

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIC ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم و البحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
جامعة البليدة 1  
UNIVERSITE BLIDA 1  
Faculté des sciences de la nature et de la vie  
Département de Biotechnologie  
Laboratoire de plantes aromatiques et médicinales



**Mémoire**

**En vue de l'obtention du diplôme de Master Académique  
en Biotechnologie et valorisation des plantes**

***Thème***

**Valorisation des extraits de deux plantes méditerranéennes : le  
Pin maritime (*Pinus pinaster*) et l'Arbousier (*Arbutu sunedo L*)  
dans la formulation d'un produit cosmétique.**

**Soutenu le : 07-07-2022**

**Présenté par :**

- Alliche Yasmina
- Zitouni Amira

**Devant jury:**

Mr BENDALI	MAA	USDBlida1	Président
Mme BELGUENDOZ	MCB	USDBlida1	Examinatrice
Mme GHANAI	MCA	USDBlida1	Promotrice
Mr BOUDISSA	Résp.Lab	VENUS	Cou-promoteur
Mr CHIKHI	Ingénieur	BIO.extrapamal	Invité

**2021/2022**

# *Remerciements*

*On tient à remercier tout d'abord ALLAH de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience de pouvoir mener à bien ce travail. On tient à exprimé nous gratitudes à notre promotrice Mme GHANAI RAFIKA de nous avoires encadrés et encourage, mais aussi pour sa disponibilité et ses conseils. On remercie également Mr BOUDISSA HICHAM notre Co- promoteur pour avoir assuré l'encadrement scientifique. Merci de votre réactivité et votre disponibilité.*

*On tient à exprimer mes vifs remerciements à Monsieur le professeur BENDALI pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury.*

*On remercie également Madame BELGUENDOZ d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Merci au Mr CHEIKHI HAMID de société BIO.EXTRAPAMAL pour vos conseils précieux et votre réactivité et support professionnel. On ne peut pas manquer à notre devoir d'adresser notre sincère reconnaissance à l'ensemble des enseignants de " Faculté des sciences de la nature et de la vie " pour les connaissances transmises tout au long de nos études.*

## ***Dédicace***

*À mes parents :*

*Pour votre soutien total et indéfectible, votre confiance,  
pour toutes les valeurs que vous avez su m'inculquer.*

*Vous avez largement contribué à ma persévérance, c'est  
à vous que je dois ce travail, Tous les mots ne peuvent  
traduire ce que je ressens pour vous.*

*Je remercie également tous ceux qui ont contribué de  
près ou de loin à ce modeste travail.*

***Yasmina***

## ***Dédicace***

***Je dédie ce travail :***

*Tout d'abord à mes très chers parents, en leur disant :  
qu'aucune dédicace ne sera assez éloquente pour exprimer ce  
que vous méritez pour tous les sacrifices que vous avez consentis  
pour mon éducation, pour que je ne manque de rien et pour que  
j'arrive à étudier et réaliser ce mémoire. Je vous dédie ce travail  
en témoignage de mon profond amour. Puisse ALLAH le tout  
puissant, vous préserver et vous accorder santé, longue vie et  
bonheur.*

*À mes très chères frères Mohamed, Abd el karim et Naim pour  
leurs présences dans ma vie et pour leurs soutiens durant tout  
mon cycle d'étude. Et sans oublier, Ma chère amie Zahra avec  
laquelle j'ai passé mes meilleurs moments.*

*Enfin à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin, pour leur  
soutien moral ou matériel.*

***Amira***

## Résumé

Ce travail consiste à valoriser deux espèces végétales méditerranéennes, le pin maritime et l'arbousier par l'évaluation de leurs activités antimicrobiennes et antioxydantes ainsi que leurs paramètres physiques et chimiques et la formulation d'un produit cosmétique.

L'huile essentielle a été obtenue par hydrodistillation des aiguilles de pin maritime, récoltées au niveau de la forêt de Tipasa est en rendement de 0,12% par contre le rendement d'huile essentielle d'arbousier est de 0 %. L'huile végétale de graines de pin maritime est obtenue par pression à froid en rendement de 42%. L'évaluation des activités antimicrobiennes et antioxydantes indique que les extraits (L'huile essentielle, L'huile végétale, l'hydrolat de pin maritime et l'hydrolat d'arbousier) ont un pouvoir important. Ces extraits sont réunis sous forme d'émulsion de type huile dans eau, et l'étude des paramètres physiques et chimiques du crème préparée apparaît similaire au produits cosmétiques commercialisés.

**Mots clés :** Pin maritime, huile essentielle, activité antioxydante, activité antimicrobienne.

### ملخص :

يتكون هذا العمل من استخراج الزيوت الأساسية والنباتية من أشجار الصنوبر البحري واللنج ، من خلال تقييم أنشطتها المضادة للميكروبات والأوكسدة ومعاييرها الفيزيائية والكيميائية ودمجها في منتج تجميلي .

تم الحصول على الزيت العطري من إبر الصنوبر البحري المقتطف من غابة تيبازة عن طريق التقطير المائي بنسبة 0.12% و من ناحية أخرى فان محصول الزيت الاساسي لشجرة الفراولة هو 0%. يتم الحصول على الزيت النباتي لبذور الصنوبر البحري بتقنية بالضغط على البارد وبنسبة 42%. يشير تقييم أنشطة مضادات الميكروبات ومضادات الأوكسدة إلى أن المستخلصات (الزيت العطري و النباتي و الماء المقطر للصنوبر البحري و شجرة الفراولة.) تتمتع بقوة كبيرة. يتم دمج هذه المستخلصات في شكل مستحلب نوع الزيت في الماء، ويبدو أن دراسة المعلمات الفيزيائية والكيميائية للكريم المحضر مماثلة لمستحضرات التجميل التجارية.

**الكلمات المفتاحية:** صنوبر بحري، زيت عطري، نشاط مضاد للأوكسدة، نشاط مضاد للميكروبات

## Liste des tableaux

<b>Tableau-01-</b> : Classification systématique du pin maritime ( <i>Pinus Pinaster Ait.</i> ).....	23
<b>Tableau-02-</b> : Classification taxonomique d' <i>Arbutus unedo L.</i> .....	26
<b>Tableau-03-</b> : Souches microbiennes utilisées dans notre étude.....	31
<b>Tableau 04</b> : Diamètres des zones d'inhibition. ....	37
<b>Tableau-05-</b> : Propriétés organoleptiques d'HE pin maritime.....	42
<b>Tableau-06-</b> : Propriétés organoleptiques d'HV pin maritime. ....	42
<b>Tableau -07-</b> : Résumé des résultats du pH et IR des extraits des plantes .....	43
<b>Tableau-08-</b> : Propriétés chimiques (indice d'acide, indice de saponification) des huiles essentielles et végétales .....	43
<b>Tableau-09 -</b> : Valeur IC50 d'HV, l'hydrolat de pin maritime et l'acide ascorbique... ..	44
<b>Tableau-10-</b> : Diamètres des zones d'inhibition par l'HE de <i>Pinus pinaster</i> .....	45
<b>Tableau-11-</b> : Résultats du pH et propriétés organoleptiques des échantillons. ....	46
<b>Tableau-12-</b> : Résultats de contrôle microbien.....	49

## Liste des figures

<b>Figure-01-</b> : Schéma explicative d'une émulsion.....	07
<b>Figure-02-</b> : Schémas d'un crémage et d'une sédimentation.....	08
<b>Figure -03-</b> : Coalescence de gouttelettes observée au microscope optique G10X .....	09
<b>Figure-04-</b> : Schéma d'un tensioactif.....	09
<b>Figure-05-</b> : Schéma d'une émulsion avec un émulsifiant.....	10
<b>Figure-06-</b> : Diagramme du procédé de fabrication d'une émulsion.....	11
<b>Figure-07-</b> : Coupe transversale de la peau.....	13
<b>Figure-08-</b> : Coupe transversale de l'épiderme.....	14
<b>Figure-09-</b> : Formation d'un radical libre.....	18
<b>Figure-10-</b> : Impact d'UV et formation d'une tache brune.....	19
<b>Figure-11-</b> : Différentes parties du pin maritime ( <i>pinus pinaster</i> ).....	22
<b>Figure-12-</b> : Principaux flavonoïdes du <i>P.pinaster</i> .....	24
<b>Figure-13-</b> : Principaux composants d'HE du <i>pinus pinaster</i> .....	25
<b>Figure-14-</b> : Différentes parties de l'arbousier ( <i>A.unedo L</i> ).....	26
<b>Figure-15-</b> : Région de récolte du pin maritime ( <i>Pinus pinaster</i> ).....	32
<b>Figure-16-</b> : Extraction de l'huile essentielle par hydrodistillation.....	33
<b>Figure-17-</b> : Extraction d'huile végétale par la presse à froid.....	33
<b>Figure-18-</b> : Virage de la couleur de la solution méthanolique DPPH.....	36
<b>Figure-19-</b> : Rhéomètre.....	40
<b>Figure-20</b> : Courbe graphique montrant les taux d'inhibition de la racine DPPH à différentes concentrations d'HV et l'hydrolat de pin maritime.....	44
<b>Figure-21-</b> : Courbe d'écoulement montrant la variation de la viscosité d'émulsion au cours du temps.....	47
<b>Figure-22-</b> : Courbe de fréquence montrant la variation de la viscosité d'émulsion au cours du temps.....	48
<b>Figure-23-</b> : Observation microscopique d'échant 01.....	49
<b>Figure-24-</b> : Observation microscopique d'échant 04.....	49

## Liste des abréviations

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**DPPH** : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazil

**HE** : L'huile essentielle.

**HV** : L'huile végétale.

**IC50** : Concentration efficace qui réduit le Fer dans une absorbance de 0,5

**Ir** : Indice de réfraction

**Ia** : Indice d'acide

**Is** : Indice de saponification

**R** : Rendement.

**AAsc** : Acide ascorbique (vitamine C)



# SOMMAIRE

Introduction.....	02
-------------------	----

## Synthèse bibliographique

### Chapitre 01 : La cosmétologie

I. Définition.....	05
II. Histoire.....	05
III. Produit cosmétique.....	05
IV. Les formes cosmétiques.....	06
V. Classification des produits cosmétiques.....	11
VI. Durée de vie d'un produit cosmétique.....	11

### Chapitre 02 : La peau et les problèmes à traiter

I. Définition.....	13
II. Structure générale.....	13
III. Les fonctions de la peau.....	15
IV. Les différents types de la peau.....	15
V. Les tendances de la peau.....	17
VI. Les problèmes à traiter.....	18
VI. Lutte contre le stress oxydatif.....	19

### Chapitre 03 : Monographie de la plante

I. Le pin maritime ( <i>Pinus pinaster</i> ).....	21
Description botanique.....	21
Systématique et nom vernaculaire.....	23
Habitat et écologie.....	23
Utilisation.....	24
Composition chimique.....	24
II. L'Arbousier ( <i>Arbutus unda L.</i> ).....	26
Description botanique.....	26
Systématique et nom vernaculaire.....	26
Habitat et écologie.....	27
Utilisation.....	27
Composition chimique.....	28

## Partie expérimentale

### Partie 01 : Matériels et méthodes

I. Matériel.....	31
Matériel biologique .....	31
II. Méthode d'étude. ....	31
Récolte des échantillons. ....	32
Extraction de l'huile essentielle. ....	32
Extraction des huiles végétales. ....	33
Propriétés physico-chimiques des extraits.....	34
II-5-Activités biologiques. ....	35
Évaluation de l'activité antioxydant.....	35
II.5.2 Évaluation de l'activité antimicrobienne .....	36
Formulation d'émulsion. ....	38
Procédée de préparation des deux phases.....	38
Émulsification. ....	38
Contrôle des échantillons. ....	39

### Partie 02 : Résultats et discussions

I. Rendement en huile essentielle et en huile végétale de pin maritime et l'huile essentielle d'arbousier .....	42
II. Propriétés organoleptiques d'HV et HE du <i>pinus pinaster</i> .....	42
III. Propriétés physiques des extraits obtenus des deux plantes.....	43
IV. Propriétés chimiques d'HV et HE du <i>pinus pinaster</i> .....	43
V. Évaluation de l'activité antioxydante d'HV et l'hydrolat de pin maritime.....	44
VI. Évaluation de l'activité antimicrobienne de l'HE du pin maritime.....	45
VII. Contrôle macroscopique des échantillons .....	46
VIII. Contrôle microscopique d'émulsion .....	48
IX. Teste antimicrobienne d'émulsion .....	49
<b>Conclusion</b> .....	51

### Références bibliographiques

### Annexes

# **Introduction**

## Introduction

---

Depuis la nuit du temps, les secrets de la beauté de femmes orientales ne sont plus à prouver. Provenant de la civilisation égyptiens jusqu'à la civilisation romaine, les onguents et les huiles parfumés sont appliquées sur leur corps afin d'adoucir, éclaircir et protéger leurs peaux [1]. L'industrialisation et des découvertes changent le visage de la cosmétologie, les nouveaux ingrédients et les formulations complexes réalisées par des chercheurs caractérisent les cosmétiques modernes [8] et le développement du commerce permet d'obtenue des cosmétiques élaborées à base des graisses végétales, herbes aromatiques, extraits de plantes etpoudres minérales[1].Au cours de l'évolution, l'homme a pu valoriser les plantes aromatiques dans des différents domaines, par l'extraction soit des métabolites primaires ou secondaires qui ont montré des vertus thérapeutiques connues depuis longtemps [2] .

Nous savons que les végétaux jouent un rôle important pour la survie de l'humanité par leur capacité à synthétiser un grand nombre de molécules organiques complexes quelquefois pourvues d'activités biologiques [3] et, l'intégrer de ces plantes et leur extrais dans les produits cosmétiques est pour les nombreuses richesses et bienfaits pour la peau [5].

La flore d'Algérie est riche de plusieurs milliers d'espèces botaniques, la flore sauvage et domestique du bassin méditerranéen, essentiellement l'existence des cèdres, des pins, de la bruyère, et des arbousiers [32]. L'abondance, la croissance rapide et la tolérance au stress de pin maritime (*Pinus pinaster*) de la famille du Pinaceae et d'arbousier (*Arbutus unedo L*) de la famille d'éricacéae au niveau de littorale algérien, nous a permet de valoriser leurs extraits ( huile essentielle, l'huile végétale et l'hydrolat) et leur incorporation dans un produit cosmétique. Ces deux plantes ont retenu notre attention grâce à la présence des composées phyto-chimiques dans leurs structures au pouvoir antioxydant et antirides très élevé.

L'objectif de ce travail est l'évaluation des activités antimicrobiennes et antioxydantes d'huile essentielle extrait à partir des aiguilles du pin maritime et de l'huile végétale des graines du pin maritime, les propriétés physico-chimiques des extraits obtenue et leur incorporation dans un émulsion (crème hydratante) .

Ce mémoire est structuré en :

- Une étude bibliographique sur la cosmétologie, les émulsions, les problèmes de la peau et la monographie des plantes étudiées.
- Une étude expérimentale à travers laquelle, nous avons faits la récolte et l'extraction d'huile essentielle, végétale, l'hydrolat et l'évaluation de l'activité biologique et physico-chimiques de ses extraits puis la formulation d'émulsion et le contrôle de sa stabilité.

# **Synthèse bibliographique**

# **Chapitre 01**

## **La cosmétologie**

### I. Définition

La cosmétologie est le synonyme de cosmétique [6] et mot dérivé de cosmétologue, avec le suffixe -ie [5]. C'est la science d'améliorer et l'étude de tout ce qui se rapporte aux produits cosmétiques, à leur activité et à leur mode d'emploi, ainsi qu'aux produits de base servant à leur préparation [7].

### II. Historique

Tout au long de l'histoire, les cosmétiques employés dépendaient des périodes, trois mille ans av. J.-C., les Égyptiens connaissaient déjà les onguents et les huiles parfumées, le maquillage et le dentifrice. Les caravanes qui acheminent les épices et la soie en Europe, introduisent les cosmétiques en Grèce et dans l'Empire romain.

Au Ier siècle, Néron et Poppée éclaircissaient leur peau avec de la céruse et de la craie, soulignaient leurs yeux au khôl et rehaussaient leur teint et leur lèvres avec du rouge. Au **XIVe siècle**, les nobles usent de crème, de fond de teint, de teinture à cheveux et de parfum et dès le **XVIIIe siècle** les cosmétiques sont utilisés dans toutes les classes sociales comme la cold cream de Galien qui est encore utilisée aujourd'hui.

Au **XXe siècle** et surtout au **XXIe siècle**, l'industrialisation et des découvertes changent le visage de la cosmétologie : parfums de synthèse, dérivés pétroliers, tensioactifs synthétiques et stabilisateurs d'émulsion. Ces nouveaux ingrédients ainsi que des formulations complexes réalisées par des chercheurs caractérisent les cosmétiques modernes [8].

### III. Le Produit cosmétique

#### III. 1. Définition

Un produit cosmétique est une substance ou préparation destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain, telles que la peau, les cheveux, les ongles, les lèvres ou les dents, en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de les protéger, de les maintenir en bon état ou d'en corriger les odeurs corporelles [9].

### III. 2. Composition

La plupart des produits cosmétiques sont ce que l'on nomme des émulsions : un mélange d'eau et d'huile, grâce à la présence de tensioactifs. Ils se composent donc, par ordre d'importance :

- a) D'une **phase hydrophile** : essentiellement de l'eau, de la glycérine, etc. ;
- b) D'une **phase lipophile** : une huile végétale ou minérale, c'est-à-dire issue de l'industrie pétrochimique (vaseline, paraffine, huile de vaseline), des silicones, etc. ;
- c) Des **tensioactifs** : des molécules qui servent de lien entre la partie grasse et la partie aqueuse des émulsions, et qui ont des propriétés moussantes, antiseptiques, détergentes, etc. ;
- d) Des **ingrédients actifs** : des substances d'origine naturelle ou synthétique choisies pour leur action sur les différents types de peau et les problèmes cutanés ;
- e) Des **additifs** comme : les conservateurs (éthanol, acide ascorbique), les antioxydants qui empêchent le rancissement des produits (Vitamines E et C d'origine naturelle, BHT et BHA d'origine synthétique), et des colorants naturels ou synthétiques [10].

