

L'indice d'iode est calculé selon la relation ci-dessous :

$$I_i = \frac{12,69 \times NT \times (V1 - V2)}{m}$$

Tel que :

NT: normalité de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

V1: volume de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc (ml).

V2: volume de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour la détermination de I_i (ml).

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

II.3.3.3. Indice de peroxyde (IP) : (JO n° 64, 2011)

L'indice de peroxyde s'intéresse au nombre d'oxygène actif dans les chaînes organiques d'un corps gras. Plus l'indice est élevé, plus la matière grasse est oxydée. Cette analyse a été effectuée au sein du laboratoire de contrôle de qualité « Madi Lab », Corso-Boumerdès.

- **Mode opératoire :**

- Peser 0,5 g d'HE dans une fiole.
- Introduire dans cette fiole 2,5 ml de chloroforme et 3,75 ml d'acide acétique.
- Boucher le flacon et agiter doucement pendant 1 minute.
- Laisser le mélange à l'abri de la lumière pendant 5 minutes à une température entre 15 °C et 25 °C.
- Ajouter, au terme de cette durée, 0,25 ml d'une solution d'iodure de potassium (KI) et 18,75 ml d'eau distillée.

- L'excès de peroxyde est titré par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) en présence d'empois d'amidon jusqu'à ce que la couleur marron, due à la peroxyde, disparaisse (Figure II.8).
- Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions que précédemment.



Figure II.8 : Couleur de la solution à titrer avant et après équivalence, respectivement.

L'indice de peroxyde est calculé selon la relation suivante :

$$\text{IP} = \frac{(\text{V2} - \text{V1}) \times \text{Cthio} \times \text{Cstand}}{\text{m}} \times 1000$$

Tel que :

V1: volume de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc (ml).

V2: volume de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour la détermination de l'IP (ml).

Cthio : la concentration approximative de la solution étalon de thiosulfate de sodium (0,01mol/l).

Cstand : Concentration exacte de la solution étalon de thiosulfate de sodium (0,1 mol/l) .

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

II.3.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse spectrale des HE et des hydrolats de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas a été effectuée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier au niveau du Centre de Recherche et de Développement (CRD) SONATRACH, Boumerdès. La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse qualitative permettant d'identifier les fonctions chimiques, principalement organiques. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier FTIR SP 2000 version 7 de marque Saia Monaco (Figure II.9).



Figure II.9 : Appareil FTIR.



Figure II.10 : Moule pour pastille.

• **Mode opératoire :**

- Mettre dans le moule de la presse une petite quantité de bromure de potassium (KBr) (Figure II.10).
- Lui soumettre une compression pour former une pastille d'un centimètre (1 cm) de diamètre.
- Verser quelques gouttes d'HE ou d'hydrolat à analyser sur la pastille préparée.
- Introduite la pastille dans l'appareil pour analyse.

II.3.5. Analyse chromatographique : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM)

La séparation, l'identification et la mesure quantitative des différents constituants des HE de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas ont été réalisées par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) au niveau du Centre de Recherche et de Développement (CRD) SONATRACH, Boumerdès. La CG-SM constitue la technique la plus employée dans le domaine des HE. L'appareil utilisé est de marque Agilent Technologie 7890 B (Figure II.11).



Figure II.11 : Appareil CG-SM Agilent Technologie 7890 B.

• **Mode opératoire :**

Les conditions opératoires des analyses CG-SM sont résumées dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 : Conditions opératoires des analyses CG-SM.

Composant	Particularité et température
CG	
Agilent Technologies	7890B
Injecteur	280 °C
Volume injecté	1 µl
Mode	Split
Gaz vecteur	Hélium, débit : 1,3 ml/min
Colonne	HP-5
Dimension de la colonne	Longueur : 30 m
	Diamètre interne : 0,32 mm
	Epaisseur de film : 0,25 mm
Température initiale	50°C
Programmation du four	5 °C/min → 150 °C
	14 °C/min → 250 °C
	10 °C/min → 300 °C
SM	
Agilent Technologies	5977A
Mode	Scan
Ionisation	Impact électronique à 70 eV
Température source d'ion	230 °C
Température MS, quadripôle	150 °C

L'identification des différents composés volatils contenus dans l'échantillon à analyser, leurs indices de rétention ainsi que leurs pourcentages respectifs sont établis par les logiciels NIST MS et MassHunter.

II.4. Formulation d'un gel anti-inflammatoire et étude de sa stabilité :

II.4.1. Formulation d'un gel anti-inflammatoire :

Le gel anti-inflammatoire, étudié dans ce mémoire, a été formulé au sein du laboratoire parapharmaceutique "Laboratoire SPIC" qui se trouve à El Mohammadia, Alger.

II.4.1.1. Composition :

La composition du gel anti-inflammatoire a été inspirée du gel de massage chauffant pour les douleurs musculaires "XETHOL" qu'est commercialisé par "Laboratoire SPIC"(Figure II.12).

La composition du gel anti-inflammatoire, dans lequel les HE et les hydrolats de citronnelle et du cèdre d'Atlas ont été valorisés, est résumée dans le Tableau II.2.



Figure II.12 : XETHOL.

Tableau II.2 : Composition du gel anti-inflammatoire.

	Constituants	Pourcentages (%)
Phase aqueuse	- Hydrolats de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas - Eau déminéralisée - Carbopol (gélifiant)	78,5
Phase huileuse	- Ethanol - Menthol - Sorbitol - Acide salicylique	21,3
Principes actifs	- HE de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas	0,2

Les fiches techniques des différents constituants rentrant dans la composition du gel anti-inflammatoire sont regroupées (Voir Annexe).

II.4.1.2. Protocole de préparation :

- Peser tous les constituants séparément.
- Mettre, sous agitation par un aimant, un bécher contenant de l'eau et les hydrolats. Lui ajouter au fur et à mesure le carbopol jusqu'à dissolution totale. La phase aqueuse est ainsi obtenue.
- Mélanger dans un autre bécher l'éthanol, le sorbitol, le menthol et l'acide salicylique jusqu'à obtention d'une phase huileuse homogène. Ajouter ensuite les HE et homogénéiser parfaitement l'ensemble par agitation. La phase huileuse est ainsi prête.
- Mélanger graduellement les deux phases (i.e. Huileuse et aqueuse) à l'aide d'une spatule jusqu'à épaississement et transférer la préparation obtenue dans un flacon approprié.

Les principales étapes de préparation du gel anti-inflammatoire sont illustrées dans la Figure II.13 ci-dessous

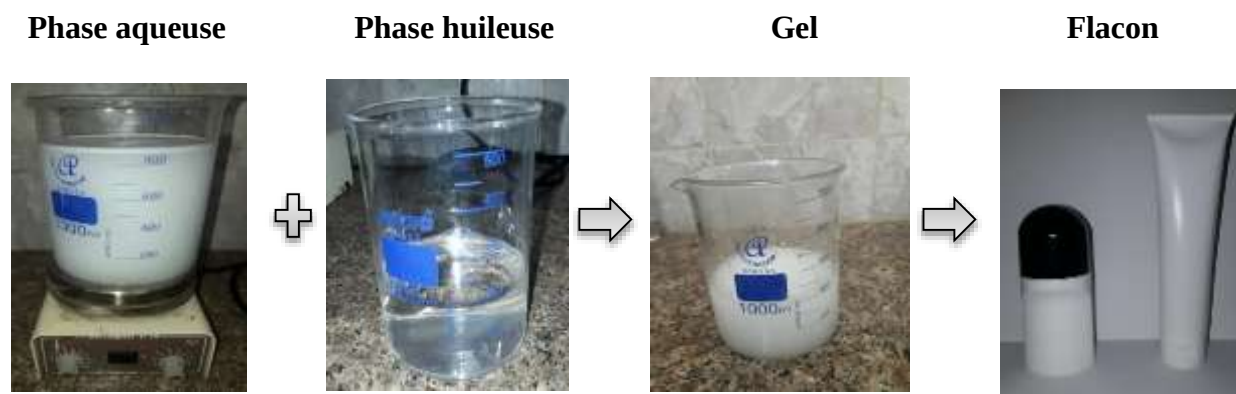


Figure II.13 : Etapes de formulation du gel anti-inflammatoire.

II.4.2. Etude de stabilité :

L'étude de stabilité du gel anti-inflammatoire formulé a été suivie chaque semaine, pendant 1 mois, par des observations macroscopiques, des mesures du pH, des analyses spectroscopiques IRTF et par des observations microscopiques.

II.4.2.1. Propriétés organoleptiques :

Les propriétés organoleptiques de la formulation relevées sont : l'aspect et l'odeur.

II.4.2.2. Observations macroscopiques :

L'observation macroscopique, à l'œil nu directement sur le gel, est un test d'acceptabilité de l'utilisateur. Les principaux caractères observés suivis sont : la couleur, la consistance et l'homogénéité de la préparation.

II.4.2.3. Potentiel d'hydrogène (pH) :

Le pH de la formulation est mesuré, sur le gel fraîchement formulé puis chaque semaine, à l'aide d'un papier pH (voir partie II.3.2.1.).

II.4.2.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTf) :

L'appareil employé pour cette analyse est un spectromètre infrarouge Nicolet iS10 FTIR utilisant la technique de réflectance totale atténuée (ATR de l'anglais Attenuated Total Reflectance) (Figure II.14). Ce dernier se trouve au niveau du Laboratoire de Traitement et de Mise en Forme des Polymères (LTMFP) de l'université de Boumerdès.



Figure II.14 : Appareil IR ATR Nicolet iS10 FTIR.

- **Mode opératoire :**

Mettre l'échantillon sur la cellule ATR (cristal en ZnSe) et procéder à l'analyse.

II.4.2.5. Observations microscopiques :

Les observations microscopiques du gel anti-inflammatoire sont exécutées, au sein d'une salle d'observation appartenant au département de biologie de la faculté des sciences de l'université de Boumerdès, à l'aide d'un microscope optique de marque OPTIKA, équipé avec une caméra de marque OPTIKAM (Figure II.15). Le microscope est muni d'un objectif

permettant de grossir 4 x 10 fois l'image d'un objet de petites dimensions afin qu'il soit observable par l'œil humain.

Ces observations microscopiques ont été effectuées en vue de contrôler l'homogénéité ou l'hétérogénéité de la formulation ainsi que de suivre et de déterminer les tailles des gouttelettes au cours du temps.



Figure II.15 : Microscope optique.

- **Mode opératoire :**

- Brancher le microscope et allumer la lampe.
- Disposer l'échantillon sur la lame et le couvrir d'une lamelle.
- Placer la préparation microscopique (avec la lamelle orientée vers le haut) à observer sur la platine au-dessus du trou et fixer la lame sur la platine avec les valets.
- Sélectionner l'objectif de grossissement 4x10 au-dessus de la préparation en faisant pivoter la tourelle.
- Regarder dans l'oculaire et ajuster l'objectif jusqu'à obtention d'une image nette.
- Procéder à la capture de l'image.

II.5. Conclusion :

Les caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles et de leurs hydrolats respectifs ont été déterminé afin d'évaluer leurs qualités commerciales.

