

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**UNIVERSITE DE BLIDA 1**



**Faculté Des Sciences Technologiques**

Département de Chimie industrielle

**MEMOIRE DE MASTER PROFESSIONNEL**

En Génie Des Procédés

Spécialité : Pharmacie Industrielle

**VALORISATION DU MELANGE HUILE D'OLIVE /FIGUES SECHES**  
**DANS LA FORMULATION D'UNE CREME ANTI-AGE**

**Présenté Par : M<sup>lle</sup> Ben Achour Marwa**

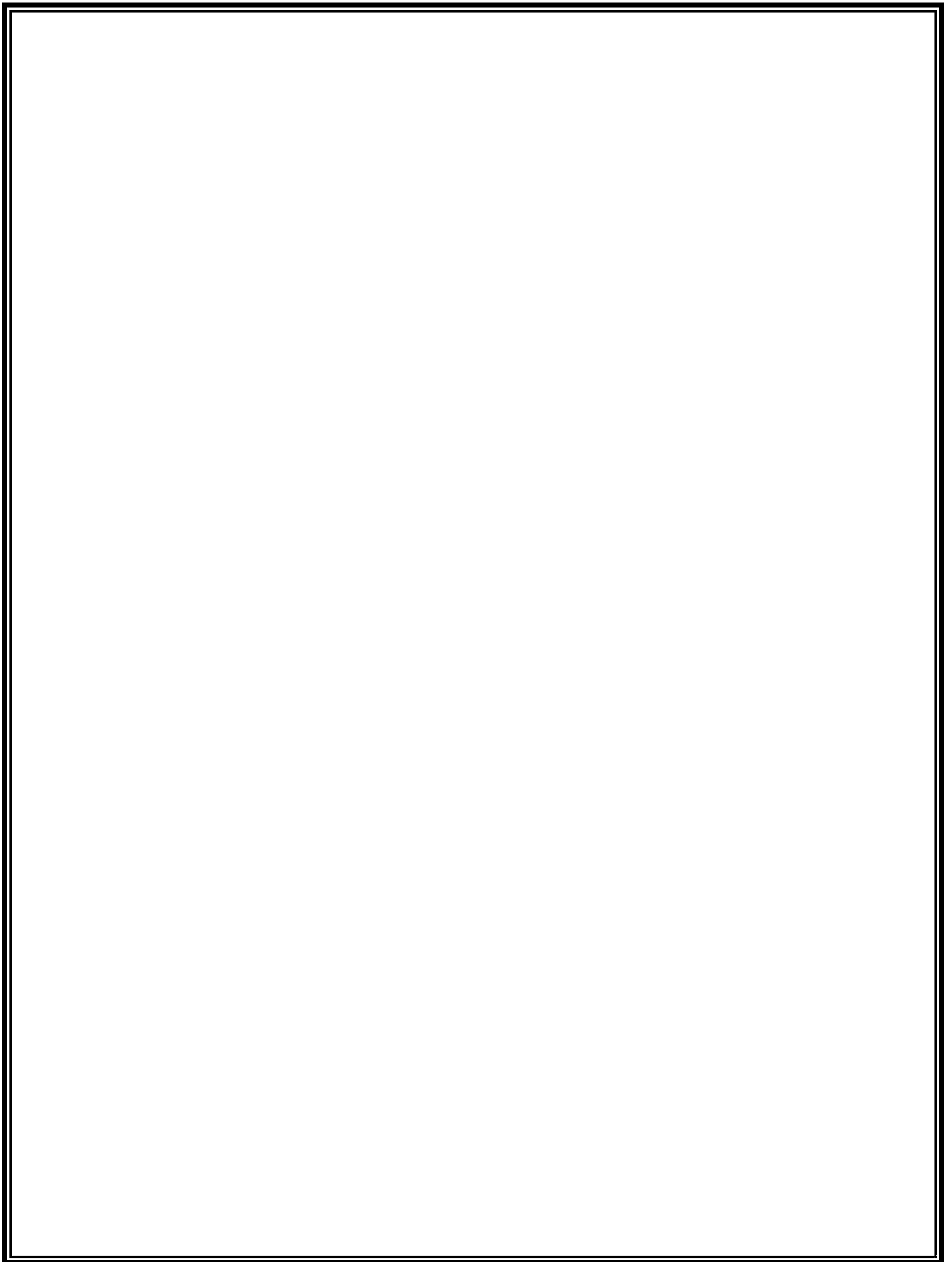
**M<sup>lle</sup> Guerroumi Sarra**

**Soutenu devant le jury composé de :**

- |                             |            |            |
|-----------------------------|------------|------------|
| • M <sup>me</sup> F. ZERMAN | Professeur | Présidente |
| • M <sup>me</sup> N. ALLAL  | Professeur | Examineur  |
| • M <sup>me</sup> M. REBIHA | Professeur | Examineur  |
| • M <sup>me</sup> A. ZAFOUR | Professeur | Promoteur  |

Co promoteur : M<sup>me</sup> Allilech.R

Promotion 2016/17



## **RESUME**

Dans ce travail et pour la première fois à notre connaissance un essai d'incorporation le mélange de l'huile d'olive et les figes sèches dans une crème dermo-cométique hydratant anti-âge est réalisé.

Dans un premier temps Nous avons procédé aux analyses physicochimiques, biochimiques de deux produits avant et après leur imprégnation de deux variétés Algérie et la Tunisie qui ont révélé leur richesse en métabolites primaires. Les dosages quantitatifs colorimétriques par un spectrophotomètre UV-Vis des polyphénols totaux, ont révélé leurs richesses en polyphénols. En outre, l'évaluation de l'activité anti-oxydante par la méthode au DPPH montre que les extraits possèdent une activité antioxydant puissante en comparant avec celle du BHT et l'acide ascorbiques. D'autre part pour la formulation de la crème ainsi que pour l'étude de sa stabilité

**Mots clés** : Huile d'olive, figes sèches polyphénols, activité antioxydant, analyses physicochimiques crèmes dermo-cosmétique

## **ABSTRACT**

In this work and for the first time to our knowledge an attempt to incorporate the mixture of olive oil and dried figs in a moisturizing and anti-aging dermo-cosmetic cream

First, we carried out the physicochemical, biochemical analyzes of two products before and after their impregnation of two varieties Algeria and Tunisia which revealed their richness in primary metabolites. Quantitative colorimetric assays by a UV-Vis spectrophotometer of the total polyphenols revealed their richness in polyphenols. In addition, evaluation of the antioxidant activity by the DPPH method shows that the extracts possess potent antioxidant activity by comparing with that of BHT and ascorbic acid. On the other hand for the formulation of the cream as well as for the study of its stability.

**Key words:** olive oil, figs dry polyphenols, antioxidant activity, moisturizing, anti-aging dermo-cosmetic cream

## ملخص

في هذه الدراسة ولأول مرة ولأول مرة على حد علمنا تم اختبار اضافة مزيج من زيت الزيتون والتين المجفف في كريم عناية البشرة مرطب و مكافحة الشيخوخة

أولاً، قمنا بإجراء التحاليل الفيزيائية والكيميائية الحيوية لمنتجين قبل وبعد الخلط نوعين من الجزائر وتونس الذي كشف عن ثراءها في الأيض الأولي. كشفت المقاسات اللونية الكمية من قبل طيف الأشعة فوق البنفسجية من ثراءها في البوليفينول. وبالإضافة إلى ذلك، تقييم النشاط المضاد للأكسدة من قبل طريقة ديف يدل على أنها تمتلك النشاط المضاد للأكسدة قوية من خلال مقارنة مع حمض الاسكوربيك. بهدف صنع كريم وكذلك لدراسة استقراره

## الكلمات المفتاحية

زيت الزيتون، والتين الجاف مادة البوليفينول، والنشاط المؤكسد ، كريم عناية البشرة مرطب و مكافحة الشيخوخة

## INTRODUCTION

« WA ATIN WA AZIATOUNE . . . » Ces versets bénis viennent au début de la sourate “At-Tîn” (Le Figuier). Allah (que Son nom soit exalté) a juré par eux ; seul le sait, que le serment a été fait par la figue à cause du prodige de la création de ces fruits et des bienfaits importants qu’ils apportent comme éléments nutritifs.

Ce serment d’Allah qui en est dispensé mais qui le fait pour attirer notre attention sur l’importance de ces apports nutritifs mais aussi par les apports mystérieux bénis par la volante divine [110].

Le figuier est probablement, l’un des premiers arbres dont nos ancêtres aient savouré les fruits. Son histoire présente beaucoup d’analogie avec celle de l’olivier, en ce qui concerne l’origine et les limites géographiques [130] Le figuier (*Ficus carica* L.) et l’olivier (*Olea européan*) ont évolué à travers les âges des plantes sauvages à des arbres cultivés très appréciés pour ses valeurs mythiques, religieuses et nutritives et pour leurs rusticités.

L’huile d’olive est un élément clé du régime méditerranéen. Très présent dans l’alimentation des pays méditerranéens et préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est l’une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable [120]. La figue et l’huile d’olive sont gorgées de vitamines et de sels minéraux, des fibres alimentaires et antioxydants de même qu’elles ont des propriétés thérapeutiques prouvées : abaisser l’hypertension artérielle, contrôler le cholestérol, soulager la constipation, prévenir le cancer du côlon, contrôler le taux de glucose dans le sang et prévenir l’apparition du diabète de type II. [1.128].

Ces dernières années, l’intérêt porté aux antioxydants naturels, en relation avec leurs propriétés thérapeutiques, a augmenté considérablement. Des études récentes ont montré que l’huile d’olive améliore la fonction mitochondriale qui prévient le vieillissement cellulaire et par conséquent le vieillissement du corps. Ceci nous ramène à confirmer que ce composé est un agent utile et efficace pour prévenir le vieillissement. [1, 2,3].

A cheval entre les médicaments et les cosmétique, apparaît le terme «cosméceutiques » sensés améliorer la beauté et la santé de la peau en usage externe ; en fait, l'usage traditionnel des plantes contre les maladies de la peau et tout spécialement à des fins cosméceutiques est une pratique assez commune dans la médecine domestique de beaucoup de culture [83].

Le présent travail porte dans une première partie sur l'évaluation des caractérisations physico-chimique et antioxydant de deux variétés d'Algérie et Tunisie des figes sèches et de l'huile d'olives séparément et leurs mélanges alors que la deuxième partie est consacrée à la possibilité de valorisation par leur incorporation dans une crème cosmétique biologique de soins. Nous avons adopté pour le dernier aspect de l'étude la rhéologie et la stabilité de la crème

Enfin, une conclusion générale portera sur une lecture attentive des différents résultats obtenus et des perspectives.

# Sommaire

Introduction generale.....	1
----------------------------	---

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### CHAPITRE 1 : L'OLIVIER ET L'HUILE D'OLIVE

1.1 histoire, origine et répartition géographique d'olivier.....	3
1.2 secteur oléicole dans le monde et en Algérie .....	4
1.3 description botanique.....	5
1.4 l'étude de l'huile d'olive .....	6
1.4.1 la production de l'huile d'olive .....	6
1.4.2 classification des huiles d'olive .....	7
1.4.3 composition chimiques de l'huile d'olive.....	7
1.4.3.1 l'acide gras.....	7
1.4.3.2 les composent phénoliques .....	7
1.4.3.3 autres composent .....	8
1.5 l'utilisation pharmaceutique.....	8

### Chapitre 2 : Le figuier et la figue

2.1 Le figuier (Ficus carica L).....	9
2.1.1 Origine géographique et botanique de figuier.....	9
2.1.2 Secteur figuier dans le monde et en Algérie.....	9
2.1.3 Description botanique de figuier.....	11
2.1.4 Classification des figuiers.....	11



2.1.5	Composition des figuiers.....	12
2.2	La figue.....	13
2.3	Les polyphénols.....	14
2.4	La figues sèches.....	14
2.5	Classification des figues sèches.....	15
2.6	Les bienfaits de la figue.....	16

### **CHAPITRE 3 LES CREMES DERMO-COSMETIQUE ET LA PEAU**

3.1	Définition d'un produit dermo-cosmétique.....	18
3.2	L'absorption percutanée du produit cosmétique.....	18
3.3	La peau.....	18
3.3.1	Définition.....	18
3.3.2	Compositions chimiques de la peau.....	19
3.4	Les émulsions.....	20
3.4.1	Définitions.....	20
3.4.2	Mécanismes des émulsions.....	21
3.4.3	Stabilisation des émulsions.....	22
3.4.4	Les phénomènes d'instabilité.....	22
3.4.5	Les défèrent utilisation des produits dermo-cométiques biologique.....	24

## Etude expérimentale

### CHAPITRE 4 : MATERIELS ET METHODES

4.1	Contexte de l'étude .....	27
4.2	Description, origines et choix de la variété .....	27
4.2.1	Traitement des figues sèches .....	29
4.2.2	Préparation de la macération de la figue sèche dans l'huile d'olive .....	29
4.3	Méthodes analytiques .....	30
4.4	Détermination des caractères physicochimiques de l'huile d'olive avant et après le mélange pour les deux variétés .....	31
4.4.1	Acidité libre .....	31
4.4.2	Valeur peroxyde .....	31
4.4.3	Détermination de la teneur en eau (Humidité) .....	32
4.4.4	Détermination de la teneur en impuretés .....	33
4.4.5	Détermination de l'indice de saponification .....	34
4.4.6	Dosage des protéines .....	35
4.5	Extraction des polyphénols .....	36
4.5.1	Extraction solide- liquide des composés phénoliques d'huile d'olive .....	36
4.5.2	Extraction liquide-liquide des composés phénoliques d'huile d'olive .....	37
4.6	Calcul du rendement .....	37
4.7	Analyse quantitative .....	38
4.7.1	Dosage des composés phénoliques extractibles totaux .....	38
4.8	Les activités biologiques des composés phénoliques des extraits méthaloniques .....	40
4.8.1	L'activité anti-oxydante des composés phénoliques des extraits méthaloniques .....	41

4.9 Essai d'élaboration d'une crème dermo-cosmétique .....	42
4.9.1 Optimisation d'une crème dermo-cosmétique par Plan d'expériences .....	42
4.9.2 Préparation de la crème l'huile/eau .....	43
4.10 Analyses physique des crèmes formulées .....	45
4.10.1 Analyse des caractères organoleptiques .....	45
4.10.2 le pouvoir d'étalement.....	45
4.11 Réalisation expérimentale des plans factoriels complets .....	45
4.12Préparation de la crème (huile/eau) :.....	46
4.13Contrôle du produit fini .....	46
4.13.1Test rhéologique .....	46
4.13.2 Test de stabilité .....	47

## **CHAPITRE 5 RESULTATS ET DISCUSSION**

5.1 Caractérisation de l'huile d'olive avant et après le mélange de deux variétés algérienne et tunisienne.....	48
5.1.1 Résultats de la caractérisation physiques .....	48
5.1.2 Détermination de l'acidité .....	49
5.1.2 Détermination de l'acidité .....	49
5.1.3L'indice de peroxyde .....	50
5.1.4Détermination de la teneur en eau .....	51
5.1.5 Indice de saponification .....	52
5.1.6 Teneur en protéines.....	52
5.1.7 Résultats de la caractérisation Biochimique .....	54

5.1.7.1 Rendement d'Extraction.....	54
5.1.7.2 Analyse quantitatives des extraits .....	56
5.1.7.2.1 Les polyphénols totaux .....	56
5.1.7.2.2 Résultats de l'activité anti-oxydante .....	58
5.2 Elaboration d'une crème cosmétique de soins :.....	59
5.2.1 Optimisation par un plan de mélange .....	59
5.2.2 Étude de la stabilité :.....	61
5.3 Contrôle du produit fini .....	61
5.3.1 Étude du comportement rhéologique de la crème formulée .....	61
5.3.2 Analyses physique de la crème formulée.....	64
<b>CONCLUSION</b> .....	<b>65</b>

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## **ANNEXE**



## CHAPITRE 4

### MATERIELS ET METHODES

#### 4.1 Contexte de l'étude :

Cette étude a été faite dans le cadre de la recherche scientifique, en vue de l'obtention d'un diplôme de mastère en Génie des procédés Option Pharmacie industrielle à l'université SAAD DAHLAB de Blida.

L'objectif de notre travail consiste à mettre en évidence la richesse de deux produits en composés phénoliques (Huile d'olive, les figues séchées et leurs mélanges) et de déterminer leurs propriétés biologiques. Pour cela, notre étude englobe deux aspects, dont le premier est d'ordre les analyses physico-chimiques, l'extraction et la quantification des composés phénoliques. Il porte également sur Le second aspect est consacré à Essai d'élaboration d'une crème cosmétique hydratante rajeunissant par l'incorporation du mélange.

#### 4.2 Description, origines et choix de la variété :

Tout le matériel non biologique utilisé (appareillage, accessoires et verreries) est répertorié dans (Appendice). Le matériel biologique qui a fait l'objet de cette étude est constitué de :

 Algérie

- Les Figues sèches de deux variétés : noire (Azendjar) et blanche (Taranimt). utilisées lors de la réalisation de notre travail proviennent des figuiers de la région Slim (Tikjeda) de la willaya de Bouira récoltées à la saison d'été 2016, séchées traditionnellement à l'air libre, placées dans des sachets hermétiques fermés et stockées à température ambiante, jusqu'au délai des analyses (Tableau 4.1).

- L'huile d'olive vierge utilisée lors de la réalisation de notre travail provient d'une huilerie moderne fonctionnelle, c'est une huile extraite par première pression à froid, avec un système d'extraction continue avec centrifugation à trois phases d'une construction suédoise :

ALFA LAVAL. (Appendice B2). Les olives triturées sont de la variété Chemlal provient des oliviers de la région de Lakhdaria de la willaya de Bouira. Les olives ont été récoltées à la saison de l'hiver 2016. L'huile d'olive a été placée dans des récipients en verre fumé hermétiquement fermé et conservée à une température ambiante, jusqu'au délai des analyses (Tableau4.1).



Tunisie

La même chausse pour la Tunisie de variété TEBOURESEK-Beja

Le choix du matériel végétal (L'huile d'olive, les figes séchées) a obéi à des considérations bibliographiques tout à bord, qui ont montré une chimio-diversité remarquable de ces deux espèces à travers des travaux effectués, nous avons de notre part, apporter aussi une contribution à cette chimio-diversité par l'étude des variétés Algériennes et tunisienne

Echantillon	Région	Variété	Date de récolte	Méthode d'obtention
Huile d'olive ALGERIENNE	LAKHDARIA BOUIRA	CHEMLAL	Fin Décembre 2016	Extraction par centrifugation à 3 phases
Huile d'olive TUNISIENNE	TEBOURESEK	BEJA	//	//
Figes Blanches FB ALGERIENNE	TEKDJEDA	TARANIMT	Aout 2016	Séchage à l'air libre
Figes blanches FB TUNISIENNE	TEBOURESEK	BEJA	//	//

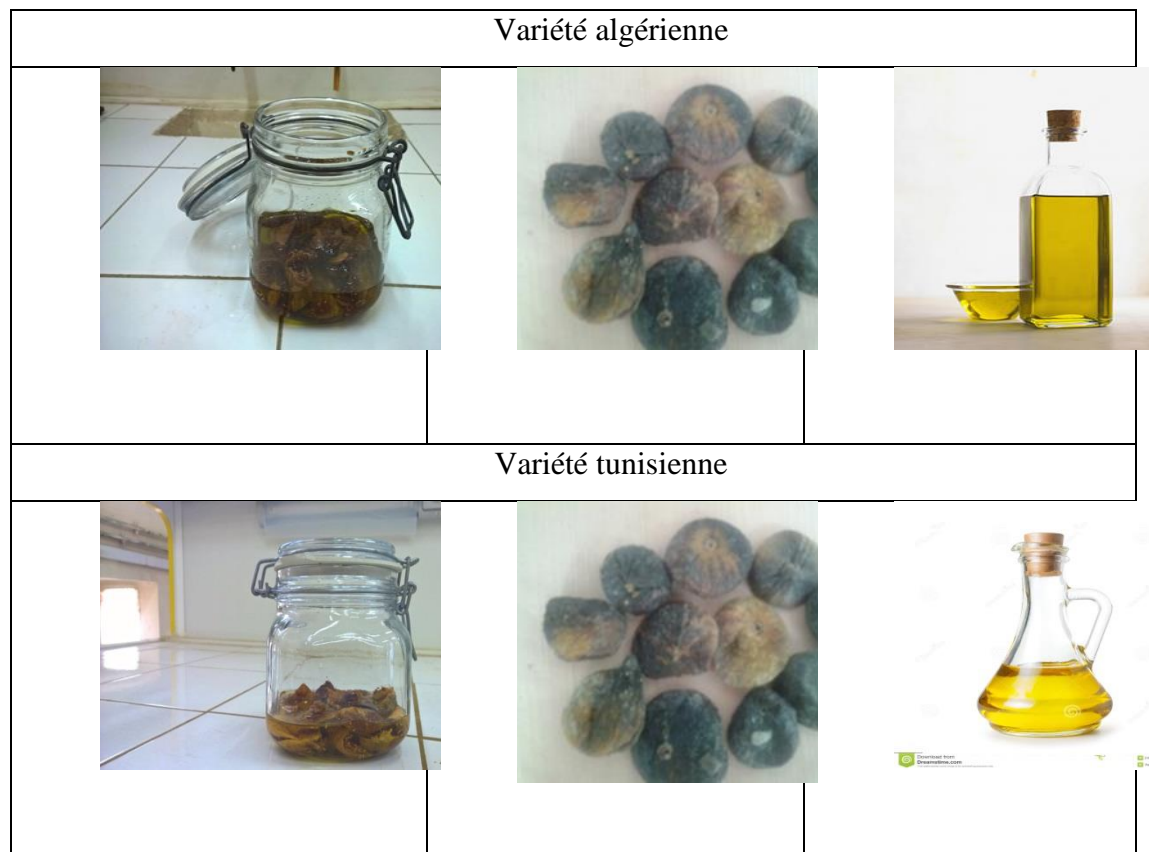
**Tableau 4.1 : Données relatives aux échantillons étudiés**

#### 4.2.1 Traitement des figes sèches :

Les figes sèches, noires ont été lavées avec l'eau distillée pour l'élimination de résidus de poussières et séchées sur papier absorbant. Le tout a été blanchi à la vapeur afin d'éliminer les micro-organismes éventuelles (levures, moisissures et bactéries non sporulâtes) pendant 15 min.