### III. Les formes cosmétiques

Le produit cosmétique est une formule avec substances présentes sous forme de petites particules (liquides, solides ou gazeuses) dans une autre substance et elles ne sont pas miscibles entre elles comme : les suspensions (gommages), l'émulsion (crème hydratante) [11].

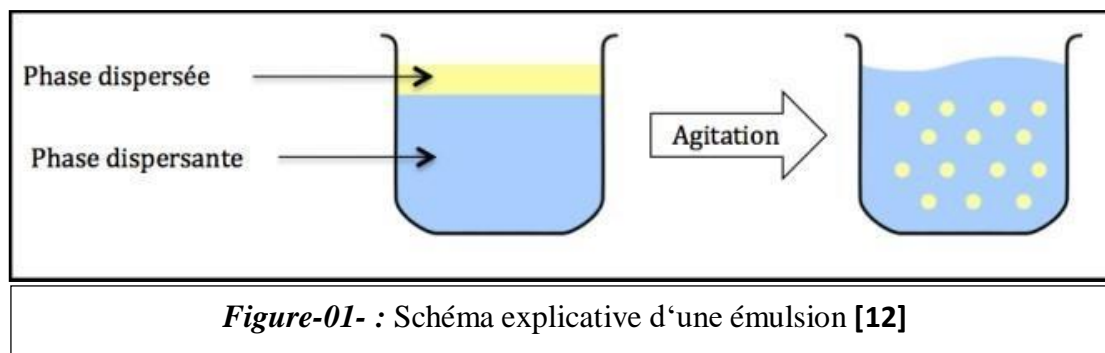
#### Les émulsions :

Les émulsions sont utilisées à de nombreuses reprises dans la vie quotidienne comme les produits cosmétiques tels que les crèmes, les shampooings, les déodorants etc. Elles permettent d'associer des produits normalement incompatibles en leur donnant parfois des propriétés hors du commun (touché, odeur, goût, etc.) [12].

#### Définition

Une émulsion est la dispersion d'un liquide en fines gouttelettes dans un autre liquide (**Figure.01**). Ces deux liquides doivent être non miscibles et avoir des solubilités différentes. Le liquide sous forme de gouttelettes est appelé phase dispersée (ou discontinue), tandis que l'autre liquide est appelé phase dispersante (ou continue). Les émulsions sont considérées comme étant des systèmes dispersés [12].





### Composition d'une émulsion

Une émulsion est, en général, composée de deux phases : une phase hydrophile et une phase lipophile.

- **La phase hydrophile**

La phase hydrophile, appelée également phase aqueuse, contient généralement de l'eau et des composés solubles en phase aqueuse appelés composés hydrosolubles [12].

- **La phase lipophile**

La phase lipophile, également appelée phase grasse, phase huileuse ou phase organique, est généralement constituée d'un mélange d'ingrédients d'origines variées. Elle peut être composée d'huiles, de graisses et/ou de cires qui, à température ambiante, se trouvent respectivement sous forme liquide, semi-solide et solide. Des substances synthétiques peuvent aussi être utilisées [12].

### Les émulsions simples

Une émulsion simple est une émulsion composée d'une phase hydrophile, d'une phase lipophile et d'un émulsifiant et en fonction de la phase dispersante, il existe deux types d'émulsions simples : les émulsions huile dans eau (H/E) et eau dans huile (E/H) [12].

### Les émulsions multiples

Les émulsions multiples constituées de deux phases lipophiles et d'une phase hydrophile ou de deux phases hydrophiles et d'une phase lipophile. Étant donné la complexité des émulsions multiples, nous nous intéressons uniquement aux émulsions simples [12].

### Stabilité et l'instabilité d'émulsion

Une émulsion est un système qui n'est pas à l'équilibre thermodynamique, la stabilité des émulsions n'existe que parce que le formulateur est capable de ralentir ou d'inhiber les mécanismes physiques qui conduisent normalement à la démixtion des phases non miscibles [13].

#### a) L'instabilité

##### a).1.Déstabilisation chimique :

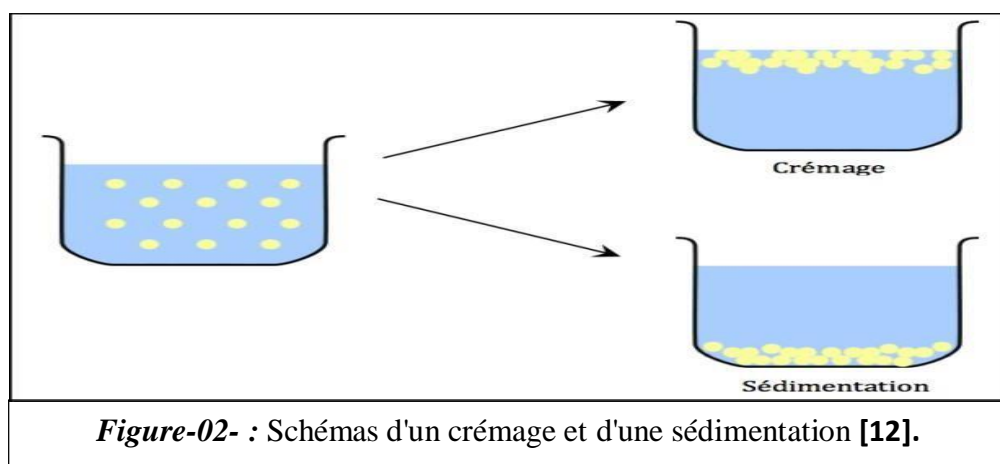
L'émulsion peut être le siège de réactions entre le principe actif et les autres composants de la phase grasse ou la phase aqueuse ou encore entre le conditionnement primaire et les composants de l'émulsion, une étude détaillée des possibilités d'interférences entre les différents composés est nécessaire pour éviter les incompatibilités éventuelles.

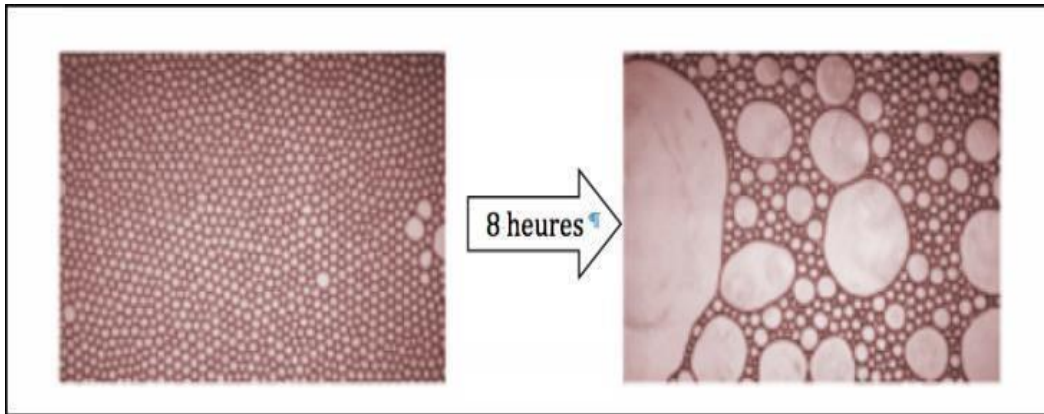
##### a).2.Déstabilisation biologique :

L'émulsion peut constituer un milieu nutritif idéal pour les microorganismes, la contamination bactérienne et fongique est susceptible d'engendrer la rupture du système.

##### a).3.Déstabilisation physique :

Au cours du temps, une émulsion évolue fatalement vers la séparation des phases. Les mécanismes de déstabilisation d'une émulsion peuvent être répartis en deux catégories le premier regroupe les phénomènes de migration des gouttes comme sédimentation et crémage (**figure.02**), et la seconde concerne la variation de taille des gouttes, comme coalescence (**figure.03**) [13].

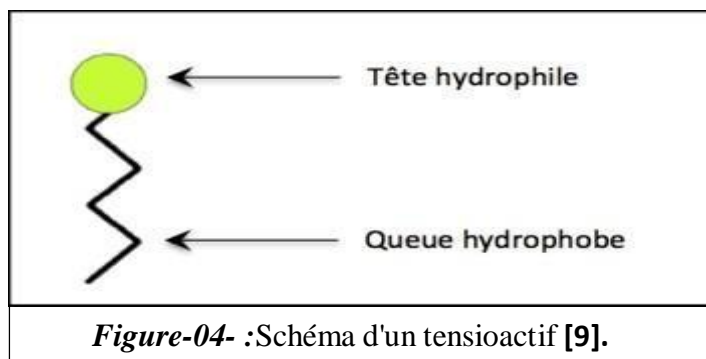




**Figure -03- :** Coalescence de gouttelettes observée au microscope optiqueGrossissement 10X [12].

### b) La stabilité

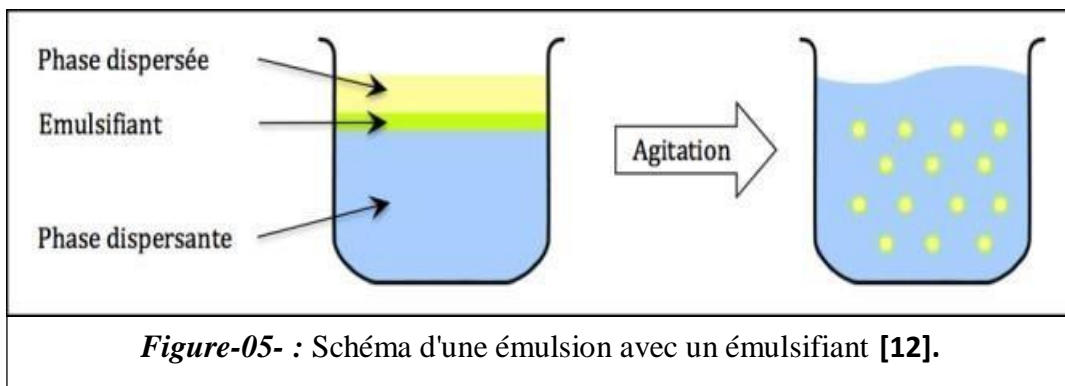
Pour que l'émulsion soit persistante, il est nécessaire d'utiliser un agent émulsifiant dans le rôle de stabiliser le système dispersé en inhibant les phénomènes de dégradation. Parmi les agents émulsionnants, citons les tensioactifs, les polymères, les cristaux liquides et les solides divisés. Les émulsionnants les plus largement utilisés sont les tensioactifs (**figure.04**). Il est judicieux alors d'utiliser un mélange de tensioactifs, dont la composition peut être ajustée de manière à optimiser la formulation [13].



**Figure-04- :** Schéma d'un tensioactif [9].

#### b).1.Les tensioactifs :

Les tensioactifs, sont des substances qui forment un film autour des gouttelettes se trouvant dans la phase dispersée (**figure.05**). Elle donne une stabilité importante dans le temps aux émulsions. Les tensioactifs peuvent jouer plusieurs rôles. En effet, ils peuvent jouer le rôle d'émulsifiant, de moussant, de mouillant ou encore de détergent en fonction de leur nature et de la phase, hydrophile ou lipophile, dans laquelle ils se trouvent [12].



*Figure-05- : Schéma d'une émulsion avec un émulsifiant [12].*

### Formulation d'une émulsion

Cette partie présente les différentes étapes de la fabrication d'une émulsion. En effet, en fonction de la nature de l'émulsion que l'on souhaite obtenir, la fabrication implique une série de choix tels que : le type d'émulsion (E/H ou H/L), les ingrédients (nature des 2 phases, tensioactifs émulsifiants, additifs, etc.), et le procédé (ordre d'incorporation des ingrédients, vitesse d'agitation, température d'émulsification et de refroidissement, etc.)[12].

La fabrication d'une émulsion est réalisée par quatre étapes sont :

#### 1) Préparation des phases aqueuse et huileuse

Dans cette étape la phase huileuse et la phase aqueuse doit être chauffée (entre 70 et 90 ° C), le ou les émulsifiants sont ajoutés durant cette étape [14].

#### 2) Dispersion (Mélange)

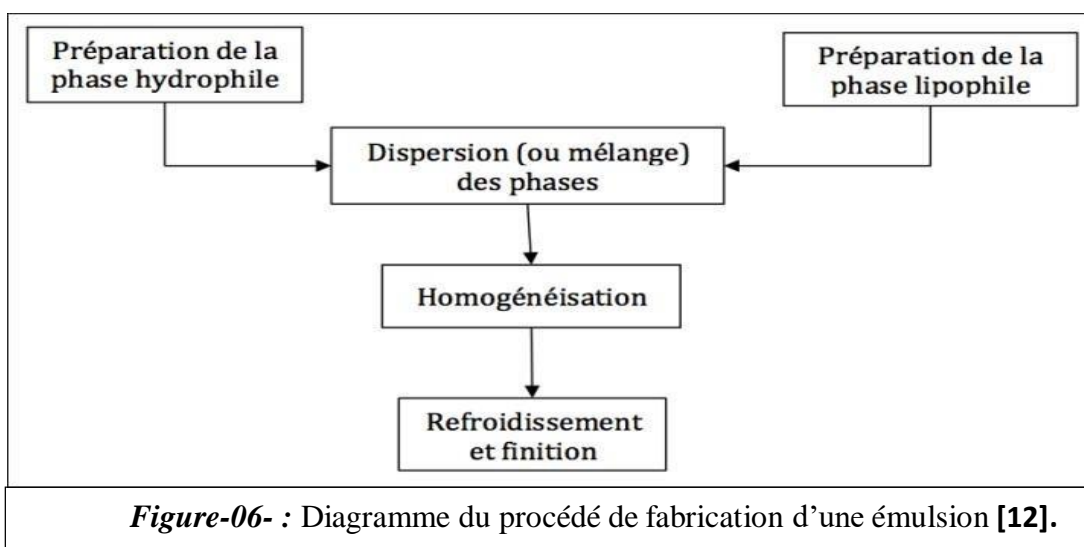
Cette étape se fait par mélange sans attendre des deux phases préparées après le chauffage. La nature de la dispersion créée dépend de la formulation mais également du mode opératoire et de la façon dont la phase dispersée est introduite dans la phase continue [14].

#### 3) Homogénéisation

Cette étape est réalisée sous l'agitation par l'utilisation d'un agitateur dont le but est de réduire la taille des gouttes de façon à conférer à l'émulsion les propriétés requises et à la stabiliser [14].

#### 4) Refroidissement (Finition)

Finalement le mélange est soumis à un refroidissement progressif jusqu'à la température ambiante, sous une agitation de plus en plus lente évitant les inclusions d'air [14].



### V. Classification des produits cosmétiques

Il existe plusieurs grandes catégories de produits cosmétiques principalement sont :

- a) les **produits d'hygiène et de toilette** : les démaquillants, produits pour le nettoyage de la peau, et les déodorants, etc.
- b) les **produits de soins esthétiques** : Gommages du visage et du corps, masques ,crèmes de soin du visage et autres sérums, etc.
- c) les **produits solaires** : crème de protection solaire, etc.
- d) L'ensemble des **produits de maquillage** : poudres, fonds de teint, rouge à lèvres, etc.
- e) les **produits d'entretien capillaires** : shampoings, après-shampoings, masques, produits de coloration des cheveux, etc. ;
- f) Les **parfums** [6].

### VI. Durée de vie d'un produit cosmétique

La date de péremption indique la date jusqu'à laquelle le produit peut être utilisé après ouverture sans dommage pour le consommateur. On parle aussi de PAO, pour Péremption Après Ouverture.

Si les produits cosmétiques sont conservés au sec et à température modérée, leur durée d'utilisation une fois ouvert est jusqu'à trois ans pour les produits à base d'alcool, comme les parfums, environ un an pour les produits solides, comme les rouges à lèvres, 6 à 9 mois pour les produits à texture aqueuse, comme les crèmes hydratants. En fonction de leur qualité, la durée d'utilisation peut être plus longue que celle indiquée, alors pour repérer si un produit est périmé, il est possible de se fier aux indications comme changement d'odeur, couleur et texture. Les produits aqueux (crèmes, laits) sont les plus à surveiller. La date de péremption des produits cosmétiques est importante à respecter parce qu'au-delà les produits peuvent causer des douleurs, éruptions cutanées, conjonctivites, enflures et la présence de pus ou de boutons [10].