Vu que ces caractéristiques physiques et chimiques sont insuffisantes pour déterminer la composition chimique des huiles essentielles et des hydrolats, des analyses spectrales et chromatographiques ont été ajoutées.

La formulation d'un gel anti-inflammatoire, dans lequel les HE et les hydrolats étudiés ont été valorisés, et l'étude de sa stabilité au cours du temps représentent une valeur ajoutée dans ce mémoire.

Chapitre III :

Résultats et discussions

III.1. Introduction :

L'analyse des HE est des hydrolats une opération délicate, qui nécessite la mise en œuvre de plusieurs techniques.

Dans le présent chapitre, sont exposés les résultats des différentes analyses des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas en l'occurrence les résultats des caractéristiques organoleptiques et des essais expérimentaux physiques, chimiques, spectroscopiques et chromatographiques accompagnés de leurs interprétations. Cette partie sera suivie par les résultats de l'étude de la stabilité, pendant un mois, du gel anti-inflammatoire formulé. Cette étude permet d'obtenir des informations quant aux différents changements qui peuvent se produire dans le gel anti-inflammatoire au cours du temps.

L'objectif du présent chapitre est d'obtenir une meilleure connaissance des propriétés des HE et des hydrolats étudiées et de recueillir un maximum d'informations permettant de les utiliser dans une formulation, qui sera étudiée à son tour pour vérifier sa stabilité.

III.2. Caractérisation des HE et des hydrolats :

III.2.1. Caractéristiques organoleptiques :

Les HE sont majoritairement des liquides volatils de couleur jaunâtre dont les odeurs sont très variables. De plus elles possèdent des notes olfactives proches des arômes originaux des plantes fraîches utilisées. Les odeurs d'herbes dégagées rappellent ainsi les plantes fraîches.

Les propriétés organoleptiques (aspect, couleur et odeur) des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas (Figure III.1) sont regroupées dans le Tableau III.1.

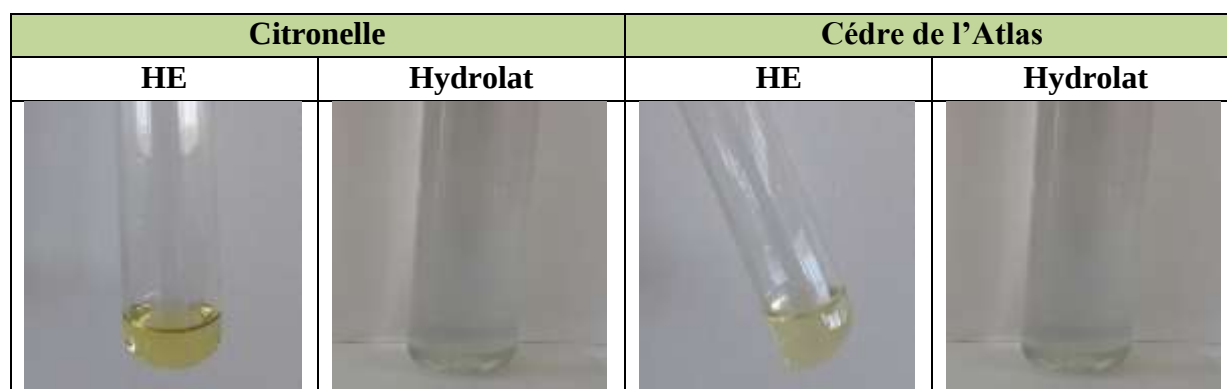


Figure III.1 : Photos des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas respectivement.

Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas.

	Apparence	Couleur	Odeur
HE de citronnelle	Liquide mobile limpide	Jaune pâle	Fraîche, citronnée
Hydrolat de citronnelle	Liquide	Transparente	Fraîche, citronnée
HE du cèdre de l'Atlas	Liquide	Transparente à Jaune claire	Boisée (odeur du cèdre)
Hydrolat du cèdre de l'Atlas	Liquide	Transparente	Boisée (odeur du cèdre)

Les HE étudiées sont des liquides jaunes à jaunes pâles alors que leurs hydrolats sont transparents. La couleur transparente de ces hydrolats est due à leur richesse en eau. Les paramètres organoleptiques des HE de citronnelle sont en accord avec ceux répertoriés dans la norme ISO 3217 (voir I.6.1.9). Ceux des HE du cèdre de l'Atlas sont en accord avec la littérature (Merck, 2015 et Cedar Oil Industries, 2006) (voir I.6.2.8). Aucune comparaison n'a pu être effectuée concernant les caractéristiques organoleptiques des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas car aucune norme n'a été établie pour les hydrolats à ce jour.

III.2.2. Propriétés physiques :

Les Propriétés physiques des HE et des hydrolats étudiés sont regroupés dans le Tableau III.2 ci-dessous.

Tableau III.2 : Propriétés physiques des HE et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas.

	HE de citronnelle	Hydrolat de citronnelle	HE du cèdre de l'Atlas	Hydrolat du cèdre de l'Atlas
Densité relatives à 20 °C	0,891	0,998	0,943	0,998
Indice de réfraction	1,488	1,333	1,504	1,333
Miscibilité à l'éthanol à 96%	Non-miscible (1V/11V _{EtOH}) 	/	Miscible (1V/1V _{EtOH}) 	/

Densité relative à 20 °C :

La densité d'une HE constitue un critère très important pour évaluer sa qualité dans différents domaines. Elle peut facilement donner un aperçu sur la naturalité du produit (Laama, 2015).

Tableau III.2 montre que la densité relative de l'HE de citronnelle (0,891) est comprise dans l'intervalle de la norme ISO 3217. La densité relative de l'HE du cèdre l'Atlas (0,943) est en accord avec la littérature (Merck, 2015). D'après Benikhlef (2014) une grande valeur de la densité correspond à une faible teneur en monoterpènes dans la substance étudiée. Ces résultats présument que l'HE de citronnelle qui a une densité relative inférieure à celle du cèdre de l'Atlas contient plus de monoterpènes dans sa composition.

La densité relative des hydrolats est proche de celle de l'eau qui égale à 1. Ces résultats s'expliquent par la richesse des hydrolats en eau. Aucune norme ni résultats dans la littérature, concernant la densité relative des hydrolats, n'ont été trouvés. C'est pourquoi il n'a pas été possible de faire une comparaison avec les résultats obtenus.

Indice de réfraction à 20 °C :

Selon Laam (2015) l'indice de réfraction des HE est généralement élevé par rapport à celui de l'eau. Le Tableau III.2 montre que les valeurs des indices de réfraction des HE de la citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont 1,488 et 1,504 respectivement. Ces valeurs sont supérieures à celle de l'eau à 20°C (1,336) et à celle de l'huile d'olive à 20°C (1,468) (Abadlia et Chebbour, 2014). L'indice de réfraction de l'HE de citronnelle est de 1,488. Ce résultat est conforme à la norme ISO 3217.

Généralement l'indice de réfraction est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des HE. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande (Abadlia et Chebbour, 2014). Ce qui est confirmé par la valeur de l'indice de réfraction de l'HE de citronnelle.

Les indices de réfraction des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont les mêmes (1,336). Leurs valeurs sont très proches à celle de l'eau. Ces résultats confirment la richesse des hydrolats en eau.

Miscibilité à l'éthanol :

Le Tableau III.5 regroupe les résultats et les constats obtenus pour l'étude de la miscibilité à l'éthanol des HE. Ce tableau montre que la miscibilité à l'éthanol de l'HE du cèdre de l'Atlas est d'un volume d'HE pour un volume d'éthanol tandis qu'il n'y a pas de miscibilité pour l'HE de citronnelle pour un volume d'HE et onze volume d'éthanol.

III.2.3. Propriétés chimiques :

III.2.3.1. Indice d'acide (I_a) :

L'indice d'acide indique la susceptibilité de l'huile à subir des alternations, notamment l'oxydation, et il caractérise la pureté et la stabilité de ces huiles (Seddik, 2010). Le Tableau III.6 montre que l'HE de citronnelle présente un indice d'acide de 1,402 mg de KOH/g d'huile. Ce dernier est plus élevé par rapport à celui du cèdre de l'Atlas qui est de 1,122 mg de KOH/g d'huile. Ces valeurs restent largement inférieures au maximum admis par le CODEX STAN 19-1981 qui préconise des valeurs inférieures à 4 mg de KOH/g d'huile pour les huiles végétales. Ces résultats montrent la bonne conservation des HE étudiées.

Tableau III.3 : Indices d'acide pour les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas.

	HE de citronnelle	HE du cèdre de l'Atlas
Indices d'acide (I_a) (mg de KOH/g d'huile)	1,402	1,122

III.2.3.2. Indice d'iode (I_i) :

L'indice d'iode est lié au degré d'insaturation des chaînes carbonées des acides libres présents dans les HE. Cette insaturation se présente sous la forme de doubles liaisons. L'indice d'iode d'une huile n'indique pas la position des doubles liaisons ni la quantité de carbone oléfinique mais fournit plutôt un état global d'insaturation des HE, de sorte qu'il n'est pas possible d'indiquer la position des doubles liaisons qui sont plus susceptibles à l'oxydation et ça prouve la présence d'acides gras insaturés (El majidi et Bader, 2015).

L'indice d'iode de l'HE du cèdre de l'Atlas s'est avéré être de 28,55g de I_2 /100g d'huile (Tableau III.4). Ce résultat est inférieur à celui de citronnelle qui est de 69,80 g de I_2 /100g l'huile (Tableau III.4). Ceci signifie que l'HE de citronnelle présente un degré assez élevé d'acides gras insaturés par rapport à l'HE du cèdre de l'Atlas et suppose un plus grand nombre de doubles liaisons dans l'HE de citronnelle.

Tableau III.4 : Indices d'iode des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas.

	HE de citronnelle	HE du cèdre de l'Atlas
Indices d'iode (I_i) (g de I_2 /100g d'huile)	69,80	28,55

II.2.3.3. Indice de peroxyde (IP) :

L'indice de peroxyde est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extractions. Il permet d'apprécier d'éventuelles oxydations dans l'HE. Plus l'indice de peroxyde est élevé plus la substance contient des composés oxygénés (Louni, 2009). D'après les résultats regroupés dans le Tableau III.8 l'indice de peroxyde de l'HE de citronnelle est supérieur à celui du cèdre de l'Atlas. Ceci est probablement dû à la richesse de l'HE de citronnelle en composés oxygénés par rapport à l'HE du cèdre de l'Atlas et qui joue un rôle important dans la variation de l'indice d'acide. À indiquer aussi que la qualité temporelle de l'HE est meilleure lorsque l'indice de peroxyde est faible (Meftahizade et al., 2010). Donc la qualité temporelle de l'HE du cèdre de l'Atlas est meilleure que celle de citronnelle.

Tableau III.5 : Indices de peroxyde des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas.

	HE de citronnelle	HE du cèdre de l'Atlas
Indices de peroxyde (IP) (még d'oxygène actif/kg d'huile)	3,00	2,80

Il n'existe pas de maximum officiel à respecter pour l'indice de peroxyde des HE mais il peut être retenu que les huiles végétales doivent avoir un indice de peroxyde inférieur à 10 - 15 még d'oxygène actif/kg d'huile (CODEX STAN 19-1981). Donc les HE étudiées sont conformes au CODEX STAN 19-1981.