#### 4.2.2 Préparation de la macération de la figue sèche dans l'huile d'olive :

L'imprégnation des figes sèches dans l'huile d'olive a été préparée selon la méthode traditionnelle. Les figes bien lavées, séchées et blanchies ont été ajoutées à l'huile d'olive vierge (placée dans des boucaux en verre hermétiquement fermées de 250ml). Les boucaux d'huile d'olive ont été stockés dans l'obscurité (pour éviter toute oxydation) à une température ambiante du milieu (environ 25-28°C).

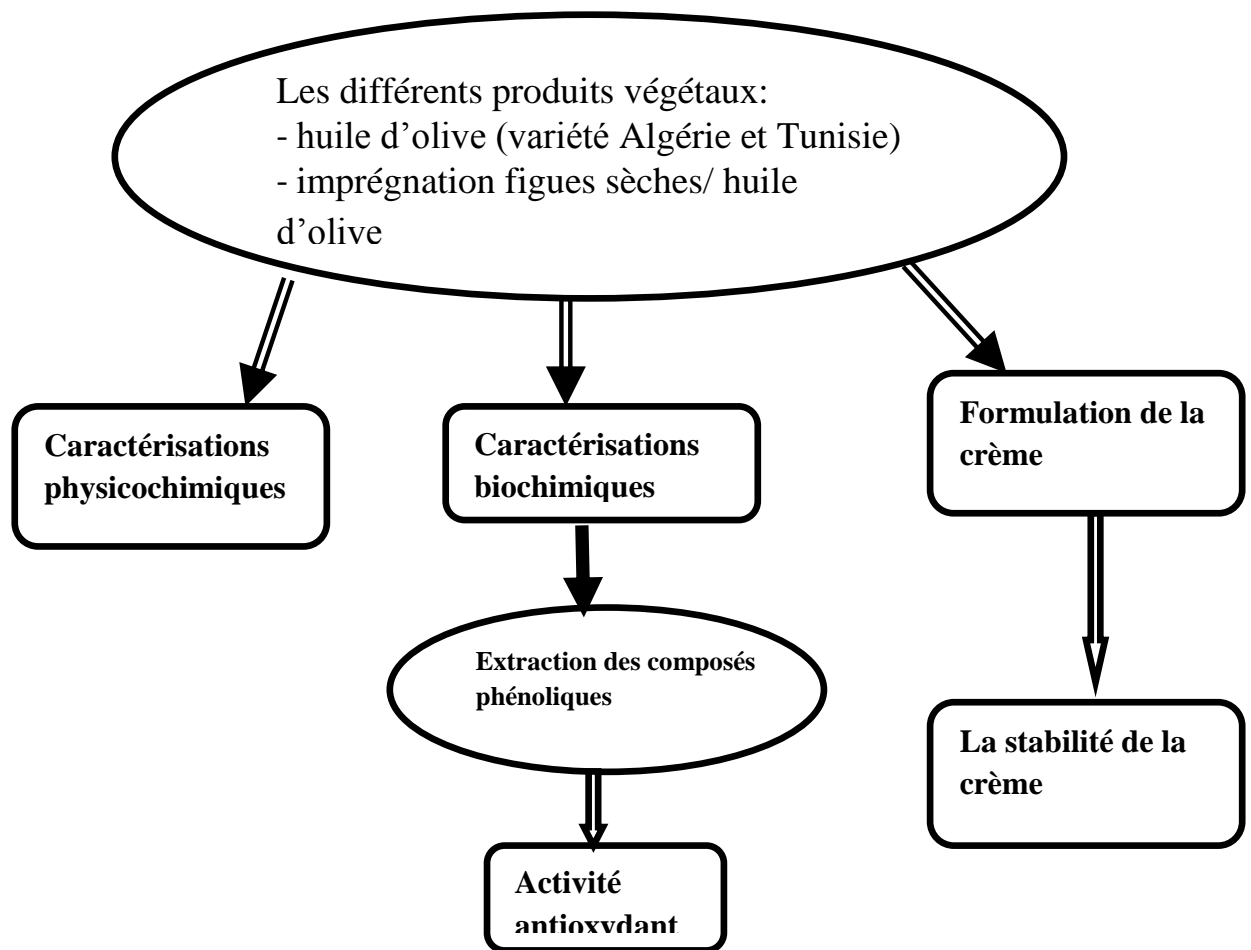


**Figure 4.1 Préparation de la macération de la figue sèche dans l'huile d'olive**

#### 4.3 Méthodes analytiques :

Le diagramme suivant illustre en détail la démarche suivie pour la réalisation de cette étude





**Figure 4.2** Schéma de l'étude expérimentale

4.4 Détermination des caractères physicochimiques de l'huile d'olive avant et après le mélange pour les deux variétés :

4.4.1. Acidité libre :

L'acidité libre de l'huile a été déterminée selon la norme officielle AOCS Ca 5a-40. Les volumes de réactifs et de produits ajoutés sont fonction de tests préliminaires permettant d'évaluer un pourcentage approximatif d'acides libres dans l'huile avant l'analyse précise dans les conditions suivantes : 2,5 g d'huile d'olive ont été pesés et solubilisés dans 50 ml (d'éthanol 96% préalablement neutralisé avec l'oxyde diéthylique, v/v). 2 ml d'indicateur coloré (phénolphtaléine) sont ensuite

ajoutés et cette solution a été titrée par une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 N. L'acidité libre a ensuite été exprimée en pourcentage d'acide oléique libre selon la formule :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{N * V * 282,5}{m * 100}$$

V : Le volume en millilitre de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée

N : La normalité exacte en mol/l de solution titrée d'hydroxyde de potassium

M : la masse molaire, en g/l de l'acide oléique 282g/mol

m : la masse en gramme de la prise d'essai

#### 4.4 .2 Valeur peroxyde :

Elle a été réalisée selon la méthode officielle AOCS Cd 8–53 (92) (American Oil Chemist's Society). Cette méthode consiste d'abord à préparer un mélange acide acétique/chloroforme dans les proportions 3v/2v. Une solution d'iodure de potassium (KI) est obtenue en dissolvant 13,33 g de KI dans 10 ml d'eau distillée dans un flacon brun. Une solution de thiosulfate de sodium (0,01 N) a été utilisée pour le titrage. Une solution d'amidon de patate a été obtenue en dissolvant 1 g d'amidon dans 200 ml d'eau distillée (la solution a été portée à ébullition pendant quelques secondes, puis mise au réfrigérateur). On fait dissoudre 1 g d'huile dans 25 ml du mélange acide acétique/chloroforme. On a ajouté 1 ml de la solution de KI, puis on a agité pendant 1 min exactement. La réaction a été arrêtée par l'addition de 75 ml d'eau distillée. La titration a été réalisée par la solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence de quelques gouttes d'amidon de pomme de terre. Selon la formule :

$$\text{IP (\mu g/g)} = \frac{(V-V_0) * N * 8000}{P}$$

#### 4.4.3 Détermination de la teneur en eau (Humidité) :

##### Principe :

C'est la perte en masse subite par l'échantillon après chauffage à 103 #177 ; 2°C exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau (**ISO N°934, 1980; M.E., 2001**).

Mode opératoire :

- Peser 20g d'huile à analyser dans un bécher de 25 ml, qui a été préalablement séché et refroidi dans un dessiccateur puis pesé (m0) ;
  - Mettre le bécher dans l'étuve pendant une heure à 103°C #177; 2°C;
  - Après refroidissement dans un dessiccateur, peser le bécher (m2) (**M.E., 2001**).
- Expression des résultats

L'humidité est donnée par la relation suivante:

$$H\% = \frac{m_0 - m_2}{m_1 - m_0} * 100$$

**H %** : Taux d'humidité en pourcentage;

**m0** : Masse en gramme, du bécher vide;

**m1** : Masse en gramme, du bécher et de la prise d'essai avant chauffage;

**m2** : Masse en gramme, du bécher et de la prise d'essai après chauffage (**M.E., 2001**).

4.4.4 Détermination de la teneur en impuretés :

Principe :

Les impuretés insolubles dans l'hexane et l'éther de pétrole, constituent une mesure de la teneur en composés non lipidiques contenus dans l'huile. Leur taux doit être inférieur à 1 % (**Van Eys et al. 2005**).

Mode opératoire (M.E., 2001) :

- Peser 20 #177; 0,001 g d'échantillon dans une fiole de 250 ml puis additionner 200 ml d'hexane ; Boucher la fiole, agiter et laisser au repos à une température voisine de 20°C pendant 30 minutes; Sécher le filtre à une température de 103 #177; 2°C et refroidir dans un dessiccateur; Peser le papier filtre et le placer dans un entonnoir; Verser le contenu de la fiole et laver le filtre avec 50 ml d'hexane jusqu'à ce qu'il soit exempt de corps gras; Après égouttage, le filtre est séché à l'étuve, refroidis dans un dessiccateur puis pesé.

Expression des résultats :

La teneur en impuretés insolubles est obtenue :

$$\text{Impuretés \%} = \frac{(m_1 - m_2)}{E * 100}$$

**E** : La masse en gramme de la prise d'essai;

**m<sub>0</sub>** : La masse en gramme du filtre sans impuretés;

**m<sub>1</sub>**: La masse en gramme du filtre et des impuretés insolubles après séchage (M.E., 2001).

4.4 .5 Détermination de l'indice de saponification :

Il correspond au nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la saponification d'un gramme de corps gras , La valeur de l'indice de saponification nous permet d'estimer les longueurs des chaînes de carbone des acides gras constituant l'huile d'une part, et de calculer les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides que renferme l'huile. La détermination de l'indice de saponification est réalisée en utilisant la norme (AFNOR. NF T60-206) en suivant les étapes suivantes : Une quantité d'un gramme d'huiles est saponifiée à reflux par 25 ml de KOH éthanolique (0.5N) pendant une

heure.

L'excès de KOH est neutralisé par de l'acide hydrochlorique (HCl) (0.5N) en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans huile. L'indice de saponification est calculé par la relation suivante:

$$\text{Indice de saponification} = \frac{(V_0 - V_1) \times T \times 56,1}{M}$$

$V_0$  : le volume en millilitre de la solution d'acide chlorhydrique, utilisé pour l'essai à blanc,

$V_1$ : le volume en millilitre de la solution d'acide chlorhydrique

$M$  : la masse en gramme de la prise d'essai

$T$  : le titre de la solution de l'acide chlorhydrique utilisée (0,1 mol/l)




NB : prendre la moyenne arithmétique des deux déterminations comme résultat

#### 4. 5 Extraction des polyphénols :

##### 4.5.1 Extraction solide– liquide des composés phénoliques d'huile d'olive :

Le principe consiste à ce que le solvant doit franchir la barrière .La plus part des auteurs suggèrent que l'entrée du solvant se fait par un mécanisme osmotique et la sortie du soluté par dialyse ou par diffusion. Le solvant utilisé dans cette présente étude est le méthanol pur (99%).Celui-ci possède l'avantage d'être plus facilement éliminé sous vide.




Il donne en plus un meilleur rendement d'extraction [105.107] dépassant celui obtenu avec l'eau de 7 fois. Le rendement d'extraction en polyphénols augmente aussi avec le temps de contact [174]

		
Figes Nettoyées et Broyées	Macération : 200 mg du broyat dans 200 ml de méthanol pendant 5 jours avec agitation périodique et filtration	Concentration au rota vapeur à 60 C°

**Figure 4.3 : l'extraction solide-liquide des composés phénoliques des figes sèches.**

#### 4.5.2 Extraction liquide-liquide des composés phénoliques d'huile d'olive :

La méthode utilisée est celle de Tsimidou et al, 1992, modifiée, elle est consisté à une introduction d'une solution d'échantillon (50g d'huile dans 50ml d'hexane) dans une ampoule à décanter, l'ajout du mélange méthanol/eau (80/20), après agitation (5min) et décantation , la phase polaire (phase méthalonique ) contenant les composés phénoliques est récupérée , tandis que la phase apolaire subit une 2<sup>eme</sup> et une 3<sup>eme</sup> extraction pour récupérer la fraction phénolique restante .chaque phase polaire récupérée subit un lavage par l'hexane

		
50g d'huile+ 50ml d'hexane + méthanol/eau (80/20)	Récupération la phase polaire	lavage par l'hexane des 3 phases polaires récupérées

**Figure 4.4 : l'extraction liquide-liquide des composés phénoliques d'huile d'olive**4.6 Calcul du rendement :

Le pourcentage en extrait bruts sec méthanolique a été calculé par la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{M}{M_0 \times 100}$$

R (%) : Rendement exprimé en %.

M: Masse en gramme de l'extrait sec résultant

M<sub>0</sub> : Masse en gramme du matériel végétal à traiter

4.7 Analyse quantitative :4.7.1 Dosage des composés phénoliques extractibles totaux :

L'estimation de la teneur en composés phénoliques extractibles totaux a été réalisée par la méthode de Folin- Ciocalteu (Waterman et Mole, 1994, cité par Mansouri, 2005).

• Principe :

Le réactif de Folin- Ciocalteu est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et d'acide phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W<sub>8</sub>O<sub>23</sub>) et de molybdène (Mo<sub>8</sub>O<sub>23</sub>) (Ribereau-Gayon et al, 1976, cité par Benamara et al. 2007). Cette coloration bleue dont l'intensité est proportionnelle aux taux de composés phénoliques présents dans le milieu donne un maximum d'absorption à 760 nm.

• Réactifs et extraits utilisés :

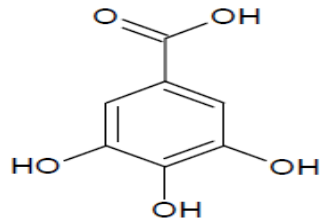
Un polyphénol témoin : l'acide gallique pour la réalisation de la gamme d'étalonnage en milieu aqueux, Réactif de Folin-Ciocalteu : à 10 ml du réactif Folin

Ciocalteu on a ajouté 90 ml d'eau distillée, Bicarbonate de sodium à 7.5 % : 15g de bicarbonate de sodium ont été dissous dans 200 ml d'eau distillée

- Mode opératoire :

a- Préparation de la gamme d'étalonnage de l'acide gallique :

Une gamme de 9 concentrations d'acide gallique allant de 0 à 0.17 mg /ml a été préparée à partir d'une solution mère de 0.2 mg/ml de concentration, (voir Appendice D pour courbe d'étalonnage des composés phénoliques totaux)



**Figure 4.5 : L'acide gallique (Acide 3, 4,5-trihydroxybenzoïque).**

- Analyse du standard et des extraits :

Introduction de 300 µl de la solution de l'acide gallique à différentes concentrations dans les tubes d'une première série et 300 µl de chaque échantillon à analyser dans les tubes d'une deuxième série ,ajout de 1500 µl du réactif Folin Ciocalteu puis de 1200 µl de la solution de bicarbonate de sodium dans chaque tube , agitation puis incubation à l'obscurité pendant 1 heure , lecture des absorbances à 760 nm. Le blanc est représenté donc par 300 µl d'eau distillée, additionnée de 1.5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu et 1.2 ml de carbonate de sodium à 7.5 %.

- Expression des résultats :

La concentration en composés phénoliques extractibles totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique . Tous les dosages ont été réalisés en triplicata (trois répétitions pour toutes les concentrations)



#### 4.8 Les activités biologiques des composés phénoliques des extraits méthaloniques :

##### 4.8.1 L'activité anti-oxydante des composés phénoliques des extraits méthaloniques :

Dans le but d'évaluer l'activité antioxydant des extraits, pouvoir réducteur et le pouvoir de piégeage du radical DPPH. L'activité antioxydant d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation. Les antioxydants les plus connus sont

le  $\beta$ -carotène (provitamine A), l'acide ascorbique (vitamine C), le tocophérol (vitamine E) ainsi que les composés phénoliques. En effet, la plupart des antioxydants de synthèse ou d'origine naturelle possèdent des groupes hydroxy phénoliques dans leurs structures et les propriétés antioxydants sont attribuées en partie à la capacité de ces composés naturels à piéger les radicaux libres tels que les radicaux hydroxyles (OH) et superoxydes ( $O_2$ ).

Dans notre étude, l'activité antioxydant des extraits végétaux étudiés a été évaluée in vitro par deux méthodes de référence : le pouvoir réducteur et l'activité d'inhibition du radical DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl). Le pouvoir antioxydant de ces extraits a été comparé à un antioxydant de synthèse qui est le BHT

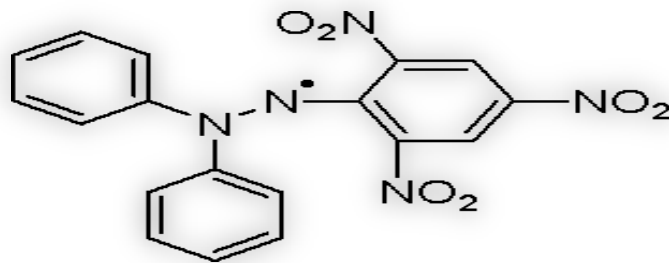
##### Mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH :

- Principe :

Le composé chimique 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle ( $\alpha,\alpha$ -diphényle- $\beta$ -picrylhydrazyle) fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydant des composés phénoliques, Il possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote, du fait de cette délocalisation, les molécules du radical ne forment pas des dimères, le DPPH reste dans sa forme monomère

relativement stable à température ordinaire. La délocalisation provoque aussi la couleur bleue bien caractéristique de la solution de DPPH (figure 4.6).

La mesure de l'efficacité d'un antioxydant se fait en mesurant la diminution de la coloration bleue, due à une recombinaison des radicaux DPPH, mesurable par spectrophotométrie à une absorbance de 515 à 518 nm.