# **Chapitre 02 :**

## **La peau et les problèmes à traiter**

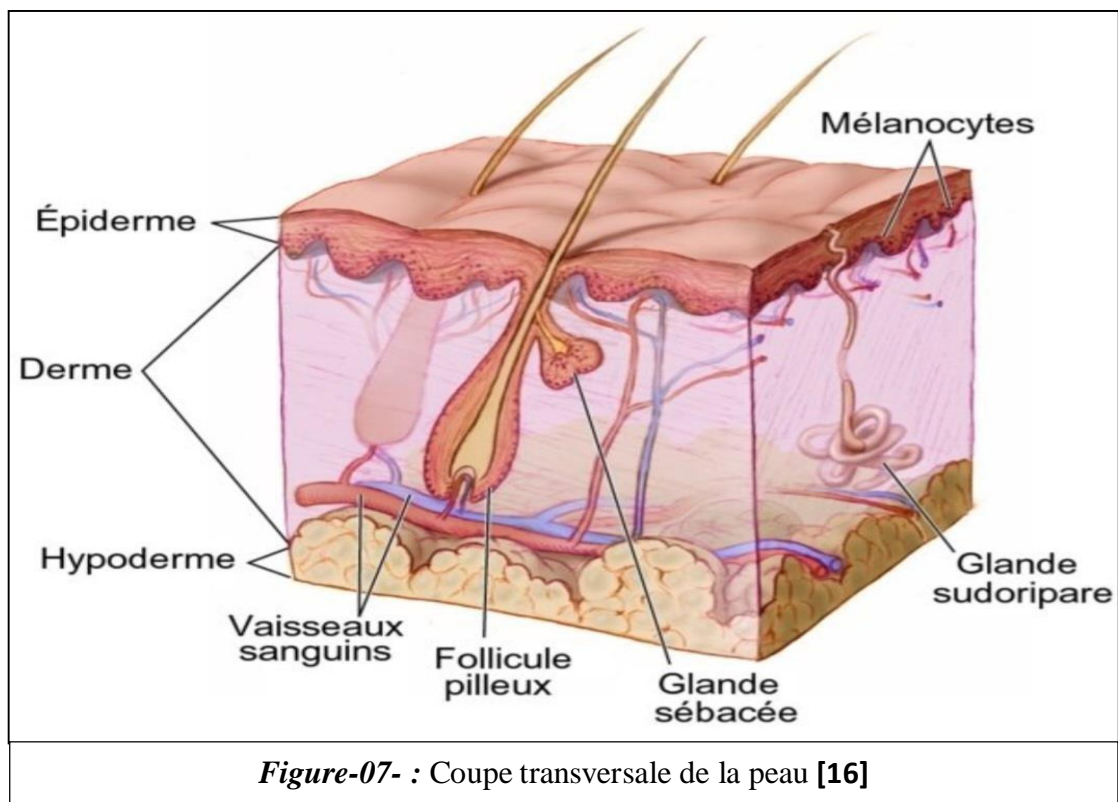
### I. Définition

La peau est l'organe du corps humain à la fois le plus étendu et le plus lourd de 4 à 10 kilos chez l'adulte, et près de 2 m<sup>2</sup> de surface. Elle joue plusieurs rôles fondamentaux dont celui de protection vis-à-vis de l'extérieur, de régulation thermique, de synthèse hormonale et elle possède aussi une fonction immunitaire [15].

D'un point de vue chimique, la peau comprend en moyenne : 70 % d'eau (sa répartition est variable, l'hypoderme beaucoup plus hydraté), 27 % de protides (carbone, hydrogène, oxygène et azote, ainsi que des acides aminés, des protéines, des hormones et des enzymes), 2 % de lipides (carbone, hydrogène, oxygène ainsi que des phospholipides, des acides gras, des triglycérides...), et 0,5% de sels minéraux (sodium, magnésium, potassium, fer, cuivre, zinc, soufre, phosphore, iode, manganèse...) [16].

### II. Structure générale de la peau

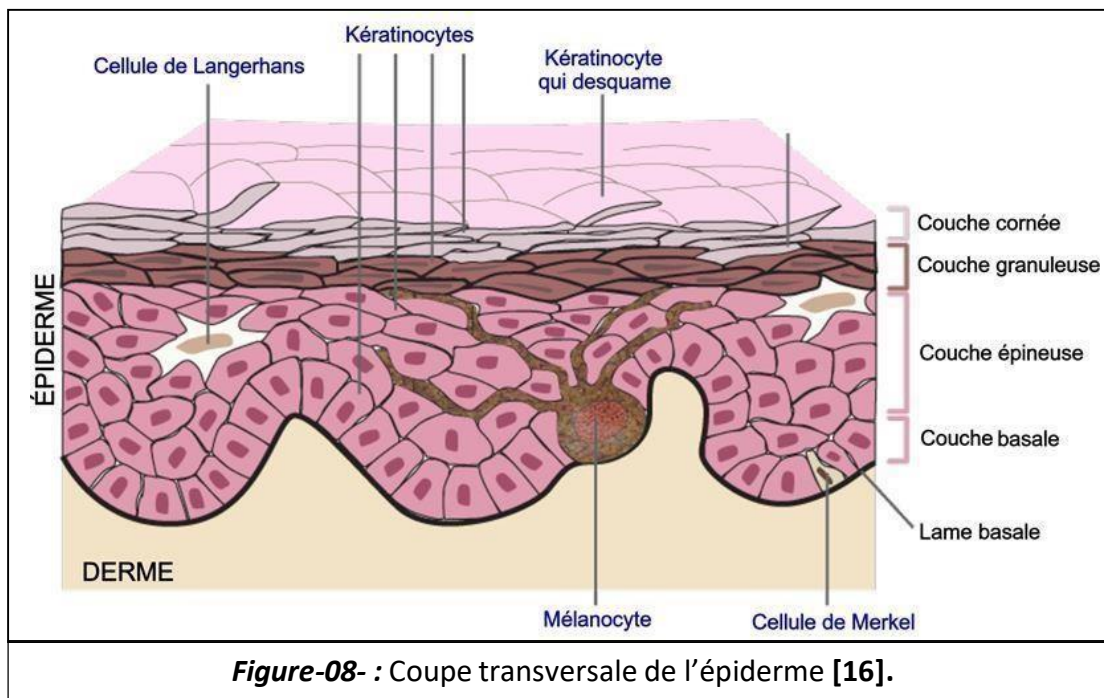
La peau est la principale barrière qui sépare notre organisme du milieu extérieur et le protège de multiples agressions. Elle est composée de trois couches de tissus : l'épiderme, le derme et l'hypoderme (figure.07).



### L'épiderme :

L'épiderme, est la couche la plus superficielle de la peau. C'est un épithélium stratifié (car composé de plusieurs couches cellulaires), squameux (car les cellules superficielles sont plates) et kératinisé (car il produit de la kératine). Il ne contient ni vaisseau sanguin ni vaisseau lymphatique, mais renferme de nombreuses terminaisons nerveuses libres. Il est recouvert d'un film hydrolipidique, le sébum, produit par les glandes sébacées du derme et qui le protège des agressions extérieures.

Dans l'épiderme, on distingue qu'il y a 4 types de cellules : kératinocytes (90 %) : Elles produisent la kératine, laquelle assure la cohésion du tissu et imperméabilise le derme, mélanocytes (5-10 %) : Elles synthétisent la mélanine, qui est notre pigment naturel et nous protège des rayons ultraviolets. La couleur de la peau ne dépend pas de leur nombre, mais de leur taille, cellules de Langerhans (2-5 %) : Défense immunitaire et cellules de Merkel : Cellules sensorielles (**figure-08-**)[16].



### II .2. Le derme

Le derme est 10 à 40 fois plus épais que l'épiderme. C'est un tissu conjonctif comprenant de nombreux capillaires sanguins et terminaisons nerveuses. Les fibroblastes y sont les principales cellules. Ce sont des cellules spécialisées dans la synthèse de deux types de fibres protéiques : les fibres de collagène et les fibres d'élastine, constituants principaux de la



## **Chapitre 02 : La peau et les problèmes à traiter**

---

matrice extracellulaire. Les premières lui confèrent une résistance aux tensions et aux tractions, tandis que les secondes lui donnent des propriétés élastiques [16].

### **II .3. L'hypoderme :**

L'hypoderme est un tissu conjonctif lâche... entre le derme et les aponévroses superficielles sous-jacentes (membrane qui recouvre les muscles) ou le périosteum (membrane qui tapisse la surface extérieur des os). Il possède des cellules particulières appelées adipocytes cellules spécialisées dans le stockage de triglycérides et donc d'énergie. L'hypoderme forme le tissu adipeux blanc [16].

### **III. Les fonctions de la peau**

La peau est en première ligne et, a donc une fonction à la fois de défense et de relation au monde extérieur. C'est un organe frontière essentiel à la protection du corps face aux agressions de l'environnement, mais également un organe de contact sensoriel et d'échanges thermiques, hydriques, essentiels au maintien de l'homéostasie (capacité à maintenir l'équilibre de son milieu intérieur). C'est aussi un organe miroir au niveau duquel se manifestent non seulement la plupart des maladies internes, mais également toutes nos émotions, nos réactions.

La peau a aussi une fonction Métabolique, elle produit des substances pour elle-même et les autres organes. Par exemple, la mélanine, la kératine et de la vitamine D pour sa protection [18].

### **IV. Les différents types de la peau :**

Il existe quatre types de peaux : peau normale, sèche, grasse ou mixte. Le type de peau est déterminé par notre patrimoine génétique. L'état de santé de notre peau peut cependant considérablement varier en fonction des divers facteurs internes et externes auxquels elle est exposée.

#### **IV .1. La peau grasse :**

Le terme « peau grasse » est utilisé pour décrire un type de peau dont la production de sébum est accrue. Une surproduction s'appelle une séborrhée. Elle a tendance à avoir des imperfections, se caractérise par un teint brillant particulièrement sur la zone T, des pores assez visibles et dilatés, un grain de peau irrégulier, une sensation huileuse et pH supérieure à 6,5 car la peau a pH alcalin [19][20].

### IV .2. La peau sèche :

Le terme « peau sèche » est utilisé pour décrire un type de peau qui produit moins de sébum qu'une peau normale. À cause de cette carence en sébum, elle ne dispose pas des lipides dont elle a besoin pour retenir l'humidité et construire une barrière protectrice contre les agressions extérieures, les signes d'une peau sèche sont : une sensation de sécheresse, rugueuse, rêche et peu souple au toucher, un aspect mat, des ridules marquées et ph inférieur à 6,5 car c'est un peau acide [19][20].

### IV .3. La peau mixte :

La peau mixte représente un mélange de deux types de peaux sèche et grasse. Là où les glandes sébacées sont les plus présentes et actives , c'est - à - dire sur la zone T au niveau du front , du nez et du menton , qui est plus sujette aux boutons , on retrouve les caractéristiques de sensation huileuse et de teint brillant , tandis que sur le reste du visage , et précisément sur les joues , la peau a tendance à sembler plus sèche et à tirailler .

Les signes d'une peau mixte sont : des brillances sur la zone T, des pores assez visibles sur la zone T, une sensation de sécheresse sur le reste du visage [19][20].

### IV .4. La peau normale :

Le terme « peau normale » est largement utilisé pour décrire une peau équilibrée. Une peau normale ne présente aucun problème, il correspond à une peau équilibrée, qui ne produit ni trop, ni trop peu de sébum.

Les signes d'une peau normale sont : pas de brillance ou de sécheresse, un teint régulier, une peau souple, aucun problème visible, et avec ph situe à aux alentours de 6,5, c'est un peau à pH neutre) [19][20].

## V. Les tendances de peaux

Elles sont souvent confondues avec les types de peaux, alors que les tendances de peaux sont plutôt des états particuliers. Ils sont passagers et dépendent de différents facteurs comme l'âge ou des éléments extérieurs, dont le climat, l'utilisation de produits agressifs, l'alimentation ou un traitement médicamenteux [20].

### La peau sensible

C'est une tendance de peau très répandue. Cette sensibilité peut être génétique mais aussi accentuée par les facteurs extérieurs et l'utilisation de produits agressifs ou allergènes. Les signes d'une peau sensible caractérisent par l'apparition des rougeurs, des démangeaisons et des irritations [20].

### La peau mature

Avec l'âge, la peau n'est plus au top de sa forme et on y reconnaît les signes de son vieillissement. Le derme et l'épiderme s'amincissent et les fibres de collagène et d'élastine sont moins robustes. La peau perd donc en fermeté, les premières rides et ridules apparaissent et elle devient plus sèche, et l'apparition de petites taches brunes sur les zones les plus exposées au soleil [20].

## VI. Les problèmes à traiter

L'environnement agit continuellement sur la peau de sorte à créer des micro-agressions aux effets plus ou moins néfastes, issus de facteurs extérieurs difficiles à éviter, comme le stress oxydatif, le vieillissement cutané prématuré et Les taches brunes.

### VI .1. Le stress oxydatif

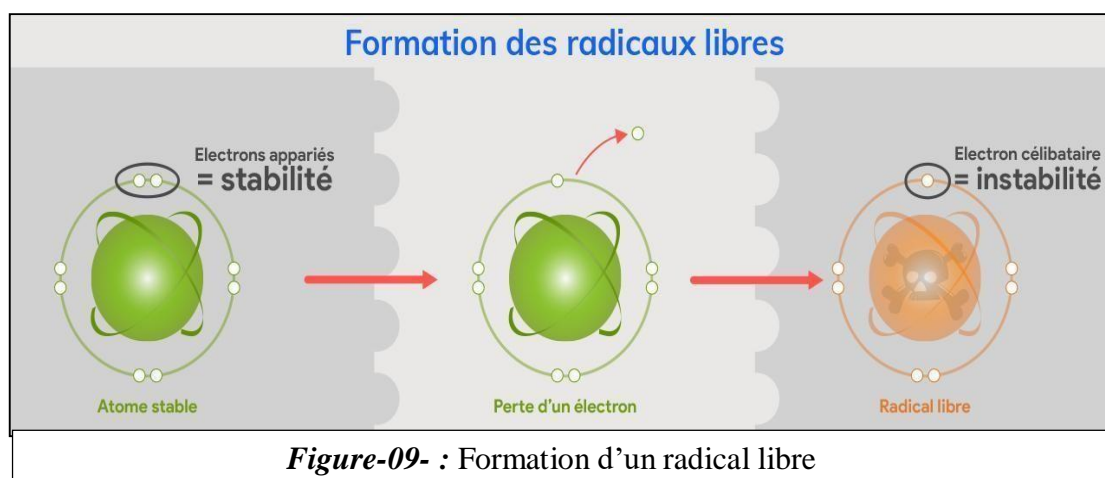
#### VI .1.1.Définition

Le stress oxydatif est un processus biologique qui détruit les cellules dans le corps. C'est l'une des causes principales du vieillissement cutané. La pollution et les rayons UV, tout particulièrement, peuvent, ensemble, renforcer les effets du stress oxydatif en propageant des radicaux libres. Cela a pour conséquence une peau terne, fragile et prématurée [21].

#### VI .2.Les radicaux libres

Les radicaux libres sont des produits métaboliques d'oxygènes très réactifs présents naturellement dans l'organisme. Ce sont des molécules agressives, parfois des liaisons oxygénées auxquelles manque un électron. Pour se stabiliser (**figure.09**), elles le prennent chez les autres molécules de la peau et les abîment [22].

Notre corps a besoin d'oxygène, mais les fonctions corporelles normales divisent parfois les molécules d'oxygène en deux atomes simples ayant un électron non apparié. Ces électrons non appariés recherchent dans l'organisme un autre électron pour former une paire stable, c'est pourquoi ils sont dits réactifs. Durant cette quête, ils causent des dommages aux protéines, à l'ADN et aux membranes cellulaires [23].



### VI .3. Impact de stress oxydatif sur la peau

Le stress oxydatif influence l'ADN des cellules de la peau, tous les constituants de l'épiderme sont attaqués par les radicaux libres : les lipides, en particulier ceux qui constituent le du film hydrolipidique, les protéines, responsable de la tonicité et l'élasticité de la peau [24][25], qui vont dès lors fonctionner moins bien. Cela peut avoir pour conséquence une inflammation de la peau, des rougeurs et une peau sensible [25].

#### VI .3.1.Le vieillissement cutané prématuré

La peau génétiquement programmée pour vieillir, certes, mais aussi que 90% du vieillissement cutané est dû à des facteurs externes provoqués par de l'environnement par exemple : le soleil, la pollution et le stress. Ces facteurs externes entraînent une augmentation de la production des radicaux libres et ainsi accélèrent le vieillissement cutané et l'apparition de taches brunes [26].

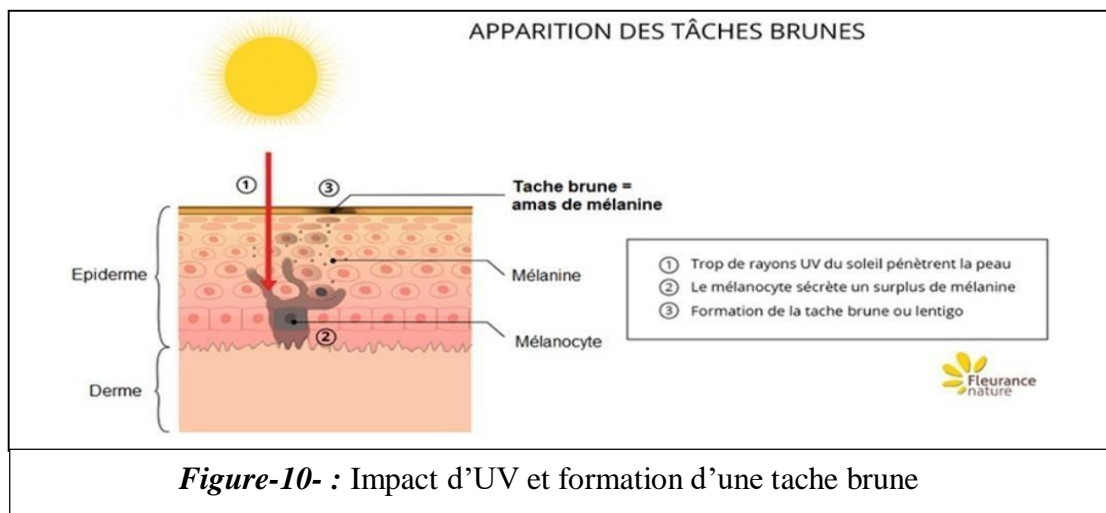
Le stress oxydatif est une cause majeure du vieillissement prématuré cutané. Il endommage les cellules de la peau tant au niveau de l'épiderme que du derme et participe à leur dégénérescence. Les dégâts causés par les radicaux libres, et donc par le stress oxydant, ne sont pas immédiats, ni visibles sur la peau tout de suite. Le vieillissement prématuré de la peau se traduit par des rides et des ridules qui apparaissent prématurément, un teint qui ternit plus vite ou encore une perte de fermeté visible dès le trentain [25].