III.2.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'identification des fonctions chimiques en spectroscopie IR facilite la comparaison entre les HE et les hydrolats. Elle permet aussi de réaliser une corrélation entre les données d'identification par CG-SM et les résultats d'analyse par spectroscopie IR. Les spectres IR des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont illustrés dans les Figures III.2 et III.4 respectivement. Les nombres d'ondes ainsi que leurs interprétations aussi bien pour l'HE de citronnelle que celle du cèdre de l'Atlas sont récapitulés dans les Tableaux III.9 et III.11 respectivement. Les spectres IR et les nombres d'ondes avec leur interprétation pour les hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont représentés et regroupés dans les Figures III.3 et III.5 et les Tableaux III.6 et III.9 respectivement.

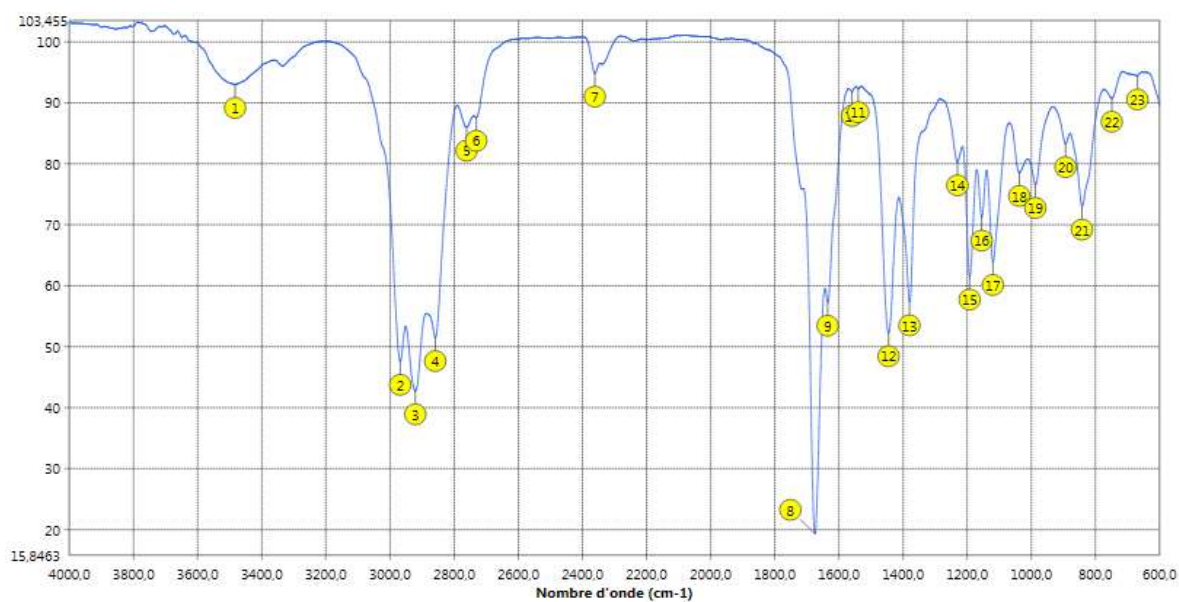


Figure III.2 : Spectre infra-rouge de l'HE de citronnelle.

Tableau III.6 : Fonctions chimiques d'HE de citronnelle.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures
3483,0	O-H	Elongation
2968,0	-CH ₃	Elongation
2921,0	-CH ₂ -	Elongation
2859,0	C-H	Elongation
2761,0	C-H	Elongation
2731,0	C-H	Elongation
1675,0	C=C	Elongation
1635,0	C=C	Elongation
1559,0	C=C	Elongation
1540,0	C=C	Elongation
1445,0	CH ₂	Déformation
1380,0	-CH ₃	Déformation
1230,0	C-O	Elongation
1192,0	C-O	Elongation
1155,0	C-O	Elongation
1120,0	C-O	Elongation
1037,0	C-O	Elongation
987,0	=C-H	Déformation
893,0	=C-H	Déformation
842,0	=C-H	Déformation
749,0	=C-H	Déformation
669,0	=C-H	Déformation

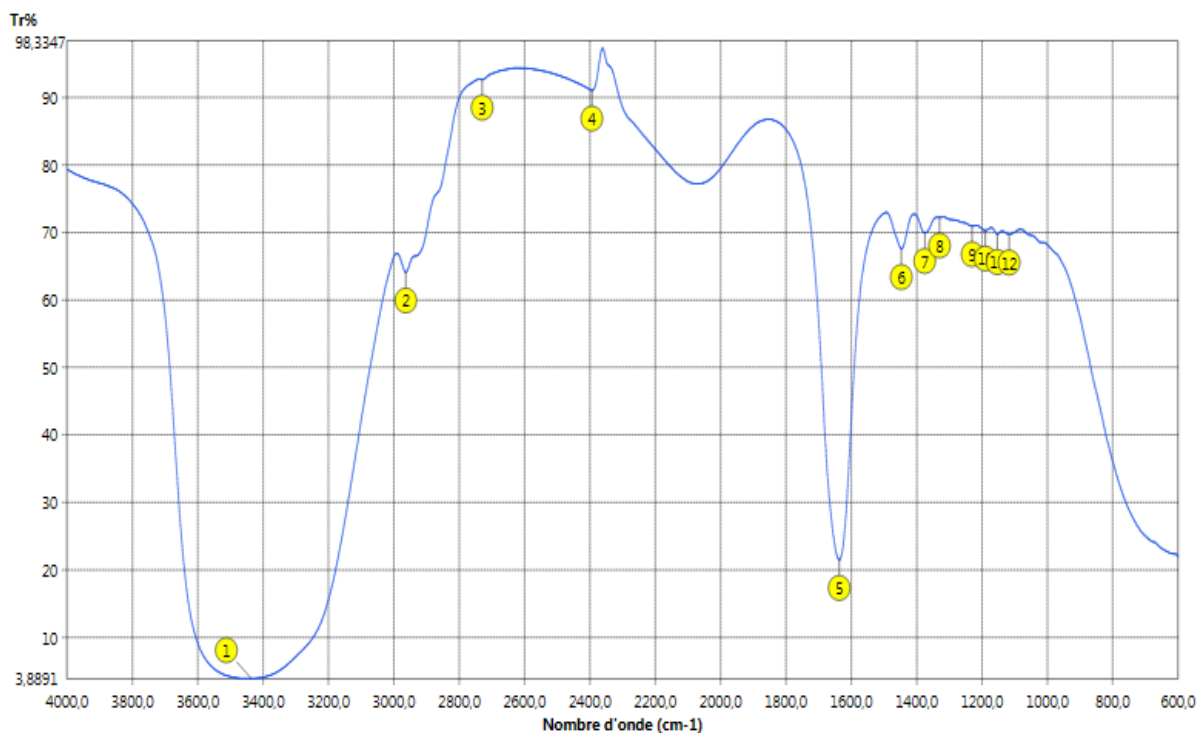


Figure III.3 : Spectre infra-rouge de l'hydrolat de citronnelle.

Tableau III.7 : Fonctions chimiques de l'hydrolat de citronnelle.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures
3436,0	O-H	Elongation
2963,0	-CH ₃	Elongation
2730,0	C-H	Elongation
1637,0	C=C	Elongation
1447,0	CH ₂	Déformation
1375,0	-CH ₃	Déformation
1330,0	C-O	Déformation
1230,0	C-O	Elongation
1190,0	C-O	Elongation
1153,0	C-O	Elongation
1117,0	C-O	Elongation

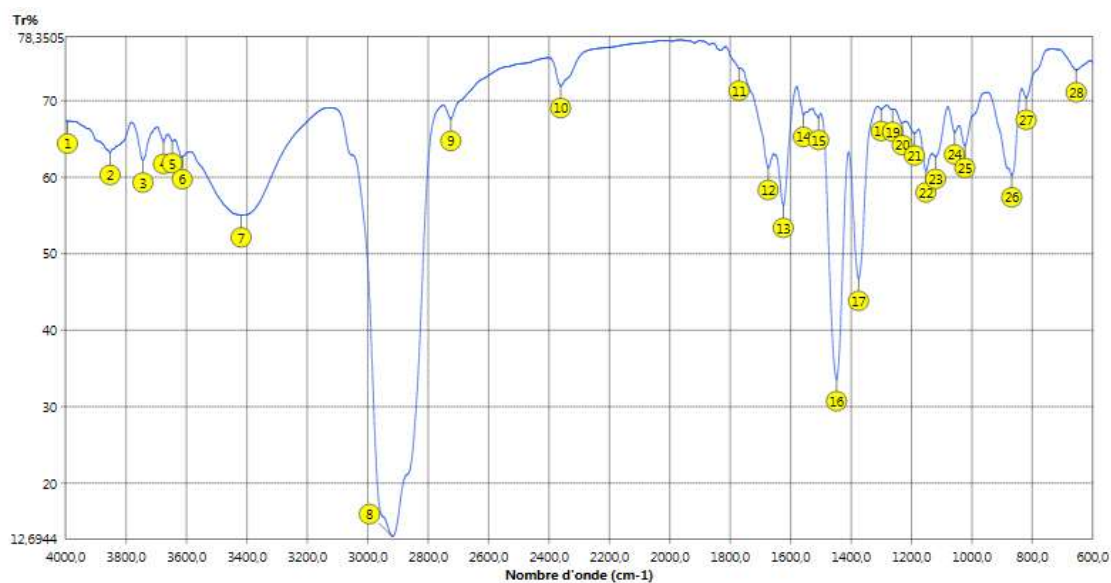


Figure III.4 : Spectre infra-rouge d'HE du cèdre d'Atlas.