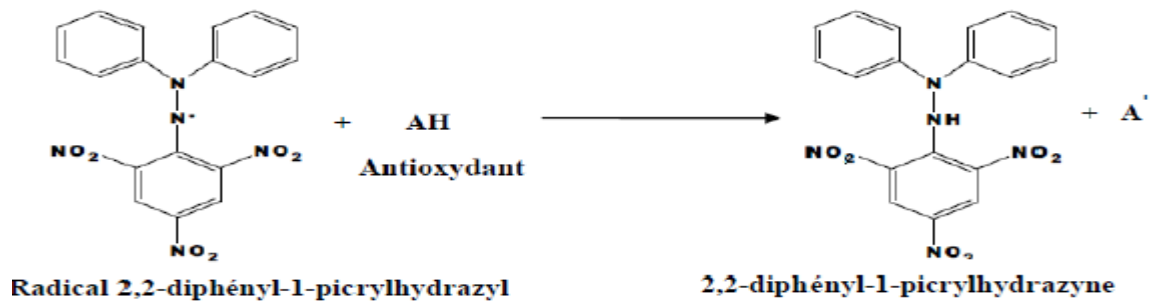


**Figure 4.6 : Structure chimique du radical libre DPPH (2,2 Diphenyl-1-Pikryl-Hydrazyle).**

Le piégeage des radicaux libres par des antioxydants est tributaire de deux types de mécanismes :

- la libération de l'atome d'hydrogène du groupement hydroxyle (cinétique rapide de certaines acides et dérivées phénoliques).
- la libération d'un électron (cinétique lente des dérivées glycosylées et des anthocyanes).

Dans le cas des composés phénoliques, le mécanisme principal d'action est le piégeage des radicaux libres par le transfert de l'atome H sur le DPPH, alors, transformé en une molécule stable DPPH-H (figure n°24).



**Figure 4.7: Réduction du radical DPPH**

- **Mode opératoire :**

Le test utilisant le radical DPPH est réalisé, en suivant la méthode décrite par Sahin *et al.* (2004). 25 µl de la solution méthanolique de l'extrait phénolique et 0.975 ml de la solution méthanolique de DPPH (0.0024 g/100 ml méthanol) sont ajoutés dans une cuvette après incubation pendant 30 min et l'absorbance a été mesuré à 517 nm contre le méthanol. L'expérience est répétée 3 fois pour chaque concentration d'extrait dilué.

Le pourcentage d'activité antioxydant (I%) est calculé selon la formule suivante :

$$I \% = \frac{(A_{\text{blanc}} - A_{\text{éch}})}{A_{\text{blanc}}} * 100$$

$A_{\text{blanc}}$  = Absorbance du témoin (nm): c'est l'absorbance du DPPH au temps zéro avant l'addition de l'échantillon (extrait méthanolique) à une concentration donnée.

$A_{\text{éch}}$  = Absorbance de l'échantillon testé après 30 minutes.

#### 4.8 Essai d'élaboration d'une crème dermo-cosmétique :

Dans cette étude, nous avons cherché à optimiser une formulation d'une crème cosmétique de soin de type renfermant essentiellement deux phases, grasse et aqueuse et déterminer le pouvoir de pénétration et la stabilité de la crème

#### 4.8.1 Optimisation d'une crème dermo-cosmétique par EXCEL :

Ce travail est basé sur méthodologie progressive qui rassemble les techniques nécessaire à la conduit des problèmes de recherche, elle nous permet de mener des études avec une grande économie de moyens et minimiser le plus possible le nombre d'expérience et nous donner une meilleure précision possible des résultats

Notre travail a pour objectif la recherche d'une composition optimale d'une formule destinée à élaborer une crème de soin, a été réalisé en mettant en œuvre un plan de mélange autour d'une formule de référence, d'abord, nous avons étudiée l'influence des composants ( la phase grasse, la phase aqueuse ) d'un mélange sur la variation et le pouvoir d'étalement, et l'analyse organoleptique par rapport ) des crèmes de référence (voir APPENDICE )

#### 4.8.2 Préparation de la crème l'huile/eau :

Pour réaliser une émulsion huile dans l'eau, il faut employer certaine précaution en particulier :

Introduction de la phase dispersée par fraction en attendant que l'émulsion le fasse.

Respect des conditions de température et d'agitation.



#### Matières premières

1-La phase huileuse :

Le filtra du mélange présidant voire le chapitre précédent

La cire d'abeille : est un produit 100% naturel, mélange complexe d'esters gras, d'acides gras et de composés hydrocarbonés. Elle permet d'épaissir naturels. Elle est aussi appréciée pour stabiliser les émulsions et réaliser des crèmes très protectrices, Cette cire d'abeille jaune Biologique de qualité exceptionnelle vous

séduira par son toucher très doux et sa délicieuse odeur de miel. Issue de la wilaya d'Alger

2-Phase aqueuse : elle est composée de l'eau distillé

3-Vitamine E : C'est un antioxydant naturel qui protège les huiles et les beurres du rancissement. Elle joue donc le rôle d'un conservateur naturel. On lui attribue aussi des propriétés anti-âges issues de la pharmacie BENS AHLI Blida

4-L'huile essentielle : est ici utilisée pour ses propriétés tonifiantes et pour donner un odora à la crème.

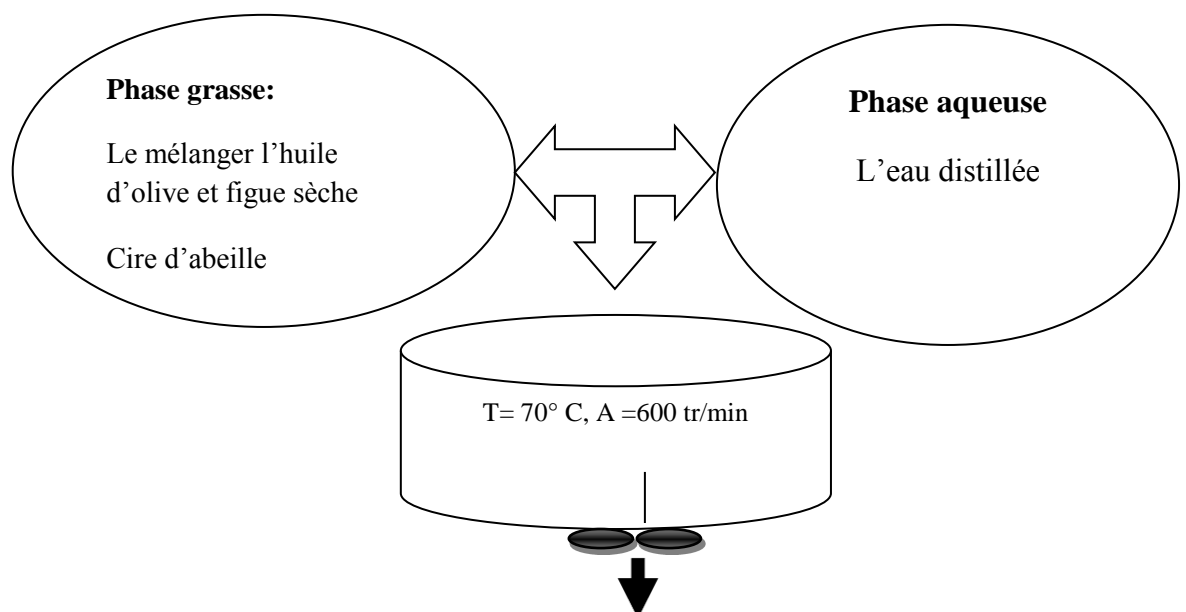
5-La lécithine : est un émulsifiant végétal très intéressant pour ses propriétés émoullientes et son excellente affinité avec la peau. Les lécithines sont des émulsifiants naturels présents notamment dans les fèves de soja, les graines de tournesol et de colza, mais aussi dans le jaune d'œuf. Elle en augmentera la stabilité tout en conservant une texture plutôt fluide, au toucher très soyeux. De plus, c'est un émulsifiant très bien toléré par les peaux sensibles. La lécithine de soja a la particularité de colorer légèrement les crèmes en jaune, fournie d'une unité de fabrication de la margarine de Blida

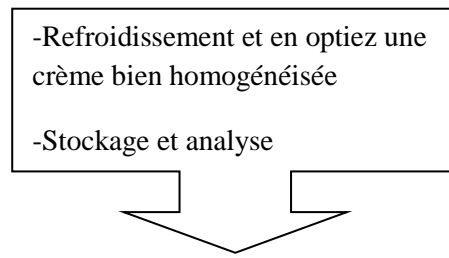
La formulation de la crème est faite dans un laboratoire pédagogique bien équipé du département chimie industrielle d'université de Blida 1



#### Préparation de la crème

La crème cosmétique est préparée selon le diagramme suivant :





**Figure 4.8 diagramme de préparation de la crème**

#### 4.9 Analyses physique des crèmes formulées :

##### 4.9.1 Analyse des caractères organoleptiques :

Les analyses organoleptiques des échantillons ont été examinées à la même température, éclairage, et condition d'emballage après 24h de préparation (Anchisi et al, 2001)

##### 4.9.2 Le pouvoir d'étalement :

Le pouvoir d'étalement est déterminé selon la méthode préconisée par **czarnecki et gierucka (2007)**

Le pouvoir d'étalement de la crème est mesure selon le principe d'un extenso mètre, le dispositif se compose d'une glace fixée sur un support et une deuxième glace plate ,les expériences ont été effectuée à une température ambient 0,5 g d'échantillon est placé au centre de la première glace fixe et la deuxième glace a été mise sur l'échantillon un poids de 2 g a été place sur la deuxième glace supérieure après 8 minutes, le diamètre de diffusion de l'échantillon a été mesuré

$$S = \pi * R^2$$

#### 4.10Réalisation expérimentale des plans factoriel complets :

- Le but de l'étude :

Trouver les paramètres idéals de stockage (conservation), auquel une crème cosmétique est stable

Modélisation par les plans d'expérience de l'effet de la température et du temps sur la stabilité de la crème

Niveau	La température de stockage (C°)	Le temps de conservation (jours)
Niveau bas	20	5
Niveau haut	50	30

**Tableau 4.2 plans de stockage de la crème**

#### 4.11 Préparation de la crème (huile/eau) :

Pour préparation 100g de la crème, une quantité du mélange et g de la cire d'abeille est placée dans un bécher de 50 ML EST maintenu dans un bain-marie à 70°C, en maintenant cette température constante on agitant avec agitation à 600tr/min après la dissolution ; on ajoute 8g d'émulsifiant et 50g l'eau distille jusqu'à ce que la totalité de la phase huileuse soit incorporée et enfin on maintient l'agitation jusqu'à refroidissement complet de l'émulsion 20°C

#### 4.12 Contrôle du produit fini :

Notre crème formulée doit subir un certain nombre de contrôles

- Le contrôle rhéologie (viscosité)
  - Pouvoir d'étalement
- Les contrôles de stabilité
  - Centrifugation

##### 4.12.1 Test rhéologique :

La stabilité rhéologique est évaluée par des déterminations rhéologiques dans un viscosimètre, muni d'un dispositif de rotation avec cône-plat à un programme de logiciel

L'échantillon de 10 g est placé entre un plateau avec des paramètres de  $T^{\circ} = 20^{\circ}\text{C}$  et  $t = \text{mn}$

#### 4.12.2 Test de stabilité :

Cet essai a été effectué sur l'échantillon après une centrifugation à 3000 tours/min pendant 30min à température ambiante le degré de séparation des deux phases est) un exprimé par le pourcentage total de stabilité c'est-à-dire  $100 = \text{stable}$  ,  $0 = \text{instable}$  (anchisiet al ,2001).



## CHAPITRE 5

## RESULTATS ET DISCUSSION

Les principaux résultats obtenus au cours de cette présente étude ainsi que les interprétations et discussion feront l'objet de ce chapitre.

### 5.1 Caractérisation de l'huile d'olive avant et après le mélange de deux variétés algérienne et tunisienne :

Dans ce qui suit, les résultats des différentes analyses, seront présentés.

#### 5.1.1 Résultats de la caractérisation physiques :

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les quatre huiles étudiées (HAA, HAP, HTA, HTP) sont mentionnés sur le (tableau 5.1)

n= 3 répétitions

Paramètres	variété algérien		Variété tunisien	
	HAA(%)	HAP(%)	HTA(%)	HTP(%)
	Moyenne ±Ecart type	Moyenne ± Ecart type	Moyenne ± Ecart type	Moyenne ± Ecart type
impute	0,78±0,01	0,88±0,01	0,61±0,01	0,87±0,02
Humidité	0,39±0,62	0,28±0,68	2,22±0,03	0,188±0,03

**Tableau 5.1 : Résultats de la caractérisation physicochimique pour les quatre huiles étudiées**

Humidité avant et après le mélange ceci reflète les bonnes conditions de séchage des figes sèches avant de subir le mélange. Egalement l'humidité peut être élevée pour la variété tunisienne du pendant l'opération d'extraction de l'huile d'olive.

Les impuretés insolubles dans l'hexane et l'éther de pétrole, constituent une mesure de la teneur en composés non lipidiques contenus dans l'huile. Leur taux doit être inférieur à 1 %

## 5.1.2 Détermination de l'acidité :

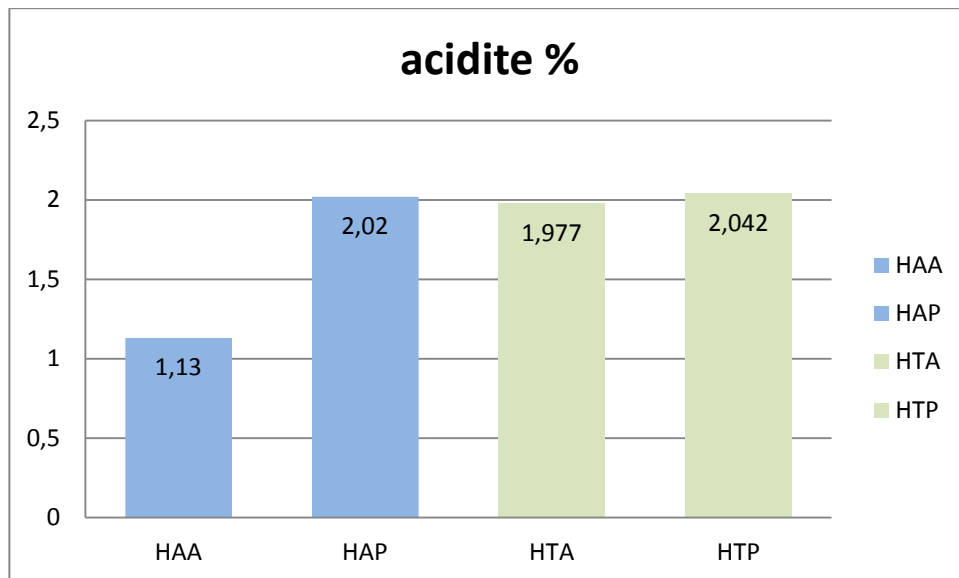


Figure 5.1. : L'acidité des différents échantillons étudiés.

Les diagrammes suivants (Figure 5.1) représentent l'acidité des différentes huiles étudiées (HAA, HPA, HTA, HTP) avec une différence hautement significative.

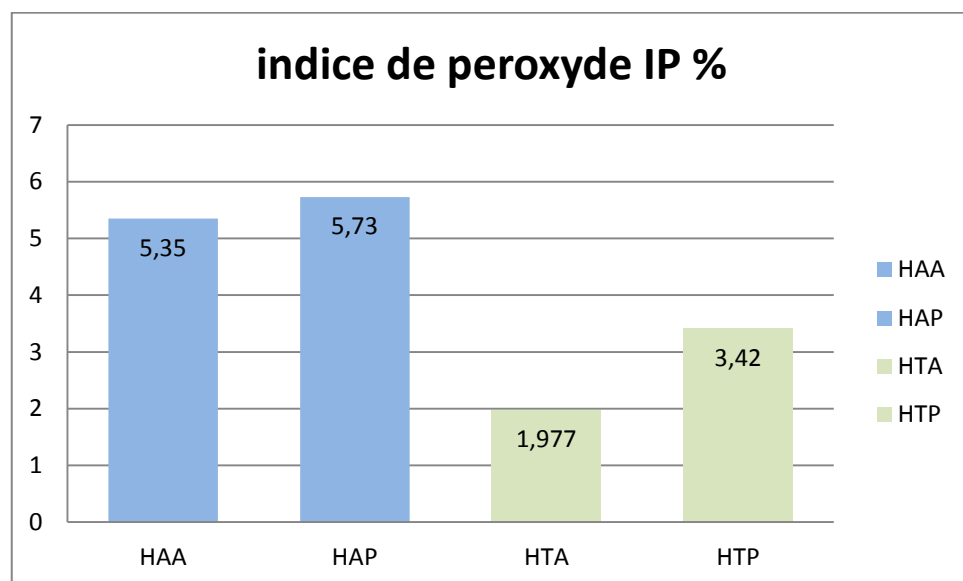
L'acidité est le plus ancien paramètre utilisé pour évaluer la qualité de l'huile d'olive, car elle est étroitement liée à la qualité des matières premières et représente l'étendue des activités hydrolytiques. L'excellente qualité de l'huile d'olive vierge est l'aboutissement d'un processus qui commence par l'arborescence et se termine dans la bouteille. Ainsi, il est nécessaire de prendre soin de chaque étape du processus et des facteurs qui peuvent influencer sur sa durée de vie commerciale (oxygène, la lumière, la température et métaux) conduisant à une détérioration de la qualité à la suite de dégradations oxydatives et à l'hydrolyse [170]

L'acidité, critère de qualité important, permet de classer l'huile en différentes catégories en fonction de leurs teneurs en acides gras libres et permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides [21]. L'huile d'olive produite à partir de variété étudiée appartient à la catégorie des huiles d'olive dénommées « vierge » conformément à la norme fixée par le COI (2003) qui est  $\leq 2\%$ . Ces résultats sont conformes à ceux de la

bibliographie [12]

En consultant les résultats du (figure 5.2) , on remarque une augmentation de l'acidité des deux huiles : HAP et HTP , Ces teneurs en acidité témoignent d'une faible activité l'impolitique sur les triglycérides des huiles, cela peut être une conséquence du mélange effectué avec les figes sèches . Donc d'après notre résultat, les figes sont laissées pendant une période au contact de l'huile, il n'y a pas eu des changements indésirables. Cette augmentation de l'acidité explique que les figes ont été bien conservées et l'huile d'olive vierge est un bon milieu pour la conservation des figes sèches Nous pouvons donc pronostiquer une bonne durée de conservation pour ces huiles, peu importe les figes utilisées (noires au blanches), et ainsi d'après notre résultat préliminaire la fige de peau noire est mieux que la fige de peau blanche.

### 5.1.3 L'indice de peroxyde :

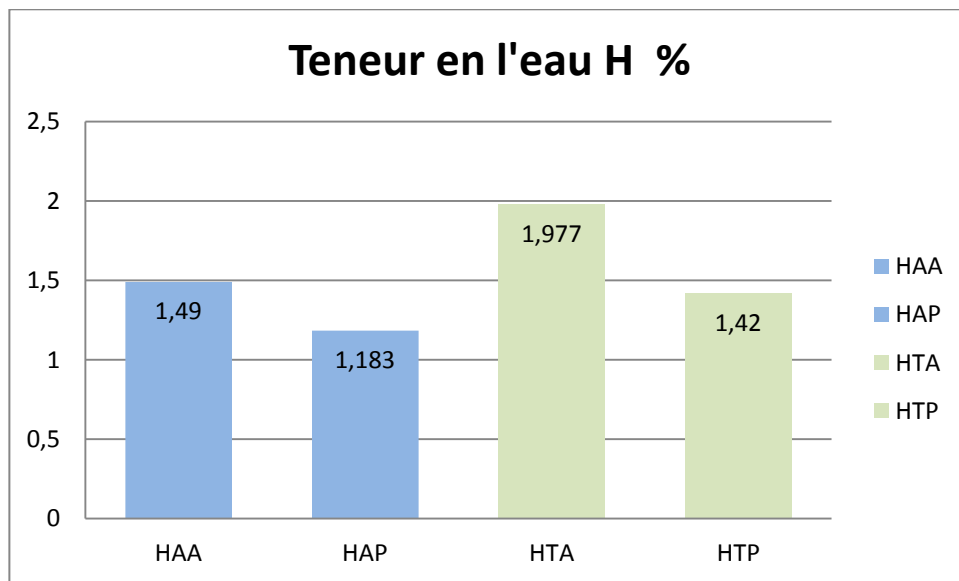


**Figure 5.2 : L'indice de peroxyde des différentes huiles étudiées.**

Les diagrammes suivants (Figure 5.2) représentent l'indice de peroxyde des différentes huiles étudiées avec une différence hautement significative avec l'ajout des figes sèches. L'indice de peroxyde est utilisé pour évaluer l'état d'oxydation de l'huile. Les résultats montrent que les valeurs obtenues répondent aux normes du COI (2003) qui recommande un indice de peroxyde inférieur ou égal à 20 meq d'O<sub>2</sub>/kg. Les faibles

valeurs de l'indice de peroxyde de nos variétés seraient liées d'une part à leur richesse en antioxydants (les polyphénols) et à l'état sain des figes sèches et aux bonnes conditions de transformation des olives (la récolte à la main, de transport, de stockage sur une période courte à l'air libre) et du système d'extraction.