#### VI .3.2.Les taches brunes

Les taches brunes proviennent du stress oxydatif de cellules cutanées, et favorisé par les rayons UV qui déstabilisent le fonctionnement des cellules de la peau aux base de l'épiderme appelées les cellules mélanocytes, qui assise sur la jonction démo épidermique et responsable de la fabrication de la mélanine qui sera produit en trop grande quantité par l'action de UV

## Chapitre 02 : La peau et les problèmes à traiter

et le stress oxydatif, donc les cellules mélanocytes n'arrivent pas à éliminer cette accumulation, en effet la capacité de la peau à absorber les UV va baisser, et provoque l'apparition de petites taches pigmentées ou taches brunes sur les zones photo – exposées (figure.10) [27].



### VI .4. Lutte contre le stress oxydatif

Au niveau cutané, l'application de soins antioxydants et anti-radicalaires sous la forme de sérum ou de crème quotidienne a pour objectif de lutter contre le stress oxydatif, et donc contre le relâchement cutané, la perte de densité et l'apparition de rides, tâches et ridules. Il existe une multitude de molécules antioxydantes recherchées dans un produit cosmétique, par exemple :

- a. **L'acide ascorbique** : l'acide ascorbique, ou vitamine C, aide à prévenir les dommages cellulaires et à fabriquer le collagène, lui-même essentiel à la formation du tissu conjonctif de la peau.
- b. **Le tocophérol** : la vitamine E ou tocophérol est idéale pour la régénération de l'épiderme et pour ses propriétés anti inflammatoires, et agit en synergie avec d'autres actifs, tels que l'acide ascorbique. Le tocophérol protège en particulier les lipides constitutifs des membranes cellulaires de la peau.
- c. **Les polyphénols** : les polyphénols sont une catégorie de molécules organiques réputés pour leurs propriétés anti oxydantes. Les polyphénols comprennent entre autres les phénols simples, les acides phénoliques, les coumarines, les flavonoïdes, ainsi que les tanins [24] [25].

# **Chapitre 03**

## **Monographie des plantes**

### I. Pin maritime (*Pinus pinaster*)

#### Description botanique

Le pin maritime (*Pinus pinaster*) porte plusieurs noms : « pin des Landes », « pin de Bordeaux », « pin à trochets » ou encore « pin du Maine » [28]. Il fait partie de la famille des pinacées. C'est une espèce de conifère. C'est un arbre qui peut atteindre 30 m de haut, qui arrive à maturité vers 40 ou 50 ans et qui peut vivre jusqu'à 500 ans [29].

#### - Le tronc

Flexueux avec des courbures de différent sens. Son écorce gris pâle chez les jeunes, devient rougeâtre au fil des années. Épais, il se crevasse progressivement, en formant de grandes écailles (**figure.11a**).

#### - Les aiguilles

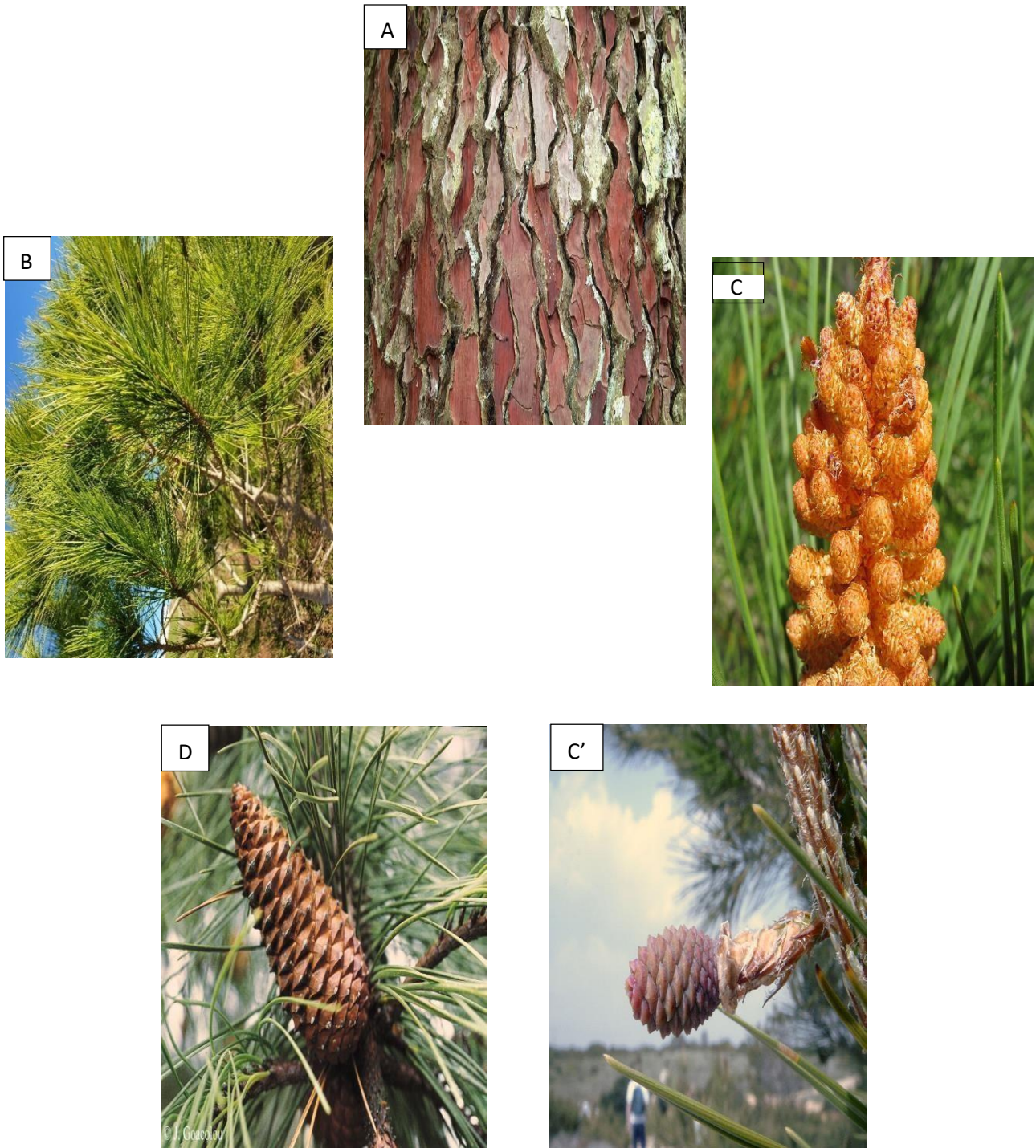
Ses aiguilles persistantes sont épaisses, rigides, mesurant 10 à 20 cm et groupées par deux (gémées), souvent contournées, d'un vert blanchâtre (**figure.11b**).

#### - Les fleurs

L'arbre est monoïque, ce sont des cônes soit mâle soit femelle. Les cônes mâles de 20 à 22 mm de long sont ovoïdes, écailleux, de couleur brun-orangé à maturité. Ils se forment à la base des pousses longues de l'année et produisent une grande quantité de pollen jaune, dispersé par le vent. Les cônes femelles se forment dans la zone de la couronne, ils se transforment une fois fécondés en cônes presque sessiles de 10 à 18 cm de long. Sa couleur rougeâtre puis brun-roux. L'ouverture des écailles libère des graines noires de forme ovale et légèrement aplaties de 8 millimètres de long et de 3 à 5 mm de largeur. La plante fleurit en mois avril à mai (**figure.11c, c'**).

#### - Les fruits

Les cônes sont ovoïde-conique, inclinées vers le bas, sa forme est allongée lorsqu'ils sont fermés. Ils sont gros long de 09 à 18 cm, sa largeur 04 à 07 cm, sa couleur évolue de vert jusqu'au brun (**figure. 11d**). La Fructification se réalise en automne [31].



**Figure-11- :** Différentes partie du pin maritime (*pinus pinaster*).

**A-** l'écorces, **B-** les aiguilles, **C-** la cône male, **C'-** la cône femelle, **D-** fruit



### Systematique et nom vernaculaire

Le genre *Pinus* contient plus d'espèces que n'importe quel autre genre du groupe des conifères. Le sous-genre des *Pinus* (Diploxylon) est lui-même subdivisé en sections et sous-sections. La position systématique du pin maritime (*Pinus Pinaster* Ait. ou *Pinusmaritima* Mill.) dans la classification actuelle est la suivante (d'après Farjon, 1984)[31] :

**Tableau-01-** : La classification systématique du pin maritime (*Pinus Pinaster* Ait.), (d'après Farjon, 1984)

<b>Règne</b>	Plantae
<b>Embranchement</b>	Spermaphytes(phanérogames)
<b>Sous-embranchement</b>	Gymnospermes
<b>Ordre</b>	Pinale
<b>Famille</b>	Pinaceae
<b>Genre</b>	<i>Pinus</i>
<b>Espèce</b>	<i>Pinus pinaster</i>

Selon Kahlouche-Riachi, (2014), le pin maritime présente la nomenclature suivante :

*Nom scientifique* : *Pinus pinaster*

*Nom Français* : *Pin maritime*

*Nom Arabe* : *Sanawbar bahri*, صنوبر البحر

*Nom Anglais* : *Maritime pine*

### Habitat et écologie de la plante

Provenant du sud-ouest de l'Europe (Pauly et al, 1973), cet arbre est très courant au sud de la côte atlantique, notamment dans les Landes, en Charente, en Sologne et sur la côte méditerranéenne. On le trouve en France dans le massif forestier des Landes de Gascogne (massif landais du sud-ouest). On le trouve aussi en Afrique du Sud où il est cultivé à grande échelle. En Afrique : Le pin maritime se limite à l'Afrique du Nord, sa répartition est disjointe et se présente comme suit : en Algérie, il se trouve sur le littoral constantinois, le tell oriental et dans le littoral kabyle. Les plus beaux peuplements se rencontrent à Collo et à Jijel (Amitouche et Rakem ,2017) car les *pinus* en général font partie de la richesse floristique à cause de la nature du climat et du sol[32]. Il est bien adapté aux climats maritimes très tempérés, à température douce et régulière, le Pin maritime exige une légère humidité de l'air (Kadri et al., 2015), mais supporte la sécheresse estivale, sensibles de froids prolongés et de fortes gelées (Alissar, 2006).

### Utilisation

Les *Pinus* sont utilisés en médecine traditionnelle algérienne, autant que tisane, décoction, inhalation car ils sont le plus souvent utilisés comme : antiseptique recommandé dans toutes les infections des voies respiratoires, les infections urinaires, les calculs biliaires. Efficace dans les affections pulmonaires : la grippe, la sinusite, les rhumatismes [33].

Les extraits d'écorces de pin maritime, contiennent de fortes teneurs en flavonoïdes et en proanthocyanidines. Ces extraits, jouent un rôle d'antioxydant,(celhay, 2013). Des laboratoires pharmaceutiques ont utilisé l'extrait d'écorce de pin comme produits cosmétiques contenant des polyphénols aux propriétés antioxydants et anti-inflammatoire, pour la lutte contre la production de radicaux libres néfastes à la santé et à la beauté de la peau. (Edeas , 2007).

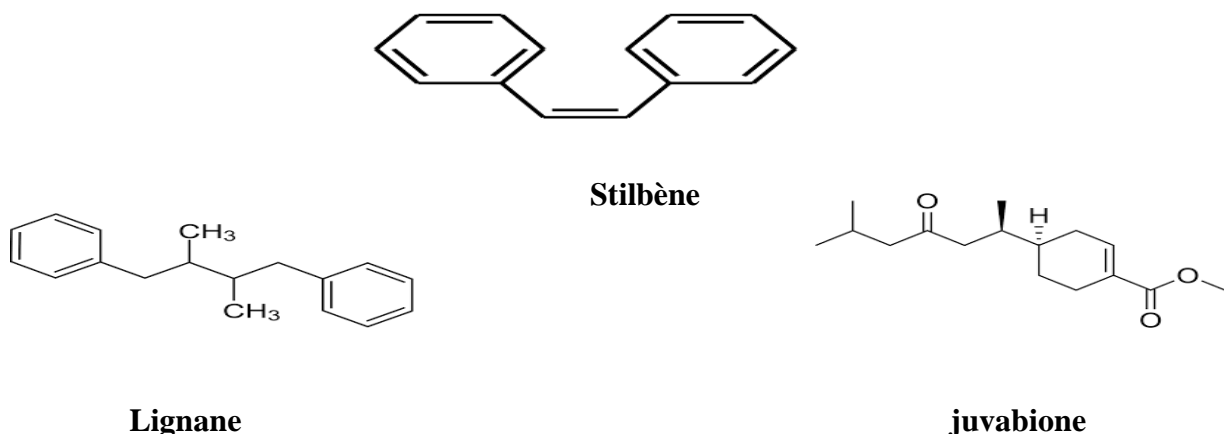
L'écorce de pin a été utilisée dans de nombreuses conditions, pour le scorbut causé par la Carence en vitamine C, considérée comme utile pour la cicatrisation dans le cas des affections cutanées.

Hippocrate, le « Père de la Médecine » mentionnait les effets thérapeutiques de l'extrait d'écorce de pin maritime sur le diabète et les maladies inflammatoires (paker et al. 1999)[34].

### Composition chimique

Elles correspondent à des mélanges liposolubles de composées terpénoïdes volatiles ou non volatils et des composées phénoliques qui sont sécrétés dans les structures spécialisées localisées à l'intérieur ou à la surface des organes de la plante (Langenhein, 2003).

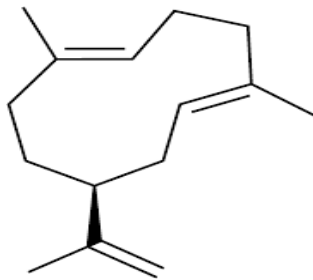
- **Flavonoïdes** : d'après une étude réalisées par une maître (SAADOU NINA 2007) a montré la présence de forte teneur en flavonoïdes dans les aiguilles du pin maritime [35] .Les principaux flavonoïdes isolés sont présentés ci-dessous (**figure.12**) :



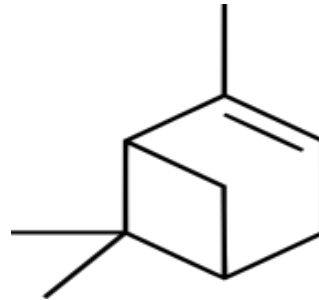
**Figure-12-** : les principaux flavonoïdes du *P.pinaster*.

- **Les huiles essentielles :**

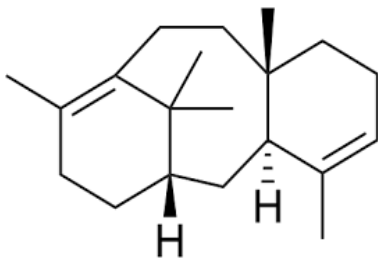
Les composants principaux de l'HE extraite des aiguilles de *Pinus pinaster* sont le germacrène D et le  $\beta$ -caryophyllène (M. Zouhdi & JM Bessiere 2001) [36]. Tandis que l'HE d'écorce contient  $\alpha$ -pinène,  $\beta$ -caryophyllène, germacrène D et un diterpène [37].



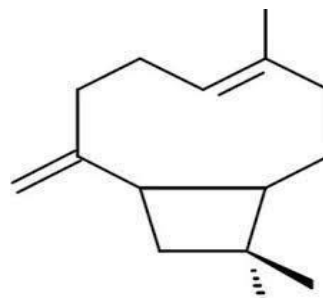
**Germacrène D**



**$\alpha$ -pinène**



**Diterpène**



**$\beta$ -caryophyllène**

*Figure-13- : Les principaux composants d'HE du *pinus pinaster*.*

- **L'huile végétale :**

L'huile végétale est extraite des graines du pin maritime, Contient 70% d'AGPI (acides gras polyinsaturés) essentielles et exceptionnels au pouvoir réparateur et renouvellement de la peau tels que Oméga (3, 6,9), Delta 5(acide scaidonique), Acides linoléiques. L'huile est aussi riche en vitamine E, polyphénols, phytostérols et tocostérols au pouvoir antirides, antioxydant et anti-inflammatoire. Agit sur l'oxygénation des cellules profondes de la peau, lisse les rides, repulpe l'épiderme, action anti tâches, éclat du teint.

Il est idéal pour toutes les types de peau même les très sensibles, grâce à la propriété de pénétration rapide et facile au toucher non gras et avec une odeur végétale légère et délicate [38].

### II. L'arbousier (*Arbutus unedo* L)

#### Description botanique

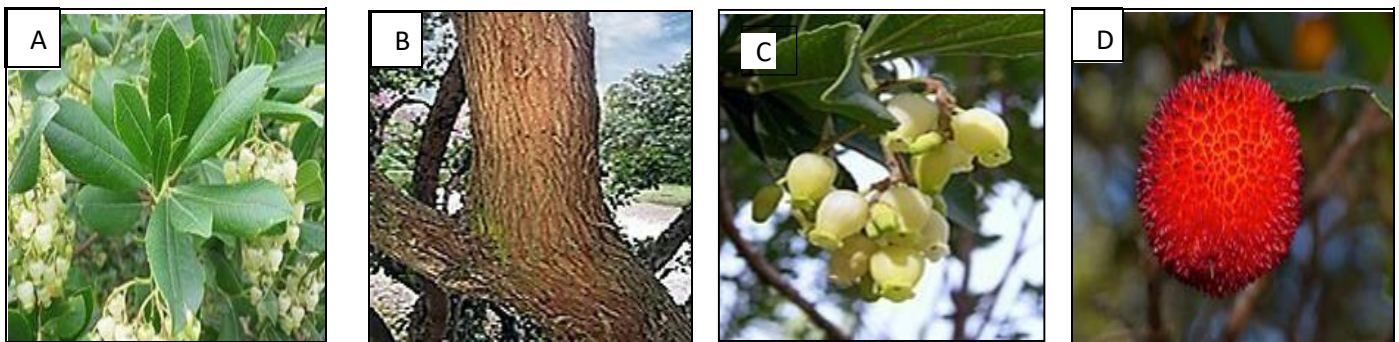
L'arbousier (*Arbutus unedo* L) est une espèce d'arbustes ou petite arbre de la famille des Ericaceae, il est considéré comme un pyrophile. Il a plusieurs dénominations différentes : a Arbre aux fraises ou Arbre à fraises, Arbre-fraise, Frôle et Olonier. Ce petit arbre méditerranéenne atteint jusqu'à 10 m. Il vit en moyenne de 100 à 400 ans [39].