Tableau III.8 : Fonctions chimiques de l'HE du cèdre d'Atlas.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Nature
3647,0	O-H	Elongation
3614,0	O-H	Elongation
3419,0	O-H	Elongation
2918,0	-CH ₂ -	Elongation
2725,0	C-H	Elongation
1771,0	C=O	Elongation
1674,0	C=C	Elongation
1624,0	C=C	Elongation
1558,0	C=C	Elongation
1507,0	C-C	Elongation
1448,0	C=C	Elongation
1375,0	-CH ₃	Déformation
1300,0	C-O	Elongation
1262,0	C-O	Elongation
1230,0	C-O	Elongation
1190,0	C-O-C	Elongation
1152,0	C-O	Elongation
1120,0	C-O	Elongation
1057,0	C-O	Elongation
1023,0	C-O	Elongation
868,0	=C-H	Déformation
820,0	=C-H	Déformation
654,0	≡C-H	Déformation

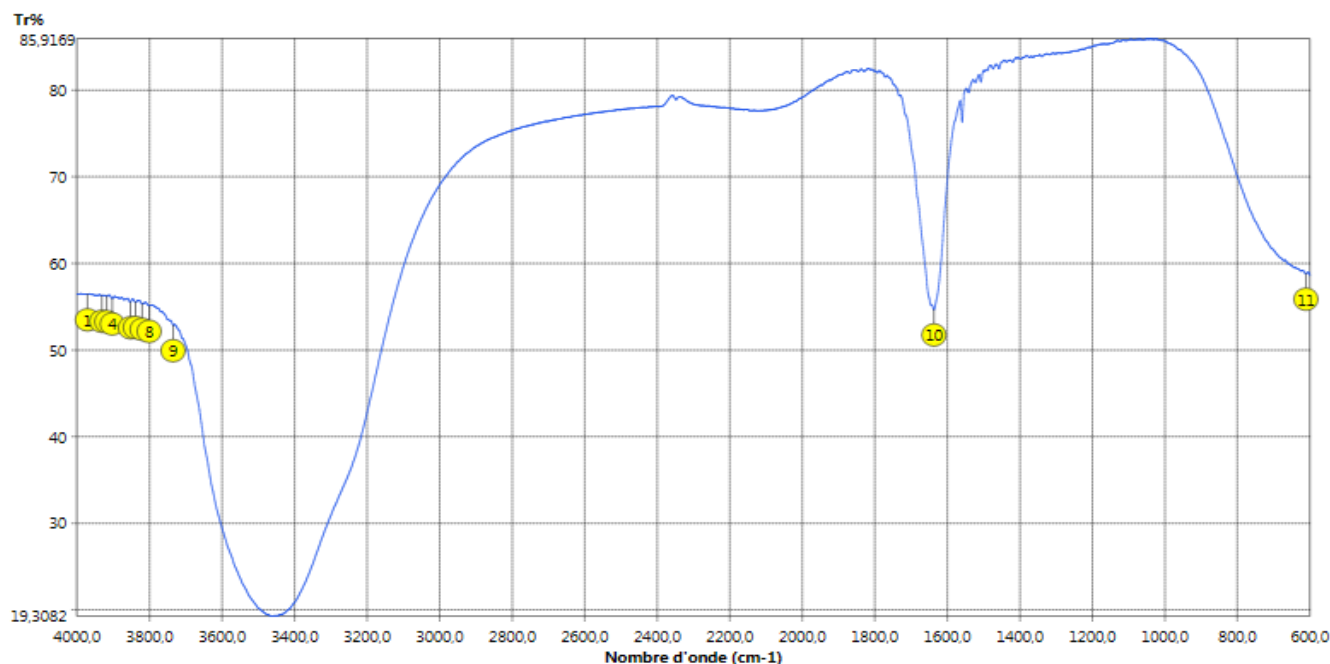


Figure III.5 : Spectre infra-rouge de l'hydrolat du cèdre de l'Atlas.

Tableau III.9 : Fonctions chimiques de l'hydrolat du cèdre d'Atlas.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Nature
1637,0	C=C	Elongation
611,0	≡C-H	Déformation

L'analyse IR a relevé que l'HE de citronnelle contient diverses fonctions chimiques qui sont principalement des acides carboxyliques, des alcools, des alcanes, des alcènes, des aldéhydes, des aromatiques et des éthers. Des pics similaires ont été observés dans les travaux de Jamuna et al., (2017) et de Munhuweyi et al., (2017).

Les spectres IR de l'HE du cèdre de l'Atlas ont révélés la présence de plusieurs fonctions chimiques en l'occurrence des alcools, des alcanes, des alcènes, des aldéhydes, des éthers, aromatiques, des esters, des alcynes et des acides carboxyliques. Il n'a pas été possible de comparer le spectre IR de l'HE du cèdre de l'Atlas car aucun travail similaire n'a été trouvé dans la littérature.

Les résultats des analyses IR des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas supposent la présence des molécules contenant les fonctions précédemment citées que l'analyse par GC-MS confirmera. Ces constats confirment aussi les résultats obtenus dans la partie III.2.3. concernant la présence d'acides insaturés et de doubles liaisons qui sont justifiés par un indice d'iode élevé.

Les hydrolats sont des eaux florales qui contiennent majoritairement les mêmes fonctions que leurs HE avec une différence d'intensité des pics et une absence de quelques fonctions, dans

l'hydrolat, due à leur évaporation lors du procédé d'extraction. Le Tableau III.7 montre la présence, dans l'hydrolat de citronnelle, des fonctions alcools, alcanes, aldéhydes et alcènes. Ces fonctions sont similaires à celle trouvée dans l'HE de la citronnelle. Le Tableau III.9 montre aussi que l'hydrolat du cèdre de l'Atlas ne contient que deux fonctions seulement (alcènes et alcynes) et qui sont à leur tour présentes dans l'HE du cèdre de l'Atlas.

III.2.5. Analyse chromatographique : CG-SM

III.2.5.1. Analyse chromatographique de l'HE de citronnelle :

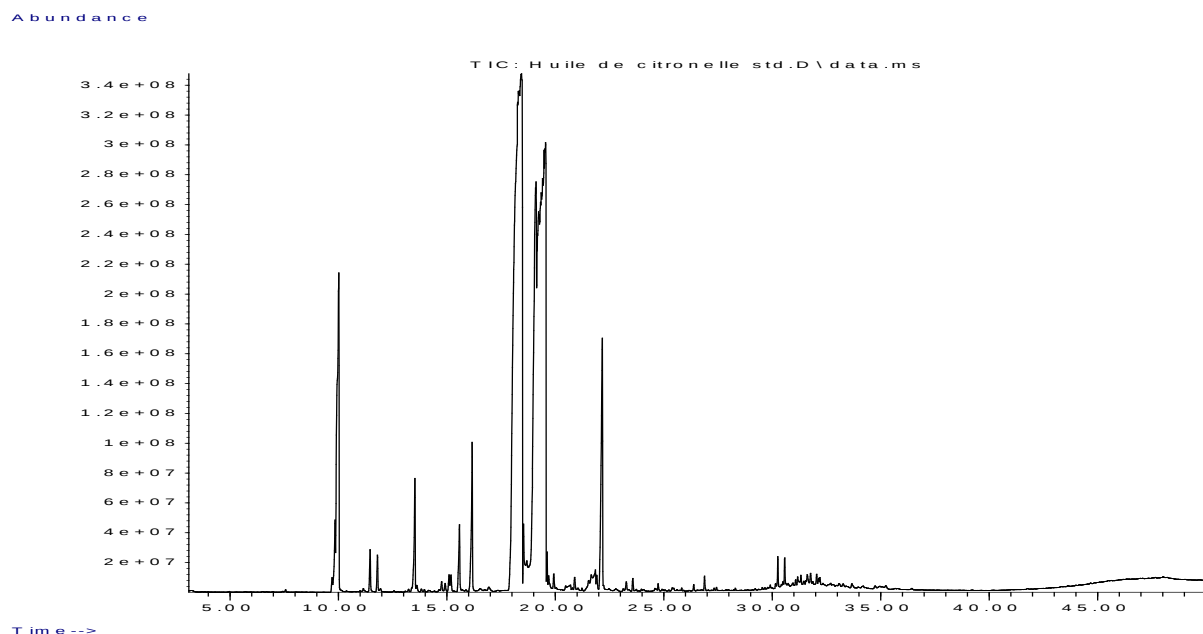


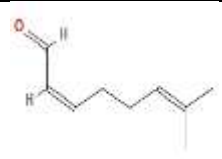
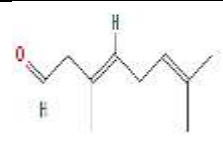
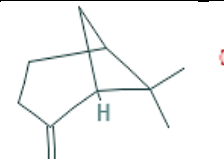
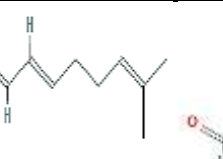
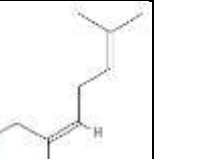
Figure III.6 : Chromatogramme CG-SM de l'HE de citronnelle.

Tableau III.10 : Composition chimique de l'HE de citronnelle.

N°	IR	Composés identifiés	Formules brutes	Classes chimiques	Pourcentages (%)	Références
1	986	6-methyl-5-Hepten-2-one	C ₈ H ₁₄ O	Cétone	0,28	a; b; c.
2	979	β-Pinene	C ₁₀ H ₁₆	Alcène	5,78	a; b.
3	1049	E-β-Ocimene	C ₁₀ H ₁₆	Alcène	0,43	c.
4	1038	Z-β-Ocimene	C ₁₀ H ₁₆	Alcène	0,35	c.
5	1099	Linalool	C ₁₀ H ₁₈ O	Alcool	0,10	a.
6	1276	Citral	C ₁₀ H ₁₆ O	Aldéhyde	0,13	a; c; e.
7	1153	Trans-chrysanthemal	C ₁₀ H ₁₆ O	Aldéhyde	0,12	f.
8	1153	Citronellal	C ₁₀ H ₁₈ O	Aldéhyde	0,78	a; c; d.
9	1170	Isoneral	C ₁₀ H ₁₆ O	Aldéhyde	1,91	d.
10	1185	Isogeranial	C ₁₀ H ₁₆ O	Aldéhyde	41,77	c.
11	1240	Neral	C ₁₀ H ₁₆ O	Aldéhyde	43,75	a; c; d; e.
12	1270	Geranial	C ₁₀ H ₁₆ O	Aldéhyde	3,78	c; e.
13	1382	Geranyl acetate	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	Ester	0,09	a; c; d; e.
14	1419	β-Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	0,12	d; e.
15	1435	α-Bergamotene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	0,06	f.
16	1491	α-Famesene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	0,05	b; c.
17	1581	Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	Epoxyde	0,12	d; e.
18	1636	Selin-6-en-4α-ol	C ₁₅ H ₂₆ O	Alcool	0,21	/
19	1960	m-Camphorene	C ₂₀ H ₃₂	Alcène	0,19	/
Monoterpènes oxygénés						92,33
Hydrocarbures monoterpéniques						6,56
Sesquiterpènes oxygénés						0,33
Hydrocarbures sesquiterpéniques						0,31
Diterpènes						0,19
Autres						0,28
Totale						100,00

a : (Dégnon et al, 2016); b : (Munhuwey et al, 2017); c : (Souza Alves, 2019); d : (Koba et al, 2004); e : (Kessiane et al, 2018); f : (Tajidin et al, 2012).

Tableau III.11 : Composés majoritaires de l'HE de citronnelle.

