

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : pharmacie industrielle**

Intitulé du mémoire

**Élaboration et caractérisation d'une émulsion anti-inflammatoire à base de deux huiles essentielles « Inulaviscosa .L » et « Lavandulastoechas .L »**

**Présenté par :**

- Ramdani Ikram
- Haouari Hadjer

**Encadré par :**

Pr.B.Cheknane  
Dr. Z.Zeffouni

Année universitaire 2023/2024

## Abstract

This study focuses on the exploitation of medicinal plants in Algeria , concentrating on Rock Flea- bane , and Spanish Lavander, recognized for their traditional therapeutic properties . The main objective is to formulate en emulsion based on their essential oils and to evaluate its antimicrobial and anti-inflammatory activities. The methodology includes the preparation of plant material, extraction, and characterization of essential oils, followed by the formulation of the emulsion. The results demonstrate the effectiveness of oils, and the emulsion, highlighting their potential for applications in various medicinal and industrial fields

**Key words:** Rock Flea-bane, Spanish Lavander, anti-inflammatory, antimicrobial, essential oils, Emulsion

### ملخص

هذه الدراسة تركز على استغلال النباتات الطبية في الجزائر ، حيث تركز على نبات المقرمان والخزامى المعروفان بخصائصهما العلاجية التقليدية .

الهدف الرئيسي هو صياغة مستحلب يعتمد على زيوتها الأساسية و تقييم أنشطتها المضادة للمكروبات والمضادة لالتهابات . تتضمن المنهجية تحضير المواد النباتية، واستخلاص زيوتها الأساسية وتوصيفها، ثم تليها صياغة المستحلب. أظهرت النتائج فعالية الزيوت الأساسية والمستحلب لهذا تسلط الضوء على إمكانية تطبيقها في مختلف المجالات الطبية والصناعية  
**الكلمات المفتاحية :** المقرمان، الخزامى ،مضاد لالتهابات، مضاد للمكروبات ،زيوت أساسية ، مستحلب

### RESUME

Cette étude porte sur l'exploitation des plantes médicinales en Algérie, se concentrant sur *Inula viscosa* L. et *Lavandula stoechas* L., reconnues pour leurs propriétés thérapeutiques traditionnelles. L'objectif principal est de formuler une émulsion à base de leurs huiles essentielles et d'évaluer ses activités antimicrobienne et anti-inflammatoire. La méthodologie comprend la préparation de la matière végétale, l'extraction et la caractérisation des huiles essentielles, suivies de la formulation de l'émulsion. Les résultats démontrent l'efficacité des huiles et de l'émulsion, soulignant leur potentiel pour des applications dans divers domaines médicaux et industriels.

### Mots clés :

*Inula Viscosa* .L , *Lavandula stoechas* .L , anti inflammatoire, antimicrobienne , huiles essentielles ,émulsion



## Remerciement

Avant tout nous tenons à remercier ALLAH le tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qui nous donne durant tous les années d'études. Recevrez ici nous s'insères remerciement pour tous leurs sacrifices, soutien et l'encouragement, l'amour de nos parents.

Nos remerciements s'adressent à notre **promoteur Professeur Cheknane** pour avoir accepté de nous encadrer et de nous diriger, pour sa compréhension, ses encouragements ainsi que pour la confiance qu'il nous à accordé en réalisant ce travail, avec toutes nos sincères grâces et respect.

Nos sincères remerciements s'adressant plus spécialement à **Dr. Mm Zeffouni** notre **Co-promoteur** pour avoir assuré l'encadrement scientifique et a se manifester un grand intérêt à l'égard de notre travail, pour l'aide compétente qu'elle nous a apporté, Merci de votre réactivité lors de la rédaction ainsi que pour votre disponibilité et vos conseils précieux.

Nous désirons également à remercier le directeur de Laboratoire de produit naturel pour nous avoir données la possibilité de faire les extractions des huiles au niveau de la Faculté des Sciences de la Matière .

Nous adressons nos chaleureux remerciements au Laboratoire de Génie de Procédés de Faculté de Science Technologie de Université de Saad Dahleb Blida 1 de réaliser les testes expérimental.

# Dédicace

## A ma mère

Tu as sacrifié beaucoup de ton temps et de ton énergie pour m'éduquer et m'inculquer des valeurs sans lesquelles je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui et un simple paragraphe ne suffira jamais pour une telle dédicace. Tu as toujours été là pour m'encourager et me donner ce dont j'ai besoin. Tu as toujours été un modèle de détermination et d'ambition pour moi et je suis fier d'avoir une mère comme toi. J'espère que tu seras fière de mon travail.

## A mon père

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

## MA CHÈRE SŒUR **Ihsane**

Qu'Allah te suive tout au long de ta vie et te garde une place au Paradis...  
Qu'Allah te donne l'esprit de Hawa, la pureté de Maryam, la foi d'Assia, la beauté de Sarah, l'amour de Khadija, l'affection et la connaissance d'Aicha et la bénédiction d'être parmi elles **au Paradis**

## A Mon frère **Noureddine**

Tu es un frère génial et je suis chanceuse de t'avoir comme famille. Tu es toujours là pour moi et je sais que je peux compter sur toi. Merci d'être un super frère Qu'ALLAH te protège mon cœur, ma vie et mon bonheur; ma grand mère « **Sakinaadjout** » que j'adore.

A la mémoire de mon grand père «**Ali adjout**» que dieu lui garde dans son vaste paradis.

A ma **cher tati** tu étais toujours comme une deuxième maman pour moi et son mari **tonton Mohamed** Qu'ALLAH les protège

A mon petit cousin **Zakaria** qui j'aime

A ma cher amie qui a marché avec moi ce long parcours d'université **Hadjer** merci pour ta gentillesse pour ta compréhension pour ton aide et pour ton entendre et ta sympathie et à tous ca famille

Et à tous **membres de ma famille**

A tous **mes amies** et tous **mes professeurs**

**Ikram.ram**

## Dédicace

Tout d'abord, je remercie le bon dieu de m'avoir donné la vie, la santé et d'avoir fait de moi ce qui je suis aujourd'hui.

### **A ma mère**

Je dédie ce travail à la lumière de mes jours, la flamme de mon chemin, la source de mes efforts, à celle qui m'a encouragé tout au long du parcours de mes études, à celle qui fait de moi une bonne personne dans ce monde, que dieu te protège et te procure la bonne santé, à ma très chère Maman que j'adore.