-**Les feuilles** : sont ovales à bordure dentelée d'une dizaine de centimètre de long sont persistante, alternes, vert foncé luisant au-dessus, vert pale dessous (**figure.14.A**) [40].

-**L'écorce** : Les jeunes rameaux sont rouges, rudes et poilus. Le tronc est couvert d'une écorce écailleuse rouge brune, de diamètre peut aller jusqu'à 35 cm. Lorsque celui-ci devient âgée, elle prend une couleur brune terne, se fissure et finit par s'exfolier en petites plaques (**figure14-B**)[41].

-**Les fleurs** : blanc verdâtre, forme de clochettes blanches pendent en grappes et apparaissent en Septembre-Octobre, en même temps que les fruits (**figure.14.C**)[42].

-**Les fruits** : rouge-orangé à maturité et une baie charnue, sphérique, à peau rugueuse, couvertes de petites pointes coniques, fruit comestibles, gout très prononcé, murs en automne-hiver (**figure.14.D**)[43].



**Figure-14- :** Les différentes parties de l'arbousier (*Arbutus unedo* L)

A-feuilles, B-écorce, C-fleurs, D- fruit

#### Systematique et nom vernaculaire

*Arbutus unedo* L., appartient à la famille des Ericaceae. C'est un arbuste toujours vert, originaire de la région méditerranéenne [40]. Sa position taxonomique est représentée si dessous (**tableau-02-**) :

**Tableau-02-** : Classification taxonomique d'*Arbutus unedo* L. selon GUIGNARD (2001)[41].

<b>Règne :</b>	Plantae
<b>Embranchement</b>	Spermaphyte
<b>Sous-embranchement</b>	Angiosperme
<b>Classe</b>	Dicotylédone
<b>Ordre :</b>	Éricales
<b>Famille :</b>	Ericaceae
<b>Genre :</b>	Arbutus
<b>Espèce :</b>	<i>Arbutus unedo</i> L

L'*Arbutus unedo* Lest le nom scientifique de l'arbousier, en arabe on l'appelle sasno ou lanj, sa nomenclature anglaise straw berry tree.

### Habitat et écologie de la plante

L'arbousier est présent dans l'ensemble du pourtour méditerranéen [46], presque exclusivement sur sols siliceux, parfois sur des calcaires non actifs ou dolomitiques. Dans le Midi de la France, il prospère particulièrement dans certaines régions des Pyrénées- Orientales, le Var ; dans le Sud-Ouest, il est très répandu le long de la côte landaise sur les sols sablonneux compris entre Bordeaux et l'océan, et remonte au nord jusqu'au littoral de la Loire-Atlantique . En Afrique du nord, il existe dans la côte montagneuse sur les monts à l'ouest de l'Algérie car c'est une plante très abondante dans les garrigues, les tells et les forêts, mais aussi en Tunisie et au Maroc[47]. Elle se rencontre à des altitudes allant de 0 à 600 m, mais moins fréquemment au-delà de 1000 m .Il préfère les sols acides, riches et bien drainés et une exposition ensoleillée.

### Utilisation

*Arbutus unedo* L. est utilisé traditionnellement comme aliment nutritif et remède naturel pour traiter de nombreuses maladies. Il est un antiseptique, diurétique et dépuratif [48]. En gargarisme, l'arbousier soulage les maux de la gorge. L'Arbousier a qualifié de mellifère et son miel est très apprécié pour son goût amer caractéristique et ses propriétés biologiques présumées. De plus, il présente une importance économique remarquable [49]. Les tiges et les feuilles sont utilisées pour durcir les olives [50]. Les feuilles sont utilisées en médecine traditionnelle, en décoction contre les affections des voies urinaire (cystite en particulier) et dans le traitement des infections rénales mineures [51]. Comme, il est riche en sucres fermentes cibles, il a été traditionnellement utilisé dans la production des boissons alcoolisées.

## Chapitre 03 : Monographie des plantes

---

Les molécules extraites des feuilles d'Arbousier présentent une large gamme d'activités biologiques à savoir : l'activité astringente, antiagrégant des plaquettes humaines en raison de ses richesses en tanins, antiseptique, antiinflammatoire, antidiarrhétic, anti-hypertension et antidiabétique [53].

Le fruit a été utilisé pour traiter les affections gastro-intestinales, les problèmes neurologiques et dermatologique [54], également est utilisé comme antiseptiques dans le traitement des infections des voies urinaires [55]. Aussi il est ajouté dans les produits à base de viande et de céréales. Le fruit sec est utile pour faire du thé, des saveurs et couleurs dans l'industrie. Selon BELLAKHDAR(1997) [56], il est nécessaire de respecter les doses d'arbouses consommées, car en petite quantité, il joue un rôle antidiarrhéic mais en cas d'excès, il devient toxique. Il a été rapporté que le fruit de *l'Arbutus unedo L.* possède des propriétés astringentes, diurétiques et antiseptiques [57].

La racine d'Arbousier est un désinfectant des voies urinaires, elle est utilisée pour soigner les blennorragies et possède une activité hypoglycémiant [58].

### I.1. Composition chimique

*Arbutus unedo L* possède des métabolites secondaires. Ces composés secondaires appartiennent à des groupes chimiques variés. Les analyses phytochimiques faites par plusieurs auteurs (AIT YOUSEF, 2006 ; DOUKANI et TABAK, 2015 ; MALES et al., 2006 ; ALI-DELILLE, 2013 ; MIGEL et al., 2014) montrent que la composition chimique des différentes parties d'*Arbutus unedo L* après des analyses physicochimiques effectuées par plusieurs auteurs.

**-Les fruits :** Selon AIT-YOUSEF (2006) les fruits de l'arbousier est comestible très riche en tanin. D'après MIGUEL *et al.* (2014) il renferme plusieurs composés chimiques dont : les composés phénoliques (acides phénoliques, les flavonols, flavan-3-ols), les vitamines (vit E avec une teneur de 55.7 mg / 100g, vit C avec une teneur de 89 mg / 100 g), les sucres (fructose, glucose).

**-Les feuilles :** les feuilles sont très riches en tanins, des polyphénols et d'autres composés phénoliques tels qu'arbutoflavonol A et arbutoflavonol B, elles contiennent une quantité très importante de flavonoïdes qui varie entre 0.5% à 2%. En plus de ce composé majoritaire, les feuilles de l'arbousier contiennent plusieurs autres molécules d'intérêt tel que l'arbutoside, présent à une estimation de 3,2%. Elles renferment aussi de l'acide gallique et isolique, qui sont caractérisées par leurs activités antioxydantes [59].

# **Partie expérimentale**

# **Chapitre 01**

## **Matériel et méthodes**



## Chapitre 01 : Matériel et méthodes

---

Notre travail consiste à évaluer les activités antioxydantes, antimicrobiennes d'huile essentielle des aiguilles de pin maritime, les feuilles d'arbousier et l'huile végétale des graines de *Pinus pinaster*. Ce travail a duré 03 mois de Mars au mois de juin.

- L'extraction d'huile essentielle et d'huile végétale a été réalisée au niveau de l'entreprise BIO.extrapamal.
- L'activité antimicrobienne, antioxydante a été réalisée au niveau de laboratoire de recherches PAM de l'université de Blida 1
- Les analyses physico-chimiques des extraits obtenus et la formulation de l'émulsion a été réalisés au niveau de laboratoire des analyses physico-chimiques de l'entreprise Venus.

### I. Matériel

#### 1. 1. Matériel biologique

**I.1.1. Matériel végétal :** notre matériel végétal est constitué des aiguilles, des graines du pin maritime et des feuilles d'arbousier

**I.1.2-Souches microbiennes :** les souches utilisées dans notre étude sont montrées dans le tableau suivant :

*Tableau-03- : Souches microbiennes utilisées dans notre étude*

Souche bactérienne	Souche fongique	Provenance
<b>Gram négative :</b> Escherichia coli ATCC 8139 Pseudomonas aeruginosa ATCC9027 <b>Gram positif :</b> Staphylococcus Aureus ATCC 6538	Candida albicans ATCC 10231 Aspergillus brasiliensis ATCC 16404	Laboratoire d'hygiène d'hôpital ferroudja, blida

### II. Méthode d'étude

#### Récolte des échantillons

- Le Pin maritime (*Pinus pinaster*)

Les aiguilles du pin maritime ont été récoltées au niveau de la forêt de Tipaza qui est un endroit loin des routes pour éviter la pollution et le stress de la plante (**figure.15**) à partir du 10 h du matin. Nous avons choisi que les parties saines de la plante. La première récolte a été réalisée le 18/02/2022, nous avons collecté un poids de 6849 g. Cette quantité a été séchée à l'air libre et à l'abri de la lumière, conservée puis emballée dans un carton dans un endroit sec.

## Chapitre 01 : Matériel et méthodes

---

La deuxième récolte a été faite le 14/03/2022, où une quantité de 16500 g a été ramassée et utilisée directement à l'état frais pour l'extraction.



**Figure-15-** : Localité de récolte du pin maritime (*Pinus pinaster*).

➤ L'Arbousier (*Arbutus unedo* L) :

Les feuilles ont été récoltées au niveau de la montagne de Chenoua, la commune de Tipaza le 18/02/2022 à 10 h du matin, le poids récoltés est 4535 g, cette quantité a été séchée et conservée pendant 10 jours dans un endroit sec.

### Extraction de l'huile essentielle

L'extraction est faite par hydrodistillation où un mélange de plante et d'eau sont mis dans un alambic soumis sous une source de chaleur. Au moment où le milieu est chauffé, l'eau se transforme en vapeur. Les parois des cellules végétales subissent des ruptures et leurs contenus aromatiques sont libérés. Les composés volatils sont emportés avec la vapeur puis refroidis dans un condenseur. La vapeur en contact avec l'eau froide redevient liquide et se sépare de l'eau par différence de densité. Le liquide finit par couler du condenseur sur l'effet de la gravité, afin d'être récolté dans un vase florentin (**figure.16**). Les deux phases (hydrolat et huile essentielle) sont récupérées séparément dans la verrerie de laboratoire [59].



**Figure-16- :** Extraction d'huile essentielle du pin maritime par hydrodistillation

### Extraction des huiles végétales

L'huile végétale est extraite à froid selon un processus mécanique. C'est une presse avec un vis qui pousse les noix ou les graines avec la création d'une friction et une pression qui compresse les ingrédients. L'huile tombe à travers une petite ouverture et les tourteaux sont extraites séparément (figure.17) [60].



**Figure-17- :** Extraction d'huile végétale par la presse à froid

- **Mode opératoire**

La première étape consiste à chauffer l'appareil, puis ajouter séparément les graines, l'huile va tomber à travers une petite ouverture mais elle n'est pas pure, elle doit être filtrée à l'aide de papier filtre puis conservée dans des flacons en verre fumés.

### **Propriétés physico-chimiques des extraits**

Les différentes analyses physico-chimiques sont réalisées sur l'ensemble des extraits (l'huiles essentielles, l'huile végétale et l'hydrolat). Ces différents tests sont :

**Le pH :** le Ph de nos produits (huile essentielle, hydrolat, huile végétale du pin maritime et hydrolat d'arbousier) est mesuré à l'aide d'un PH-mètre.

**Indice de réfraction :** on a utilisé le réfractomètre pour mesurer l'indice de réfraction des extraits.

- **Mode d'utilisation**

L'analyse nécessite un étalonnage et un réglage de la température selon la température ambiante de laboratoire. Après, on dépose trois gouttes d'échantillon sur la partie centrale du prisme principale, on ferme le prisme. Ensuite, appuyer sur Start pour mesurer l'indice de réfraction [61].

**Indice d'acide :** c'est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présent dans 01 g de corps gras, exprimée en mg/g [62].

Méthode de calcul :

$$I_A = V_{KOH} \times C_{KOH} \times (56.11 / m_{huile})$$

- **I<sub>A</sub> :** Indice d'acide
- **V :** Volume KOH
- **C :** Concentration KOH
- **m :** masse d'huile

- **Mode opératoire**

- Prendre 50 ml d'éthanol 96% (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O) et le chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à 60°C et dans un autre bécher, on pèse 0.5 ml d'huile essentielle. À ce moment, on verse l'éthanol sur l'huile et on ajoute 05 gouttes de phénolphtaléine, mettre le barreau magnétique (pour une bonne agitation).
- Le Titrage de la solution se fait avec du KOH (0.1N), jusqu'à l'apparition de la couleur rose clair.

**Indice de saponification :** c'est la quantité de KOH en mg nécessaire pour saponifier 01 g d'acide gras .plus la masse molaire d'huile est élevée plus indice de saponification est faible [59].Méthode de calcul :

$$IS = [(V_0 - V_1) \times C_{KOH} \times M_{KOH}] / V_{\text{huile}}$$

- **Is :** Indice de saponification
- **V0 :** Volume initial du KOH
- **V1 :** Volume de titrage avec KOH
- **C :** Concentration KOH
- **M :** masse molaire KOH
- **V :** Volume d'huile

- **Mode opératoire**

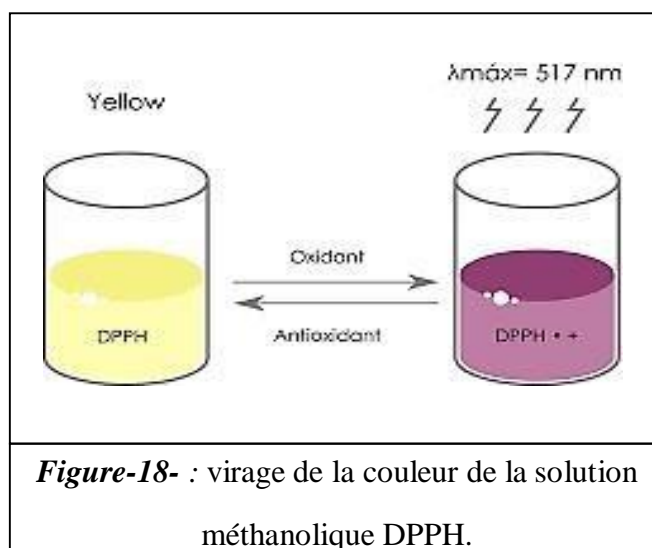
- À l'aide d'une balance, peser 02 g d'huile + 25 ml de la solution alcoolique dans un bécher.
- Mettre dans un bain marie à 100 °C pendant 01 h
- Après, on ajoute 03 gouttes de phénolphtaléine, mettre la solution sur une plaque chauffante (pour ne pas refroidis le mélange) avec une petite agitation.
- Titrage de la solution avec KOH (0.5N).

### Activités biologiques

L'activité biologique des extraits des plantes est à mettre en relation avec sa composition chimique et les possibles effets synergiques entre ses composants. Sa valeur tient à l'intégralité de ses constituants et non seulement à ses composés majoritaires. Dans notre étude, nous nous sommes focalisés qu'à deux types d'activités biologiques les activités antioxydants et antibactériennes :

### Évaluation de l'activité antioxydante d'huile végétale et l'hydrolat de pin maritime :

Le teste DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) permet de mesurer le pouvoir anti-radicalaire des extraits, car il mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le radical chimique DPPH par le transfert d'un hydrogène, sa couleur violet se transforme en DPPH-H jaune pâle (**figure.18**).La réduction du DPPH est facilement mesurée par spectrophotométrie [64].



- **Mode opératoire**

- **Préparation de la solution méthanolique à DPPH** : À l'aide d'une balance de précision, on prend 2,4 mg de DPPH + 100 ml de Méthanol = Solution méthanolique de DPPH à 0,0024% = Solution mère.

- **Préparation des solutions méthanoliques (différentes concentrations) à huile végétale de pin maritime**

03ml de l' HV sont ajoutées à 06 ml de méthanol pour préparation de la solution mère. L'ensemble est agité à l'aide de vortex. 01 ml de cette solution mère est mélangé à 01 ml de méthanol et 01 ml de la solution méthanolique de DPPH. L'ensemble est agité pour former une première dilution (N 1) à partir de laquelle 01 ml est prélevé et rajouté à 01 ml de méthanol. L'ensemble est agité pour former une deuxième dilution (N 02). Ce processus est répété jusqu'à avoir 05 dilutions. Le même protocole est suivi pour évaluer l'activité antioxydante de l'hydrolat du pin maritime.

Le même protocole est utilisé pour la préparation des solutions méthanoliques d'hydrolat de pin maritime.

### **Évaluation de l'activité antimicrobienne d'huile essentielle de pin maritime**

Dans notre travail nous avons utilisé la méthode de diffusion à partir de disques imprégnés (méthode de Kirby-Bauer 1966 modifiée) :

## Chapitre 01 : Matériel et méthodes

---

### • Principe

Des disques de papier de 6 mm de diamètre imprégnés des huiles essentielles sont déposés sur la gélose uniformément ensemencée avec le germe à teste dans une boîte à pétri.

Un gradient de concentration de l'antibiotique se forme par diffusion à partir du disque et la croissance du germe est inhibée à une distance du disque qui est liée, entre autres facteurs, à la sensibilité du germe.

Le milieu de culture utilisé est celui de Mueller-Hinton préparé conformément aux recommandations du fabricant pour les souches bactériennes et le Sabouraud pour les souches fongiques.