HE	Citronnelle				
Composés majoritaires	Neral	Isogeranial	β-Pinene	Geranial	Isoneral
Structures chimiques					

III.2.5.2. Analyse chromatographique du cèdre de l'Atlas :

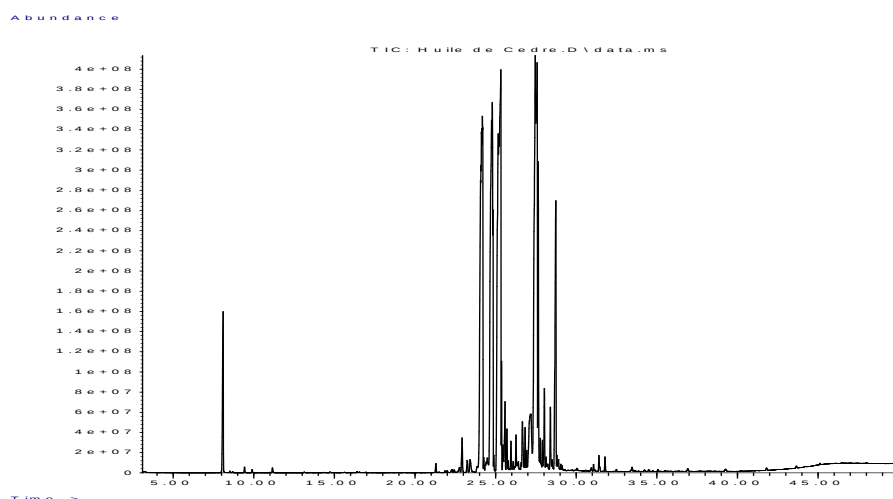


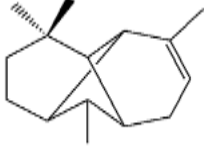
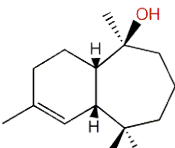
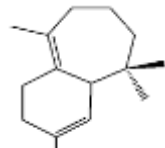
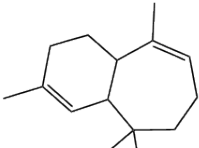
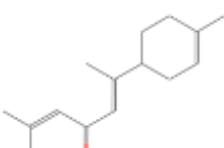
Figure III.7 : Chromatogramme CG-SM de l'HE du cèdre de l'Atlas.

Tableau III.12 : Compositions chimiques de l'HE du cèdre de l'Atlas.

N°	IR	Composés identifiés	Formules brutes	Classes chimiques	Pourcentages (%)	Références
1	937	α -Pinene	C ₁₀ H ₁₆	Alcène	2,70	a; b; d.
2	1405	Longifolene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	0,57	b.
3	1449	α -Himachalene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	18,21	b; c.
4	1482	γ -Himachalene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	17,71	b; c.
5	1353	α -Longipinene	C ₁₅ H ₂₄	Alcène	23,35	b.
6	1516	α -Dehydro-ar-himachalene	C ₁₅ H ₂₀	Alcène	0,60	b.
7	1544	γ -calacorene	C ₁₅ H ₂₀	Alcène	0,82	b.
8	1542	aR-Himachalene	C ₁₅ H ₂₂	Alcène	0,51	b.
9	1564	E-Nerolidol	C ₁₅ H ₂₆ O	Alcool	0,35	/
10	1581	Oxidohimachalene	C ₁₅ H ₂₂ O	Alcène	0,35	c.
11	1592	Longibomeol	C ₁₅ H ₂₆ O	Alcool	0,84	b; c.
12	1615	(+)- β -Himachalene Oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	Epoxyde	0,44	b; e.
13	1589	Calarene epoxide	C ₁₅ H ₂₄ O	Epoxyde	0,17	a.
14	1647	Himachalol	C ₁₅ H ₂₆ O	Alcool	23,29	b; c.
15	1674	Allo-himachalol	C ₁₅ H ₂₆ O	Alcool	3,26	b.
16	1717	(Z)- α -Atlantone	C ₁₅ H ₂₂ O	Cétone	0,73	b; c.
17	1695	Valerenol	C ₁₅ H ₂₄ O	Alcool	0,74	a.
18	1773	(E)- α -Atlantone	C ₁₅ H ₂₂ O	Cétone	5,38	b; c.
Hydrocarbures monoterpéniques						2,70
Sesquiterpènes oxygénés						35,52
Hydrocarbures sesquiterpéniques						61,77
Totale						99,99

a : (Junheon Kim et al, 2016); **b** : (A. Uehara et al, 2017); **c** : (Badr Satran et al., 2006); **d** : (M. Dakir et al, 2014); **e** : (Zoghbi et al, 2002).

Tableau III.13 : Composés majoritaires de l'HE du cèdre de l'Atlas.

HE	Cèdre de l'Atlas				
Composés majoritaires	α -Longipinene	Himachalol	α -Himachalene	γ -Himachalene	(E)- α -Atlantone
Structures chimiques					

III.2.5.3. Interprétation des résultats d'analyses chromatographiques des HE étudiées :

Une HE est un mélange de nombreuses molécules chimiques, dont chaque composant est représenté par un pic dans les chromatogrammes des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas respectivement (Figures III.6 et III.7).

L'analyse qualitative et quantitative par GC-MS a permis d'identifier respectivement 19 et 18 composés pour les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas (Tableaux III.10 et III.12).

L'HE de citronnelle est constituée majoritairement de Neral (43,74%), d'Isogeranial (41,77%) et de β -Pinene (5,77%). Les structures chimiques de ces composés sont représentées dans le Tableau III.14. L'HE de citronnelle contient également d'autres composés avec de faibles teneurs comme : Geranial (3,78%), Isoneral (1,90%), Citronnellal (0,77%). Ces résultats se rapprochent de ceux obtenus par l'étude de l'HE de citronnelle du Bénin (Degnon et al., 2016) qui ont montré que l'HE de citronnelle du Bénin qu'ils ont étudié a pour composés majoritaires le Géranial (41,3%), le Néral (33%) et le Myrcène (10,4%), et dans une moindre mesure d'autres composés parmi eux : Geraniol (6,6%), Acétate de geranyle (2,4%) et 6-méthyl-hep-5-èn-2-one (1,2%) . Kessiane et al. (2018) ont trouvé que l'HE de citronnelle du Brésil est majoritairement composée de : Geranial (53,2%), Neral (36,37%), Geraniol (2,66%), Geranyl acetate (1,5%), et de trans-Caryophyllene (1,03%). Il est à noter que Selin-6-en-4 α -ol et m-Camphorene n'ont pas été trouvés dans aucun tableau GC-MS publiés dans la littérature.

L'analyse GC-MS de l'HE du cèdre de l'Atlas (Tableau III.12) montre qu'elle est constituée majoritairement de : α -Longipinene (23,34%), Himachalol (23,29%), α -Himachalene (18,21%) et γ -Himachalene (17,7%). Les structures chimiques respectives de ces composés sont représentées dans le Tableau III.16. L'HE du cèdre de l'Atlas contient également d'autres composants tels-que (E)- α -Atlantone (5,38%), Allo-himachalol (3,25%) et l' α -Pinene (2,7%). Ces résultats concordent avec ceux de Ayaka Uehara et al. (Maroc, 2017) qui ont trouvés que la composition de leur HE du Maroc est dominée par β -Himachalene (33,45%), α -

Himachalene (12,74%), γ -Himachalene (8,31%), (E)- α -Atlantone (6,23%), α -dehydro-ar-Himachalene (3,11%) et γ -Cadinene (2,78%). Les travaux de Badr Satrani et al. (Maroc, 2013) ont révélé que l'HE du cèdre de l'Atlas du Maroc analysée pouvait contenir (E)- α -Atlantone avec un pourcentage élevé (28,75%) et β -Himachalene (14,62%), α -Himachalene (5,72%), (Z)- α -Atlantone (5,16%), γ -Himachalene (4,82%). Il est à noter que E-Nerolidol n'a pas été trouvés dans aucun tableau GC-MS publiés dans la littérature.

Les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont de ce fait composées d'hydrocarbures représentés par des monoterpènes, des sesquiterpènes, des dérivés oxygénés ainsi que d'autres composés à des teneurs variables d'une HE à une autre (Tableaux III.10 et III.12). Cependant les diterpènes (0,18%) présents dans l'HE de citronnelle sont totalement absents dans l'HE du cèdre de l'Atlas.

Les teneurs en dérivés oxygénés des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont d'environ 93% et 36% respectivement. Ces résultats confirment les valeurs des indices d'iode et de peroxyde obtenus pour les HE étudiées (Tableaux III.4 et III.5).

Les pourcentages en monoterpènes dans les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont d'environ 7% et 3% respectivement. Ces valeurs sont en accord avec les mesures des densités relatives des HE étudiées (Tableau III.3).

Les résultats de l'analyse GC-MS des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont également en accord avec ceux obtenus par l'analyse IR (voir partie III.2.4.).

III.3. Etude de stabilité du gel anti-inflammatoire formulé :

Les résultats regroupés dans cette partie du travail ont été obtenus suite à un suivi de la formulation une fois par semaine pendant un mois.

III.3.1. Propriétés organoleptiques :

Le Tableau III.14 ci-dessous résume les propriétés organoleptiques (aspect et odeur) du gel formulé.

Tableau III.14 : Propriétés organoleptiques du gel antiinflammatoire.

Temps	Aspect	Odeur
Jour 1	Onctueux	Mentholée, citronnée, fraîche
Jour 7	Onctueux	Mentholée, citronnée, fraîche
Jour 14	Onctueux	Mentholée, citronnée, fraîche
Jour 21	Onctueux	Mentholée, citronnée, fraîche
Jour 28	Onctueux	Mentholée, citronnée, fraîche

Le Tableau III.7 montre que le gel anti-inflammatoire formulé présente un aspect onctueux et une odeur fraîche. Cette odeur est à la fois mentholée et citronnée. Ceci s'explique par la présence du menthol et de l'HE de la citronnelle qui ont respectivement transmis leurs parfum et essence au gel anti-inflammatoire formulé. Ce dernier a gardé son aspect et son odeur tout au long de la période d'étude. De ce fait aucun changement dans les propriétés organoleptiques n'a été détecté.

III.3.2. Observations macroscopiques :

Les résultats des observations macroscopiques du gel anti-inflammatoire formulé sont récapitulés dans le Tableau III.15 ci-dessous.

Tableau III.15 : Résultats des observations macroscopiques du gel antiinflammatoire.

Temps	Couleur	Homogénéité	Toucher	Etalement	Fluidité
Jour 1	Blanchâtre	Très bonne	Non collant	Très bon	+++
Jour 7	Blanchâtre	Très bonne	Non collant	Très bon	+++
Jour 14	Blanchâtre	Très bonne	Non collant	Très bon	+++
Jour 21	Blanchâtre	Très bonne	Non collant	Très bon	+++
Jour 28	Blanchâtre	Très bonne	Non collant	Très bon	+++

Le Tableau III.15 montre que le gel est de couleur blanchâtre, homogène avec un toucher non collant et une grande fluidité. Le suivi par les observations microscopiques de ce gel anti-inflammatoire formulé au cours de la période d'étude n'a montré aucune modification, à l'échelle macroscopique, de la couleur, de l'homogénéité, du toucher, de l'étalement, de la texture et de la fluidité.

III.3.3. Potentiel d'hydrogène (pH) :

Le pH est un critère important pour le suivi de la stabilité du gel. Les résultats des mesures approximatives du pH du gel pendant un mois sont regroupés dans le Tableau III.16 suivant :

Tableau III.16 : Suivi du pH du gel.

Temps	Jour 1	Jour 7	Jour 14	Jour 21	Jour 28
pH	6 -7	6 -7	6 -7	6 -7	6 -7

Les résultats obtenus montrent que le pH de la formulation est compris entre 6 et 7 pendant la période d'étude. Le gel anti-inflammatoire se rapproche ainsi de la neutralité. Ce qui permet de conclure que le gel anti-inflammatoire formulé n'est pas agressif pour la peau.