### **A mon père**

Tu es l'homme le plus pur, tu as toujours été pour moi un exemple du père respectueux, honnête, grâce à toi j'ai appris le sens du travail et de la responsabilité. Merci pour tout l'amour que tu m'as donné durant mon enfance et que tu contiens de m'apporter chaque jour, mon père.

### **A mes sœurs**

A mes sœurs qui ne m'a pas mis au monde par ma mère merci pour chaque minute et chaque seconde que nous avons partagées ensemble. Merci d'avoir été à mes côtés dans mes joies et mes peines. J'espère que tous nos rêves se réaliseront un jour. **Randa** et **Sanaa, Chaimaa, Oumaima**.

Ma gratitude va également aux membres de ma famille **Haouari** et mes amis.

Sans oublier mon binôme **Ikram** qui a partagé le travail avec moi, pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.

Et à tous les enseignants et enseignantes qui ont contribué à notre formation qui nous avons apporté une aide précieuse en cette mémoire. Merci infiniment à tous.

**Hadjer.hr**

# TABLE DES MATIERES

RESUME

REMERCIEMENT

DEDICACE

TABLE DE MATIERE

LISTE DES ILUUSTRATION, ET TABLEAUX

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE.....01

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### CHAPITRE 1 LES PLANTES MEDICINALES ET TECHNIQUES

#### D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

1.1 .Généralités sur les plantes médicinales .....	03
1.2.Inula viscosa.....	03
1.2.1. Présentation de la plante .....	03
1.2.2. Description botanique .....	03
1.2.3. Classification .....	04
1.2.4. Appellation .....	05
1.2.5. Répartition géographique d'Inula viscosa.....	05
1.2.6 .Composition chimiques d'Inula viscosa .....	06
1.2.7. Activités biologiques et utilisations diverses d'Inula viscosa L.....	06
1.3. Lavandulastoechas L .....	07
1.3.1. Description botanique .....	07
1.3.2. Origine du Nom .....	08
1.3.3. Classification .....	08
1.3.4. Nomenclature de Lavandula stoechas L .....	08
1.3.5. Répartition géographique .....	08
1.3.6. Composition chimique de Lavandula stoechas L .....	09

1.3. 7. Effets thérapeutiques de Lavandulastoechas L .....	10
1.4. Techniques d'extraction des huiles essentielles d'Inula viscosa et Lavandula stoechasL .....	10
1.4.1. Hydrodistillation.....	10
1.4.2. Entraînement à la vapeur d'eau .....	11
1.4.3. Extraction par CO2 supercritique.....	11

## **Chapitre 2 LES EMULSIONS**

2.1. Définition de l'émulsion .....	13
2.2. Classification d'une émulsion .....	13
2.2.1. Nombre de phases .....	13
2.2.2. Nature des phases de l'émulsion.....	14
2.2.3. Taille des gouttelettes.....	14
2.3. Composition d'une émulsion .....	14
2.3.1. Définition d'un tensioactif.....	14
2.3.2. Structure des tensioactifs .....	15
2.3.3. Classification des tensioactifs .....	15
2.3.4. Propriétés physico-chimiques des tensioactifs .....	15
2.3.4.1. Notion de tension inter-faciale.....	15
2.3.4.2. Adsorption aux interfaces.....	16
2.3.4.3. Concentration micellaire critique (CMC) .....	16
2.3.4.4. Notion de HLB .....	16
2.3.4.4.1. Définition.....	16
2.3.4.5. Notion de HLB critique .....	16
2.4. Formulation d'une émulsion .....	17
2.4.1. Variables de formulation .....	18
2.4.1.1. Variables physico-chimiques.....	18
2.4.1.2. Variables de composition .....	18
2.4.1.3. Variables mécaniques .....	18
2.4.2. Etapes préliminaires.....	18



2.4.2.1. Choix du type d'émulsion .....	18
2.4.2.2. Choix du rapport phase interne-phase externe .....	18
2.4.2.3. Choix du tensioactif .....	18
2.4.2.4. Choix du protocole de formulation.....	19
2.4.2.5. Essais de sélection.....	20
2.4.2.5.1. Examen macroscopique .....	20
2.4.2.5.2. Examen microscopique .....	20
2.4.2.5.3. Détermination du sens de l'émulsion .....	20
2.4.2.4.5. Contrôle de la stabilité .....	22
2.5. Etude de l'instabilité des émulsions.....	22
2.5.1. Types d'instabilités .....	23
2.5.2. Facteurs influençant la stabilité d'une émulsion.....	23
2.5.3. Solutions pour résoudre les problèmes d'instabilité .....	23

## **ETUDE EXPERIMENTALE**

### **CHAPITRE 3 MATERIELS ET METHODES**

3.1. But de travail.....	24
3.2. Matériels et produits utilisés.....	24
3.3. Préparation de la matière végétale.....	25
3.4. Etude phyto-chimique (sreening chimique) .....	26
3.4.1. Préparation de l'infusé .....	27
3.5. Extraction de l'huile essentielle.....	28
3.6. Détermination du rendement des deux procédés.....	29
3.7. Caractérisation des huiles essentielles extraites .....	30
3.7.1. Caractères organoleptique .....	30
3.7.2. Caractéristiques physicochimique .....	30
3.7.2.1. La densité.....	30

3.7.2.2. Le potentiel d'hydrogène (pH).....	31
3.7.2.3. Indice d'Acide (IA).....	31
3.8. L'évaluation de l'activité antimicrobienne .....	32
3.9. Formulation d'une émulsion anti inflammatoire à base d'une huile essentielle de Lavandulastoechas L.....	32
3.9.1. Matériels .....	32
3.9.2. Préparation de l'émulsion .....	32
3.9.2.1. Préparation de la phase aqueuse.....	32
3.9.2.2. Préparation de la phase huileuse .....	33
3.9.2.3. Etape d'émulsification.....	33
3.9.3. Les paramètres physicochimiques de l'émulsion .....	34
3.9.3.1. Analyse organoleptique .....	34
3.9.3.2. Homogénéité.....	34
3.9.3.3. Type d'émulsion .....	34
3.9.3.4. Essais de stabilité .....	34
3.9.3.5. Mesure de pH.....	35
3.9.3.6. Microscope optique.....	35
3.9.3.7. Etude rhéologique de l'émulsion.....	35
3.9.3.8. Test de viscoélasticité en déformation oscillatoire .....	35
3.9.4. L'évaluation de l'activité antimicrobienne.....	36

## **CHAPITRE 4 RESULTATS ET DESCUSSION**

4.1. Le screening chimique .....	37
4.2. Rendement .....	38
4.3. Caractère organoleptique .....	38
4.4. Caractérisation physico-chimique d'HE .....	39
4.4.1. Densité .....	39
4.4.2. pH .....	39
4.4.3. Indice d'acide.....	40
4.5. Activité antimicrobienne.....	40
4.6. Formulation d'une émulsion anti inflammatoire à base d'une huile essentielle de LavandulaStoechas L.....	41