### • Mode opératoire

- Préparation des suspensions : à l'aide d'un écouvillon, nous prélevons des colonies, bien isolées sur milieu solides, pour les rajouter à l'eau physiologique stérile dans un tube à essai. L'ensemble est bien agité
- Ensemencement : Une quantité du milieu Sabouraud et Mueller-Hinton préalablement fondu et refroidi à 45°C et coulé dans des boîtes Pétri de 90 mm. à l'aide d'un écouvillon stérile un échantillon de la suspension est prélevé puis ensemencer en réalisant des stries serrées et en effectuant 02 rotation de 60°(Berredjem,2000).
- Application des disques : à l'aide d'une pince stérile les disques de papier buvard imprégner dans l'huile essentielle sont déposés sur les milieux ensemencés dans les boîtes de Pétri en respectant l'espace entre les disques
- Incubation : incuber les boîtes des souches bactériennes dans un incubateur pendant 24h à 37°C et les boîtes de souches fongiques pendant 48h à 25°C (Vincent, 2000).
- Lecture : mesurer le diamètre de la zone d'inhibition autour des disques à l'aide d'un pied à coulisse.

Selon PONCE *et al.* (2003), les diamètres des zones d'inhibition de l'activité antibactérienne sont classés en 4 classes selon le tableau suivant :

**Tableau-04-:** Diamètres des zones d'inhibition.

Non sensible ou résistante (-)	Diamètre < 08 mm
Sensible (+)	Diamètre entre [09 et 14 mm]
Très sensible (++)	Diamètre compris entre [15 et 19]
Extrêmement sensible (+++)	Diamètre > 20 mm

### Formulation de l'émulsion

La formulation de l'émulsion se réalise selon les étapes suivantes :

#### Procédée de préparation des deux phases

L'émulsion comprend à, au moins, deux phases non miscibles ; une phase lipophile (phase huileuse) et une phase hydrophile (phase aqueuse), ces deux derniers se préparent comme suit (vois annexe 03) :

#### Préparation de la phase aqueuse (87.10 g)

- Tous les ingrédients de cette phase sont pesés et homogénéisés dans un bécher de 200 ml en agitant légèrement.
- 10 g (10%) de chaqu'un des deux hydrolats (pin maritime et arbousier) sont mis dans un bécher de 200 ml.
- 01 g d'hydroxy éthyl celluloses (épaississant) est versé sur l'hydrolat.
- 0.05 g de methylisothiazolinone (conservateur) sont rajoutés
- De l'eau osmosée est versée jusqu'à avoir 87.10 g du poids totale de la phase aqueuse.
- La solution est mélangée avec un agitateur.

#### Préparation de la phase huileuse (12.9g)

- 07 g d'un émulsifiant (Distearyl ether) sont versées dans un bécher.
- Ajouter 01,5 g de letylsteoryl alcool (agent de consistance)
- Renverser 01 g de beurre de Karité et 02g de l'huile végétale de sésame et 02 g de l'huile végétale du pin maritime avec les autres ingrédients.

Les deux phases préparées sont mises dans un bain mari à une température de 70° C. les ingrédients des deux phases sont mélangées de temps en temps avec une spatule jusqu'à homogénéisation et fusion des produits.

### Émulsification

Le travail se fait selon la méthode d'émulsion huile dans eau (lipophile/hydrophile), une fois les deux phases prêtes, elles sont retirées du bain mari, rapidement la phase hydrophile est ben mélangée à l'aide d'ultra thorax à 13000 tours ensuite la phase lipophile est versée sur la première phase et on continue à mélanger pendant 10 minutes .Nous rappelons que cette méthode de préparation est la même pour un ensemble de quatre échantillons qui sont différents selon la composition.



### Contrôle des échantillons

Une fois préparées, les émulsions subissent un contrôle qui consiste à déterminer leurs caractéristiques organoleptiques et physiques d'une part et leur stabilité d'autre part. On peut résumer ces contrôles comme suit :

**Test macroscopique :** L'examen macroscopique des émulsions est d'une importance capitale. C'est un des tests d'acceptabilité de l'utilisateur, conditionnant partiellement. L'observance de façon à faire cet examen dans les conditions les plus favorables, il convient de stocker les émulsions dans des récipients en verre transparent de grand volume et incomplètement remplis.

- **Les propriétés physiques :** correspondent à l'aspect, la couleur (blanchâtre, grisâtres, bleutés) et la texture.
- **La rhéologie :** La connaissance des propriétés d'écoulement, en particulier le comportement rhéologique réel de ces fluides cosmétiques est fondamental pour comprendre leur modification hydrodynamique qui intervient au cours des multiples transformations physicochimiques lors des phases de transport. La vitesse de glissement a été alors quantifiée et il a été procédé à l'étude de l'effet de la température (test de fréquence).

- **Mode opératoire**

Le rhéomètre contient un thermostable (une source de refroidissement du rhéomètre) et un système de mesure constitué de deux parties, une partie statique (stator) c'est la partie fixe ou on va mettre l'échantillon et une partie mobile (rotor) ou on va placer le système de mesure (**figure.17**). Après avoir allumé le rhéomètre et l'ordinateur, on va lancer l'initiation pour placer le système de mesure. Dans notre étude rhéologique, on a travaillé avec le système Cône /plan du diamètre 60 mm et sa conicité est de  $01^\circ$  automatiquement le rhéomètre va activer une certaine distance pour la connaissance du CP ( sur l'écran indique que la distance entre eux est  $0.121\mu$  ) ensuite il va prendre sa position (mise en place ), au-delà on va mettre 03 ml d'échantillon (la température d'échantillon va être contrôlée par un thermocouple ) et le test d'écoulement est entamé .Ce même mode opératoire est appliqué aussi pour le test de fréquence.



**Figure-19- : Rhéomètre**

### **Test antimicrobienne**

Les émulsions sont des milieux propices pour la prolifération microbienne à cause de la nature de leurs ingrédients. Ce contrôle permet de vérifier l'absence de toute contamination aux bactéries, levures et moisissures afin de s'assurer de l'innocuité du produit vis – à – vis du consommateur. Les tests ont été réalisés au laboratoire de microbiologie de l'entreprise Venus.

#### **• Mode opératoire**

- Préparation de dilution : consiste à mélanger 10 g d'échantillon avec 90 g de solution DE (NeutralizingBroth) et à agiter ce mélange pendant 10 minutes.
- Préparation du milieu (ensemencement) : 01 ml de ce mélange est déposée dans deux boîtes de Pétri et on ajoute dans la première le milieu PCA et le milieu Sabouraud dans la deuxième, une fois les milieux sont solidifiés on procède à l'incubation
- Incubation : le milieu PCA va être incubé pendant 03 jr à 37°C et le milieu Sabouraud incubation à 25 ° C pendant 5 jours.
- Lecture des résultats et interprétations selon les normes.

### **Observation microscopique**

Une émulsion est la dispersion d'un liquide en fines gouttelettes dans un autre liquide. Le liquide sous forme de gouttelettes est appelé phase dispersée (ou discontinue), tandis que l'autre liquide est appelé phase dispersante (ou continue). La taille des gouttelettes va avoir un impact sur la turbidité d'une émulsion, en fonction de la taille des gouttelettes, la lumière est plus ou moins transmise. Selon la taille des gouttelettes on peut distinguer deux types d'émulsion : émulsion monodisperse et émulsion polydisperse.

#### **• Mode opératoire :**

Sur une lame, une petite goutte d'émulsion est déposée et couverte avec la lamelle. La taille des gouttelettes est observée au microscope photonique au grossissement  $\times 400$ .

# **Chapitre 02**

## **Résultats et discussions**

### I. Rendement en l'huile essentielle et en l'huile végétale

Le rendement de l'huile essentielle du pin maritime est d'une moyenne de  $0,12\% \pm 0$  pour les deux échantillons de pin maritime. Le rendement obtenu dans notre travail est moins important à celui obtenu par SAADOU, (2007) qui a travaillé sur l'espèce (pin maritime) prélevée de la zone forêt de Hadada (situé au Nord Est du chef lieu de la commune de souarekh à proximité du C.W.37, frontière avec la Tunisie.) (0,27%) et DOB et AL, (2005) qui a travaillé aussi sur le pin maritime provenant de Sidi fradj (0.3%).

Selon SAADOU,(2007)Le rendement varie selon la localisation géographique. D'après les résultats obtenus dans notre travail il semble que le séchage de la matière végétale n'influe pas sur le rendement d'HE.

Le rendement en huile végétale des graines de pin maritime est de 42 %. Nous n'avons pas trouvé des résultats de rendement des huiles végétales, cependant selon Mr.Cheikhi (président de la société BIOEXTRAPAMAL) ce rendement est important par rapport à 1kg des graines (valeur économique importantes).

Par contre le rendement en huile essentielle d'arbousier est de 0%, on peut expliquer ce résultat par la période de récolte des feuilles d'arbousier qui a été réalisée après le stade de fructification et aussi la quantité récolté.

### II. Propriétés organoleptiques d'huile essentielle et végétale de pin maritime

Les résultats des propriétés organoleptiques sont regroupés dans les tableaux suivants :

**Tableau-05- :** Propriétés organoleptiques d'huile essentielle de pin maritime

<i>HE Pinus pinaster</i>	
<b>Aspect</b>	Liquide, n'ont pas la touche gras
<b>Couleur</b>	Jaune pale
<b>Odeur</b>	Fraiche, boisée, épicée, résineuse

**Tableau-06- :** Propriétés organoleptiques d'huile végétale de pin maritime

<i>HV Pinus pinaster</i>	
<b>Aspect</b>	Liquide, avec une touche gras
<b>Couleur</b>	Dorée
<b>Odeur</b>	Végétale, odeur de pignon

### III. Propriétés physiques des extraits

Les résultats du pH et l'indice de réfraction sont montrés dans le tableau suivant :

**Tableau -07-** : Résultats du pH et l'indice de réfraction des extraits des plantes.

	pH	Norme A.F.N.O.R	Indice de réfraction
<b>Huile essentielle</b> <i>Pinus pinaster</i>	04.04	pH d'HE varie entre 04 et 06	01.3376
<b>Huile végétale</b> <i>Pinus pinaster</i>	06.22	/	01.4752
<b>Hydrolat pin maritime</b>	03.61		01.3329
<b>Hydrolat d'arbusier</b>	03.71		01.3329

Le pH obtenu d'HE du *pinus pinaster* (04.04), selon les normes d'A.F.N.O.R huile essentielle est de bonne qualité et prêt d'être utilisé sans aucun danger avec le respect de la quantité utilisée.

L'hydrolat de *Pinus pinaster* (3,61) et hydrolat *Arbutus unedo L* (3,71) indique que la nature des extraits est acide. Le pH obtenu d'HV (6,22) représente un extrait neutre.

L'indice de réfraction mesuré des extraits est de 1,3329 à 1,4752. Cet indice dépend de la composition chimique qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides, de leurs degrés d'insaturation et de la température, il varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé. (65) et le faible indice de réfraction de l'HE indique sa faible réfraction de la lumière ce qui pourrait favoriser son utilisation dans les produits cosmétiques [66].

### IV. Propriétés chimiques des extraits

Les résultats des propriétés chimiques (indice d'acide, indice de saponification) d'huile essentielle et de l'huile végétale sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau-08-** : Propriétés chimiques (indice d'acide, indice de saponification) des huiles essentielles et l'huile végétale de pin maritime

	Indice d'acide	Indice de saponification
<b>Huile essentielle du <i>Pinus pinaster</i></b>	03.36 mg/g	06.23
<b>Huile végétale du <i>pinus pinaster</i></b>	03.92 mg/g	221.59

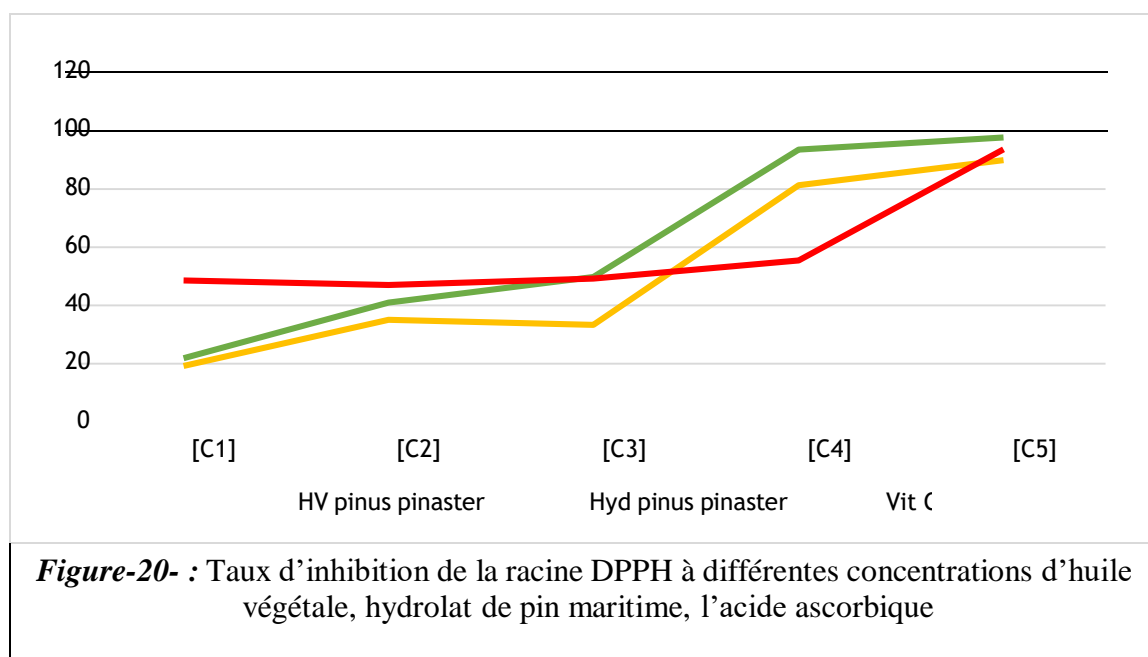
## Chapitre 02 : résultats et discussions

L'indice d'acide indique d'une part le degré de conservation d'une huile, et d'une autre part la qualité d'huile alimentaire ; la norme AFNOR a fixé cet indice à une valeur inférieure ou égale à 2 [64]. Notre résultat obtenu indique que cet indice (03,3) est plus élevé par rapport aux normes AFNOR de l'huile essentielle.

L'indice de saponification d'HV obtenu est de 221, 59, ce résultat indique que la masse molaire des acides gras est faible donc les chaînes hydrocarbonées des acides gras sont courtes. Par contre l'IS d'HE obtenu est de faible valeur (6,23) donc les chaînes hydrocarbonées des acides gras sont longues. L'indice de saponification rend compte de la longueur des chaînes hydrocarbonées des acides gras, plus l'indice est élevé plus les chaînes sont courtes [66].

### V. Évaluation de l'activité antioxydante

Les valeurs de l'inhibition du DPPH (vois annexe 04) ont permis à tracer la courbe suivante :



À partir de la courbe la IC 50 est calculée et les résultats sont montrés dans le tableau suivant

Tableau-09- : Valeur IC50 d'HV, l'hydrolat de pin maritime et l'acide ascorbique

Échantillon	IC50 (mg/ml)
HV	0,066
Hydrolat	0,061
AAsc	0,062

Le test au DPPH est largement utilisé pour évaluer l'activité de piégeage des radicaux libres par les composés des plantes et leur capacité de défense contre le stress oxydatif. Selon (Hobi et Eddouks., 2016), Plus la valeur d'IC50 (la concentration inhibitrice nécessaire pour réduire 50% du radical libre DPPH) est basse, plus l'activité antioxydante d'un composé est grande. Les valeurs d'IC50 obtenus sont presque similaires (**tableau-09-**) il semble que l'hydrolat de pin maritime (0.061 mg/ml) a montré une activité antioxydante importante et potentiellement similaire à l'acide ascorbique et l'HV.

### VI. Évaluation de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle

Les résultats de l'activité antimicrobienne de notre HE sont résumés dans le tableau et les figures (**vois annexe 05**) suivants :

**Tableau-10-**: Diamètres des zones d'inhibition par l'huile essentielle de *Pinus pinaster*.

Souches testés	Diamètre des zones d'inhibition (mm)		Description
	Boite I	Boite II	
<i>Staphylococcus aureus</i> +	15	10	Sensible (+)
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> -	6	1	Résistante (-)
<i>Escherichia coli</i> -	4	4	Résistante (-)
<i>Candida albicans</i>	0	0	Résistante (-)
<i>Aspergillus brasiliensis</i>	0	0	Résistante (-)

D'après les résultats obtenus, la souche *staphylococcus aureus* est légèrement sensible montrant un diamètre d'inhibition de moyenne de  $12,5 \pm 2,5$ , les souches *Escherichia coli* et *Pseudomonas aerogenosa* exercent une sensibilité très faible avec une moyenne d'inhibition de  $3,5 \pm 2,5$  et 2 et les souches fongiques montrent une résistance vis à vis l'HE de *Pinus pinaster*.

Les résultats d'inhibition des souches testées (*Escherichia coli* et *Pseudomonas aerogenosa*) sont très faibles par rapport aux résultats obtenus par SAADOU (2007) avec moyenne de  $9,3 \pm 0,5$  et  $10,6 \pm 1,2$ . On peut expliquer la résistance des souches de Gram – avec la nature de la paroi cellulaire.

Selon SAADOU(2008), la différence entre les zones d'inhibition peut être expliquée par le mécanisme d'action de l'huile sur la prolifération des bactéries étudiées.

### VII. Contrôle macroscopique des échantillons des émulsions préparées

Le contrôle macroscopique d'une émulsion est réalisé par test d'usage, description des propriétés organoleptiques et mesure de pH.