#### 5.1.4 Détermination de la teneur en eau :

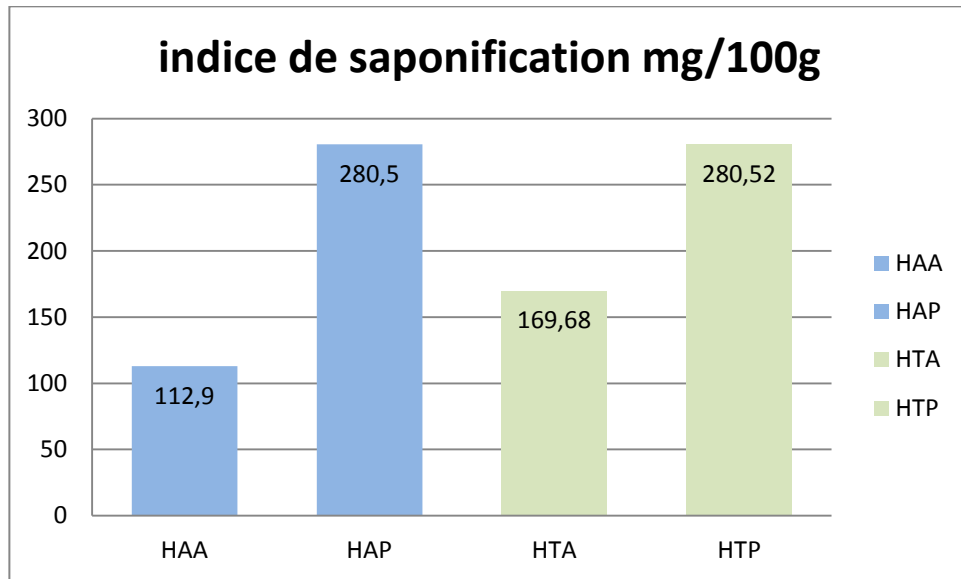


**Figure 5.3 : La teneur en eau des différents échantillons étudiés**

Les diagrammes suivants (Figure 5.3) représentent la teneur en eau des différentes huiles étudiées, Cette teneur est en accord avec celles fixées par la réglementation en vigueur, elle est  $\leq 16\%$  selon la norme CEE-ONU, cette teneur enregistrée nous amène à classer les figes sèches parmi les aliments à humidité intermédiaire [27].

En effet, Selon [83] la teneur en eau dans le fuit diminue progressivement avec la maturation, ce qui laisse supposer une récolte des olives a degré de maturité incomplète. Etant donné que le taux d'humidité est très lié au processus d'extraction de l'huile [85] plus précisément par la qualité de l'eau ajoutée au cours du malaxage. La présence de l'eau dans l'huile est susceptible d'avoir une incidence sur sa qualité, elle constitue un support pour le développement activités enzymatiques (hydrolyse et oxydation).

#### 5.1.5 Indice de saponification :



**Figure 5.4 : L'indice de saponification des différentes huiles étudiées**

Les résultats regroupés et illustrés dans la (figure 5.4) révèlent que l'indice de saponification de nos échantillons d'huile d'olive. Les valeurs obtenues répondent aux normes du COI (2003) qui recommande un indice de saponification entre 184-300 mg KOH /g d'huile.

L'indice de saponification nous renseigne sur la longueur de la chaîne hydrocarbonée des acides gras [53], une valeur faible de saponification nous informe que les huiles analysées présentent des acides gras à longue chaîne carbonée [27, 28, 29, 30].

#### 5.1.6 Résultats de la caractérisation Biochimique :

##### 5.1.6.1 Rendement d'Extraction :

L'utilisation du méthanol comme solvant permet de séparer des composés selon leur degré de solubilité, cette méthode d'extraction menée à température ambiante permet d'extraire le maximum de composants bioactifs et de prévenir leur dénaturation ou modification probable, dont la température élevée provoque l'inactivation des composés phénoliques, la diminution de leur rétractibilité dans le solvant aussi affecte leur quantification [63].

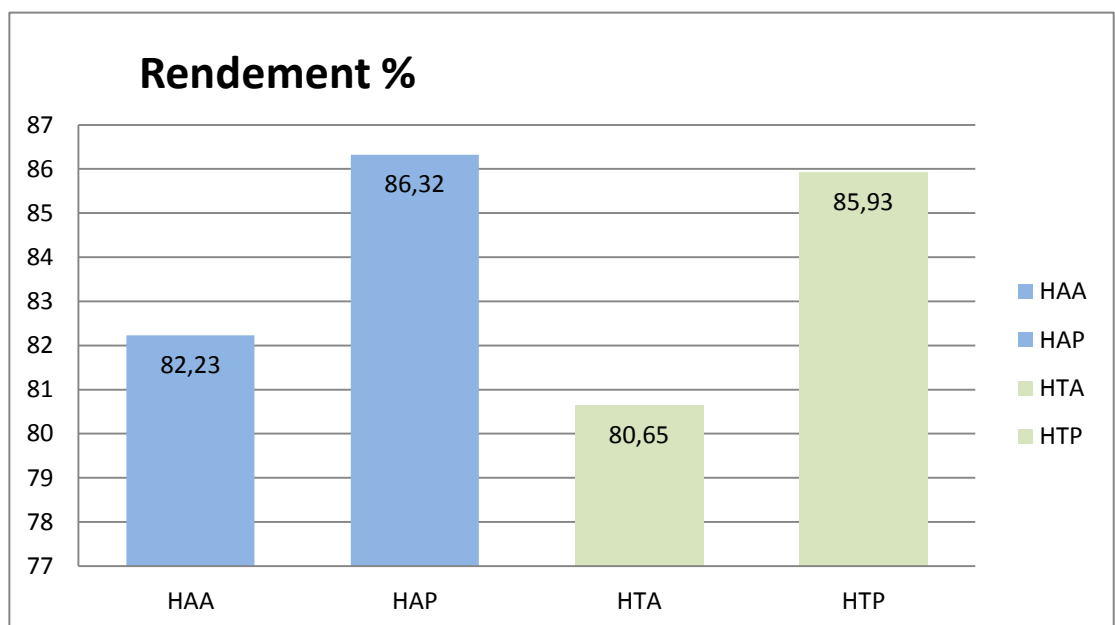
La préparation des extraits à partir du mélange d'huile d'olive et figue sèche ont été obtenus :

- L'extrait méthanolique (50% méthanol, 50% hexane)

- ✓ Les résultats obtenus sont mentionnés dans le (Tableau5.2) et illustrés dans la (figure 5.5). Chaque extrait a été caractérisé par son rendement, sa couleur et son aspect.

Extraits	Solvant	Masse (g)	Rendement %	aspect	couleur
HAA	Hexane+Méthanol +eau	50	82,23±0.565	huileux	jaunâtre clair
HAP	Hexane+Méthanol +eau	50	86,32±2.890	huileux	jaunâtre clair
HTA	Hexane+Méthanol +eau	50	80,65 ±2.121	huileux	jaunâtre clair
HTP	Hexane+Méthanol +eau	50	85,93 ±0.014	huileux	jaunâtre clair

**Tableau 5.2 : La masse, rendement et couleur des extraits obtenus.**



**Figure 5.5 : Rendement d'extraction des différents échantillons étudiés**

Les résultats obtenus (Tableau 5.2) montrent que le rendement en extrait méthanolique des HAP, HTP est supérieur à celui des HAA, HTA.

D'une manière générale, les teneurs en extraits secs varient d'une plante à une autre de la même famille mais également des paramètres de l'extraction liquide-liquide ou solide-liquide des polyphénols à savoir la température, le solvant d'extraction, la taille des particules et le coefficient de diffusion dans le solvant. Le calcul des rendements permet non seulement d'apprécier les extraits totaux issus de la plante, mais également d'envisager la quantité d'organes à prélever en cas de besoin pour une éventuelle étude similaire : ce qui rendrait l'utilisation rationnelle et donc durable des espèces visées [9].

Les résultats obtenus ont démontré que le mélange (figes sèche et l'huile d'olive) est plus riche en aspect qualitatif, contiennent plusieurs métabolites secondaires : polyphénols totaux. Ces derniers ont des intérêts mis à profit dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique.

#### 5.1.6.1 Analyse quantitatives des extraits :

##### 5.1.6.1.1 Les polyphénols totaux :

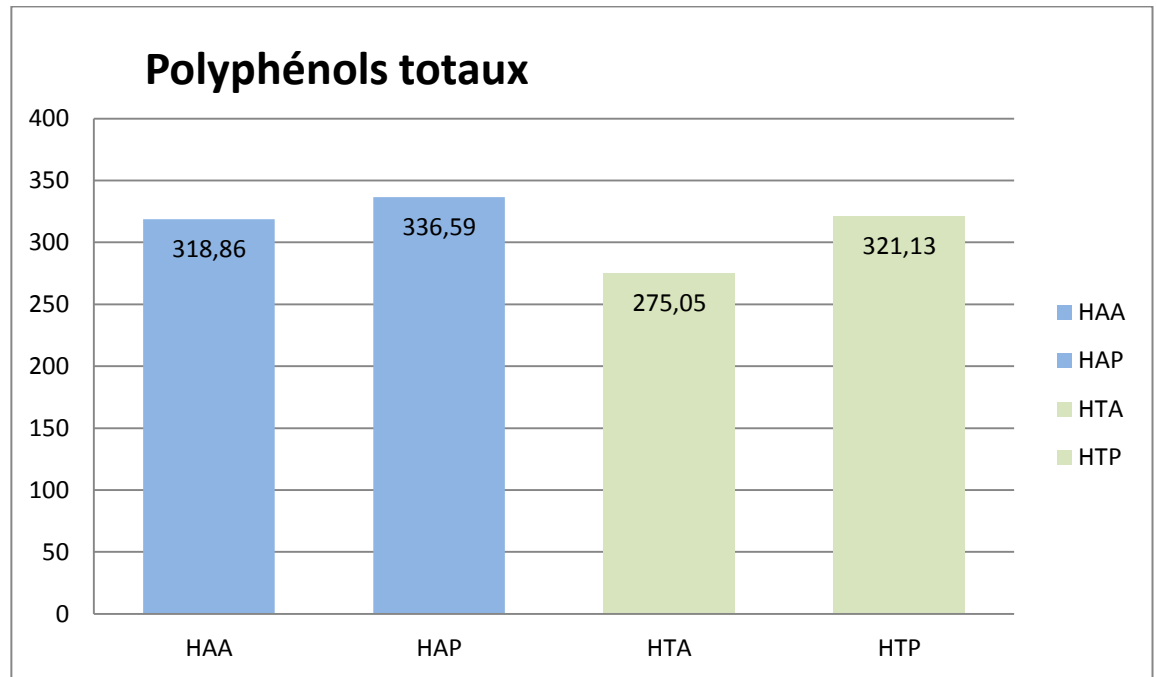
La teneur en composés phénoliques de chaque extrait a été alors déterminée à partir de la courbe d'étalonnage d'acide gallique (Appendice C) et exprimée en milligrammes d'équivalent en acide gallique par 100 gramme de fige sèche et de l'huile d'olive. Les résultats sont mentionnés dans le (tableau 5.3) et illustrées dans la figure (5.5). La teneur en polyphénols a été estimée par la méthode colorimétrique de Folin- Ciocalteu. [1].

Extraits	Polyphénols totaux
HAA	318.86±2.89
HAP	336.59±6.29
HTA	275±5.05
HTP	321.13±5.61

**Tableau 5.3 : Teneur en composés phénoliques des différents extraits méthaloniques**

Les teneurs en poly phénols totaux enregistrées pour nos extraits phénoliques sont comprises dans l'intervalle trouvé par (Tura D et al .2007) (55,4 à 615,78 ppm) pour dix-

huit variétés Italiennes et dans l'intervalle trouvé (Brahmi et Boutagrabt.2008), (71 .89 à 539.78ppm) pour cinq variétés Algériennes [123].



**Figure 5.6 : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons étudiés**

Les composants phénoliques sont des éléments qui peuvent jouer un rôle important en tant qu'antioxydants [125]. L'influence du cultivar est particulièrement importante sur la composition quantitative des substances phénoliques ; ce qui confirme ce qu'est rapporté par Dugo et *al.* (2004). Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les ortho- diphénoles (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant [18, 27, 28].

D'après nos résultats préliminaires on constate qu'il y a un changement dans le taux de polyphénols dans l'huile d'olive avant et après le mélange et on remarque que l'huile s'appauvrit en quantité de polyphénols et la figue s'enrichit.



### 5.1.6.1.2 Résultats de l'activité anti-oxydante :

On a dépisté l'activité antioxydante (test au DPPH et le test du pouvoir réducteur) de tous les extraits préparés. Il est nécessaire de préciser qu'un résultat observé lors de l'évaluation d'un extrait brut ou d'une fraction enrichie est la composante de deux paramètres : l'activité intrinsèque d'un produit, d'une part, et d'autre part, sa quantité relative dans l'extrait. Ainsi, l'activité marquée d'un extrait peut tout aussi bien provenir d'une faible quantité de constituants très actifs, que d'une grande quantité de constituants peu actifs. De plus, il se peut qu'une activité observée résulte de la somme d'activités de plusieurs constituants [15.120].

- **Test au DPPH :**

Les résultats de l'activité de piégeage du radical DPPH et Les résultats exprimés en tant que pourcentage de l'activité anti-radicalaire (Figure 5.6), révèlent que tous les extraits testés ainsi que le BHT et l'acide ascorbique prennent comme référence sont des anti- radicalaires

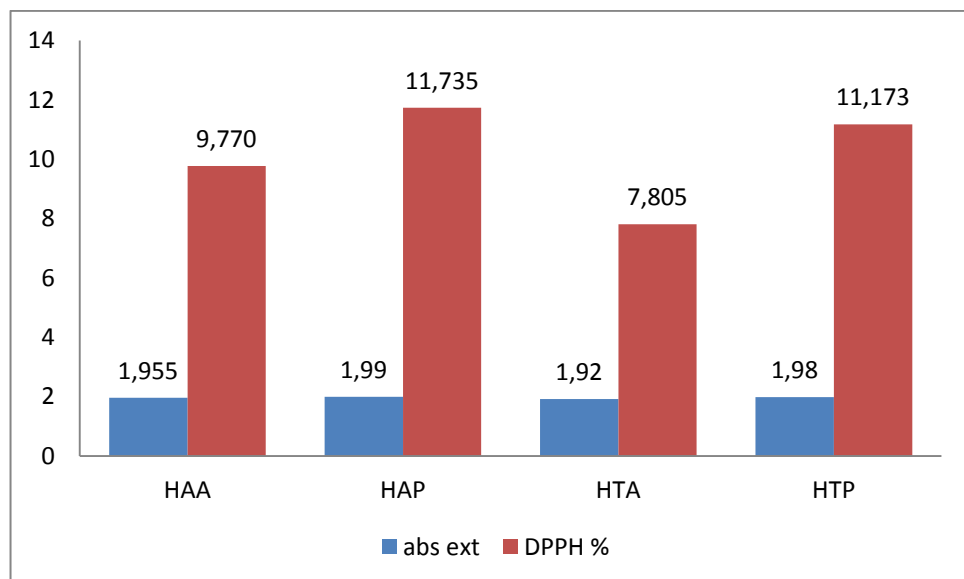


Figure 5.6 : Activité de piégeage du radical libre et abs des extraits méthalonique

On constate que HAP et HTP, ont présenté une activité plus élevée que celle du HAA et HTA. L'activité anti radicalaire des extraits est probablement liée à leur contenu en polyphénols. De nombreuses études ont établi des relations entre les structures chimiques des polyphénols et leurs capacités antioxydants, l'activité de ces molécules à piéger les radicaux libres.

La teneur des polyphénols totaux des extraits de l'huile d'olive et des figes imprégnées dans l'huile s'est corrélée significativement avec leurs activités anti-radicalaires. Ces résultats corroborent ceux déjà mentionnés auparavant [130]. Selon [130] les polyphénols semblent être des donateurs efficaces d'hydrogène au radical DPPH, en raison de leur chimie structurale idéale.

Ces résultats suggèrent que l'antioxydant naturel inhibe mieux le radical DPPH que l'antioxydant synthétique BHT et l'acide ascorbique.

Ceci montre également la capacité des extraits à piéger les différents radicaux libres dans les différents systèmes, ce qui indique qu'ils peuvent être des agents thérapeutiques utiles pour le traitement [174], ceci peut être bénéfique dans la conservation des produits alimentaires, des formulations médicamenteuses et des produits cosmétiques, où les réactions en chaîne de radicaux libres ont comme conséquence l'oxydation des lipides et la détérioration ultérieure des produits [21] .

## 5.2 Elaboration d'une crème cosmétique de soins :

### 5.2.1 Optimisation par un plan de mélange :

- La matrice produite utilisée dans le cadre de cette étude renferme 5 expériences.
- L'optimisation consiste à déterminer le mélange optimal, comme variable réponses nous avons pris en compte le pouvoir d'étalement et l'analyse organoleptique de la crème.
- Les résultats obtenus ont été traités à l'aide du logiciel EXCEL par contre les tests organoleptiques ont été réalisés conformément à la procédure décrite par **Anchise et al (2001)**.

Expériences	Le pouvoir d'étalement (cm <sup>2</sup> )	
	Algérie	Tunisie
exp1	21,2264	19,625
exp2	13,8474	30,1754
exp3	72,3456	78,5
exp4	28,26	16,6106
exp5	13,8474	12,56

**Tableau 5.4 : les résultats du pouvoir d'étalement des les crèmes formules**

ech	Variété algérien				Variété tunisien			
	apparence	odeur	couleur	répandabilité	apparence	odeur	couleur	répandabilité
1	homogène	miles et les rose	jaune fonce	très désagréable	homogène	miles et les rose	jaune fonce	très désagréable
2	homogène	miles et les rose	blanc jaunâtre	désagréable	homogène	miles et les rose	blanc jaunâtre	désagréable
3	homogène	miles et les rose	blanc jaunâtre	désagréable	homogène	miles et les rose	blanc jaunâtre	désagréable
4	homogène	miles et les rose	jaune fonce	très désagréable	homogène	miles et les rose	jaune fonce	très désagréable
5	homogène	miles et les rose	blanc jaunâtre	agréable	homogène	Miles et les rose	blanc jaunâtre	agréable

**Tableau 5. 5 : Analyse organoleptique de la crème**

### 5.2.2 Étude de la stabilité :

Afin d'étudier les effets de la température du temps et de leurs interaction sur la stabilité de la crème formules, le choix des niveaux hauts et bas est effectué en se basant d'une part sur des essais préliminaires réalisés, et d'autre part sur les conditions optimales pour la conservation des crèmes dermo-cosmétique

Les résultats montrent que pour l'expérience n° 1,4 elles n'ont pas résisté que 10j et l'expérience n° 2,3 elles ont résistée que 15 j par contre l'expérience n° 5 elle a résistée 30j.

A la lumière de ces résultats l'expérience n° 5 elle semble être le meilleur.