4.6.1. Les paramètres physicochimiques de l'émulsion .....	41
4.6.1.1. Analyse organoleptique.....	41
4.6.1.2. Homogénéité .....	41
4.6.1.3. Type d'émulsion .....	41
4.6.1.4. Essais de stabilité .....	42
4.6.1.5. pH de l'émulsion .....	43
4.6.1.6. Examen microscopique.....	43
4.6.1. 7. Test rhéologique.....	43
4.6.1.8. Comportement viscoélastique de l'émulsion.....	44
4.6.2. L'évaluation de l'activité antimicrobienne.....	44
CONCLUSION GENERALE. ....	46
REFERNCES BIBLIOGRAPIQUES .....	48
ANNEXES.....	54

## LISTE DES ILLUSTRATION, ET TABLEAUX

<b>Figure 1.1</b> : La plante d’Inula viscosa.....	04
<b>Figure 1.2</b> : Répartition géographique d’Inula viscosa.....	05
<b>Figure 1.3</b> : La plante de Lavandula stoechas.....	07
<b>Figure 1.4</b> : Distribution géographique de L. stoechas L.....	09
<b>Figure 2.1</b> : Représentation d'une émulsion simple.....	13
<b>Figure 2.2</b> : Représentation d'une émulsion multiple.....	14
<b>Figure 2.3</b> : Représentation de la structure d'un tensioactif.....	15
<b>Figure 2.4</b> : Représentation de la structure d'une micelle.....	16
<b>Figure 2.5</b> : Détermination du sens d’une émulsion par conductimétrétrie.....	21
<b>Figure 2.6</b> : Viscosimètre à chute de bille (Höppler).....	21
<b>Figure 2.7</b> : Représentation des phénomènes de sédimentation (en HAUT) et de crémage (en BAS).....	22
<b>Figure 3.1</b> : La plante d’inulaviscosa.....	26
<b>Figure 3.2</b> : La plante de Lavandulastoechas L.....	26
<b>Figure 3.3</b> : Montage hydrodittillation par Clevenger.....	28
<b>Figure 3.4</b> : Montage d’entraînement à la vapeur.....	28
<b>Figure 3.5</b> : La séparation de l’HE par décantation.....	29
<b>Figure 3.6</b> : Pycnomètre.....	31
<b>Figure 3.7</b> : Préparation de la phase aqueuse.....	33
<b>Figure 3.8</b> : Préparation de la phase huileuse.....	33
<b>Figure 3.9</b> : Etape d’émulsification.....	34
<b>Figure 3.10</b> : Microscope optique.....	35
<b>Figure 4.1</b> : photo montre le sens d’émulsion.....	42
<b>Figure 4.2</b> : Photo au microscope optique de l’émulsion.....	43
<b>Figure 4.3</b> : Rhéogramme de la viscosité en fonction de vitesse de cisaillement. ....	43
<b>Figure 4.4</b> : Variation des deux modules de conservation $G'$ et de perte $G''$ typique de l’émulsion en fonction de la déformation. $T=20^{\circ}\text{C}$ .....	44

<b>Tableau 1.1</b> : Classification d’InulaViscosa.....	04
<b>Tableau 1.2</b> : Composition chimique d’Inulaviscosa.....	06
<b>Tableau 1.3</b> : Activités biologiques et les utilisations d’inula visqueuse .....	06
<b>Tableau 1.4</b> : Activités biologiques et les utilisations de Lavandulastoechas L .....	08
<b>Tableau 1.5</b> : Composition chimique de Lavandulastoechas L.....	09
<b>Tableau 1.6</b> : Effets thérapeutiques de Lavandulastoechas L.....	10
<b>Tableau 3.1</b> : Matériels et produits utilisé et ses caractéristiques.....	24
<b>Tableau 3.2</b> : Les quantités des produits .....	32
<b>Tableau 4.1</b> : Différents regroupements chimique retrouvé dans les feuilles d’Inulaviscosa et Lavandulastoechas L.....	37
<b>Tableau 4.2</b> : Rendement d’huile essentielle d’Inule visqueuse.....	38
<b>Tableau 4.3</b> : Rendement d’huile essentielle de Lavandulastoechas L .....	38
<b>Tableau 4.4</b> : Les paramètres organoleptiques de l’huile essentielle d’inule visqueuse .....	39
<b>Tableau 4.5</b> : Les paramètres organoleptiques de l’huile essentielle de Lavandulastoechas L. ....	39
<b>Tableau 4.6</b> : caractéristiques physico-chimiques de l’HE de Inule visqueuse et Lavandula stoechas L.....	39
<b>Tableau 4.7</b> : Résultat de l’activité antimicrobienne de l’huile essentielle de Lavandula stoechas .....	40
<b>Tableau 4.8</b> : Propriétés organoleptique de l’émulsion préparée.....	41
<b>Tableau 4.9</b> : Essais de stabilité.....	42
<b>Tableau 4.10</b> : Résultats de l’activité antimicrobienne de l’émulsion .....	44

## LISTE DES ABREVIATIONS

**AFNOR** : Association Française de Normalisation

**ISO** : International Standard Organisation

**HEs** : Huiles Essentielles

**I.viscosa .L** : Inulaviscosa .L

**L. stoechas .L**: Lavandulastoechas L

**CO<sub>2</sub>** : Dioxyde de Carbone

**pH** : Potentiel d'Hydrogène

**%** : Pourcentage

**nm** : nanomètre

**UV** : ultraviolet

**d<sub>20</sub>** : densité

**IA** : Indice d'Acide

**g** : gramme

**tr/min** : tours / minute

**h** : heures

**M** : mol/L

**S** : Second

**H/E** : Huile dans l'Eau

**E/H** : Eau dans l'Huile

**d** : diamètre

**G'** : Module de conservation

**G''** : Module de perte

**KOH** : hydroxyde de potassium

**J/m<sup>2</sup>** : Joule / mètre carré.

**η** : viscosité.

**UFC/g** : Unité Formant Colonies par gramme

**UFC/ml** : Unité Formant Colonies par millilitre

## **INTRODUCTION GENERALE**

## Introduction Générale

Depuis plusieurs années, l'homme qui vit côte à côte avec les plantes, est habitué à les consommer pour leurs propriétés médicinales et nutritives. Les produits naturels présentent un grand intérêt en tant que matières premières dans de nombreux domaines, notamment le domaine pharmaceutique, cosmétique, agroalimentaire, et phytosanitaire. [1]

Les plantes aromatiques et médicinales représentent une source inépuisable de remèdes traditionnels et efficaces grâce aux principes actifs qu'elles contiennent : alcaloïdes, flavonoïdes, hétérosides, saponosides, quinones, vitamines,...et huiles essentielles. [2]

En effet, les huiles essentielles sont des principes actifs issus du métabolisme secondaire des plantes médicinales, ils ont été utilisés depuis l'antiquité et ils sont largement employées de nos jours, pour leurs propriétés biologiques (antimicrobienne, antioxydant, analgésique, anti- inflammatoire, anti-cancérigène, antiparasitaire, insecticide...) [3]. De plus ils rentrent dans la composition de plusieurs médicaments, sous forme de crèmes, gélules et suppositoires.