#### VII. 1. Propriétés physiques : les résultats obtenus sont montrés dans le tableau suivant

*Tableau-11-* : Résultats du pH et propriétés organoleptiques des échantillons des émulsions préparées.

	pH	Propriétés organoleptiques
<b>Essai 01</b>	07.56	Texture : légèrement fluide, fine, homogénéisé Couleur : blanche Aspect : gommant non grasse Pénétration : facile Effet : hydratante, adoucissante
<b>Essai 02</b>	07.30	Texture : fluide Couleur : blanche Aspect : gommant non grasse Pénétration : facile Effet : hydratante, adoucissante
<b>Essai 03</b>	07.50	Texture : non collante Couleur : blanche Aspect : absence d'aspect gommant, non grasse Pénétration : facile Effet : pas d'hydratation, rétrécissement de la peau
<b>Essai 04</b>	05.27	Texture : non collante Couleur : blanche Aspect : absence d'aspect gommant avec une touche grasse Pénétration : facile Effet : hydratation parfaite



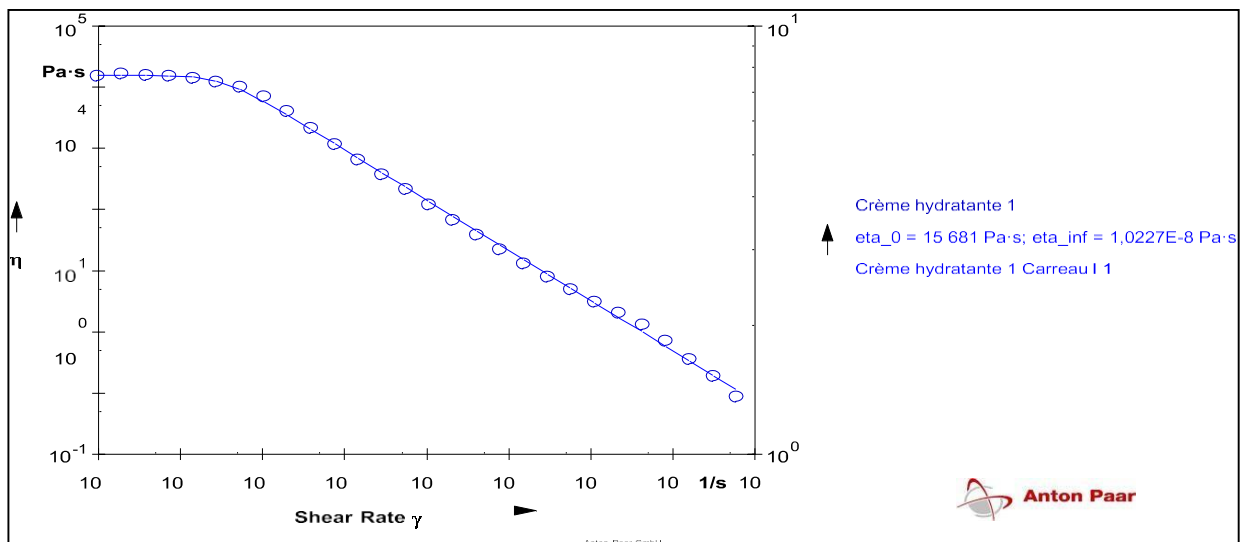
Les valeurs du pH obtenu des 3 formules (essais 1, 2 et 3) ne sont pas incluses dans l'intervalle préconisé pour ce types de produit cosmétique car on a ajouté trop de triéthylamine, donc dans le quatrième essai la quantité de triéthylamine, utilisée est inférieure, et le pH obtenu 5,27 de cet essai (04) est idéal pour tous les types de peau. Le pH des soins visage, tels que les crèmes, émulsions et gels, se situe entre 4.8 et 5.3. Un pH acide favorise l'activité de bon nombre de conservateurs et limite, par lui-même, la croissance des microbes. (67)

Après l'élimination d'hydroxy éthyl celluloses dans l'essai 3 et 4 l'aspect gommant a disparu et la pénétration des échantillons devienne plus facile.

L'hydratation dans l'essai 4 est plus favorable après avoir ajouté la glycéryl stéarine danssa formule.

### VII. 2. Teste de rhéologique

**VII. 2. a. Teste d'écoulement :** Les résultats sont représentés par la courbe suivante :



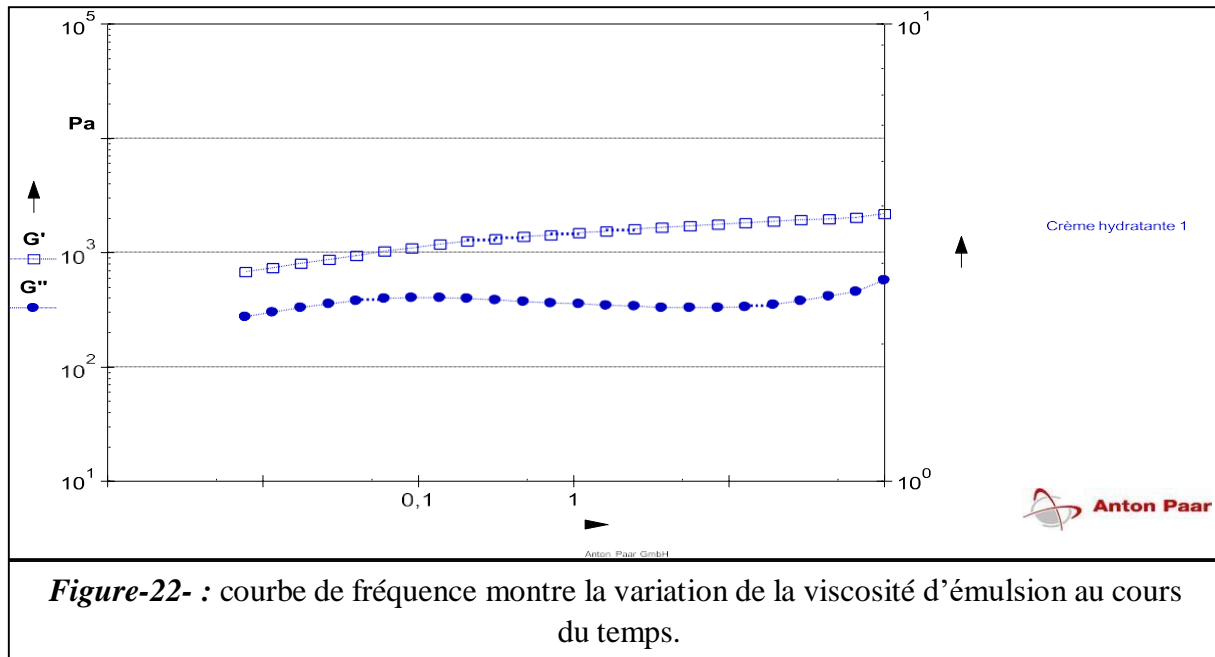
**Figure-21-** : courbe d'écoulement montre la variation de la viscosité d'émulsion au cours du temps.

D'après la courbe d'écoulement obtenue qui exprime la variation de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement à une température fixée de 20°C, on observe la présence de deux régions, dans la première région de  $10^{-4}$  jusqu'à  $10^{-3}$  la viscosité est stable car on peut déterminer sa valeur qui est 15681 pa-s cette région est une région newtonienne, à un certain moment la courbe chute, la viscosité diminue, elle varie en fonction du cisaillement cette région est appelée une région rhéo-fluidifiante.

## Chapitre 02 : résultats et discussions

Dans ce cas, notre crème est un fluide non newtonien, sa viscosité dépend de la vitesse de cisaillement. Selon les normes de travail de l'entreprise Venus notre crème au repos à une viscosité newtonien (15681pa-s) potentiellement similaire a une crème usuelle commercialisée qui est généralement de 10000 pas-s.

**VII. 2. b. Teste de fréquence :** Les résultats sont représentés par les courbes suivantes :

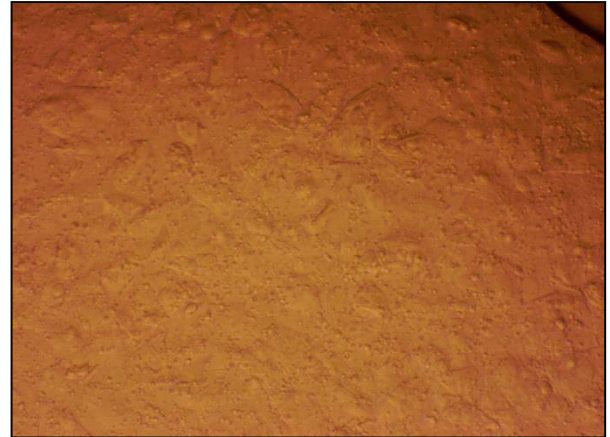
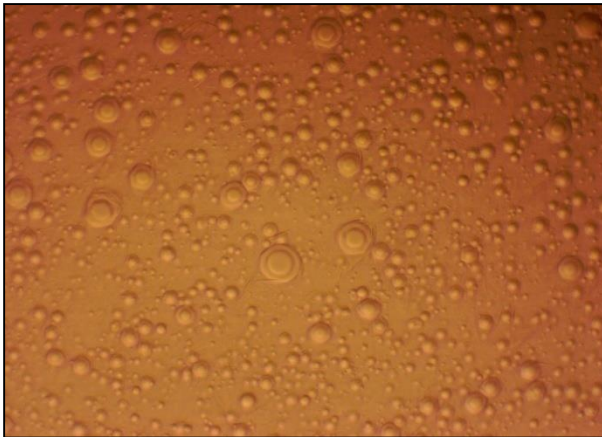


**Figure-22-** : courbe de fréquence montre la variation de la viscosité d'émulsion au cours du temps.

Cette figure représente deux courbes de fréquence,  $G'$  représente la rigidité de l'émulsion au cours du temps et  $G''$  représente la viscosité, typique de l'évolution des modules  $G'$  et  $G''$  dans la plage 0,001 à 100 Hz à une température fixée de 45°C pour se mettre dans des conditions les plus critiques. La déformation de cisaillement a été fixée à 0,01. On remarque que le module de conservation  $G'$  (mode de rigidité) est supérieur à  $G''$  qui est le module dissipation (mode de viscosité) et cela dans tout le domaine de la fréquence, car l'absence du palier au niveau du module de conservation aux faibles fréquences et même une diminution qui laisse présager une instabilité potentielle dans un long terme, où l'on considère que les émulsions sont des systèmes métastables (produit subit des modifications dans le temps mais il préserve ses caractéristiques).

### VIII. Contrôle microscopique

D'après l'observation des tailles de gouttelettes d'échantillon 01 et 04, on a obtenus les résultats suivantes (**Figure.23, figure.24**) :



**Figure-23-** : Observation microscopique d'échant 01. **Figure-24-** : Observation microscopique d'échant 04.

On observe une distribution de taille des gouttelettes d'huiles très variée supérieure à  $01\mu\text{m}$  dans l'échantillon 01 car c'est une macro-émulsion, elle est thermodynamiquement instable et sa durée de vie est courte par contre l'échantillon 04 la taille de ses gouttelettes est très petit et identique donc c'est une émulsion stable au cours du temps [59].

**VII. Teste antimicrobienne :** Les résultats obtenus d'après l'**annexe 07** sont représentées dans le tableau suivant :

**Tableau-12-** : Résultats de contrôle microbien.

Germes	Essai 03: 0,2% d'HE	Essai 04: 0,4% d'HE
Germes aérobies mésophiles	Présence	Présence
Levures et moisissures	Présence	Absence

D'après le résultat observé l'échantillon 03 indique une contamination supérieure à la norme pour les deux germes (bactériennes et fongiques) donc il y un risque d'instabilité biologique d'émulsion, au contraire au résultat d'échantillon 04 on observe que la boîte du contrôle bactérienne il n'y a aucune contamination parce que on a augmenté la quantité d'HE de pin maritime dans cette formule, donc l'émulsion est stable au cours du temps et il n'y a pas le risque de contamination. D'après ces résultats il semble que notre huile essentielle de pin maritime est a d'une activité contre les germes bactériennes grâce à la présence des composées au pouvoir antimicrobien car on a utilisées comme un conservateur d'émulsion.

# Conclusion

## Conclusion

---

Cette étude vise la valorisation des extraits volatils et non volatils de pin maritime et de l'arbousier par l'évaluation de ses activités antimicrobiennes et antioxydantes et par leurs utilisations dans l'industrie cosmétique.

Le rendement en huile essentielle de pin maritime obtenu par hydrodistillation ( $0.12\pm 0$ ) est légèrement faible comparativement aux rendements obtenus par les espèces prélevées dans des régions différents des autres auteurs, la région et la période de la récolte à une influence importante sur le rendement obtenu. Aussi le séchage de la matière végétale n'influe pas sur le rendement d'huile essentielle.

L'absence de rendement en huile essentielle des feuilles d'arbousier est expliquée par le choix de période de récolte des feuilles d'arbousier qui a été réalisée au stade d'absence des substances d'intérêts, à cause de leurs chutes vers les racines.

Les résultats des analyses physicochimiques (le pH, l'indice d'acide, de réfraction et de saponification) indiquent que nos extraits sont conformes aux normes et proches des résultats d'autres travaux réalisés.

Les résultats d'activité antimicrobienne montrent que notre huile essentielle de pin maritime est légèrement active contre les germes bactériens spécifiquement *staphylococcus aureus*.

Les résultats obtenus par l'évaluation de l'activité antioxydante indique que nos extraits sont doués d'un pouvoir antioxydant important (huile végétale et hydrolat du pin maritime) car on peut l'utilisées dans une crème du jour.

Les résultats obtenus des contrôles macros et microscopiques d'émulsion réalisés, notre crème hydratante est similaire à celui commercialisé.

Il serait intéressant de compléter ce travail par :

- L'évaluation de l'activité antimicrobienne et anti-oxydante d'huile essentielle d'arbousier dans le stade de floraison de la même région de récolte.
- L'évaluation d'activités biologiques dans le stade fructification de la même région de récolte.
- L'analyse chromatographie et le couplage CG/SM de l'huile essentielle des aiguilles du pin maritime et huile végétale des graines du pin maritime afin d'identifier les composées chimiques d'intérêts.

# Références

## Référence

---

1. Thèse « LA COSMETIQUE MAISON, NOUVELLE TENDANCE ENTRE ECOLOGIE ET LOISIR : LE REGARD DU PHARMACIEN » UNIVERSITE DE LIMOGES FACULTE DE PHARMACIE année 2011
2. Enma C., Jarl H., Annika S., Beatriz Dz., Andrés M., Stefan W., Herminia D., Juan C., Extraction of low-molar-mass phenolics and lipophilic compounds from Pinus pinaster wood with compressed CO<sub>2</sub>. The Journal of Supercritical Fluids 2013; 81: 193-199.
3. Jean-Pierre P, Stéphanie A-, Claire Billot, et al. BIODIVERSITÉ DES ÉCOSYSTÈMES INTERTROPICAUX. Chapitre 44. Valorisation de plantes aromatiques et cosmétiques suivant le principe d'accès et de partage des avantages.
4. Sans auteur, sans année, [www.aromatherapie-huiles-essentielles.com](http://www.aromatherapie-huiles-essentielles.com),
5. Sans auteur, sans année Dictionnaire français « [www.lalanguefrancaise.com](http://www.lalanguefrancaise.com) »
6. Sans auteur, sans année, Site web Synonymo.fr « <http://www.synonymo.fr> »
7. Sans auteur, sans année Dictionnaire français on ligne « [www.larousse.fr](http://www.larousse.fr) »
8. Sans auteur, sans année Site web eassafe « <https://www.eassafe.com/articles/histoire-de-cosmetiques> »
9. Sans auteur, Ministère de la santé et de la prévention le 11/07/2014, l'ensemble des Etats membres de l'Union européenne (Article 2 du règlement cosmétique). Elle est retranscrite, en France, dans le code de la santé publique (article L.5131-1).
10. Sans auteur, sans année, « [www.cosmetiques.ooreka.fr](http://www.cosmetiques.ooreka.fr) » (Rédigé par des auteurs spécialisés Ooreka
11. Sans auteur, le 14/2/2022 Site web juliette « [www.juliette.com](http://www.juliette.com) », France
12. Dupasquier M.-L., Nazari A, Fontaine-Vive F, Fernandez X., Golebiowski J., CDIEC, Université de Nice Sophia Antipolis. Sans année.
13. Kada A, Bendedak Meriem, le 26/9/2017. Thèse « Mise au point d'un système dispersé stable à usage cosmétique »
14. Martine P, Jean-P, le 10/6/2004. Procédés d'émulsification-Technique et appareillage,
15. Site web dermato Info, SOCIETE FRANCAISE DE DERMATOLOGIE, « [www.dermato-info.fr](http://www.dermato-info.fr) »
16. Sans auteur, le 15/4/2020 Site web LE FIGARO.fr « [www.sante.lefigaro.fr](http://www.sante.lefigaro.fr) »
17. Site web microbiologiemedicale.fr « [www.microbiologiemedicale.fr](http://www.microbiologiemedicale.fr) », figures par Don Bliss via Wikimedia Commons.
18. Sans auteur, sans année, Site web Marie Cousty « [www.mariecousty.com](http://www.mariecousty.com) », Studio de Soins agréé Biologique Recherche, Paris 17<sup>ème</sup>
19. Sans auteur, sans année, Site web EUCERIN « [www.eucerin.fr](http://www.eucerin.fr) », types de peaux.
20. Prevot A, Livre le 24/2/2022 « Routine visage au naturel », Edition EYROLLES, Pages de 14 à 19,
21. Sundelin, T., Lekander, M. 'Cues of Fatigue: Effects of Sleep Deprivation on Facial Appearance' in *Sleep* 36.9 (2013) pp. 1355-1360 [<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3738045/>] Site web VICHY LABORATOIRS « [www.vichy.be.fr](http://www.vichy.be.fr) »,
22. Sans auteur, sans année. NIVEA « [www.nivea.fr](http://www.nivea.fr) », Les radicaux libres
23. Sans auteur, sans année, EUCERIN « [www.eucerin.fr](http://www.eucerin.fr) », Signes de l'âge et vieillissement
24. Sans auteur, sans année, ProtactMyFace, « <https://protectmyface.fr> », le stress oxydatif
25. Sans auteur, le 03/11/2011 Site web purally, Vieillesse prématurée,
26. Sans auteur, sans année. Site web Penser santé « [www.pensersanté.fr](http://www.pensersanté.fr) », figure formation d'un radical libre.
27. Emma Lavocat, Docteur, Médecin Esthétique à Bordeaux, sans année, Site web la-confidentielle-esthetique.fr [www.la-confidentielle-esthetique.fr](http://www.la-confidentielle-esthetique.fr)