### 5.3 Contrôle du produit fini

#### 5.3.1 Étude du comportement rhéologique de la crème formulée

Les mesures du comportement rhéologique sont importantes non seulement pour évaluer la stabilité physique mais elles sont en même temps des indicateurs des Paramètres de type qualité et conservation On se propose dans cette partie de caractériser le comportement rhéologique de notre crème et, à des fins de comparaison celui d'une crème de référence crème commercialisée Avène

L'analyse est réalisée au laboratoire d'université Blida 1 au moyen d'un viscosimètre (tous le résonnement et les valeurs de la viscosité et a APPENDICE )

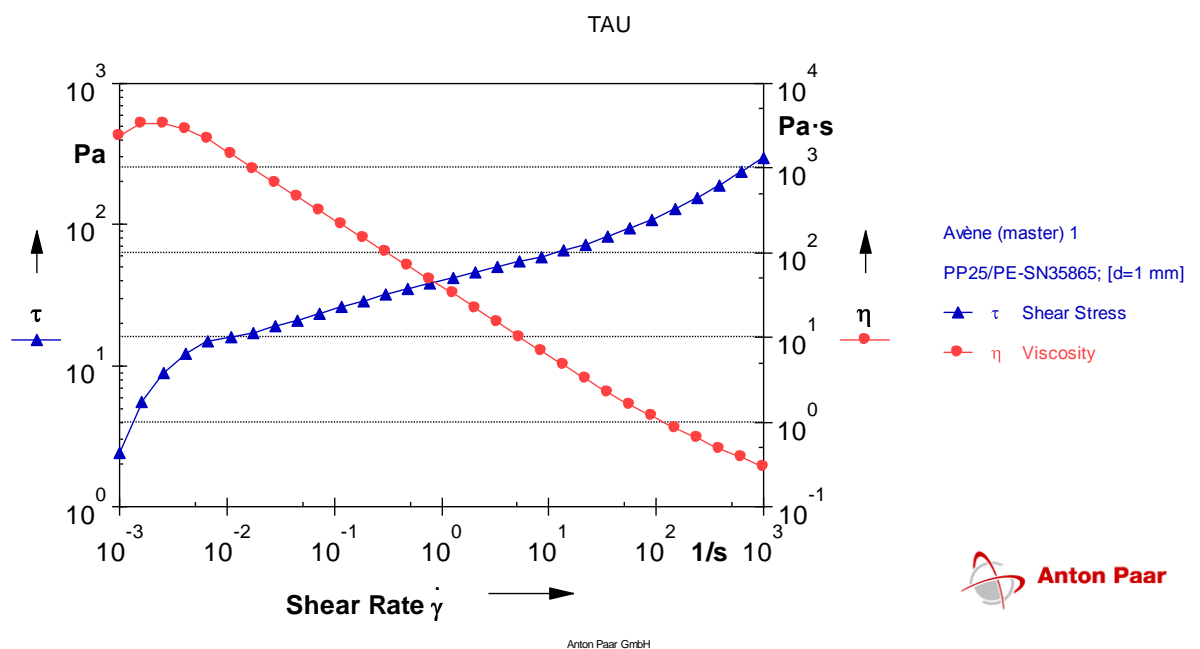


Figure 5.7 la variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement de la crème de référence Avène

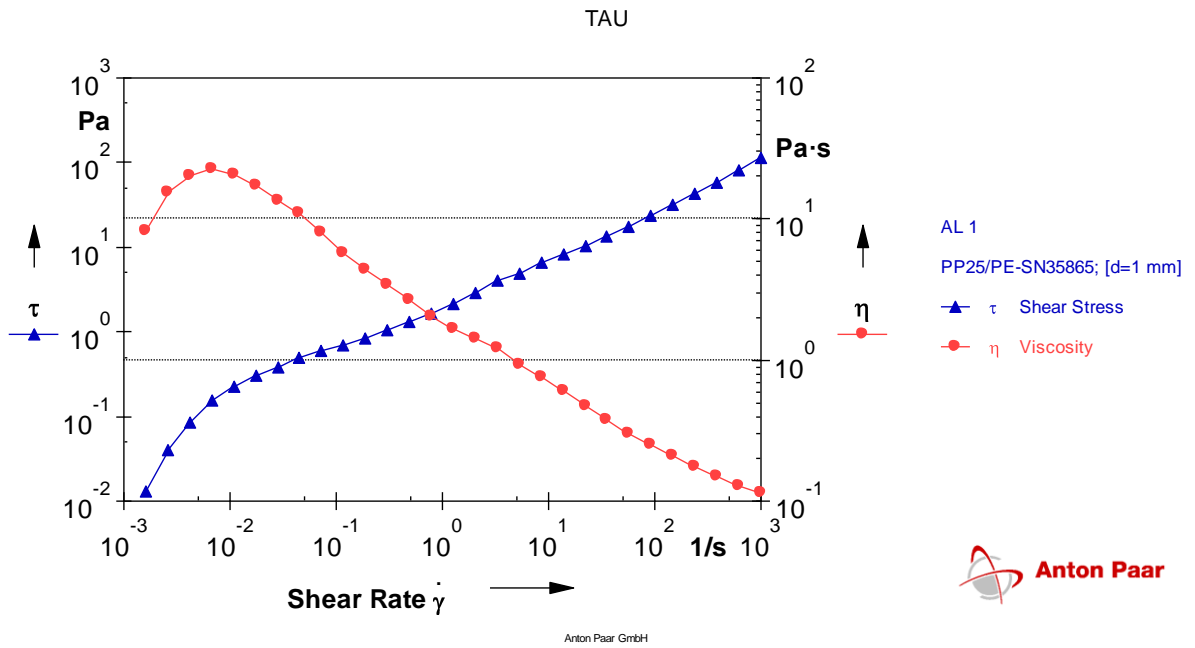


Figure 5.8 la variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement de la crème d'Algérie

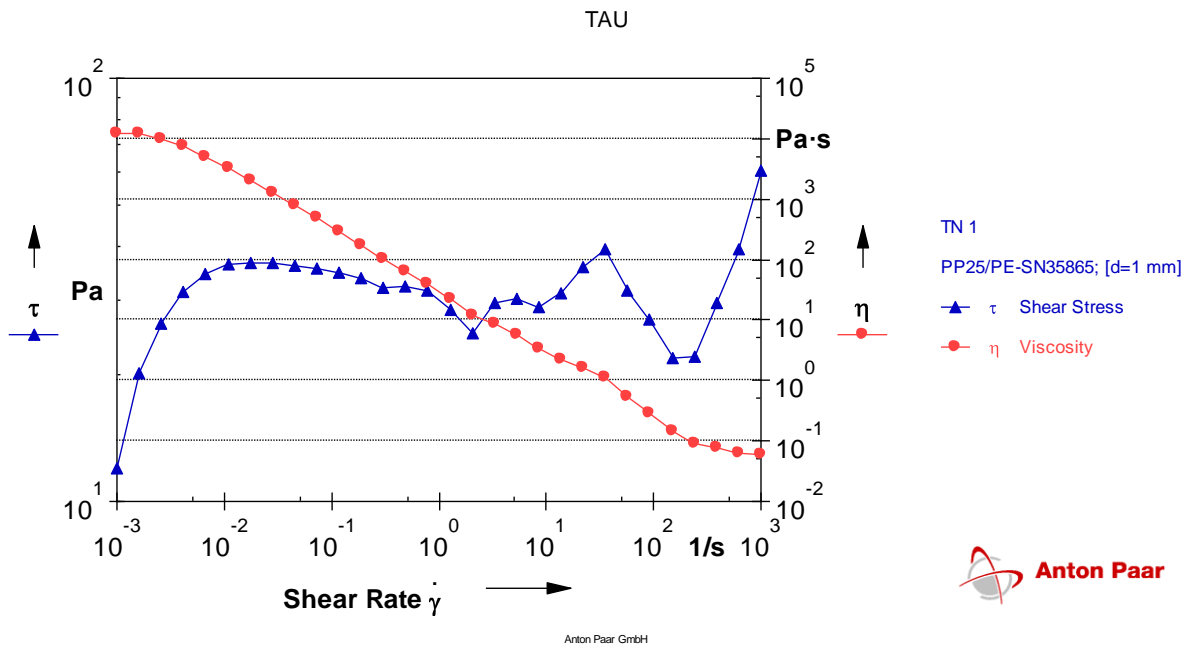


Figure 5.9 la variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement de la crème tunisienne

On a fait subir à les crèmes formulée les tests rhéologique qui permettent de déterminer la courbe d'écoulement laquelle donne la variation de la contrainte appliquée en fonction de de la viscosité, les résultats de l'étude rhéologique sont montré dans les figures (5.7, 5.8, 5.9)

Pour caractériser le comportement rhéologique, nous avons applique :

$$\tau = k\gamma^\eta$$

$\tau$  : Contrainte de cisaillement

K : indice d'uniformité

$\gamma$  : Taux de cisaillement

$\eta$  : indice d'écoulement

Indice d'écoulement dans les formulations est supérieure à 1, nous notons l'équivalence entre la crème de variété algérienne et la crème de référence, mais par contre on note une déviation pour la crème de variété tunisiennes.

Du point vu rhéologique la crème élaborée est un système rhéofluidifiant, pour une émulsion huile dans l'eau en fonction de lécithine (tension actif), ont souligné que le comportement est souhaitable dans ce type de préparation.

### 5.3.2 Analyses physique de la crème formulée :

Le tableau 5.6 Donne les valeurs du pouvoir d'étalement et teste de centrifugation type (Appendice H) pour les crèmes analysée le pouvoir d'étalement et la stabilité ne semblent pas présent de différences significatives.

Paramètres	Crème algérien	Crème tunisien	Crème référence
PE (cm <sup>2</sup> )	28,26	19,61	32,15
Stabilité (%)	98	97	100

**Tableau 5. 6 : Analyse de stabilité de la crème**

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail est d'apporter un supplément de connaissance sur la caractéristique physico-chimique et biologique de l'huile d'olive et figue sèche ce qui peut contribuer à mettre en relatif leur possible valorisation. Dans cette optique, un essai d'incorporation d'un mélange de l'huile et figue sèche dans une crème dermo-cosmétique hydratante de soin

A cet effet, nous avons entrepris une étude sur deux variétés Algérie et Tunisie avant et après le mélange. Nous avons tenté de contribuer à sa valorisation en Algérie en établissant une relation entre sa composition chimique et ses activités biologiques et relativement à leur teneur en métabolites primaires et secondaires (polyphénols).

L'analyse de la composition des extraits méthaloniques en métabolites secondaires, révèle une richesse en polyphénols totaux. Leur présence au niveau des deux composés justifie leurs effets thérapeutiques. Le test de piégeage du radical DPPH a montré une forte capacité inhibitrice des extraits méthaloniques par rapport à celle du BHT et l'acide ascorbique liée à sa forte teneur en polyphénols

l'huile d'olive ( avant le mélange ) peuvent être riches en un ou plusieurs composés comme elles peuvent être pauvres en d'autres et vice-versa et présentaient des caractéristiques typiques d'une huile vierge et des figues sèches de bons qualités, mais les secondes (après le mélange) Les paramètres étudiés auparavant ont subi plusieurs changements conséquents après le mélange et les résultats obtenus révèlent qu'ils sont plus riches en principes actifs et cela s'explique par les activités biologiques étudiées. D'après nos résultats préliminaires Les extraits phénoliques de HAP, HTP (après la macération) sont plus riches en métabolites secondaires par apport aux extraits phénoliques de HAA, HTA (avant Le mélange ) donc le mélange de figue sèche et l'huile d'olive étant très riches en métabolites secondaires , donc l'exploitation de ses diverses propriétés implique une recherche plus poussée sur ses principes actifs. L'ensemble de ces résultats obtenus ne constituent qu'une contribution à la recherche des substances de source naturelle à intérêt technologique et munies de propriétés biologiques de la partie comestible des fruits *Ficus caricas* et *olea euopea*

# REFERENCES

- 1 A.O.A.C 1990. Official methods of analysis. Association of Official Analytical Chemists, 15th Edition, Washington, D.C., USA.
- 2 Abbey, M. Belling, GB. et Noakes, M. 1993. Oxidation of low-density lipoproteins : intraindividual variability and the effect of dietary linoleate supplementation. Am J Clin Nutr, 57: 391- 398.USA
- 3 AFNOR, 1999. Normes internationales de microbiologie. Directives générales pour la recherche et le dénombrement des microorganismes dans les aliments, vol.8B.
- 4 Formulation cosmétique, les émulsions M.-L. Dupasquier, A. Nazari, F. Fontaine-Vive, X. Fernandez, J. Golebiowski, CDIEC, Université de Nice Sophia Antipolis
- 5 Formulation cosmétique, les émulsions M.-L. Dupasquier, A. Nazari, F. Fontaine-Vive, X. Fernandez, J. Golebiowski, CDIEC, Université de Nice Sophia Antipolis
- 6 Formulation cosmétique, les émulsions M.-L. Dupasquier, A. Nazari, F. Fontaine-Vive, X. Fernandez, J. Golebiowski, CDIEC, Université de Nice Sophia Antipolis
- 7 ALLOUN Dj., 1974. L'oléiculture Algérienne. L'olivier. Revue options méditerranéennes. N° 24. Ed CIHEAM. Paris. p 45.
- 9 Amirante P., Clodoveo M. L., Dugo G., Leone A. & Tamborrino A. 2006. Advance technology in virgin olive oil production from traditional and de-stoned pastes: Influence of the introduction of a heat exchanger on oil quality. Food Chemistry. 98 (4) pp 797-805.
- 11 Angerosa F., Basti C. and Vito R. 1999. Virgin olive oil volatile compounds from lipoxygenase pathway and characterization of some Italian cultivars. J. AgricFood Chem, Vol 47. No3. P9-836.
- 12 ANGEROSA F., SERVILI M., SELVAGGINI R. TATICCHI A., ESPOSTOS. AND MONTEDOROG. F. 2004. Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. Journal of chromatography. Vol 1054. p.17-31.
- 15 Avignon A lamBerT Ket BisBal.C Thé, chocolaT, raisin... ou les polyphénols comme outils de prévention du diaBèTe de Type 2. Mises au point clinique d'Endocrinologie. 2010. Paris.
- 16 Mémoire Lechehab Fatima .
- 17 Ayadi m.A., Grati-kamoun N., ATTIA H. 2009. Physico-chemical change and heat stability of extra virgin olive oils flavoured by selected Tunisian aromatic plants. Food and



Chemical Toxicology.Vol. 47.N° 10.P2613-2619.

18 Baby. J.Justin Raj.S.2011. Pharmacognostic and phytochemical properties of *Ficus carica* Linn -An overview .International Journal of PharmTech Research. Vol. 3, No.1, pp 08-12.Turquie

21 Benlemlih.M .Ghanam.J.2012. Polyphénols d'huile d'olive trésors santé ! .Medicatrix. France. PP130.

23 Formulation cosmétique, les émulsions M.-L. Dupasquier, A. Nazari, F. Fontaine-Vive, X. Fernandez, J. Golebiowski, CDIEC, Université de Nice Sophia Antipolis .

24 Site hydratation [www.bioderma.fr](http://www.bioderma.fr)

25 La Rousse Medicale .

26 Site Vieillessement Sante-Medecine.net Publié par Dr p.horde.

27 Bouchefra. A et Idoui.T.2012 .Effet nutritionnel de l'huile d'olive vierge " variété Sigoise " sur les performances de croissance, les lipides plasmatiques et la flore endogène du rat Wistar. Les technologies de laboratoire. N°26 .V 2 : 20-26.Algérie

28 Boudhioua.N . .Ben Slimen.I . Bahloul.N et N. Kechaou.Etude du séchage par infrarouge de feuilles d'olivier d'origine tunisienne.Partie 2: Influence du séchage et du blanchiment sur les composés phénoliques totaux.Revue des Energies Renouvelables SMSTS'08 Alger (2008) 111 – 116.

29 bouhdid s., idaomar m., zhiri a., baudoux d., skali n.s and abrini j. 2006.thymus essential oils: chemi

30 bouskou d. Blekas g. Tsimidou m., 2006. Olive oil composition in : olive oil chemistry and technolog

31 Brenes, M. Garcia, A. Garcia, P. Rios, JJ. et Garrido, A. (1999) Phenolic compounds in Spanish olive oil. J Agri. Food Chem, 47 : 3535-40

33 Site Vieillessement Sante-Medecine.net Publié par Dr p.horde.

50 Conseil oléicole international.1996.Normes commerciales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive. COI/T.15/NC n. 2/Rév. 10. PP19.Algérie

51 Corner, E. J. H. 1995. Check-List of *Ficus* in Asia and Australaisa with keys to identification. Garden's Bulletin, Singapore, 21: 1-186.

53 Cuvelier C., Cabaraux J.-F., Dufrasne I., Hornick J.-L., Istasse L. Acides gras : nomenclature et sources alimentaires Ann. Méd. Vét., 2004, 148, 133-140

55 DAMECHKI M., SOTIROPOULOU S. AND TSIMIDOU M. 2001. Antioxidant And Pro-Oxidant Factors In Oregano And Rosemary Gourmet Olive Oils. Grasas Y Aceites Vol. 52. Fasc. 3-4. p 207-213.

- 60 Di Giovacchino, M., Mascolo, L. Solinas, M. et Angeroca, F. 1980. Incediza dei Sistemi di Lavorazione della Oliva sui taluni parametri indicativi della Qualita dell'Olio d'Oliva. In : Proceedings of the 3rd Congr. Biological Value of Olive Oil, Crete, 683-688
- 61 Dowson et Aten , 1963 composition et maturation , récolte et conditionnement des dattes , collection F.A.O.Rome,397p.
- 63 El-Najjar.Z.2010 Quelques secrets du Coran .Les signes cosmiques dans le Saint Coran et leurs significations scientifiques. Caravane française.110P.
- 70 Ferradji .A. Chabour .H et Malek .A.2012. Séchage solaire des figes: Bilan thermique et isotherme de désorption. Des Energies Renouvelables. N°4 .V 14: 717-726.
- 73 Frankel E.N., Meyer. A.S., 2000. The problems of using one-dimensional methods to evaluate multidimensional food and biological antioxydants, Journal of Science and Food Agriculture ,vol.80,p.p.1925-1941
- 75 FZ. Laamiri, A. Barkat . 2012.Lipides alimentaires et cancer du sein NUTRITIONEspérance Médicale o Mai o Tome 19 o N° 188 192 – 197
- 76 Galli, C. et Visioli, F. 1999. Antioxidant and other properties of phenolics in olives/olive oil, typical compounds of the Mediterranean diet. Lipids, 34: S23-S26 .
- 77 Rothaman 1954 .
- 78 Garcia, J.M. Yousfi, K. Mateos, R. Olmo, M. et Cert, A. 2001.Reduction of oil bitterness by heating Of olive (*Olea europaea* fruits). Journal of Agricultural and Food Chemistry, 49 : 4231-4235.
- 79 Gardès-Albert, M. and D. Jore 2005. "Aspects physicochimiques des radicaux libres centrés sur l'oxygène." Radicaux libres et stress oxydant. Paris, Lavoisier: p 1-23.
- 80 Gomes pereira .J . 1991. Notes sur quelques espèces fruitières sous-utilisées au Portugal (néflier, japonais, figuier, kaki et grenadier). option méditerranéennes .Tunisie :63-67.
- 81 Grek, C.L. and K.D. Tew 2010. "Redox metabolism and malignancy." Curr Opin Pharmacol 10: 362-368.
- 83 Millikan 2001 .
- 86 Hertog M.G.1996. Epidemiological evidence on potential health propreties of flavonoids. Proceeding of the nutrition society., vol.55,n.1.p.p. 385-397.
- 87 Horwitt, M.K. (1960) Vitamin E and lipid metabolism in man. Am J Clin Nutr, 8: 451-461.
- 88 Huang CL, Sumpio BE 2008. Olive oil, the Mediterranean diet, and cardiovascular health. J Am Coll Surg. 207 :407-16

- 89 Huis I., Veld J.H., .1996. Microbial and biochemical spoilage of foods: an overview. *Int. J. Food Microbial*, 33, 1–18.
- 92 Jayaraman.K.S.1995. critical review on intermediate moisture fruits and vegetables. *Ed.Welti chanes . USA:411-442*
- 93 Jeddi.L.2008. Valorisation des figes de Taounata potentiel, mode et stratégies proposées. Mode et stratégies proposées. Direction provinciale d'agriculture de Taounate.29P.
- 94 Jung, M. et Min, D. 1990 .Effects and d tocopherols on oxidative stability of soybean oil. *J. Food Sci*, 55: 464-1465.
- 104 Kruidenier, L. and H.W. Verspaget 2002. "Oxidative stress as a pathogenic factor in inflammatory bowel disease - radicals or ridiculous?" *Aliment Pharmacol Ther* 16: 1997-2015.
- 105 Kubo, A. Lunde, C.S. et Kubo, L. 1995. Antimicrobial activity of the olive oil flavor compounds. *J Agric. Food Chem*, 43: 1629- 1633
- 107 Laurent C et Oestveldt K., 2008. Impact des polyphénols de raisin sur des marqueurs physiologiques et biochimiques du vieillissement intestinal, Ed howest, 78 p.
- 110 Le figuier et l'exploitation des figes en Algérie n° 67.PP4.1950
- 112 LECHAT H., ARNAUD J.N., LACOSTE F. 2005. Évolution des Paramètres Physico-Chimiques et Sensoriels des Huiles D'olive Vierges Lors de Leur Stockage Prolongé In : Évolution des Paramètres de Qualité de L'huile D'olive au Cours du Stockage. *Qualit'olive. Afidol. Mars 2012. P1-2.*
- 113 Li Y., Guo C., Yang J., Wei J., Xu J.and cheng S., 2006. Evaluation of antioxidant properties of pomegrenate peel extract in comparison with pomegrenate pulp extract.*Food Chem.vol96p.p 254\_260.*
- 120 Macheix J-J., Fleuriet A et Sarni - Manchado P 2006. Composés phénoliques dans la plante -structure, biosynthèse répartition et rôles, In Sarni Manchado P. et Cheynier V., les polyphénols en agroalimentaire, Ed. Lavoisier, 398 p.
- 125 Mars M, Carraut, A., Marrakchi, M., Gouiaa, M. et Gaaliche, F., 1994. Ressources génétiques fruitière
- 128 Morillo J. A., Antizar-Ladislao B., Monteoliva-Sánchez M., Ramos-Cormenzana A.,Russell N. J. 2009. Bioremediation and biovalorisation of olive-mill wastes. *Applied Microbiololgy Biotechnology*, 82 : 25-39.
- 130 Narayana K.R., Reddy M .S.,Chaluvadi M.R.et Krishna D.R., 2001.Bioflavonoids classification,pharmacological,biochemical effects and therapeutic potential. *Indianjournal of pharmacology*, vol.33 p. p.2-16.
- 147 Owen, RW. Mier, W. Giacosa, A. Hull, WE. Spiegelhalder, B. et Bartsch, H. 2000b.Phenolic compounds and squalene in olive oils : the concentration and antioxidant

potential of total phenols, simple phenols, secoiridoids, lignans and squalene. Food Chem. Toxique, 38: 647-659

174 Sali. R. 2007. Analyses physicochimiques Analyses des denrées alimentaires. Ecole nationale des sciences appliquées d'Agadir .PP33

191 Vinson JA. The functional food properties of figs, Cereal foods world, 1999, 44:82-86.

# ANNEXES

## Appareillage Verrerie et accessoires

Ampoule à décanter.