L'Algérie pays connu par l'immensité de son territoire et la diversité du climat, les paramètres lui offrent une richesse très importante en flore, ce qui amènent les investigations visant à développer des médicaments à partir des plantes utilisées en médecine traditionnelle.

Dans le cadre de cette étude, nous avons sélectionné deux espèces : *Inulaviscosa* L de la famille des Asteraceae et *Lavandulastoechas* de la famille des Lamiaceae. Ces deux plantes sont très répandues au niveau local et surtout reconnues par leur effet thérapeutique traditionnel.

Dans le présent travail notre objectif fut alors de formuler une émulsion à base de l'huile essentielle d'*Inule viscosa* L et *Lavandulastoechas* L et d'étudier son activité biologique.

Ce travail est structure en trois parties :

Dans la première partie , une étude bibliographique est menée sur : Présentation générale sur les plantes médicinales et l'étude monographique sur les deux espèces qui ont été choisi ( *Inulaviscosa* et *Lavandulastoechas* ) et leurs techniques d'extraction , le deuxième chapitre , on définira les émulsions , leurs types , et leurs problèmes d'instabilité , ensuite on décrira leurs étapes de préparation .

Dans la seconde partie, nous détaillerons l'outil méthodologique utilisé :

- Préparation de la matière végétale.



- Etude phyto chimique
- Extraction des huiles essentielles d'inule visqueuse et Lavandulastoechas
- Les caractérisations physico-chimiques et organoleptiques des huiles essentielles.
- L'étude microbienne des huiles essentielles.
- Formulation d'une émulsion
- Caractérisation physico-chimiques d'une émulsion
- L'étude antimicrobienne de l'émulsion

Dans la troisième partie, nous discutons les résultats obtenus lors de cette étude

Enfin, ce travail à été clôturé par une conclusion.

**CHAPITRE 1**  
**LES PLANTES MÉDICINALES ET TECHNIQUES**  
**D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES**

## 1.1 .Généralités sur les plantes médicinales

L'histoire des plantes aromatiques et médicinales (PAM) est apparue dans le passé , à l'époque de la Grèce, des pharaons, de la Chine et de l'Inde, et les chercheurs ce qui affirme que l'utilisation des plantes existait bien avant cela et était utilisée dans divers domaine, tel que la phytothérapie et la thérapie

Selon [4], La pharmacognosie, telle qu'elle a été découverte dans les fouilles et les anciens livres médicaux, montre que l'utilisation des plantes n'était pas seulement utilisée dans le traitement, mais également dans les rituels alimentaires et religieux.

D'après la Xème édition de la Pharmacopée française, les plantes médicinales "sont considérées comme des drogues végétales, qui ont au moins une partie de propriétés médicamenteuses. Il s'agit d'un ensemble de plantes médicinales qui contiennent des agents thérapeutiques pour l'homme ou l'animal dans leurs feuilles, tiges ou racines, et le traitement s'effectue par extraction thérapeutique [5].

Les métabolites secondaire peuvent être en plusieurs grands groupe, parmi lesquels les composés azotés, dont les alcaloïdes, les plus importants en terme de nombre de structure connues.

Chacun de ces classes contient une grande variété de composés ayant très large éventail d'activité en biologie humaine [6].

## 1.2.InulaViscosa

### 1.2.1. Présentation de la plante

La flore en Algérie compte plus de 3000 espèces de plusieurs familles botaniques [7][8]. L'inule visqueuse est une plante très connue dans les régions méditerranéennes et largement utilisée en médecine traditionnelle. Elle est un membre de la famille des Astéracées. Cette famille est l'une des plus répandues. Il compte plus de 13 tribus, 1000 genres et 23 000 espèces [9].De plus, 109 genres et 408 espèces seraient présentes en Algérie, tandis que 111 genres et 638 espèces seraient présents en France.[10][9]

- **Inula** : viendrait du grec : Inéo, qui signifie « je purge » allusion à une propriété thérapeutique de la plante [9]
- **Viscosa** : il signifie « visqueuse ». [12][9]

### 1.2.2. Description botanique

Inulaviscosa est une plante annuelle, herbacée, mucilagineuse et glanduleuse. [13]Sa base est ligneuse et possède une forte racine pivotante ligneuse pouvant atteindre 30 cm de longueur [11][9].Elle peut mesurer de 50 cm à 1 m de hauteur et possède de nombreux

capitules à fleurs jaunes au sommet de la tige. Les feuilles sessiles sont ondulées, dentées, aiguës, crénelées, embrassantes (formant deux petites oreillettes à sa base) et recouvertes de glandes visqueuses sur les deux faces. Ils dégagent une forte odeur âcre pendant la phase végétative [13][14], qui peut être agréable pour certains mais désagréable pour d'autres. La floraison commence à partir de Août-Septembre jusqu'à la fin du mois d'Octobre et parfois même du mois de Novembre. Les inflorescences sont pyramidales ou de longues grappes.[14] Les fleurs du centre sont tubulaires tandis que les fleurs périphériques sont liguliformes. Elles ont une couleur jaune brillante et une forte odeur. Les fruits sont des akènes velus avec des aigrettes grisâtres.