## Référence

---

28. Sans auteur, sans année. Site web office natural des forêts «[www1.onf.fr](http://www1.onf.fr)» , Pin maritime
29. Jean-Claude R, Dominique M, Gérard D, Christian G, No eBookavailable, Flore forestière française tome 3, région méditerranéenne: Guide écologique.
30. Sans auteur, sans année. Site web Viagallica «[www.viagallica.com](http://www.viagallica.com)» , Pin maritime.
31. BETTAYEB A. AZZAOUI Mohamed E.  
Université Ibn Khaldoun Tiaret (Algérie) - ingénieur d'état en agronomie 2010, étude comparative entre les propriétés physiques de base du bois de pin d'Alep et de pin maritime.
32. Lucienne A. Les plantes médicinales d'Algérie, 2ème Ed. Berti, Alger, 2010, p. 200-201.
33. <http://dspace.univbouira.dz:8080/jspui/bitstream/123456789/1783/1/Etude%20de%20l%E2%80%99activit%C3%A9%20antibact%C3%A9rienne%20de%20l%E2%80%99extrait%20de%20l%E2%80%99C3%A9corce%20de%20pinus%20pinaster.pdf>
34. Mémoire de magister « étude et caractérisation des huiles essentielles du genre Pinus , dans le parc national d'El Kala (P.N.E.K)» présentée par SAADOU NINA en 2007-2008
35. M. Hmamouchi, J. Hamamouchi, M. Zouhdi & JM Bessiere (2001) Propriétés chimiques et antimicrobiennes des huiles essentielles de cinq marocains Pinaceae, Journal of Essential Oil Research, 13: 4, 298-302, DOI: 10.1080 / 10412905.2001.9699699
36. Wang, Y., Riva, M., Xie, H., Heikkinen, L., Schallhart, S., Zha, Q., ... & Ehn, M. (2020). Formation of highly oxygenated organic molecules from chlorine-atom-initiated oxidation of alpha-pinene. Atmospheric Chemistry & Physics, 20
37. <https://www.mariefrance.fr/beaute/mon-fil-dactu/tendance-soins/lhuile-de-graines-de-pin-maritime-soin-de-beaute-visage-innovant-60957.html>
38. BIZOUARD, P., & FAVIER, J.C. (1962). Contribution à l'étude de la valeur nutritive de quelques plantes naturellement abondantes en Corse. Corse Historique, 3-14.
39. AIT-YOUSSEF, M. (2006). Les plantes médicinales en Kabylie. Édition Ibis presse, Paris, 349 p.
40. BIZOUARD, P., & FAVIER, J.C. (1962). Contribution à l'étude de la valeur nutritive de quelques plantes naturellement abondantes en Corse. Corse Historique
41. TARDIO, J., PASCUAL, H., & MORALES, R. (2002). Alimentos silvestres de Madrid: Guía de plantas y setas de uso alimentario tradicional en la Comunidad de Madrid. Ediciones La Librería. Madrid.
42. DIDI, A. (2009). Etude de l'activité antioxydante des flavonoïdes de l'Arbutus unedo L. de la région de Tlemcen. Mémoire de Magister en Biologie Moléculaire et Cellulaire. Université Abou Bekr Belkaïd, Tlemcen, Algérie.
43. BOUZID, K. (2015). Contribution à l'étude des options de valorisation de l'espèce Arbutus unedo L. dans l'Ouest Algérien. Thèse de Doctorat 3ème Cycle en Science de l'Environnement, option : Gestion, Valorisation des Ressources Naturelles et Développement Durable. Université Djillali Liabés, Sidi Bel-Abbés, Algérie, 168 p.
44. GUIGNARD, J.L. (2001). Botanique systématique moléculaire. Édition Masson, Paris, 290 p.
45. MABBERLEY, D.J. (1997). The Plant-Book. A portable dictionary of the higher plants. 1ère Edition, Cambridge University Press, Cambridge, 720 p
46. AIT-YOUSSEF, M. (2006). Les plantes médicinales en Kabylie. Édition Ibis presse, Paris, 349 p.
47. ALARCÃO-E-SILVA, M.L.C.M.M., LEITÃO, A.E.B., AZINHEIRA, H.G., & LEITÃO, M.C.A. (2001). The Arbutus Berry: Studies on its Color and Chemical Characteristics at Two Mature Stages. Journal of Food Composition and Analysis, 14(1), 27- 35.
48. TUBEROSO, C.I.C., BOBAN, M., BIFULCO, E., BUDIMIR, D., & PIRISI, F. M. (2013). Antioxidant capacity and vasodilatory properties of Mediterranean food: The case of Cannonau wine, myrtle berries liqueur and strawberry-tree honey. Food Chemistry, 140(4), 686–691.



## Référence

---

49. TARDIO, J., PARDO-DE-SANTAYANA, M., & MORALES, R. (2006). Ethnobotanical review of wild edible plants in Spain. *Botanical Journal of the Linnean Society*, 152(1), 27-71.
50. BOUZID, K. (2015). Contribution à l'étude des options de valorisation de l'espèce *Arbutus unedo* L. dans l'Ouest Algérien. Thèse de Doctorat 3ème Cycle en Science de l'Environnement, option : Gestion, Valorisation des Ressources Naturelles et Développement Durable. Université Djillali Liabés, Sidi Bel-Abbés, Algérie, 168 p.
51. PALLAUF, K., RIVAS-GONZALO, J.C., DEL CASTILLO, M.D., CANO, M.P., & DE PASCUAL-TERESA, S. (2008). Characterization of the antioxidant composition of strawberry tree (*Arbutus unedo* L.) fruits. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21(4), 273-281.
52. MIGUEL, M.G., FALEIRO, M.L., GUERREIRO, A.C., & ANTUNES, M.D. (2014). *Arbutus unedo* L.: Chemical and Biological Properties. *Molecules*, 19(12), 15799-15823.
53. LEONTI, M., CASU, L., SANNA, F., & BONSIGNORE, L. (2009). A comparison of medicinal plant use in Sardinia and Sicily—De Materia Medica revisited?. *Journal of ethnopharmacology*, 121(2), 255-267.
54. ALARCÃO-E-SILVA, M.L.C.M.M., LEITÃO, A.E.B., AZINHEIRA, H.G., & LEITÃO, M.C.A. (2001). The *Arbutus* Berry: Studies on its Color and Chemical Characteristics at Two Mature Stages. *Journal of Food Composition and Analysis*, 14(1), 27-35
55. BELLAKHDAR, J. (1997). La Pharmacopée marocaine traditionnelle. Médecine Arabe ancienne et savoirs populaires. Edition Ibis Press, Paris, 766 p
56. ÖZCAN, M. M., & HACISEFEROĞULLARI, H. (2007). The Strawberry (*Arbutus unedo* L.) fruits : Chemical composition, physical properties and mineral contents. *Journal of Food Engineering*, 78(3), 1022-1028.
57. BOULLARD, B. (2001). Plantes médicinales du monde. Croyance et réalités. Edition ESTM, Paris, 636 p.
58. Sans auteur, sans année. Site web fremedelours «[www.fremedelours.fr](http://www.fremedelours.fr)», huiles essentielles
59. Sans auteur, sans année. Site web Vitalité 4 life «[www.vitality4life.fr](http://www.vitality4life.fr)», extraction d'huile.
60. Sans auteur, sans année. Site web Cultures sciences physiques «[www.culturesciencesphysique.enslyon.fr](http://www.culturesciencesphysique.enslyon.fr)», refractomètre.
61. Sans auteur, sans année. Site web CHIMIE ACTIVE «[www.Chimactive.agroparistech.fr](http://www.Chimactive.agroparistech.fr)», LES ACIDES GRAS LIBRES : DES MARQUEURS DE L'HYDROLYSE DES LIPIDES.
62. Sans auteur, sans année. Site web Takween «[www.takween.com](http://www.takween.com)», Lipides détermination des indices de saponification et indice d'acide.
63. Sans auteur, sans année. Site web CHIMIE ACTIVE «[www.Chimactive.agroparistech.fr](http://www.Chimactive.agroparistech.fr)», Détermination de l'activité d'un antioxydant par le test DPPH°.
64. Goudjil M, Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de trois plantes aromatiques. Thesis · June 2016, AFNOR. « Recueil de normes : les huiles essentielles. Tome 2. Monographies relatives aux huiles essentielles ». AFNOR, Paris, 2000, 661-663.
65. BOUKHATEM M, HAMAIDI M, SAIDI M, HAKIM Y, Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie).
66. Denis O, Florence L, Jacques A, Détermination des indices chimiques, Lipides alimentaires - Extraction, analyse et constituants majeurs, 10 juin 2021
67. Sans auteur, sans année. Site web Bences SWISS COSMETICS «[www.biencos.ch/le-blog.com](http://www.biencos.ch/le-blog.com)».

# **Annexe**

## Annexe 01

### Matériels non biologique :

#### a- Appareillage :

- Alambic
- Presse à froid
- pH mètre
- Réfractomètre
- Viscosimètre
- Microscope optique
- Rhéomètre
- Agitateur : ultra thorax
- Spectrophotomètre
- Balance à précision
- Agitateur mécanique
- Étuve
- Vortex

#### b- Verreries et accessoires :

- Ampoule à décanter
- Papier filtre
- Becher
- Erlenmeyer
- Flacon
- Papier filtre
- Tube à essai
- Portoir
- Boîte Pétri
- Cuve
- Micropipette
- Disque vierge

## **Annexe 02**

### **Les solutions utilisées :**

- Eau distillée
- Eau osmosé
- Solution alcoolique
- Méthanol 99%
- Éthanol 96%
- NaOH (hydroxyde de sodium)
- KOH (0.5N)
- KOH (0.1N)

### **Les réactifs :**

- Phénolphtaléine
- DPPH

### Annexe 03

Les différents ingrédients utilisés dans les formules des échantillons des émulsions.

<b>Échantillon 01 :</b>	
<b>Phase aqueuse (87.15 g) :</b>	<b>Phase huileuse (12.5 g) :</b>
eau osmosé 66 ,15%	Steareth -2-leteareth-12-stearyl 07%
Hydrolat pin maritime 10%	Letylsteorylalcool01.5%
Hydrolat arbousier 10 %	Beurre de karité 01%
Hydroxy éthyl cellulose 01%	HV de sésame 01%
Methylisothiazolinone 0.05 %	HV pin maritime 02%
Collagène 0.3 %	HE pin maritime 0.2%

<b>Échantillon 02 :</b>	
<b>Phase aqueuse (87.15 g) :</b>	<b>Phase huileuse (12.9 g):</b>
eau osmosé 66 ,15%	Steareth -2-leteareth-12-stearyl 05.4%
Hydrolat pin maritime 10%	Letylsteorylalcool04.5%
Hydrolat arbousier 10 %	HV de sésame 01%
Hydroxy éthyl cellulose 01%	HV pin maritime 02%
Methylisothiazolinone 0.05 %	HE pin maritime 0.2%
Collagène 0.3 %	

<b>Échantillon 03 :</b>	
<b>Phase aqueuse (87.15 g) :</b>	<b>Phase huileuse (14 g) :</b>
eau osmosé 66 ,15%	Steareth -2-leteareth-12-stearyl 07%
Hydrolat pin maritime 10%	Letylsteorylalcool 04%
Hydrolat arbousier 10 %	HV de sésame 01%
Hydroxy éthyl cellulose 01%	HV pin maritime 02%
Methylisothiazolinone 0.05 %	HE pin maritime 0.2%
Collagène 0.3 %	

<b>Échantillon 04 :</b>	
<b>Phase aqueuse (87.95) :</b>	<b>Phase huileuse (12.05) :</b>
eau osmosé66 ,15%	Steareth -2-leteareth-12-stearyl 10.8%
Hydrolat pin maritime 10%	Glycérinestéarate 02%
Hydrolatarbousier 10 %	Cetearol02.5 %
AcrylicAcid0,8%	Decyloleate 03.55%
Butilèneglyucole 01%	HV pin maritime 02 %
Methylisothiazolinone 0.05 %	HV amande amère 02 %
Collagène 0.3 %	HE pin maritime 0.4 %

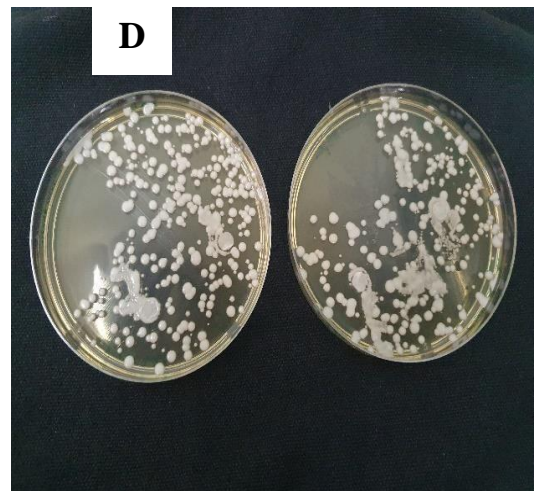
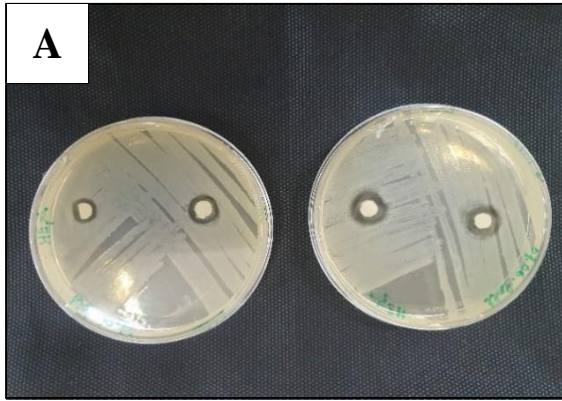
## Annexe 04

Les différentes concentrations obtenues par la dilution d'HV, hydrolat de pin maritime.

	[C1]		[C2]		[C3]		[C4]		[C5]	
	Do	I%	Do	I%	Do	I%	Do	I%	Do	I%
HV	0.605	19.22%	0.486	35.11%	0.312	33.24%	0.139	81.44%	0.075	89.98%
Hyd	0.585	21.89%	0.442	40.98%	0.376	49.79%	0.048	93.59%	0.016	97.86%
Vit C	1.017	48.75%	1.044	47.19%	1.002	49.31%	0.879	55.53%	0.12	93.82%

## Annexe 05

Résultats d'activité antimicrobienne d'huile essentielle de pin maritime.

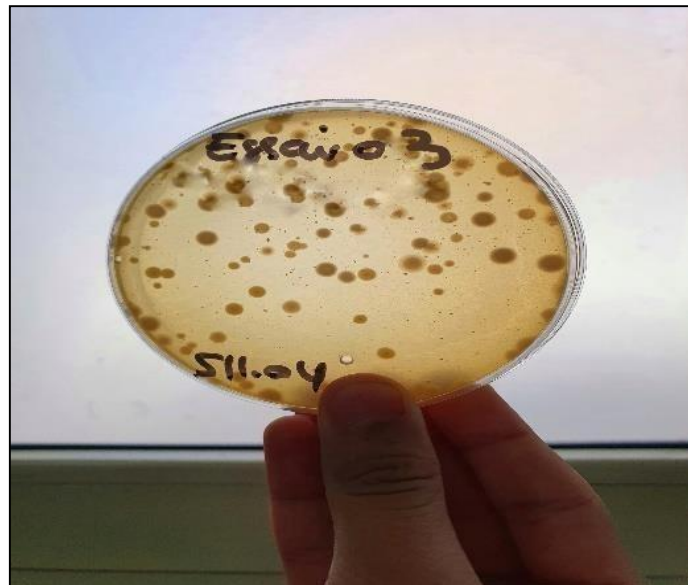
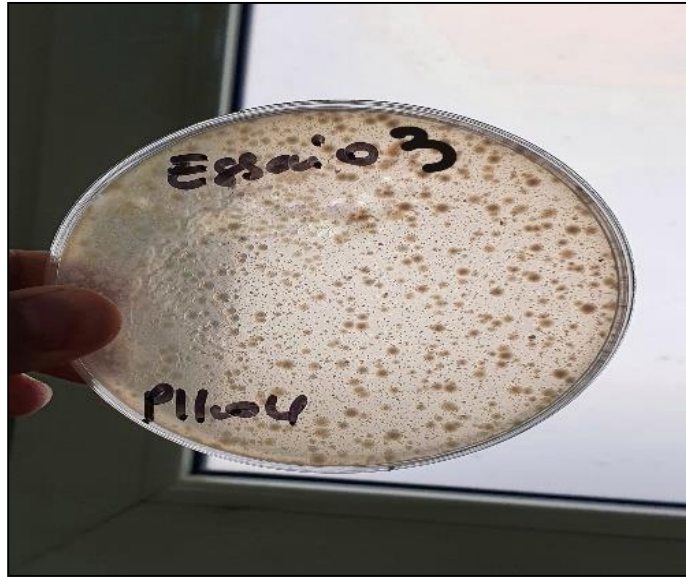


**A**-*Staphylococcus aureus*, **B**-*Pseudomonas aeruginosa*, **C**-*Escherichia coli*, **E**-*Candida albicans*,

**F**- *Aspergillus brasiliensis*

## Annexe 06

Résultat de l'activité antimicrobienne des essais N° 03 d'émulsion





## Annexe 07

Résultat de l'activité antimicrobienne des essais N° 04 d'émulsion