Agitateur magnétique.

Bain marie

Ballon de 250 ml

Béchers.

Boîtes de pétrie.

Balance à précision

Burette : de 50 ml.

Broyeur électrique.

Cartouches en papier filtre.

Creusets en porcelaine.

Disque en papier.

Dessiccateur

Entonnoir : muni d'un papier filtre plissé.

Erlen Meyer de 250 et 500 ml

Etuve ventilée

Fioles jaugé de 100 et 200 ml

Gants.

Homogénéiseur Ultra turrax.

La hotte.

# ANNEXES

Pince de laboratoire.

Pipettes de 0.1, de 10 et de 25 ml

pH mètre.

Rota vapeur

Spectrophotomètre UV /vis.

Tubes à essais.

## APPENDICE D :

Les gammes et les courbe d'étalonnages pour le dosage des composés phénoliques

Tableau D.1 : gamme d'étalon de l'acide gallique

N° tube	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Concentration finale de l'acide gallique en mg/ml	0	0.01	0.02	0.05	0.08	0.10	0.13	0.15	0.17
Do à 760 nm de l'acide gallique	0.38	0.758	1.11	1.21	1.21	1.32	1.66	1.67	2.31
	8		1	4	7	6	0	1	8

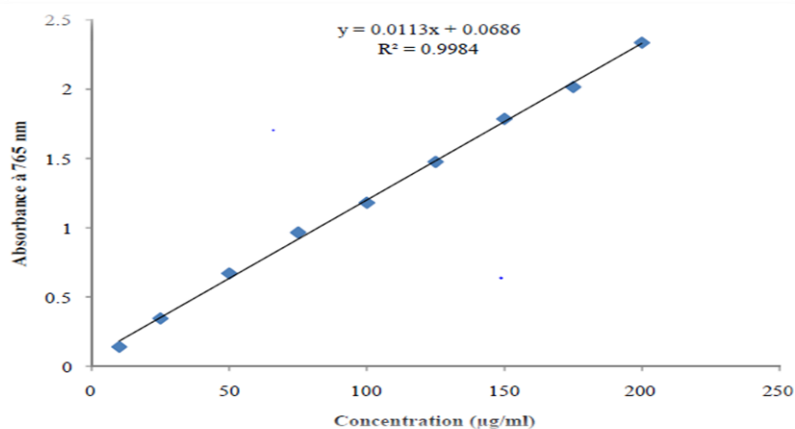


Figure D.1 : courbe d'étalonnage de l'acide gallique

Tableau D.2 : gamme d'étalon de la quercétrine

# ANNEXES

N° tube	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Concentration finale de quercétine en µg/ml	2.5	5.0	10	15	20	25	30	35	40
Do à 760 nm de la quercétrine	0.09 9	0.11 8	0.12 0	0.16 0	0.17 5	0.21 5	0.46 8	0.87 6	1.82 5

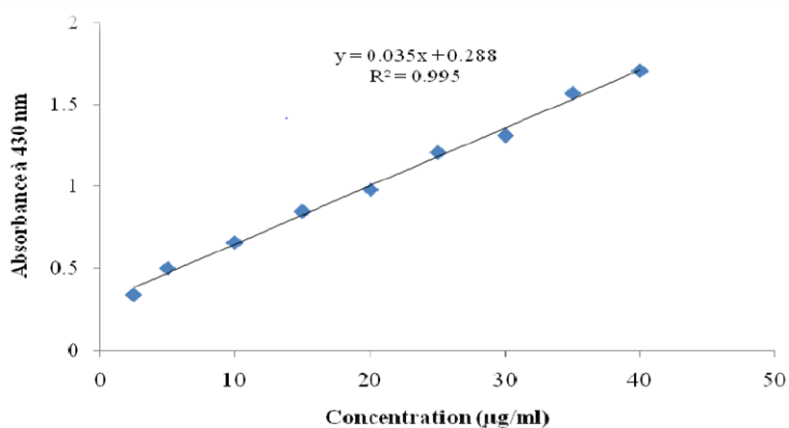


Figure D.2 : Courbe d'étalonnage de la quercitrine

Tableau D.3 : La gamme d'étalon de l'acide tannique

N° tube	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Concentration finale de l'acide tannique en mg/ml	0	0.01	0.02	0.05	0.08	0.10	0.13	0.15	0.17
Do à 760 nm de l'acide tannique	0.91 6	0.13 1	0.14 0	0.15 6	0.18 3	0.27 6	0.48 9	0.69 2	1.21 4

# ANNEXES

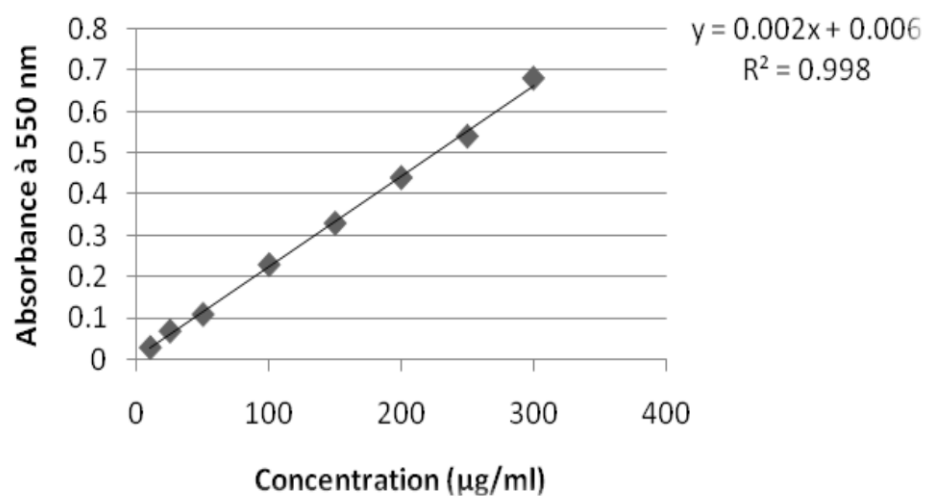


Figure D.3 : courbe d'étalonnage de l'acide tannique

## APPENDICE E :

La gammes et courbe d'étalonnages pour le dosage des sucres totaux

Tableau E.1 : la gamme d'étalon du glucose monohydrate

N° tube	1	2	3	4	5	6	7	8
Glu 1H <sub>2</sub> O µg/ml	0	8	16	24	40	48	56	64
Volume du phénol à 5% ml	1	1	1	1	1	1	1	1
Volume de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> à 98% ml	5	5	5	5	5	5	5	5
Do à 490 nm de glu 1H <sub>2</sub> O	0.340	0.110	0.185	0.250	0.485	0.555	0.650	0.750



# ANNEXES

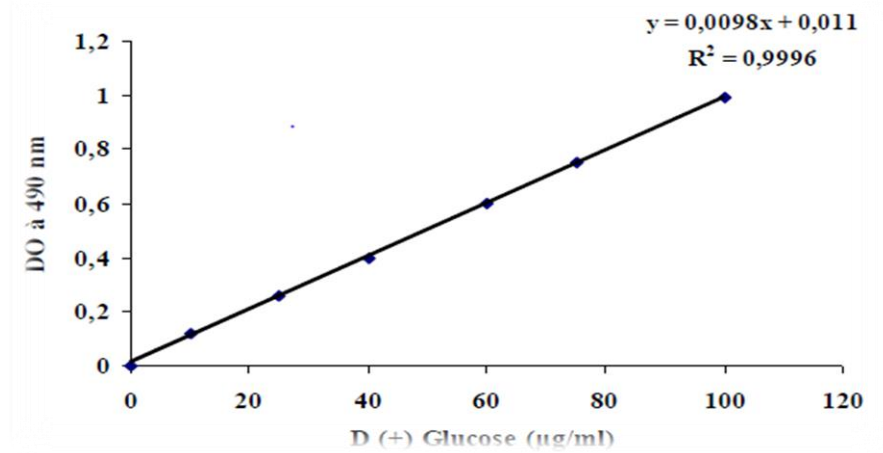


Figure E.1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des sucres totaux.

## APPENDICE F :

La gammes et courbe d'étalonnages pour le dosage des protéines

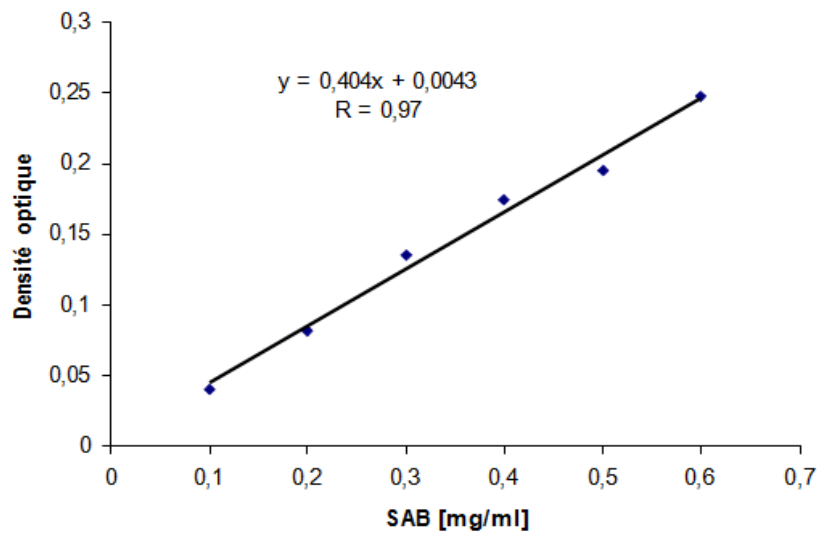


Figure F.1 : Courbe étalon du dosage des protéines (sérum albumine bovine)

Tableau F.1 : préparation de la gamme d'étalonnage pour le dosage des protéines.

Quantité BSA (µg)	0	4	8	12	16	20
-------------------	---	---	---	----	----	----

# ANNEXES

Volume de folin (ml)	2	2	2	2	2	2
DO à 595nm	0	0.126	0.194	0.238	0.3	0.367

## APPENDICE G :

Data Series Information

Name: Avène (master) 1

Sample: Avène (master)

Operator: Belhadji

Number of Intervals: one

Application: RHEOPLUS/32 V3.62 21007323-33024

Device: MCR302 SN81483235; FW3.80; Slot (3,-1); Adj (80, 0) d

Measuring Date/Time: 11/09/2017; 13:23

Measuring System: PP25/PE-SN35865; [d=1 mm]

Accessories : TU1=P-PTD200+H-PTD120-SN81481767-81483808

Interval: one

Number of Data Points: 30

Time Setting: 30 Meas. Pts., Reset Strain

Meas. Pt. Duration 20 ... 5 s log

Measuring Profile:

Shear Rate d (gamma)/dt = 0,001 ... 1 000 1/s log

Meas. Pts.	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity	Speed	Torque	Status
	[1/s]	[Pa]	[Pa·s]	[1/min]	[μNm]	[ ]
1	0,000996	2,41	2 420	0,00076	7,41	Dy_auto
2	0,00161	5,51	3 420	0,00123	16,9	Dy_auto
3	0,00259	8,78	3 390	0,00198	27	Dy_auto
4	0,00418	12,2	2 920	0,00319	37,6	Dy_auto
5	0,00672	14,7	2 190	0,00513	45,3	Dy_auto
6	0,0108	15,9	1 470	0,00826	48,9	Dy_auto
7	0,0174	17,2	984	0,0133	52,8	Dy_auto

# ANNEXES

<b>8</b>	0,0281	18,9	674	0,0214	58,2	Dy_auto
<b>9</b>	0,0452	20,9	462	0,0345	64,3	Dy_auto
<b>10</b>	0,0728	23,3	320	0,0555	71,8	Dy_auto
<b>11</b>	0,117	25,9	221	0,0894	79,8	Dy_auto
<b>12</b>	0,189	28,7	152	0,144	88,5	Dy_auto
<b>13</b>	0,304	31,9	105	0,232	98,1	Dy_auto
<b>14</b>	0,489	35,1	71,7	0,373	108	Dy_auto
<b>15</b>	0,788	38,4	48,8	0,601	118	Dy_auto
<b>16</b>	1,27	42,1	33,1	0,968	129	Dy_auto
<b>17</b>	2,04	45,7	22,4	1,56	141	Dy_auto
<b>18</b>	3,29	50,1	15,2	2,51	154	Dy_auto
<b>19</b>	5,3	54,4	10,3	4,04	167	Dy_auto
<b>20</b>	8,53	59,1	6,93	6,51	182	Dy_auto
<b>21</b>	13,7	65	4,73	10,5	200	Dy_auto
<b>22</b>	22,1	72,3	3,27	16,9	223	Dy_auto
<b>23</b>	35,6	81,5	2,29	27,2	251	Dy_auto
<b>24</b>	57,4	93,2	1,63	43,8	287	Dy_auto
<b>25</b>	92,4	108	1,17	70,5	334	Dy_auto
<b>26</b>	149	128	0,862	113	394	Dy_auto
<b>27</b>	239	154	0,642	183	473	Dy_auto
<b>28</b>	386	188	0,487	294	578	Dy_auto
<b>29</b>	621	235	0,379	474	725	Dy_auto
<b>30</b>	1 000	298	0,298	763	917	Dy_auto

## Data Series Information

Name: **AL 1**

Sample: **AL**

Operator: Belhadji

Number of Intervals: 1

Application: RHEOPLUS/32 V3.62 21007323-33024

Device: MCR302 SN81483235; FW3.80; Slot (3,-1); Adj (80, 0) d

Measuring Date/Time: 11/09/2017; 13:34

Measuring System: PP25/PE-SN35865; [d=1 mm]

Accessories : TU1=P-PTD200+H-PTD120-SN81481767-81483808

Interval: one

Number of Data Points: 30

# ANNEXES

Time Setting: 30 Meas. Pts., Reset Strain

Meas. Pt. Duration 20 ... 5 s log

Measuring Profile:

Shear Rate  $d(\gamma)/dt = 0,001 \dots 1\,000$  1/s log

Meas. Pts.	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity	Speed	Torque	Status
	[1/s]	[Pa]	[Pa·s]	[1/min]	[ $\mu$ Nm]	[ ]
1	0,001	-0,00197	-1,96	0,000765	-0,00605	M- ,Dy_
2	0,00161	0,0131	8,16	0,00123	0,0404	Dy_auto
3	0,00259	0,0402	15,5	0,00198	0,124	Dy_auto
4	0,00417	0,0846	20,3	0,00319	0,26	Dy_auto
5	0,00672	0,153	22,8	0,00513	0,471	Dy_auto
6	0,0108	0,225	20,8	0,00826	0,692	Dy_auto
7	0,0174	0,302	17,3	0,0133	0,929	Dy_auto
8	0,0281	0,375	13,4	0,0214	1,15	Dy_auto
9	0,0452	0,495	11	0,0345	1,52	Dy_auto
10	0,0728	0,591	8,12	0,0555	1,82	Dy_auto
11	0,117	0,68	5,8	0,0894	2,09	Dy_auto
12	0,189	0,822	4,35	0,144	2,53	Dy_auto
13	0,304	1,03	3,39	0,232	3,17	Dy_auto
14	0,489	1,3	2,66	0,373	4	Dy_auto
15	0,788	1,62	2,06	0,601	5	Dy_auto
16	1,27	2,1	1,66	0,968	6,46	Dy_auto
17	2,04	2,91	1,43	1,56	8,97	Dy_auto
18	3,29	4,04	1,23	2,51	12,4	Dy_auto
19	5,3	4,88	0,921	4,04	15	Dy_auto
20	8,53	6,5	0,762	6,51	20	Dy_auto
21	13,7	8,33	0,606	10,5	25,6	Dy_auto
22	22,1	10,5	0,474	16,9	32,2	Dy_auto
23	35,6	13,3	0,374	27,2	41	Dy_auto
24	57,4	17,4	0,303	43,8	53,4	Dy_auto
25	92,4	23,1	0,25	70,5	71,1	Dy_auto
26	149	31,2	0,21	113	96,1	Dy_auto
27	240	42,3	0,177	183	130	Dy_auto
28	386	57,9	0,15	294	178	Dy_auto
29	621	80,3	0,129	474	247	Dy_auto
30	1 000	113	0,113	763	349	Dy_auto

Data Series Information

# ANNEXES

Name: **TN 1**

Sample: **TN**

Operator: Belhadji

Number of Intervals: 1

Application: RHEOPLUS/32 V3.62 21007323-33024

Device: MCR302 SN81483235; FW3.80; Slot (3,-1); Adj(80,0)d

Measuring Date/Time: 11/09/2017; 13:47

Measuring System: PP25/PE-SN35865; [d=1 mm]

Accessories: TU1=P-PTD200+H-PTD120-SN81481767-81483808

Interval: 1

Number of Data Points: 30

Time Setting: 30 Meas. Pts., Reset Strain

Meas. Pt. Duration 20 ... 5 s log

Measuring Profile:

Shear Rate  $d(\gamma)/dt = 0,001 \dots 1\,000$  1/s log

Meas. Pts.	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity	Speed	Torque	Status
	[1/s]	[Pa]	[Pa·s]	[1/min]	[μNm]	[]
<b>1</b>	0,000999	12	12 000	0,000762	36,9	Dy_auto
<b>2</b>	0,00161	20,1	12 500	0,00123	61,8	Dy_auto
<b>3</b>	0,00259	26,4	10 200	0,00198	81,2	Dy_auto
<b>4</b>	0,00418	31,3	7 490	0,00319	96,3	Dy_auto
<b>5</b>	0,00672	34,6	5 150	0,00513	106	Dy_auto
<b>6</b>	0,0108	36,2	3 350	0,00826	111	Dy_auto
<b>7</b>	0,0174	36,7	2 110	0,0133	113	Dy_auto
<b>8</b>	0,0281	36,6	1 310	0,0214	113	Dy_auto
<b>9</b>	0,0452	36	796	0,0345	111	Dy_auto
<b>10</b>	0,0728	35,6	489	0,0555	110	Dy_auto