**Figure 1.1** : La plante d'Inulaviscosa. [15]

### 1.2.3. Classification

D'après [16][9], Inulaviscosa a été rattachée au genre Dittrichia car elle possède des poils glanduleux sur l'ovaire, ce qui n'est pas le cas des autres espèces du genre Inula. D'après [12][9], la position systématique de l'inule visqueuse est comme suit :

**Tableau 1.1** : Classification d'Inula Viscosa [17].

Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Coniferophyta
Embranchement	Magnoliophyta
Classe	Magnolipsida
Ordre	Astrales
Famille	Astéracées
Genre	Inula
Espèce	Viscosa

#### 1.2.4. Appellation

**Nom scientifique** : *Dittrichiaviscosa* (L) Greut, *Inulaviscosa* Ait.

**Nom Vernaculaire** : Amagrammane, magramane, Mersitt[11].

**Nom commun** : Inule visqueuse [18].

**Nom arabe** : El tibek, el tyoun

**Nom français** : Inule visqueuse, Aunée visqueuse

**Nom anglais** : Rock Flea-bane [19].

#### 1.2.5. Répartition géographique d'*Inulaviscosa*

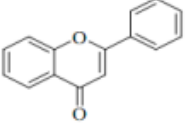

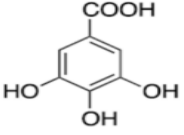
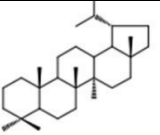
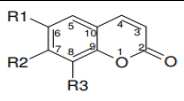
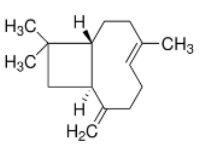
L'inule visqueuse est répartie dans toute la région méditerranéenne et son aire de répartition naturelle comprend les côtes de l'Europe du sud (Espagne, Grèce, Italie, Bulgarie), le Moyen-Orient (Jordanie, Syrie et Turquie), et en Afrique du Nord[20]. Elle est très répandue au Nord d'Algérie [13]. Elle est largement répandue dans le Nord d'Algérie [9][11], dans les rocailles et autant sur les terrains argileux que sableux [21][22]. Elle pousse dans les champs sauvages et dans les alentours du bassin méditerranéen [20], et on la retrouve dans les collines, les zones humides et au bord des routes en raison, de sa préférence pour les sols secs et calcaires [22]. Les habitats typiques d'*I.viscosa* sont les rivières asséchées et les champs abandonnés, les bords de routes, sentiers de randonnées, ou même des zones urbaines. Elle apparaît aussi sur les sols argileux et sableux [14], sur les côtes rocheuses ou dans les marécages naturels et autres zones humides, elle est exigeante en lumière. L'inule visqueuse se produit également dans des surfaces où les sols ont de hautes concentrations en magnésium et en azote [20].



**Figure 1.2:** Répartition géographique d'*Inulaviscosa*[23]

### 1.2.6 .Composition chimiques d’Inulaviscosa

**Tableau 1.2 :** Composition chimique d’Inulaviscosa

Composé	Organe	Structure	Références
Flavonoïdes	Feuilles		[24]
Sesquiterpénoides	Fleurs, feuilles		[25] [26]
Tanins	Tiges, feuilles		[27]
Saponines	Racines		[28]
Coumarines	Fleurs, feuilles, racines, les tiges		[29]
Huiles essentielles	Feuilles, tiges, fleurs		[30]

### 1.2.7. Activités biologiques et utilisations diverses d’Inulaviscosa L

La médecine traditionnelle attribue de nombreuses propriétés curatives à Inulaviscosa L. D’après [31], ces propriétés est comme suite :

**Tableau 1.3 :** Activités biologiques et les utilisations d’inula visqueuse

Activité biologique	Utilisation	Référence
Activité anti-inflammatoire	Le traitement pour L’arthrite, les rhumatismes, les douleurs musculaires	[32]
Activité antidiabétique	Diabète	[33]
Activité antipyrétique et antiseptique	Fièvre , infection cutanées , des plaies et des infections des voies respiratoires	[33]

Activité antifongique	Bactéries	[34]
Activité antimicrobienne	Champignons	[33]
Activité anti tumorale	Tués les cellules cancéreuses	[35]
Activité hypolipidemiante	Le taux de cholestérol	[33]
Activité anti-ulcérogénique	Ulcères gastriques, Ulcères duodénaux	[33]
Activité antioxydant	Maladies chroniques	[36]
Activité antivirale	Infection virales (virus de l'herpès simplex)	[37]

### 1.3. Lavandulastoechas .L

#### 1.3.1. Description botanique

Lavandula stoechas L (**Figure 1.3**) se présenter sous la forme d'un arbrisseau ou d'un buisson très aromatique et très ramifié pouvant atteindre un mètre de haut avec une lourde odeur semblable à celle du pin. Les feuilles opposées de 2-4 cm de long sont sessiles, tomenteuses, oblongues, lancéolées, linéaires, étroites et recourbées sur les bords et sont souvent grises. Les inflorescences de coupe carrée sont sessiles, compactes et surmontées d'une couronne de bractées florales violettes, élargies, stériles, obovales ou spatulées de 1 à 2 cm de longueur [38]. Les bractées fertiles sont largement ovales à obovales-subtrilobées, brièvement acuminées, membraneuses, veinées et plus courtes que le calice.

Contrairement à beaucoup d'autres lavandes, cette lavande préfère les sols siliceux et les terrains acides. Elle supporte la mi-ombre et tolère le froid jusqu'à -5°C. La floraison, plus précoce que chez les autres lavandes, se déroule d'Avril à Mai puis en automne [39].



**Figure 1.3** : La plante de Lavandula stoechas [40]

### 1.3.2. Origine du Nom

Le mot lavande dérive du verbe lavé. Il est peut être issu de l'italien Lavandou (action de laver) mais peut remonter au latin lavare qui signifie laver et aussi se baigner [41]

### 1.3.3. Classification

La classification botanique de l'espèce *L. stoechas* est la suivante [42]

**Tableau 1.4** : Activités biologiques et les utilisations de *Lavandula stoechas*

<b>Règne</b>	Plante
<b>Sous règne</b>	Plantes vasculaires
<b>Embranchement</b>	Spermaphytes
<b>Sous embranchement</b>	Angiospermes
<b>Classe</b>	Décotylédones
<b>Sous classe</b>	Dialypétales
<b>Ordre</b>	Lamiales
<b>Famille</b>	Lamiaceae
<b>Sous famille</b>	Nepetoideae
<b>Genre</b>	<i>Lavandula</i>
<b>Espèce</b>	<i>Lavandulastoechas</i>