III.3.4. Analyse spectrale : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :

L'analyse IR effectuée sur le gel anti-inflammatoire étudié pendant un mois (une analyse par semaine) est illustrée, dans la Figure III.8 ci-dessous, par les spectres IR.

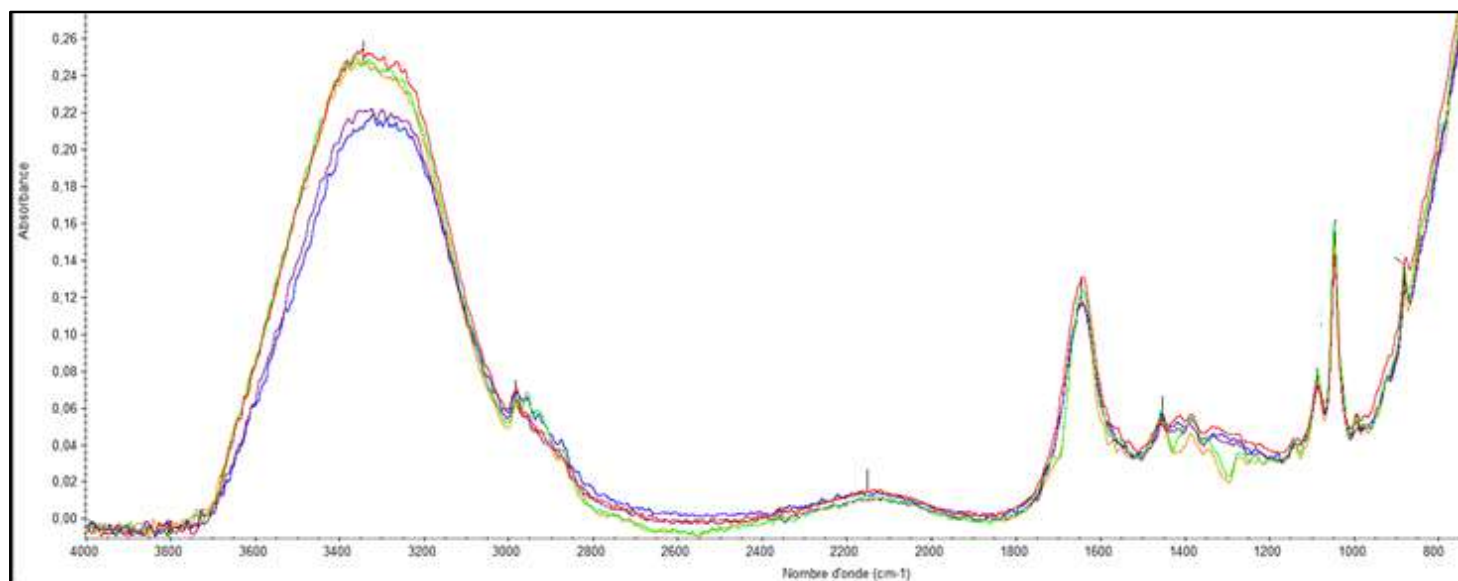


Figure III.8. : Spectres IR du gel anti-inflammatoire au cours de la période d'étude (Jour1 : orange, Jour7 : bleu, Jour 14 : rouge, Jour 21 : vert, Jour 28 : violet).

L'analyse IR effectuée sur le gel étudié a révélé la présence de groupements alcools aux alentours de 3300 et de 1085 cm^{-1} . Ces derniers sont probablement dûs au menthol, à l'éthanol et au sorbitol. La présence des groupements alcools peut également être dû à l'un des constituants des HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas (voir Tableaux III.13 et III.15) tels que l'Himachalol et le Linalool respectivement. Les pics aux environs de 1450 cm^{-1} et de 2960 cm^{-1} , qui peuvent être attribués aux vibrations de déformation et d'élongation, révèlent la présence de groupements $-\text{CH}_2$ déformé et $-\text{CH}_3$ des alcanes respectivement. Ces derniers sont fortement présents dans les HE de citronnelle et du cèdre de l'Atlas ainsi que dans l'hydrolat de citronnelle. L'analyse IR du gel anti-inflammatoire formulé a montré la présence des alcynes ($\sim 2130 \text{ cm}^{-1}$) qui sont associées aux vibrations d'élongation et qui ont également été détectées par l'analyse IR de l'HE et de l'hydrolat du cèdre de l'Atlas (Tableaux III.11 et III.12). Les pics des alcènes et des éthers vers 1640 cm^{-1} et 1044 cm^{-1} , respectivement, sont des vibrations d'élongation. Ces composés sont également des constituants des HE et des hydrolats étudiés et qui rentrent dans la composition du gel anti-inflammatoire. Le pic trouvé aux alentours de 880 cm^{-1} , lié à une vibration du type déformation, est due à la présence de groupements aromatiques qui proviennent probablement des HE employées dans la formulation ou de l'acide salicylique rajouté comme conservateur pour le gel formulé.

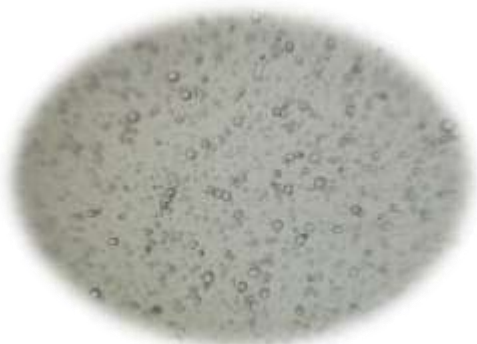
La superposition des spectres IR obtenus par le suivi temporel de la formulation, pendant un mois, montre qu'il n'y a pas de changement dans la composition du gel formulé (Figure III.8). Ces résultats prouvent la stabilité chimique de la formulation.

III.3.5. Observations microscopiques :

Les observations microscopiques du gel anti-inflammatoire formulé sont résumées dans le Tableau III.17.

Tableau III.17 : Résultats de l'observation au microscope optique du gel.

Temps	Photos du gel au microscope optique (grossissement x40)	Résultats
Jour 1		Gouttelettes de différentes dimensions (grosses, petites, moyennes) qui signifie l'absence d'homogénéité du gel.
Jour 7		Gouttelettes de différentes dimensions (grosses, petites, moyennes) qui signifie l'absence d'homogénéité du gel.
Jour 14		Augmentation de l'homogénéité du gel par la diminution des tailles des gouttelettes. Formulation peu homogène.

Jour 21		Gouttelettes ayant presque la même taille. Formulation plus au moins homogène.
Jour 28		Gouttelettes ayant globalement la même taille. Formulation homogène

Les résultats du Tableau III.17 montrent que la taille des gouttelettes dans le gel anti-inflammatoire formulé diminue et que leurs tailles deviennent similaires au cours du temps. Plus le temps passe plus la formulation étudiée devient homogène.

Conclusion générale

L'objectif général de ce mémoire était la caractérisation des huiles essentielles et des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas ainsi que l'étude de stabilité du gel formulé à base de ces derniers.

Afin d'atteindre cet objectif ce travail est passé par plusieurs étapes en commençant par la détermination du caractère organoleptique et des caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles et des hydrolats étudiés. Ces analyses constituent une étape nécessaire mais demeure non suffisante pour caractériser les huiles essentielles et leurs hydrolats respectifs. Il a été de ce fait primordial de déterminer les profils spectroscopiques, pour les huiles essentielles et les hydrolats, et chromatographique, pour les huiles essentielles, pour déterminer leurs compositions. Les analyses spectrales et chromatographiques en l'occurrence l'infra-rouge et la CG-SM ont été ainsi effectuées. Sur la lumière d'une étude bibliographique détaillée une formulation, à base des huiles essentielles et des hydrolats caractérisés, a été préparée, étudiée et suivie pendant un mois.

A l'issue du travail expérimental les conclusions suivantes ont pu être établies :

- ✓ L'évaluation du caractère organoleptique a révélé que l'huile essentielle de citronnelle est un liquide mobile limpide de couleur jaune pâle avec une odeur fraîche et citronnée conformément à la norme ISO 3217. L'huile essentielle du cèdre de l'Atlas, quant à elle, est un liquide transparent à jaune clair avec une odeur boisée. Les hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas exposent une apparence liquide avec une couleur transparente et une odeur ressemblante à celle de leurs huiles essentielles respectives.
- ✓ Les résultats des analyses physiques ont indiqué, dans leur globalité, que les huiles essentielles de citronnelle et du cèdre de l'Atlas sont en accord avec la norme ISO 3217 et la littérature respectivement.
- ✓ La détermination des indices de qualité des huiles essentielles a révélé que les indices d'acide et de peroxyde, à leurs tours, sont conformes aux normes présentes dans « CODEX STAN 19-1981 ».
- ✓ Les spectres infrarouges ont montré la présence de divers groupements fonctionnels aussi bien dans les huiles essentielles que dans les hydrolats étudiés à de variables intensités. Les résultats des huiles essentielles de citronnelle et du cèdre de l'Atlas ont pu être confirmés par l'analyse spectrale par CG-SM.
- ✓ L'analyse par CG-SM a révélé que l'huile essentielle de citronnelle est constituée principalement de monoterpènes oxygénés dont le Neral et l'Isogeraniol. L'huile essentielle du cèdre de l'Atlas est, quant à elle, majoritairement composée par des hydrocarbures sesquiterpéniques dont le α -Longipinène et l'Himachalol.
- ✓ L'étude de stabilité du gel chaque semaine pendant un mois a été établie par le suivi des caractéristiques organoleptiques et macroscopiques, et du potentiel d'hydrogène (pH), d'une part, ainsi que par les analyses spectroscopiques (IRTF) et

microscopiques, d'autre part. Les résultats obtenus ont relevé une stabilité globale de la formulation.

Perspectives :

Ce travail pourrait être complété par l'analyse par CG-SM des hydrolats de citronnelle et du cèdre de l'Atlas et ce afin de comparer leurs compositions chimiques avec celles de leurs huiles essentielles respectives, d'une part, et par la prolongation de la période d'étude de la stabilité du gel anti-inflammatoire formulé, d'autre part. Il serait également intéressant d'approfondir ce travail par l'étude des activités antioxydants et antibactériennes aussi bien des huiles essentielles et de leurs hydrolats que du gel anti-inflammatoire formulé.