# ANNEXES

11	0,117	34,9	297	0,0894	107	Dy_auto
12	0,189	33,6	178	0,144	103	Dy_auto
13	0,304	32,1	106	0,232	98,7	Dy_auto
14	0,489	32,2	65,7	0,373	99	Dy_auto
15	0,788	31,5	40	0,601	97,1	Dy_auto
16	1,27	28,5	22,4	0,968	87,6	Dy_auto
17	2,04	24,9	12,2	1,56	76,8	Dy_auto
18	3,29	29,4	8,93	2,51	90,5	Dy_auto
19	5,3	30,1	5,69	4,04	92,7	Dy_auto
20	8,53	28,9	3,39	6,51	88,9	Dy_auto
21	13,7	31	2,25	10,5	95,3	Dy_auto
22	22,1	35,7	1,61	16,9	110	Dy_auto
23	35,6	39,3	1,1	27,2	121	Dy_auto
24	57,4	31,5	0,549	43,8	96,9	Dy_auto
25	92,4	26,9	0,291	70,5	82,9	Dy_auto
26	149	21,9	0,147	113	67,3	Dy_auto
27	240	22	0,0919	183	67,7	Dy_auto
28	386	29,5	0,0764	294	90,7	Dy_auto
29	621	39,5	0,0636	474	122	Dy_auto
30	1 000	60,4	0,0604	763	186	Dy_auto

## APPENDICE P

### Plan de mélange

1° Expériences			
	nom	%	m à peser
PHASE GRASSE (A)	filtra du mélange	52,7	52,7
	cire d'abeille	3,5	3,5
	émulsifiant l'écithine	3,5	3,5
PHASE aq (B)	l'eau distillée	40	40
PHASE c	vitamine E	0,2	0,2
	huile essentielle	0,1	0,1

2° Expériences			
	nom	%	m à peser

# ANNEXES

PHASE GRASSE (A)	filtra du mélange	43,6	43,6
	cire d'abeille	3	3
	émulsifiant l'écithine	3	3
PHASE aq (B)	l'eau distillé	50	50
PHASE c	vitamine E	0,3	0,3
	huile essentielle de pamplemousse	0,1	0,1

3° Expériences			
	nom	%	m à peser
PHASE GRASSE (A)	filtra du melange	59,7	59,7
	cire d'abeille	4,5	4,5
	emulsifiant l'ecithine	5	5
PHASE aq (B)	l'eau distillé	30	30
PHASE c	vitamine E	0,7	0,7
	huile essentielle de pamplemousse	0,1	0,1

4° Expériences			
	nom	%	m à peser
PHASE GRASSE (A)	filtra du melange	61,1	61,1
	cire d'abeille	3	3
	emulsifiant l'ecithine	5	5
PHASE aq (B)	l'eau distillé	30	30
PHASE c	vitamine E	0,8	0,8
	huile essentielle de pamplemousse	0,1	0,1

# ANNEXES

5° Expériences			
	nom	%	m à peser
PHASE GRASSE (A)	filtra du melange	35	35
	cire d'abeille	6,5	6,5
	emulsifiant l'ecithine	7,5	7,5
PHASE aq (B)	l'eau distillé	50	50
PHASE c	vitamine E	0,9	0,9
	huile essentielle de pamplemousse	0,1	0,1



# *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail :*

*Avant tout, je remercie ALLAH qui nous a aidés à élaborer ce  
modeste travail.*

*Je dédie également mes très chers parents qui m'ont guidé durant les  
moments les plus pénibles de ce long chemin, ma mère qui a été à mes  
côtés et ma soutenu durant toute ma vie, et mon père qui a sacrifié  
toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis, merci mes parents,*

*ma chère binôme **SARA***

*A ma sœur et à mon frère : **AHMED et AMINA***

*A **BELLALA ISHAK***

*A mes deux chères cousines : **RANIA ET AMIRA***

*A tout se qui porte le nom **BEN ACHOUR***

*Spécialement pour : **Dr BENS AHLI MAHFOUD***

*Et a toutes l'équipe de la pharmacie **BENS AHLI***

*Et sur tous a **3amo Yacine ; 3amo Zohier et Redha***

*A toutes mes copines : **HADJER, KAHINA, IMENE, NAILA***

*Et tous mes enseignants*

*Mdm : **ZAFOURA***

***BEN.ACHOUR.MARWA***

# Dédicace

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.*

*A mes chères sœurs ... pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.*

*A mes chers frères, ..... pour leur appui et leur encouragement.*

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.*

*Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infailible.*

*Merci d'être toujours là pour moi.*

## REMERCIEMENTS

Nous remercions Un très grand merci à dieu.

Nos remerciements vont plus particulièrement à notre promotrice et  
Encadreur et A. Hadj-Ziane Professeur, pour nous avoir encadrés  
Dans ce travail de fin d'études et pour ses conseils

Nous remercions vivement les membres de jury de nous avoir fait  
L'honneur d'accepté de juger ce modeste travail.

Je remercie également tous les membres des laboratoires de  
Génie des procédés pour leur aide et leur disponibilité afin  
Que nous ayons pu réaliser la partie pratique

Nous exprimons notre profonde gratitude à toute personne  
Ayant contribué à la réalisation de ce travail de loin ou de  
Près.

## LISTE DES ABREVIATIONS

% : Pourcentage

°C : Degré Celsius.

µg : Microgramme

Abs : absorbance

Ac : Acide.

AFNOR : la norme de l'Association Française de Normalisation

AG : acide gallique,

AGPI: acide gras polyinsaturé,

Aw : Activité d'eau

CRS : Clostridium sulfito-reducteurs.

DO : Densité optique

DO: degrés d'oxydation,

DPPH : Diphenylpicrylhydrazine

DPPH+ : 1,1-Diphenyl-2-picrylhydrazyl

FAO : Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture

FB: Figues blanches

Fe: fer

FeCl<sub>3</sub>: Chlorure ferrique

FRAP: Ferric Reducing Antioxydant Power

g : Gramme

g/l : Gramme par litre.

H (%) : Taux d'humidité exprimé en pourcentage

h : Heure

HCl : Acide chlorhydrique

HFB : Huile d'olive mélange avec les figues blanches

I% : Pourcentage d'inhibition

IC50 : Concentration d'antioxydant requise pour diminuer la concentration du DPPH• initiale

ISO : International Standard Organisation.

J.O.R.A : Journal Officiel de la République Algériennes.

L : Litre.

LDL: low density lipoprotein,

MO: micro-ondes

m : Mètre

mg : Milligramme.

ml : Millilitre.

mn : Minute.

nm : Nanomètre

NPP : Nombre le plus probable.

OH: Huile d'olive

OHB : Huile d'olive restante après le mélange avec les figes blanches

PFE : Projet Fin d'Etude

PI : potentiel d'inhibition

ppm : Partie par million.

PPO : polyphénols oxydase

R• : Radical libre

RH : Antioxydant

TH : Titre hydrométrique.

USDB : Université Saad Dahleb Blida

UV : Ultraviolet

# LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Centres, distribution et production d'olivier dans le monde .....	03
Figure 1.2: La production d'olivier dans le monde.....	04
Figure 1.3: La consommation d'olivier dans le monde.....	04
Figure 1 .4 : Fleurs d'olivier.....	05
Figure 1. 5: Composition de l'olive.....	05
Figure 1. 6 : Les procédés modernes d'extraction de l'huile d'olive sont de deux types : à deux phases, et à trois phases .....	06
Figure 2.1 : la production de figuier dans le monde.....	07
Figure 2.2 : Les superficies occupées par le figuier FAO 2008.....	08
Figure 2.3: La répartition de l'exportation de la figue sèche FAO 2008.....	08
Figure 2.4 : La répartition de production de la figue sèche FAO 2011.....	08
figure 2.5 l'arbre de la figue.....	09
Figure2.6 : caractéristiques de fruit Ficus carica.....	11
Figure 2.7 Les deux méthodes utilisables pour obtenir des figues séchées.....	13
Figure 3.1 : structure de la peau humaine normale.....	16
Figure 3.2 Schéma d'un tensioactif.....	17
Figure 3.3 Schéma d'une émulsion avec un émulsifiant.....	17
Figure 3.4 Diagramme du procédé de fabrication.....	18
Figure 4.1 Préparation de la macération de la figue sèche dans l'huile d'olive.....	26
Figure 4.3 : l'extraction solide-liquide des composés phénoliques des figues sèches.....	32
Figure4.4 : l'extraction liquide-liquide des composés phénoliques d'huile d'olive.....	33
Figure 4.5 : L'acide gallique (Acide 3, 4,5-trihydroxybenzoïque).....	34
Figure4.6 : Structure chimique du radical libre DPPH (2,2 Diphenyl-1-Pikryl-Hydrazyle....	36

Figure 4.7: Réduction du radical DPPH.....	36
Figure 4.8 diagramme de préparation de la crème .....	39
Figure 5.1. : L'acidité des différents échantillons étudiés.....	43
Figure 5.2 : L'indice de peroxyde des différentes huiles étudiées.....	44
Figure 5.3 : La teneur en eau des différents échantillons étudiés.....	45
Figure 5.4 : L'indice de saponification des différentes huiles étudiées.....	46
Figure 5.5 : Rendement d'extraction des différents échantillons étudiés.....	47
Figure 5.6 : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons étudiés.....	49
Figure 5.6 : Activité de piégeage du radical libre et abs des extraits méthalonique.....	50
Figure 5.7 la variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement de la crème de référence Avène.....	53
Figure 5.8 la variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement de la crème d'Algérie .....	53
Figure 5.9 la variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement de la crème tunisienne .....	54





# Liste des tableaux

Tableau 1-1 : DESCRIPTION BOTANIQUE DE L'OLIVIER .....	03
Tableau 1-2 : Classification de l'huile d'olive.....	05
Tableau 2.1 : Description botanique et systématique de figuier.....	09
Tableau 2-2: classification botanique de la figures[70.94].....	09
Tableau 2-3 : DESCRIPTION BOTANIQUE DE FIGUE.....	10
Tableau 3 .1 : Phénomènes et causes de l'instabilité des émulsions_[6].....	20
Tableau 4.1 : Données relatives aux échantillons étudiés.....	25
Tableau 4.2 plans de stockage de la crème.....	40
Tableau 5.1 : Résultats de la caractérisation physicochimique pour les quatre huiles étudiées...42	
Tableau 5.2 : La masse, rendement et couleur des extraits obtenus.....	47
Tableau 5.3 : Teneur en composés phénoliques des différents extraits méthaloniques .....	48
Tableau 5.4 : les résultats du pouvoir d'étalement dès les crèmes formules.....	52
Tableau 5. 5 : Analyse organoleptique de la crème.....	52
Tableau 5. 6 : Analyse de stabilité de la crème .....	55
Tableau D.1: gamme d'étalon de l'acide gallique.....	58
Tableau D.2 : gamme d'étalon de la quercétrine.....	59
Tableau D.3 : La gamme d'étalon de l'acide tannique.....	60
Tableau E.1 : la gamme d'étalon du glucose monohydrate.....	61
Tableau F.1 : préparation de la gamme d'étalonnage pour le dosage des protéines.....	62

## CHAPITRE 1

## HUILE D'OLIVE

1.1présentation de l'olivier1-1histoire, origine et répartition géographique d'olivier :

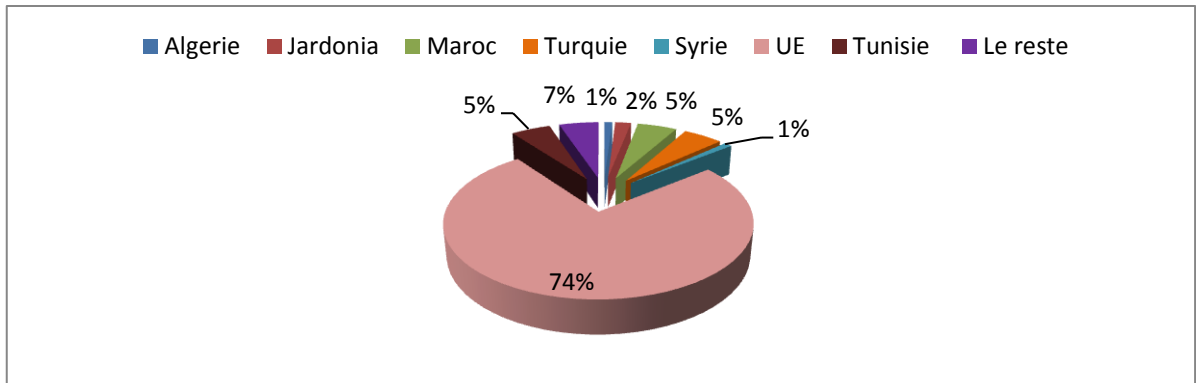
Le berceau de l'olivier doit se situer en Asie mineur ou il était cultivé sous forme primitive au début du néolithique aux alentours de 6000 av J.C, elle pourrait avoir été en culture au Proche-Orient dans un secteur comprenant la Syrie, la Palestine et Phénicie. C'est vers 1500ans av J.C qu'en Grèce a trévère l'Anatolie c'est surtout développé, avant d'introduite en Egypte puis vers l'ensemble du bassin méditerranéen. [7. 9.12 .31]



**Figure 1.1 : Centres, distribution et production d'olivier dans le monde [18]**

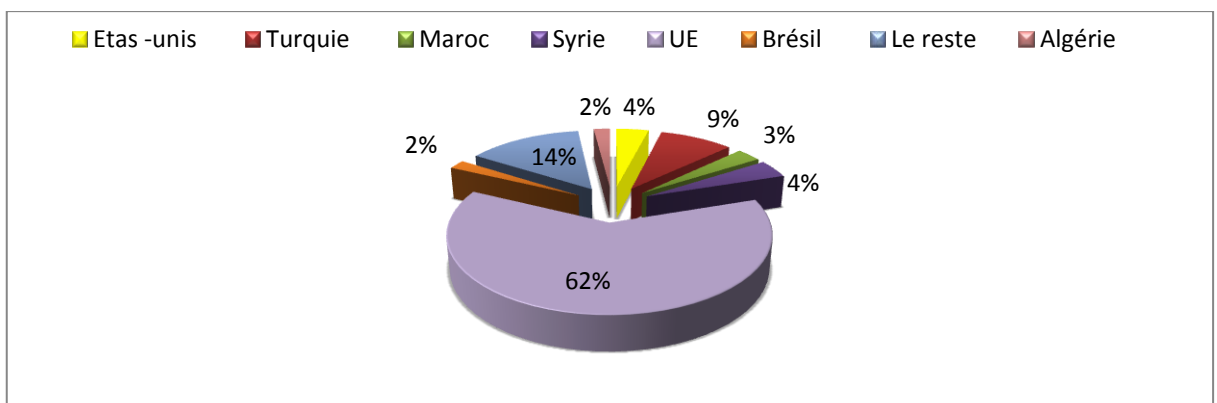
1-2 Secteur oléicole dans le monde et en Algérie :

Le patrimoine oléicole mondial compte actuellement environ 750 millions d'oliviers cultivés sur une superficie de 9,23 millions d'hectares. Les pays méditerranéens comptent 715 millions d'oliviers sur une superficie d'environ 8.16 millions d'hectares, soit 95 % du patrimoine oléicole mondial [5. 11.7].



**Figure 1.2 : La production d'olivier dans le monde [18]**

Le patrimoine oléicole algérien est estimé à 32 millions d'oliviers, ce qui représente 4,26% du patrimoine mondial. La production annuelle en huile a atteint 35.000 tonnes et celle de l'olive de table 80.000 tonnes [8].



**Figure 1.3 : La consommation d'olivier dans le monde [18]**

Nous avons trois zones oléicoles : La zone Centre (Bejaia Tizi Ouzou et Bouira), la zone Est (Guelma, Jijel et Skikda) et la zone Ouest (Mascara, Relizane et Tlemcen).

1-3 description botanique :

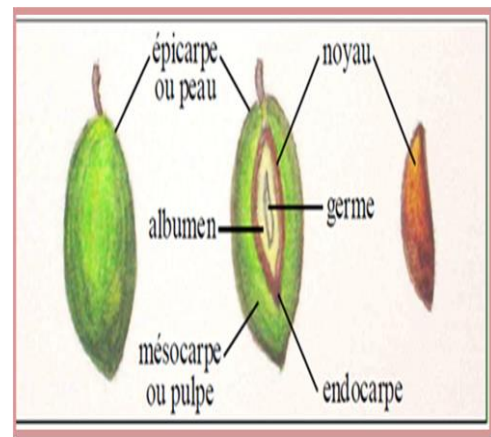
	DESCRIPTION
ASPEECT GENERAL	Cet arbre est de taille moyenne entre 4 et 8 mètre de hauteur, sa durée de vie peuvent dépasser une certaine d'année, de famille oléacée, genre Olea, espèce Olea Europe L.
L'APPAREIL VEGETATIF	✓ LE TRONC il est bas lisse, droit, circulaire, de couleur grise verdâtre.
	✓ LES FEUILLES Sont opposée, coriaces, simples, entière subsessiles un pétiole court,

	les bords s'enroulent sur eux-mêmes, elle fait 3à8 centimètre de couleur vert-grisâtre.
	✓ LES FLEURS
	Elles sont petite et ovales les pétales sont de couleur blanc très légèrement odorâtes.
L' APPARIEL REPRODICTEUR	le fruit (l'olive) de forme ovoïde et de tailles variable selon la variété. L'épicarpe (la peau) et mince, lisse elle change de couleur au cours de maturité Mésocarpe (pulpe) charnu est huileux L'endocarpe (le noyau) est fusiforme et très dur, il est divisé en deux loges inégales, la graine (amandon) et l'albumen de la graine est très riche en huile.

**Tableau 1-1 : description botanique de l'olivier**



**Figure 1 .4 : Fleurs d'olivier**



**Figure 1. 5 : Composition de l'olive**

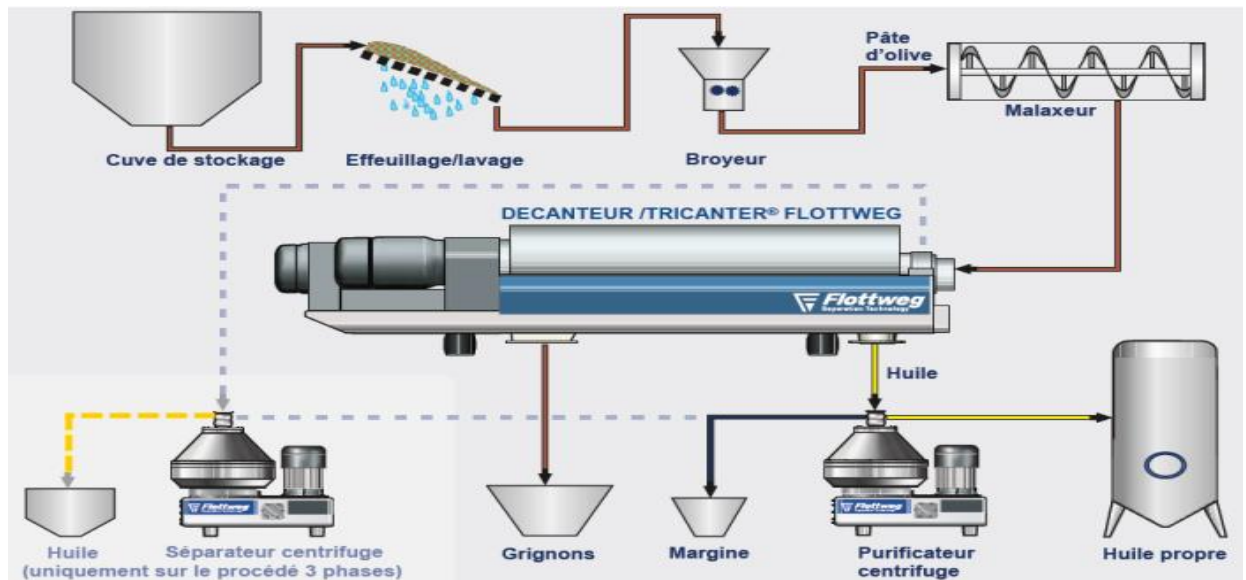
### 1-3 l'étude de l'huile d'olive :

#### 3-1 la production de l'huile d'olive :

L'obtention de l'huile d'olive est appelée oléfaction, il s'agit d'un procédé mécanique simple qui se fait en plusieurs étapes (lavage des olives, broyage mécanique, malaxage), avec le développement du secteur oléicole, les systèmes traditionnels discontinus sont actuellement remplacés par des équipements modernes (Figure 1.7).

Ce perfectionnement, moins onéreux, permet d'extraire l'huile en continue à travers des phases successives et la séparation par centrifugation de l'huile des eaux de végétation [21]. Deux systèmes d'extraction sont à présent utilisés :

1. Procédés discontinus ou systèmes à presses
2. procédés continus ou systèmes à centrifugation, ce dernier se déroule soit selon un procédé continu à trois phases ou en un procédé continu à deux phases [27.28].