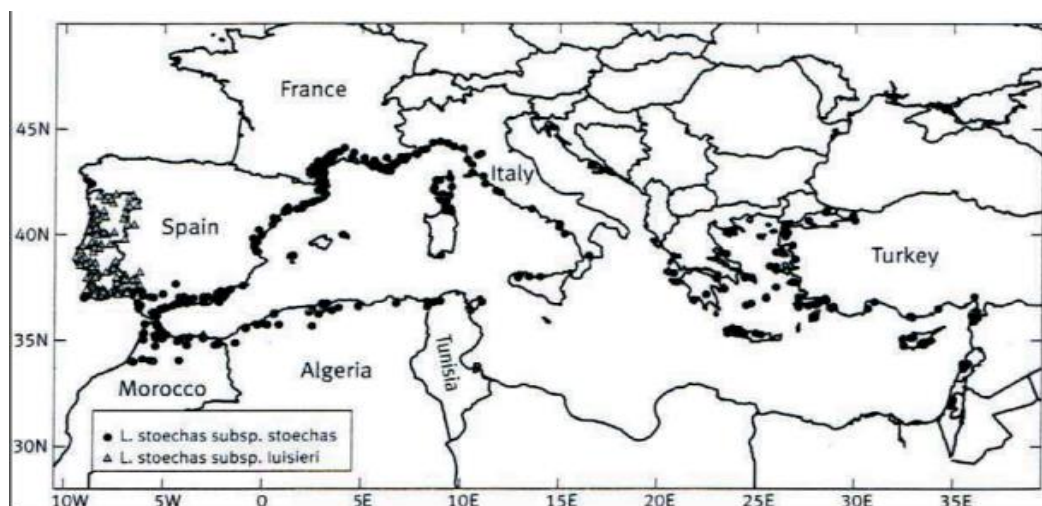
### 1.3.4. Nomenclature de *Lavandulastoechas*

- **Arabe** : Khuzama, Amezzir, Helhal
- **Français** : Lavande des stoechades, lavande papillon, lavande maritime, lavande à toupet.
- **Anglais** : Spanish lavender, topped lavender (U.S.), french lavender (U.K.) [43]

### 1.3.5. Répartition géographique

*Lavandulastoechas*.L se trouve dans les forêts et les montagnes ayant des sols humides, elle est largement distribuée dans les îles de canari, du sud de l'Europe jusqu'au nord et à l'est de l'Afrique, de la Méditerranée, de l'Asie du sud-ouest au sud-est de l'Inde. En Algérie, *L. stoechas* est largement distribuée à travers toute la périphérie nord du pays [41]





**Figure 1.4 :** Distribution géographique de *L. stoechas* L [42]

### 1.3.6. Composition chimique de *Lavandulastoechas* L

Le tableau (5.1) représente les compositions chimiques de *Lavandulastoechas* L

**Tableau 1.5:** Composition chimique de *Lavandulastoechas* L

Composé	Organe	Structure chimique	Référence
Flavonoïde	Feuilles, fleurs		[26]
Tanins	Feuilles et tiges		[27]
Terpènes	Feuilles, fleurs, tiges		[27]
Acide phénoliques	Feuilles, tiges, fleurs, racines		[27]
Huiles essentielles	Feuilles, fleurs		[27]

### 1.3. 7. Effets thérapeutiques de Lavandulastoechas L

Les effets thérapeutiques de Lavandula stoechas et leur utilisation sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau 1.6 : Effets thérapeutiques de Lavandula stoechas L**

<b>Effet thérapeutique</b>	<b>Utilisation</b>	<b>Référence</b>
Effet anti microbienne	Infection cutanée, infection respiratoire	[43]
Effet anti inflammatoire	L'arthrite, les rhumatismes, les douleurs musculaires	[44]
Effet anxiolytique et sédatif	Traité l'anxiété , le stress, l'insomnie , les troubles de l'humeur	[45]
Effet cicatrisant et antiseptique	Traité l'acné , et l'eczéma. Les brûleurs	[41]
Effet antioxydant	Maladies chroniques	[46]
Effet Antispasmodique	Douleurs des coliques	[47]
Effet Antidiabétique	Diabète	[47]
Effet analgésique	Migraine	[44]

### **1.4. Techniques d'extraction des huiles essentielles d'*Inula viscosa* et *Lavandula stoechas* L**

*Inula viscosa* et *Lavandula stoechas* L sont deux plantes aromatiques riches en huiles essentielles. L'extraction de ces huiles peut faire par différentes méthodes, mais les plus couramment utilisées pour obtenir un bon rendement sont :

#### 1.4.1. Hydrodistillation

Cette méthode est plus facile et traditionnelle. Elle consiste à immerger la plante directement dans un récipient rempli d'eau bouillie. En sortant de la cuve de distillation, les vapeurs se condensent ce qui permet de séparer l'huile essentielle à l'eau par différence de densité [48].

### 1.4.2. Entraînement à la vapeur d'eau

Dans ce système d'extraction, le matériel est exposé à un jeu de vapeur sans trempage préalable. Les vapeurs saturées de composés volatils sont condensées et essentiellement décantées avant d'être séparés en une phase aqueuse et une phase organique. L'absence de contact direct entre l'eau et les plantes, puis entre l'eau et les molécules aromatiques, évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire la qualité de l'huile. De plus obtenue a une odeur plus délicate et la distillation régulière et plus rapide [49].

### 1.4.3. Extraction par CO<sub>2</sub> supercritique

Pour le CO<sub>2</sub> soit à l'état supercritique, Le CO<sub>2</sub> refroidi est légèrement comprimé, puis fortement comprimé et chauffé. Le CO<sub>2</sub> superctique traverse ensuite la matière première et est chargé de soluté. Le tout est envoyé vers un ou plusieurs séparateurs, où le dioxyde de carbone gazeux se décompose progressivement, lui faisant perdre sa solubilité. Le soluté est séparé et le CO<sub>2</sub> peut alors être recyclé [50].

## **CHAPITRE 2**

### **LES EMULSIONS**

## 2.1. Définition de l'émulsion

D'après le Larousse, il s'agit d'une préparation pharmaceutique formée de deux phases liquides dont l'une (huile, résine), insoluble dans l'autre, y est dispersée sous forme de globules ou encore un milieu hétérogène constitué par la dispersion, sous forme de fins globules, d'un liquide dans un autre liquide en phase continue [51].

En d'autres termes, une émulsion est donc constituée de deux phases:

- La phase continue, appelée aussi phase externe ou encore dispersante.
- La phase discontinue, ou encore phase interne ou dispersée.
- Les deux phases sont séparées par une troisième, appelée phase inter-faciale,

Constituée de l'émulsifiant.