Références bibliographiques

- Abadlia M et Chebbour A, Etude des huiles essentielles de la plante mentha piperita et tester leurs effets sur un modèle biologique des infusoires, Université Constantine 1, Mémoire de master, 2014.
- ANSM, Pharmacopée française 2000.
- Ayaka U, Tommis B, Belhassen E, Satrani B, Ghanmi M
- Badr S, Aberchane M, Farah A, Chaouch A & Talbi M, Composition chimique et activité antimicrobienne des huiles essentielles extraites par hydrodistillation fractionnée du bois de Cedrus atlantica Manetti, Acta Botanica Gallica, 153:1, 97-104, 2013.
- Baldovini N, Odor-active constituents of Cedrus atlantica wood essential oil, Phytochemistry, 144 208e215, 2017.
- Bekhechi C et Abdelouahid D, « les huiles essentielles » Office des publications universitaires, 2ème réimpression, 2014.
- Benabdelkader T, Biodiversité, Bioactivité et Biosynthèse des Composes Terpéniques Volatils des Lavandes Ailées, Lavandula stoechas Senu Lato, un Complexe d'Espèces Méditerranéennes d'Intérêt Pharmacologique, Thèse de doctorat, ENS, KOUBA-ALGER, L 'Université Jean-Monnet de Saint-Etienne, France, 2012.
- Benikhlef A, Comparaisant entre les huiles essentielles et leurs effets antibactériens sur Rosmarinus officinalis de la région de Bechar et Ouargla, thèse de doctorat, Université Abou bakr Belkaid-Tlemcen, 2014.
- Boughendjioua H, Les plantes médicinales utilisées pour les soins de la peau. Composition chimique, activité antioxydante et antimicrobienne des huiles essentielles de Citrus limon, Cinnamomum zeylanicum et Thymus numidicus, Thèse de doctorat, 2015.
- Cedar oil industries, Cedarwood oil material safety data sheet MSDS, San Antonio, TX : cedar oil industries, 2006.
- CODEX STAN 210-1999 Normes pour les huiles végétales portant à un nom spécifique, Codex Alimentarius, 1999.
- Dakir M, El Hanbali F, Mellouki F, Herrador M, Barrero A, Benharref A et Akssira M, Chemical and antibacterial studies of essential oils of scales and seeds of Cedrus atlantica Endl, Scholars Research Library, 4 (6):15-18, 2014.
- Degnon G , ADJOU S, Metome G et dahouenon-ahoussi E, Efficacité des huiles essentielles de Cymbopogon citratus et de Mentha piperita dans la stabilisation du lait frais de vache au Sud du Bénin, Int. J. Biol. Chem. Sci, 10(4), 1894-1902, 2016.
- El majidi M et Bader A, Physicochemical Characteristics of Some Imported Edible Vegetable Oils in Iraq, research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences, 2015.
- Faucon P, Traité d'aromathérapie scientifique et médicale : fondements & aide à la prescription : monographies : huiles essentielles, huiles végétales, hydrolats aromatiques. Paris : Sang de la Terre et Médical, 2012, 879p.
- Franchomme S et Penoel L, L'aromathérapie exactement - Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. R. Jollois, 2001

- Hanaa M, Sallam Y, El-Leithy AS, Safaa E Aly, Lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil as affected by drying methods, *Annals of Agricultural Science*, 57(2), 113–116, 2012.
- ISO 9235 (Matières premières aromatiques d'origine naturelle – vocabulaire.
- ISO 1242 : 1999 : Essential oils — Determination of acid value.
- Jamuna S., Sakeena M., Ashokkumar R., Gokul S., Senguttuvan S., Niranjali D., Potential antioxidant and cytoprotective effects of essential oil extracted from *Cymbopogon citratus* on OxLDL and H₂O₂ LDL induced Human Peripheral Blood Mononuclear Cells (PBMC), *food sciences and human wellness*, 6, 2017, 60-69.
- JO n° 64, 2011, Arrêté du 29 Mai 2011 relatif à la méthode de détermination de l'indice de saponification dans les corps gras d'origine animale et végétale.
- JO n° 9, 2013, Arrêté du 21 août 2011 relatif à la méthode de détermination de l'indice d'iode dans les corps gras d'origine animale et végétale.
- Junheon K., miyeon j., ensik S., jeongmin K., fumigant and contact toxicity of 22 wooden essential oils and their major componets against *drosophila suzukii*, *pesticide biochemistry and physiology*, 133, 2016, 35-43.
- Kessiane A, Araujoa J, Cavalcanti J, Romanos MT, Mourãoa S, Ana Amaral C, Falcãoa D, In vitro release and anti-herpetic activity of *Cymbopogon citratus* volatile oil-loaded nanogel, *Revista Brasileira de Farmacognosia* 28, 495–502, 2018.
- Koba K, Sanda K, Raynaud C, Nenonene A, Millet J, Chaumont J, Activités antimicrobiennes d'huiles essentielles de trois *Cymbopogon* sp. africains vis-à-vis de germes pathogènes d'animaux de compagnie, *Article originaux*, 148, 202-206, 2004.
- La norme ISO/TS 210 2014 : Les règles générales d'emballage, de conditionnement et de stockage des HE.
- La norme NF ISO 4720 2009 : La nomenclature botanique normalisée des HE.
- La norme NF T 75-002 1996 : Les mentions obligatoires sur l'étiquetage.
- La norme NF T 75-004 1976 : Les règles de dénomination des HE selon les diverses situations.
- Lamaa H, etude de l'activité antibactérienne et antioxydante de l'huile essentielle de *Petroselinum Sativum* de la région d'Ain Defla, *Mémoire de master*, Université Djilali Bounaama Khemis Miliana, 2015.
- Laurent J, conseils et utilisations des huiles essentielles les plus courantes en officine these pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie, thèse de doctorat, université paul sabatier toulouse III ,2017.
- Lawrance B.M, a preliminary report on the world production of some selected essential oils and contries, *perfumer and flavorist*, vol. 34, January 2009, 38-47.
- Louni S, extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile de graines de *moringa oleifera*, école national supérieure agronomique El-Harrach, mémoire de magistère, 2009

- Meftahizade H., ElmiraS., Hojat M., investigation of antioxdant capacity of melissa officinalis L.essential oils, jornal of medicinal plant research1, 14, 2010, 391-1395.
- Mengel, P, Beh, D, Bellido G, Monpon B, VHMD : extraction d'huile essentielle par micro-ondes. Parfums Cosmétiques Arômes, 1993, 114, 66-67.
- Merck, the Merck index online, Cambridge, UK: Royal society of chemistry, 2015.
- Mokkadem A, cause dégradations des plantes médicinales aromatique d'Algérie, revue vie et nature, n° 7, 1999, page 24 26.
- Mokkadem A, les plantes médicinales aromatique d'Algérie, revue vie et nature, n° 10, 2004, page 42.
- Munhuweyi K., Oluwafemi J., Cheryl L ., Albert J., Umezuruike L., In vitro and in vivo antifungal activity of chitosan-essential oils against pomegranate fruit pathogens, Postharvest Biology and Technology,129, 2017, 13.
- Neffati M et Sghaier M, Projet MENA-DELP, Développement et Valorisation des Plantes Aromatiques et Médicinales (PAM) au niveau des zones désertiques de la région MENA (Algérie, Egypte, Jordanie, Maroc et Tunisie), 2014.
- NF T 75-001 : Septembre 1996 HE : Les règles générales concernant les caractéristiques des récipients destinés à contenir des HE et recommandations pour leur conditionnement et leur stockage.
- Ouis N, étude chimique et biologique des HE de coriandre de fenouil et de persil, Thèse de doctorat, université d'Oran 1, 2015.
- Pharmacopée Européenne, 8.0. Tome I, 8è édition : Conseil de l'Europe, Strasbourg, 2013, 1568.
- Pierron C, les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatrie-gérontologie et soins palliatifs, université de Lorraine, 2014.
- Piochon M, étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne, Thèse de doctorat, université du QUEBEC, 2008.
- Riyaha H, Valorisation des PAM: étude du potentiel chimique et antibactérien des HE de Rosmarinus officinalis (sauvage et domestiqué), Mémoire de master, université sidi mohamed ben abdellah, 2013.
- Saab A, Harb F et Koenig W, Essential oil components in heartwood of Cedrus libani and Cedrus atlantica from Lebanon, minerva biotec, 17:159-61, 2005.
- Seddik M, analyse physico-chimique et spectroscopique de l'huile essentielle d'ammoides verticillata de la région d'Adrar. Etude de son activité biologique et anti-oxydante, université d'Oran Es-senia, mémoire de magistère, 2010.
- Tajidin N., Ahmad S., Rosenani A., Azimah H., Munirah M., Chemical composition and citral content in lemongrass (Cymbopogon citratus) essential oil at three maturity stages, African Journal of Biotechnology, 11(11), 2012, 2685-2693.
- Tofiño-Riveraa A, Ortega-Cuadrosc M, Galvis-Parejad D, Jiménez-Riosb H, Merinie L, Martínez-Pabónf M, Effect of Lippia alba and Cymbopogon citratus essential oils on biofilms of Streptococcus mutans and cytotoxicity in CHO cells, Journal of Ethnopharmacology 194, 749–754, 2016.

- Uwineza M, EL yousfi B et Lamiri A, Activités antifongiques in vitro des huiles essentielles de *Mentha pulegium*, *Eugenia aromatica* et *Cedrus atlantica* sur *Fusarium culmorum* et *Bipolaris sorokiniana*, *Revue Marocaine de Protection des Plantes*, N°12 19-32, 2018.
- Zoghbi B., Andrade A., Da Silva M., Maia S., Luz R., Da Silva, D, Chemical variation in the essential oils of *Hyptis crenata* Pohl ex Benth. *Flavour Fragr*, 17, 2002, 5-8.
- Zrira S, La filière des PAM au Maroc, Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, B.P. 6202, Rabat Instituts, Rabat, Maroc, 2009.

Annexe



EDEN LABO
 Société de chimie analytique et de pharmacie
 8881 au Capital de 125.000
 Tél : 21 21 27 24 00
 Adresse : 51 Rue Amrân, Algiers

Bulletin d'analyse

Acide salicylique USP

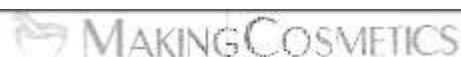
Caractéristiques	Spécification
Apparence	Poudre blanche cristalline
Solubilité	Peu soluble dans l'eau, très soluble dans l'alcool
Pureté	99,5%
Point de fusion	158-161°C résultat:159°C
Couleur de la solution	Claire est limpide
Perte au séchage	0,5% max, résultat:0,13%
Résidu sur l'allumage	0,05max, résultat 0,041%
Chlorure	140ppm
Métaux lourds	20ppm
Sulfates	200ppm

- ✓ N° LOT: 110302/07112037
- ✓ Fab: 08/2011
- ✓ Exp: 07-2016



N°RC : 0080011723 N°ART Imposition 16048811012 N° Fiscale 099416049600718
 N°CPT BEA ALGER Agda 1832-68-200 y

Figure 1 : Fiche technique de l'acide salicylique.



Updated October 30, 2014

Carbomer

Material Safety Data Sheet (MSDS)

1. PRODUCT IDENTIFICATION

Product Name: Carbomer
INCI Name: Carbomer
Chemical Name: Polyvinyl carbonyl polymer crosslinked with ethers of pentaerythritol
CAS Number: 9002-11-4, 9007-16-3, 9007-11-4, 9067-04-8, 76050-42-5
EINECS Number: N/A
Origin: Canada

2. PHYSICAL & CHEMICAL PROPERTIES

Appearance & Color: White powder with acidic odor
Specific Gravity: 1.41
Dry Residue: 100%
Viscosity: not applicable
Solubility in Water: dispersible in water

3. STABILITY & REACTIVITY

Chemical Stability: stable under normal conditions
Incompatibility: Strong bases, Potent heat
Hazardous Decomposition: not applicable
Hazardous Polymerization: will not occur

4. HANDLING & STORAGE

As with all chemicals, good Hygiene practices should be followed when handling this material. Wash hands thoroughly after handling. Keep away from heat or ignition, such as static buildup. Store in sealed containers, preferably away from heat or light.

5. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

If possible recover the product, otherwise dispose of in authorized land fill or incinerator in accordance with local regulations. Use according to official of good Hygiene practices, avoid dispersion in the environment.

6. EXPOSURE CONTROLS & PERSONAL PROTECTION

Respiratory Protection: If dusts are generated, wear a NIOSH approved dust mask. Adequate general ventilation.
Protective Clothing: Single gloves, goggles, or face shield recommended to protect eyes from dusts. Goggles.
Other Protective Measures: Employees must practice good personal hygiene, washing eyes with water and or skin several times daily and showering after contaminated clothing before re-use.

7. HAZARDS IDENTIFICATION

General: No specific hazard known.
Inhalation: Avoid breathing high dust concentration. Provide fresh air.
Eye Contact: May cause irritation.
Skin Contact: May cause skin irritation.
Ingestion: Cough, a sore throat.

8. FIRST AID MEASURES

Eyes: Irrigate eyes with a heavy stream of water for at least 15 to 30 minutes. If irritation persists get medical attention.
Skin: Wash exposed areas of the body with soap and water.
Inhalation: Remove from area of exposure. If breathing is difficult, give oxygen. Seek medical attention if symptoms persist.
Ingestion: Seek medical attention if gastrointestinal symptoms occur.

9. FIRE FIGHTING MEASURES

Flammability Limits: None known.
Unusual Fire Hazard: None known.
Extinguishing Media: Water spray, foam, carbon dioxide, or dry chemical.
Fire Fighting Procedures: Firefighters should wear full fire-fighting protective gear (full bunker gear) including NIOSH approved self-contained breathing apparatus.

10. TOXICOLOGICAL INFORMATION

Ecology: Not a hazardous product.
LD 50: no data reported

11. DISPOSAL CONSIDERATIONS

Storage and disposal must be in accordance with applicable local, state & federal disposal regulations. One who has use and compliance with applicable laws are the responsibility solely of the purchaser.

12. TRANSPORT INFORMATION

DOT Proper Shipping Name: refer to list of labeling on container label for DOT or other transportation hazard classification, if any.
ADR/RIC Code: refer to specific hazard class if any for transport.
IMDG Code: refer to specific hazard class if any.
Air Transport IATA Code: refer to specific hazard class if any.

13. DISCLAIMER

This information relates only to the specific material described and may not be valid for such material used in combination with any other material or in any other process. Such information is in the best of the company's knowledge and believed to be true and reliable as of the date of release. However, no representation, warranty or guarantee of any kind, express or implied, is made as to the accuracy, reliability or completeness and we assume no responsibility for any loss, damage or expense, direct or consequential, arising out of use. It is the user's responsibility to satisfy himself as to the suitability and completeness of such information for his own particular use.

ALL DATA HEREIN ARE ALL AS FRA OUR SUPPLIER.

MakingCosmetics Inc., 35318 SE Center Street, Snoqualmie WA 98065
 Phone: 425-292-8500, Fax: 425-292-2601, www.makingcosmetics.com

Figure 2 : Fiche technique du carbopol.

FICHE TECHNIQUE

- ALCOOL ETHYLIQUE -

Dénomination Chimique

Ethanol

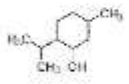
Formule Chimique :



Caractéristiques Physico-chimiques

SPECIFICATIONS	RESULTATS	METHODES
Aspect	Liquide	Visuelle
Couleur	Incolore	Visuelle
Odeur	Spécifique	Olfactive
Densité à 20 C	0,7890	densimetre
Masse moléculaire	46.08	/
Solubilité dans l'eau	Miscible	Test pratique
Degré alcoolique	96%	Alcoométrique

Figure 3 : Fiche technique de l'alcool éthylique.

SIGMA-ALDRICH®		sigmaaldrich.com	
		3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA Website: www.sigmaaldrich.com Email USA: techserv@sigmaaldrich.com Outside USA: eurotechserv@sigmaaldrich.com	
Product Specification			
Product Name: Menthol - 95%			
Product Number:	M2772		
CAS Number:	89-78-1		
MDL:	MFCD00001484		
Formula:	C ₁₀ H ₂₀ O		
Formula Weight:	156.27 g/mol		
TEST		Specification	
Appearance (Color)		White	
Appearance (Form)		Solid	
Infrared spectrum		Conforms to Structure	
Purity (GC)		≥ 98.5 %	
Specification Date : 03/03/2011			

Sigma-Aldrich warrants that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

Figure 4 : Fiche technique du menthol.

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

SORBITOL 70% SOLUTION

PADDOCK LABORATORIES, INC. 3940 QUEBEC AVENUE NORTH MINNEAPOLIS, MINNESOTA 55427 PHONE: (763)-546-4676	EMERGENCY ASSISTANCE: CHEMTREC 800-424-9300 202-483-7616 PADDOCK TECH. ASST. 800-328-5113
---	--

DATE PREPARED: 12-10-91 BY: Patrick L. Johnson

SECTION 1 - PRODUCT IDENTIFICATION AND HAZARDOUS COMPONENTS

PRODUCT: Sorbitol 70% Solution USP

SYNONYMS: Sorbitol Solution, Glucitol

MOLECULAR FORMULA: $C_6H_{14}O_6$ (Sorbitol) MOLECULAR WEIGHT: 182.17

INGREDIENT (CAS #)	%	OSHA PEL	ACGIH TLV
Sorbitol [D-Glucitol] (50-70-4)	~70	N/A	N/A
Water (7732-18-5)	28.5-31.5	N/A	N/A

SECTION 2 - PHYSICAL AND CHEMICAL CHARACTERISTICS

BOILING POINT: ~105°C VAPOR PRESSURE: N/A

MELTING POINT: N/A VAPOR DENSITY: N/A

SPECIFIC GRAVITY: ~1.29 (WATER = 1) EVAPORATION RATE: N/A (BUTYL ACETATE = 1)

WATER SOLUBILITY: Freely soluble WATER REACTIVE: <1

APPEARANCE AND ODOR: Clear, colorless, viscous liquid. Practically odorless with a sweet taste.

SECTION 3 - FIRE AND EXPLOSION DATA

Figure 5 : Fiche technique du sorbitol.

Résumé :

Les huiles essentielles et les hydrolats ont toujours eu une grande importance dans le traitement des différents maux et maladies, en l'occurrence des douleurs musculaires et articulaires, grâce à leurs effets thérapeutiques nombreux et leurs effets secondaires minimes.

Le but du présent mémoire est de formuler un gel anti-inflammatoire à base d'huiles essentielles et d'hydrolats de citronnelle et de cèdre de l'Atlas en vue de suivre sa stabilité au cours du temps. La méthodologie d'étude porte, d'abord, sur une caractérisation organoleptique, physique et chimique des huiles essentielles et des hydrolats afin de déterminer les différents paramètres de qualité et leurs éventuels conformités aux normes. Ensuite une identification de leurs constituants a été réalisée par la spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier, pour les huiles essentielles et les hydrolats, et par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse pour les huiles essentielles seulement. Les résultats obtenus à l'issue de cette première partie montrent la différence de composition et de propriétés des huiles essentielles et des hydrolats étudiés. La seconde partie de ce travail s'est intéressée à l'étude de stabilité du gel anti-inflammatoire formulé. Les résultats indiquent que les propriétés organoleptiques, macroscopiques, microscopiques, physique (i.e. pH) et spectroscopique (infra-rouge) du gel anti-inflammatoire formulé sont restées stables et ce tout au long de la période d'étude.

Mots clés :

Huile essentielle, hydrolat, citronnelle, cèdre de l'Atlas, caractérisation, valorisation, gel antiinflammatoire, formulation, étude de stabilité.

ملخص :

لطالما كانت للزيوت الأساسية والهيدروليات ذات أهمية كبيرة في علاج الآلام والأمراض المختلفة، خصوصا بالنسبة للآلام العضلات والمفاصل، وذلك بفضل آثارها العلاجية العديدة وتأثيراتها الجانبية القليلة.

الغرض من هذه الأطروحة هو صناعة هلام مضاد للالتهابات اعتمادا على مستخلصات الزيوت الأساسية وهيدروليات السيترونيللا والأرز الأطلسي والتطلع الى مراقبة استقراره مع مرور الوقت. تركز منهجية الدراسة أولا على تحديد الخصائص الحسية، الفيزيائية والكيميائية للزيوت الأساسية والهيدروليات من أجل تحديد معايير الجودة المختلفة وامتثالها للمعايير العالمية. بعد ذلك تم تحديد مكوناتها بواسطة التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء فوريه، للزيوت الأساسية والهيدروليات، وبالكروماتوجرافيا الغازية المقترنة بقياس الطيف الكتلي للزيوت الأساسية فقط. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها في نهاية هذا الجزء الأول الفرق في المكونات وخصائص الزيوت الأساسية و الهيدروليات التي تمت دراستها. ركز الجزء الثاني من هذا العمل على دراسة استقرار الهلام المضاد للالتهابات المصنوع. تشير النتائج إلى أن الخصائص الحسية، العيانية، المجهرية، الفيزيائية (أي الأس الهيدروجيني) والخصائص الطيفية (الأشعة تحت الحمراء) للهلام المضاد للالتهابات ظلت مستقرة طوال فترة الدراسة.

كلمات البحث :

زيت أساسي، هيدروليات، سيترونيللا، الأرز الأطلسي، تثمين، هلام مضاد للالتهابات، تصنيع، دراسة استقرار.

Abstract :

Essential oils and hydrolates have always had a great importance in the treatment of various pains and diseases, in this case muscle and joint pains, because of their several therapeutic effects and their minimal side effects.

The purpose of this work is to formulate an anti-inflammatory gel, based on essential oils and hydrolates of lemongrass and Atlas cedar, in order to monitor its stability over time. The study methodology focuses on an organoleptic, physical and chemical characterization of essential oils and hydrolates in order to determine the various quality parameters and their possible compliance with standards. Then an identification of essential oils and hydrolates constituents was carried out by Fourier transform infrared spectroscopy, for essential oils and hydrolates, and by gas chromatography coupled to mass spectrometry for essential oils only. The obtained results of this first part show the difference in composition and properties of the studied essential oils and hydrolates. The second part of this study focuses on the stability study of the formulated anti-inflammatory gel. The results indicate that the organoleptic, macroscopic, microscopic, physical (i.e. pH) and spectroscopic (infrared ray) properties of the formulated anti-inflammatory gel remains stable throughout the study period.

Keywords :

Essential oil, hydrolate, lemongrass, Atlas cedar, characterization, recovery, anti-inflammatory gel, formulation, stability study.