**Figure 1. 6 : Les procédés modernes d'extraction de l'huile d'olive sont de deux types : à deux phases, et à trois phases**

### 3-2 Classification de l'huile d'olive :

Différents critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories :

types	Définitions	catégories	Acidité
L'huile d'olive vierge	obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques	Huile d'olive vierge extra	$\leq 1$ g/100
		Huile d'olive vierge	$\leq 2$ g/100
		Huile d'olive vierge courante	$\leq 3,3$ g/100
Huile d'olive vierge lampante	Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques	Huile d'olive raffinée	0,3 g/100
		Huile d'olive : constituée par un coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges	1,5 g/100
Huile d'olive de grignon	Obtenue par extraction par solvant à partir des grignons d'huilerie	Huile de grignon d'olive crue	$\leq 0,3$ g/100
		Huile de grignons d'olive raffinée	$\geq 0,3$ g/100
		Huile de grignons d'olive	$\geq 1$ g/100

**Tableau 1-2 : Classification de l'huile d'olive**

### 3-3 compositions chimiques de l'huile d'olive :

#### 3-3-1 les acides gras :

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Dans le cas de l'huile d'olive les triacylglycérides représentent entre 98% et 99% de la masse totale. [51]

#### 3-3-2 Les composés phénoliques :

les composés mineurs tels que les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et pour leur intérêt nutritionnel [17] L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité et lui confère des propriétés antioxydants et modulent sa saveur [55]. Les tocophérols (Figure 1.14) sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E)

#### 3-3-3 Autres composés :

L'huile d'olive contient de nombreux autres composants qui sont

- Les hydrocarbures (Squalène : 1,5 mg/ kg et  $\beta$ - carotène).
- Les alcools terpéniques (cycloarténol, favorisant l'excrétion fécale du cholestérol).
- Les phospholipides (phosphatidylcholine et phosphatidyléthanolamine).
- Les substances colorantes (caroténoïdes, chlorophylles)
- Les composés aromatiques

### 3-4 Utilisation pharmaceutique et cosmétique :

Les propriétés nutritionnelles et les bienfaits de l'huile d'olive sur la santé ont fait l'objet de beaucoup de recherches ces derniers temps, bien que de nouvelles recherches reconnaissent et confirment tous les jours les vertus de ce produit, il reste encore beaucoup à découvrir à son sujet. Dont le cas d'utilisation pharmaceutique L'olivier est riche en polyphénols permet la prévention et le traitement des maladies cardiovasculaires, sont efficaces contre l'hyperglycémie et peuvent jouer un rôle dans la prévention des complications diabétiques associées au stress oxydatif, peut prévenir contre la maladie d'Alzheimer [147. 93.104].

---

Grâce à ces différents composés actifs parmi les plus importants les polyphénols sont très utilisés dans les produits cosmétiques, on les retrouve dans de nombreuses formulations de savons, crèmes, lait [112 .113].

## CHAPITRE 3

### CREMES COSMETIQUES BIOLOGIQUE ET LA PEAU

#### 3.1 Définition d'un produit cosmétique biologique :

Les produits cosmétiques sont en général des émulsions d'un mélange de deux phases différent. il s'agit ici de produits contenant aux maximum d'ingrédient naturels, issus du régné végétal. Cette catégorie de cosmétique renferme une plus grande proportion d'ingrédient naturel. [15].

#### 3.2 L'absorption percutanée des produits cosmétiques :

Le préparation cosmétique ont pour but principal de nettoyer, protéger, maintenir en bon état , modifier l'aspect, parfumer ou corriger l'odeur de parties superficielles du corps humain avec lesquelles sont soumises en contact .elle peut être définie comme étant la somme de deux phénomènes qui sont ,d'une part, une pénétration d'une molécule du milieu extérieur au sein de la peau entière et d'autre part ; une résorption depuis les structure cutanées par la circulation sanguine . [77]

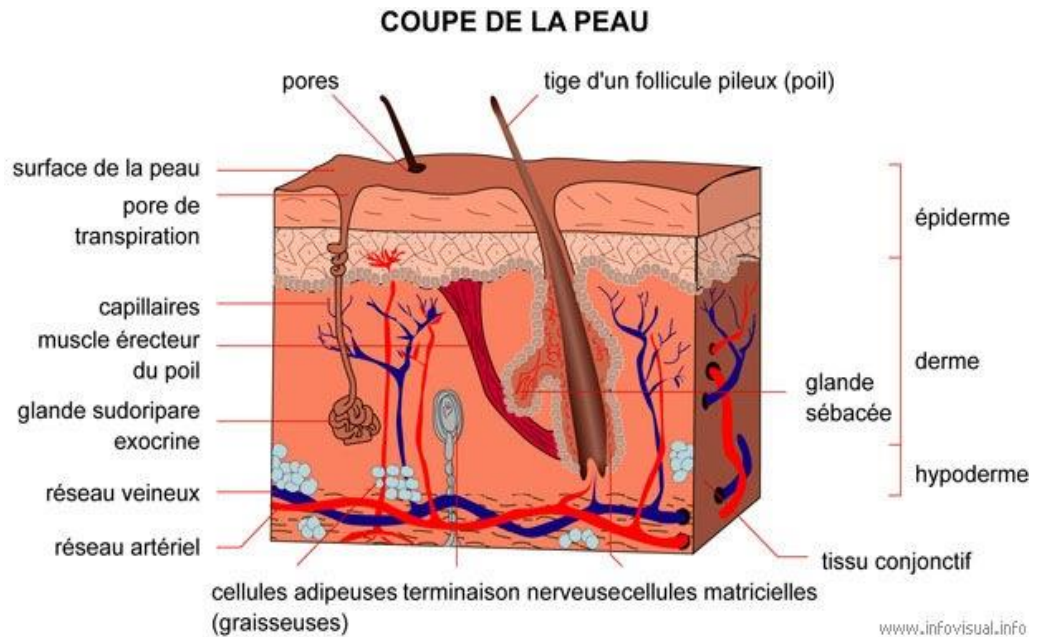
#### 3.3 La peau :

##### 3.3.1 Définition :

La peau est un organe complexe recouvrant le corps en entier, elle est constituée de trois compartiments distincts :

- L'épiderme (couche superficielle)
- Le derme (couche intermédiaire)
- L'hypoderme (couche profonde)





**Figure 3.1 : structure de la peau humaine normale**

### 3.3.2 Composition chimique de la peau humaine :

- 70% d'eau : (sa répartition est variable, l'hypoderme étant le 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...)
- 0,5% de sels minéraux : (sodium, magnésium, potassium, fer, cuivre, zinc, soufre, phosphore, iode, manganèse...) [25].

### 3.4 L'émulsion :

#### 3.4.1 Définitions :

-Une émulsion est définie comme étant une dispersion, sous forme de gouttelettes de Taille colloïdale ou microscopique, d'une phase non miscible dans une autre, quel que soit son état physique.

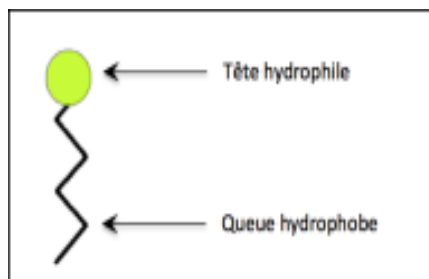
-Une émulsion est, en général, composée de deux phases :

- ✓ La phase lipophile : également appelée phase grasse, phase huileuse ou phase organique, est généralement constituée d'un mélange d'ingrédients d'origines

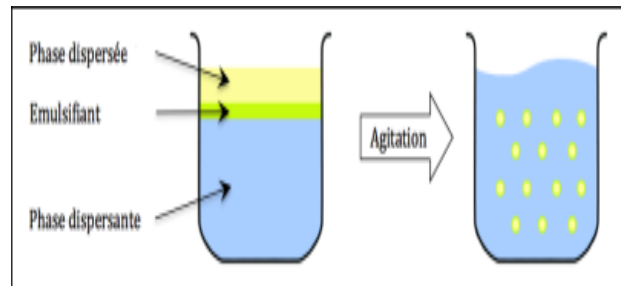
variées. Elle peut être composée d'huiles, de graisses et/ou de cires qui, à température ambiante, se trouvent respectivement sous forme liquide, semi-solide et solide. Des substances synthétiques peuvent aussi être utilisées.

- ✓ La phase hydrophile : appelée également phase aqueuse, contient généralement de l'eau et des composés solubles en phase aqueuse appelés composés hydrosolubles.

-Les émulsifiants, également appelés émulsionnants, tensioactifs, surfactants ou agents de surface, sont des substances qui forment un « film inter-facial » autour des gouttelettes se trouvant dans la phase dispersée. Elle donne une stabilité importante dans le temps aux émulsions, ils sont en général de petites molécules amphiphiles. Elles sont constituées d'une tête hydrophile ayant une affinité pour l'eau, et d'une queue hydrophobe n'ayant pas ou peu d'affinité pour l'eau. [23]



**Figure 3.2 Schéma d'un tensioactif**



**Figure 3.3 Schéma d'une émulsion avec un émulsifiant**

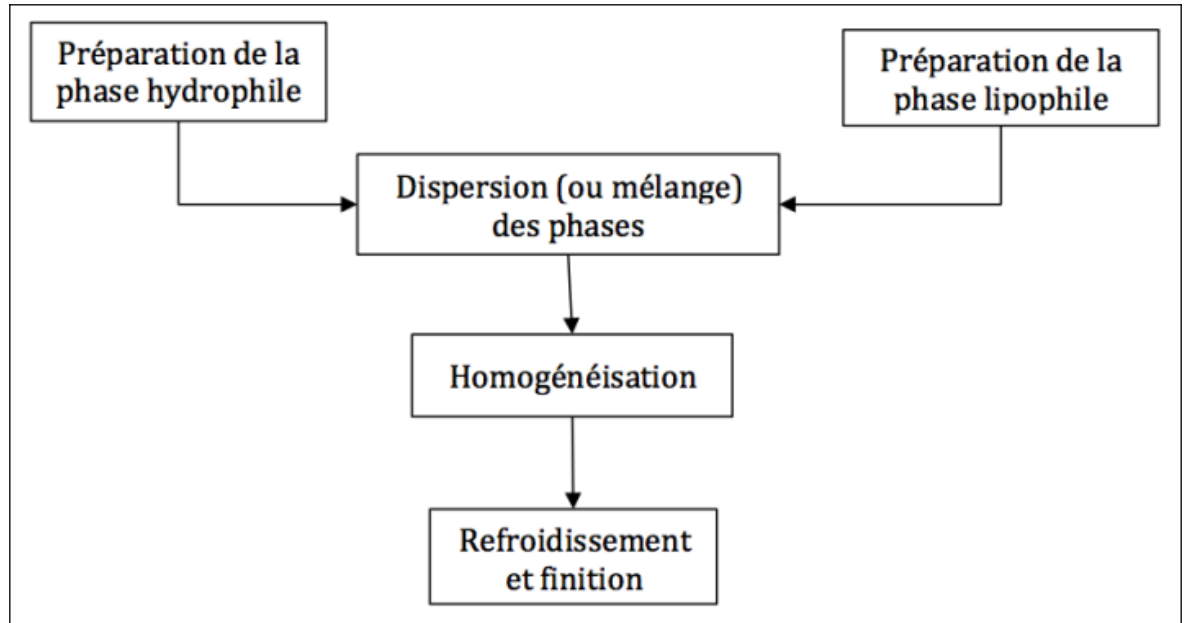
#### 3.4.2 Mécanisme des émulsions :

Le choix du procédé d'émulsification est une étape importante. En effet, en fonction du choix des différents paramètres de procédés, différents types d'émulsion peuvent être obtenus à partir de la même formule (simple E/H, H/E, multiple, etc.).

Les variables de procédé susceptibles de changer sont les suivantes :

- L'ordre d'incorporation des ingrédients.
- La température.
- La vitesse et la durée d'agitation.
- La géométrie de l'agitateur

Les étapes de fabrication (voir Figure 3.4) d'une émulsion sont regroupées sur le schéma suivant :



**Figure 3.4 Diagramme du procédé de fabrication**

- La préparation de la phase lipophile nécessite souvent un chauffage entre 70 et 90 °C.
- La dispersion et l'homogénéisation sont des étapes réalisées sous agitation.
- Le parfum et le conservateur sont ajoutés lors de l'étape de refroidissement et de finition étant donné que ce sont des ingrédients instables à haute température. [31]

#### 3.4.3 Stabilisation des émulsions :

Il est possible de stabiliser les émulsions sur une durée qui peut aller de quelques heures à quelques années. On parle alors de la stabilité cinétique ou d'état métastable. Pour cela, on ajoute un composé « à activité de surface ». Ces composés peuvent être naturels ou synthétiques. Un composé « à activité de surface », est une substance qui abaisse la tension superficielle d'un liquide ou la tension inter faciale entre les deux liquides non miscibles.

En présence d'un tel composé, la coalescence immédiate est empêchée. Ces composés, qui permettent l'existence d'une émulsion, sont appelés : agents émulsifiants ou tensioactifs [4]. Pour qu'une émulsion sera stabilisée, il faudrait que :

- La tension inter faciale soit faible,
- La couche inter faciale soit résistante,
- Le diamètre des gouttelettes soit faible [5].

### 3.4.4 Les phénomènes d'instabilité :

Cette partie est consacrée aux phénomènes existants pouvant conduire au déphasage d'une émulsion.

Les phénomènes d'instabilité des émulsions sont :

Phénomènes	cause	éliminations
<b><u>Coalescence</u></b>	Rapprochement des gouttelettes	-En limitant les phénomènes de floculation, de crémage et de sédimentation. -En augmentant le phénomène de répulsion entre des gouttelettes dispersées.
<b><u>Murissement d'Ostwald</u></b>	-Solubilité de la phase dispersée dans la phase dispersante  -La taille des gouttelettes augmente sous l'effet de transfert de masse entre gouttelettes via la phase continue  -On l'observe surtout entre les bulles d'air d'une mousse (émulsion air dans-eau)	-Homogénéisant les gouttelettes.  - Veillant à ce que la phase dispersante ne contienne pas de substance capable de solubiliser les molécules de la phase dispersée.  - Ajoutant des émulsifiants : ils favorisent la répulsion entre les gouttelettes dispersées.
<b><u>Crémage et Sédimentation</u></b>	-Différence de densité entre les phases -C'est la remontée de la phase la moins dense, déplacement des gouttelettes sous l'effet de la gravité (loi de Stokes : la vitesse de	-Réduisant la taille des gouttelettes. -Augmentant la viscosité de la phase dispersante. -Choisissant des ingrédients

	crémage est fonction de la densité, du diamètre des gouttelettes, de la distribution et de l'agrégation),	permettant d'avoir des phases dispersées et dispersantes de densité proche.
<b><u>floculation</u></b>	<p>-Répulsion insuffisante entre les gouttelettes</p> <p>-Également désignée sous le nom d'agrégation réversible, elle surgit quand plusieurs gouttelettes s'associent 'une à l'autre, dû aux forces répulsives et attractives non équilibrées.</p>	<p>En augmentant la viscosité de la phase dispersante : l'épaississement de cette phase diminue la fréquence de collision entre les gouttelettes.</p> <p>o En ajoutant des émulsifiants.</p>
<b><u>Inversement de phase</u></b>	<p>-Température</p> <p>-les probabilités de collisions entre gouttelettes augmentent et par la suite et les vitesses de réaction pourraient ainsi augmenter</p>	<p>-La concentration de l'émulsion.</p> <p>- Le type et la concentration de l'émulsifiant.</p> <p>- La température.</p>

**Tableau 3 .1 : Phénomènes et causes de l'instabilité des émulsions [6].**

#### 3.4.5 Les défient utilisation des produits cosmétiques biologiques :

La notion de **vieillessement** décrit une ou plusieurs modifications fonctionnelles diminuant progressivement l'aptitude d'un objet, d'une information ou d'un organisme à assurer ses fonctions.

Ce phénomène est inéluctable car il génétiquement programmé, le vieillissement touche la peau comme tous les autres organes du corps. Mais, le vieillissement cutané est visible, il se caractérise par l'apparition de signes apparents qui débutent dès la trentaine, Avec l'âge viennent les rides, on peut toutefois le ralentir, de là l'importance d'inclure une crème anti-âge à notre routine beauté.

Un soin anti-âge est une crème de jour, de nuit ou un sérum dotés d'actifs qui traitent les principaux signes visibles du vieillissement cutané, à savoir :

- **une sécheresse de la peau**
- **une perte de souplesse**
- **un relâchement de la peau** : les fameuses rides
- **une altération des fibres de collagène et d'élastine**, c'est-à-dire une perte de tonicité,
- **des taches brunes** et une irrégularité du teint. [26]

Que contiennent les crèmes anti-âge ?

On retrouve dans la composition de ces soins anti-âge, un bataillon d'actifs ultra performants. C'est même la combinaison de ces molécules qui rend un anti-âge encore plus efficace. Qui le cas de notre crème a base de l'huile d'olive et figue sèche. [26]

Voici une liste non exhaustive des actifs-star en la matière :

#### **1-Antioxydants :**

L'oxydation est un phénomène majeur responsable du vieillissement cellulaire. Il endommage les cellules de la peau tant au niveau de l'épiderme que du derme et participe à leur dégénérescence. La lumière du soleil représente le principal facteur du vieillissement de la peau. L'exposition solaire prolongée (UV) pendant des années provoque des molécules très réactives sont appelées radicaux libres nocives causent alors des répercussions sur le vieillissement cutané prématuré. Des rides plus nombreuses peuvent faire leur apparition, se creuser et des taches brunes se multiplier. La peau devient alors moins souple. D'autre part, un dessèchement et une déshydratation de la peau peuvent être constatés. Les antioxydants sont donc de précieux alliés pour aider la peau à lutter contre les radicaux libres. Comme leur nom l'indique, les antioxydants sont des inhibiteurs de l'oxydation et ils vont contribuer à éliminer l'excédent de radicaux libres dans les cellules favorisant la régénération cellulaire la production de collagène et d'élastine. En cosmétique, un antioxydant le plus utilise : **polyphénols**, vitamine C, flavonoïdes. [33]

**2-Actifs hydratants :**

L'eau, comme l'air, est un élément essentiel à la vie. Chez l'adulte, l'eau représente environ 65 % du poids total. Ainsi, une personne pesant 70 kg est constituée d'environ 49 litres d'eau dont 15 % se concentrent dans la peau. Le rôle de l'eau y est fondamental. Véritable réservoir dans lequel les autres organes viennent puiser, la peau permet l'échange avec l'extérieur : l'eau se déplace du derme vers la surface en imbibant les différentes couches par diffusion. Ce flux d'eau est appelé PIE (Perte Insensible en Eau). Naturellement protégée par un film hydrolipidique à sa surface, la couche cornée (couche supérieure de l'épiderme) freine ce processus d'évaporation. En cas d'altération de cette barrière physiologique, la PIE s'accélère rendant ainsi la peau sèche. L'eau présente dans le derme ne circule plus jusqu'à l'épiderme, le film hydrolipidique ne joue plus son rôle. Toute une série de facteurs peuvent être à l'origine d'une déshydratation : Des facteurs environnementaux, comme le froid, l'hiver, le vent, la pollution, les UV...

Pour aider la peau à lutter contre déshydratation plus efficace est Grâce à ses propriétés antioxydants et à la vitamine E qu'elle contient, l'huile d'olive hydrate la peau, la tonifie et la protège contre les agressions de l'extérieur. L'huile d'olive peut s'utiliser sur toutes les parties du corps. [24]

Pour hydrater durablement la peau, il faut utiliser des émulsions complexes. La peau n'absorbe pas l'eau directement. Il faut donc utiliser un mélange de corps gras et d'eau dispersée. C'est-à-dire une émulsion qui rend possible l'hydratation par un phénomène proche de celui de la capillarité (effet de mouillage amélioré) [24].

**NB**

Il est toutefois à noter que ces produits (crèmes anti-âges) ne peuvent, à eux seuls, ralentir le processus du vieillissement. On doit aussi avoir une bonne hygiène de vie, c'est-à-dire démaquiller sa peau matin et soir, protéger son épiderme du soleil, est surtout bien s'alimenter un régime équilibre des antioxydants naturelle comme les fruits, les légumes, boire beaucoup d'eau, lutte contre le stress dormir suffisamment, etc.