## 2.2. Classification d'une émulsion

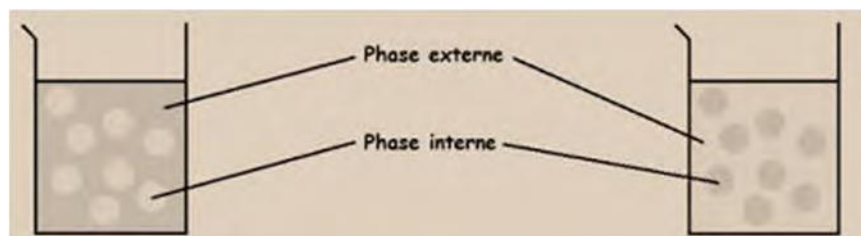
Il existe différents types d'émulsions que nous pouvons classer selon les trois facteurs suivants [52].

- Le nombre de phases;
- La nature des phases;
- La taille des gouttelettes dispersées.

### 2.2.1. Nombre de phases

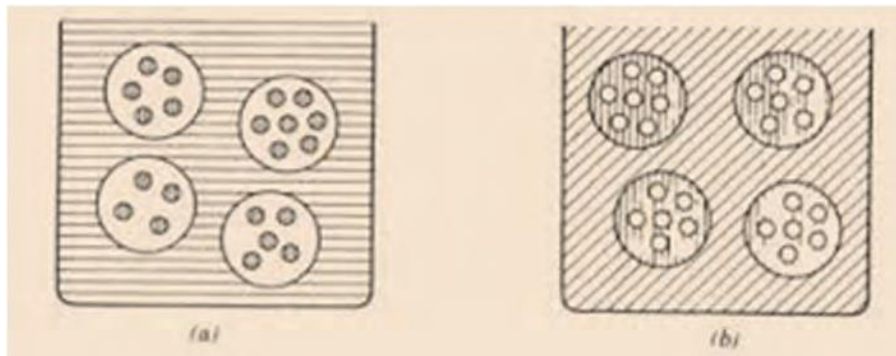
Selon le nombre de phases constituant l'émulsion, cette dernière peut être soit :

Une émulsion simple : Constituée de deux phases, l'une dispersée (phase interne) et l'autre dispersante (phase externe).



**Figure 2.1:** Représentation d'une émulsion simple

Une émulsion multiple : Constituée de trois phases: la phase dispersée (phase interne) contient une 2ème phase dispersée [54].



**Figure 2.2:** Représentation d'une émulsion multiple

### 2.2.2. Nature des phases de l'émulsion

Comme nous l'avons précisé précédemment, cette étude s'intéresse aux émulsions simples. Les phases d'une émulsion simple peuvent être [53]:

- Hydrophile ou aqueuse;
- Lipophile ou hydrophobe.

### 2.2.3. Taille des gouttelettes

Dans la plupart des cas, une émulsion contient des gouttes de tailles différentes, notamment à cause du caractère partiellement ou totalement aléatoire des procédés d'agitation. Il faut alors fournir non pas une valeur, mais une distribution de tailles de gouttes qui représente un inventaire statistique de la population présente dans l'émulsion [54]. Nous pouvons alors parler d'émulsion :

- Mono dispersée (mêmes taille de grains) ;
- Poly dispersée (différente taille de grains) ;
- Bimodale (2 tailles de grains bien définies)[55]

## **2.3. Composition d'une émulsion**

Tout d'abord, pour formuler une émulsion il faut une phase hydrophile et une phase lipophile. Ces deux phases étant naturellement non miscibles, on utilise un tensioactif afin de lier ces deux phases. Le tensioactif est le constituant clé, sans lui, il est impossible de former une émulsion [56].

### 2.3.1. Définition d'un tensioactif

Un tensioactif est un composé chimique qui, introduit dans un liquide, en abaisse la tension superficielle, ce qui a pour effet d'en augmenter les propriétés mouillantes.

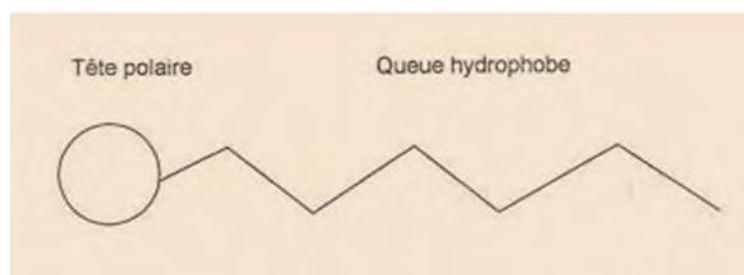
Ce sont des composés capables de disperser les corps gras dans l'eau (pouvoir détergent), de former des mousses, de stabiliser des émulsions, de favoriser le mouillage des surfaces [56].

Ils sont aussi connus sous le nom de détergents, agents mouillants et surfactants... [57].

### 2.3.2. Structure des tensioactifs

Un tensioactif est une molécule amphiphile composée de deux parties [58]:

- Une partie qui s'accroche à l'eau : La partie hydrophile (ou encore lipophile) ;
- Une partie qui s'accroche à la graisse : La partie lipophile (ou encore hydrophobe).



**Figure 2.3** : Représentation de la structure d'un tensioactif

### 2.3.3. Classification des tensioactifs

Les tensioactifs peuvent être classés en quatre grandes catégories [58]. Qui diffèrent les unes des autres par la charge et le pouvoir prédominant.

1. Tensioactifs anioniques [59].
2. Tensioactifs cationiques [61].
3. Tensioactifs amphotères
4. Tensioactifs non ioniques

### 2.3.4. Propriétés physico-chimiques des tensioactifs

#### 2.3.4.1. Notion de tension inter-faciale

Avant d'étudier les propriétés physico-chimiques des tensioactifs, il est indispensable d'aborder la notion de tension inter-faciale.

La tension inter-faciale est une grandeur physique qui donne une mesure de cette énergie par unité d'aire notée  $\gamma$  et exprimée en N/m ou en J/m<sup>2</sup>. Plus la tension inter-

faciale entre les deux phases est faible, plus leur affinité l'une pour l'autre est forte, et plus il est facile d'augmenter la surface les séparant et donc de former une émulsion [62].

#### 2.3.4.2. Adsorption aux interfaces

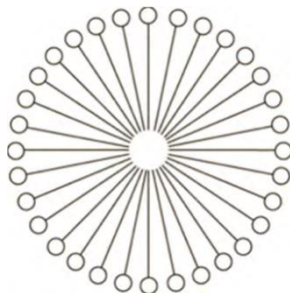
L'adsorption est un phénomène spontané qui se produit grâce à l'antagonisme de la structure chimique de ces agents de surface, responsable de leur tendance à se concentrer aux interfaces et à réduire ainsi l'énergie libre interfaciale du système dans lequel ils se trouvent [63]

#### 2.3.4.3. Concentration micellaire critique (CMC)

La concentration micellaire critique (CMC), correspondant à la concentration à partir de laquelle les micelles commencent à se former, la surface du liquide se trouve saturée en molécules de tensioactif et la tension superficielle du liquide devient constante [60].

- Elle est influence par :

Les paramètres de la phase aqueuse : pH, Force ionique, Température, .... [64].



**Figure 2.4:**Représentation de la structure d'une micelle [65]

#### 2.3.4.4. Notion de HLB

##### 2.3.4.4.1. Définition

Les tensioactifs sont caractérisés par leur H.L.B. (ou balance hydrophile-lipophile). Ce dernier représente l'équilibre entre les groupements hydrophiles et lipophiles[66]et cette valeur est d'autant plus élevée que le surfactant est plus hydrophile.

$$\text{HLBr équivalent} = \frac{\sum \text{HLBr}^* \text{ proportion}}{\sum \text{proportion}} \quad (\text{Eq1})$$

#### 2.3.4.5. Notion de HLB critique

Il existe un autre HLB appelé HLB critique (ou optimal ou encore requis). Il caractérise la phase lipophile d'une émulsion et correspond à une émulsification optimale de cette



dernière (taille minimale des particules et stabilité maximale). Ce chiffre nous permet de choisir l'émulsifiant idéal pour émulsionner cette phase huileuse. Le HLB critique varie d'une huile à une autre (par exemple il est de 6 pour l'huile de coton et de 14 pour l'huile de ricin).

Pour résumer, une émulsion réalisée à HLB critique est caractérisée par :

- Une émulsification facile ;
- Une taille minimale des globules (inférieure au micromètre) ;
- Une stabilité optimale ;
- une faible viscosité (émulsion fluide).

La détermination expérimentale de ce HLB critique est assez simple : il suffit de formuler des émulsions à base d'eau et d'huile dont le HLB est déjà connu. La phase interfaciale est composée d'un mélange de deux surfactifs, l'un de HLB connu et l'autre de HLB à déterminer. Les émulsions varient selon la proportion des deux tensioactifs. Il nous suffira ensuite d'appliquer la formule mathématique suivante pour calculer le HLB inconnu.

$$HLB_c = (HLB_1 \times Q_1) + (HLB_2 \times Q_2) / Q_m \quad (\text{Eq 2})$$

Avec :

HLB<sub>c</sub> : HLB critique déterminé expérimentalement ;

HLB<sub>1</sub> : HLB du surfactif connu ;

Q<sub>1</sub> : quantité du surfactif de HLB connu ;

HLB<sub>2</sub> : HLB à calculer ;

Q<sub>2</sub> : quantité du surfactif dont le HLB est calculer ;

Q<sub>m</sub> : quantité de mélange des deux surfactifs.

## **2.4. Formulation d'une émulsion**

La formulation d'une émulsion comprend de nombreuses étapes préliminaires que nous devons respecter à la lettre afin de garantir sa stabilité.

Dans cette partie, nous allons d'abord citer les différents paramètres pouvant varier au cours de la formulation. Ensuite, nous allons procéder à la description des différentes étapes précédant la formulation.

### 2.4.1. Variables de formulation

#### 2.4.1.1. Variables physico-chimiques

Il s'agit de tous les paramètres physiques et chimiques comme la température, la pression, la nature des constituants, le type d'électrolytes et l'alcool.

#### 2.4.1.2. Variables de composition

Ce sont les variables extensives associées aux quantités et proportions en eau, en huile et en tensioactif.

#### 2.4.1.3. Variables mécaniques

Ce sont les variables associées au protocole d'émulsification comme l'ordre d'incorporation des composants, la géométrie du dispositif d'agitation, la vitesse d'agitation ou l'énergie mécanique fournie.

### 2.4.2. Etapes préliminaires

Avant de procéder à la formulation proprement dite, différentes étapes préliminaires, les unes liées aux autres, doivent être réalisées avec précision afin de minimiser au maximum les erreurs pouvant provoquer l'instabilité de la préparation.

#### 2.4.2.1. Choix du type d'émulsion

Existe deux types d'émulsions qui varient en fonction de la nature de la phase dispersée et celle de la phase dispersante : il s'agit des émulsions huile dans eau (H/E) et eau dans huile (E/H).

Cette première étape préliminaire consiste donc à choisir la nature de chacune des deux phases.

Ce choix dépend de nombreux paramètres mais il est surtout guidé par l'usage que nous allons faire de l'émulsion concernée. En effet, ces deux types de préparations n'auront pas le même comportement vis-à-vis de la peau.

#### 2.4.2.2. Choix du rapport phase interne-phase externe

Après avoir choisi la nature de chacune des deux phases de l'émulsion et donc le type de cette dernière, nous devons à présent déterminer la teneur de chacune de ces phases.

La détermination de ce rapport est surtout influencée par l'usage réservé à cette préparation. En effet, une émulsion aura un comportement physique différent selon la quantité en phase interne (dispersée) et celle en phase externe (dispersante).

Le choix des quantités est donc de nouveau guidé par l'utilisation à laquelle est destinée la préparation.

#### 2.4.2.3. Choix du tensioactif

Il existe quatre grands types de tensioactifs et ces derniers possèdent de nombreuses propriétés toutes différentes les unes des autres.

Le choix du tensioactif sera donc de nouveau dépendant de l'usage que nous allons faire de la préparation à formuler :

- Si nous recherchons une action détergente, nous privilégierons un tensioactif anionique, ce dernier étant connu pour sa forte propriété détergente.
- Si c'est l'action bactéricide qui est recherchée, un tensioactif cationique sera bien évidemment choisi pour ses propriétés bactéricides.
- Si nous voulons préparer une émulsion adoucissante, nous choisirons un tensioactif amphotère mais surtout un tensioactif non ionique puisque ce dernier est considéré comme le plus doux de tous.

Mise à part l'utilisation à laquelle est destinée l'émulsion à préparer, le choix du tensioactif se fait aussi en fonction de sa teneur en phase dispersée (phase interne) [67].

- Lorsque cette teneur est faible, un tensioactif ionique sera choisi. En effet, leur charge électrostatique située à l'interface permet de stabiliser l'ensemble du système.
- Lorsque cette teneur est élevée, nous choisirons un tensioactif non ionique, ce dernier permettant la formation d'un film interracial qui stabilisera le système.

Il est à noter que, d'une façon générale, nous n'utilisons pas un mais plutôt deux tensioactifs, l'un lipophile et l'autre hydrophile, afin de garantir une stabilisé maximale.

#### 2.4.2.4. Choix du protocole de formulation

Après avoir choisi le type de l'émulsion à préparer ainsi que les tensioactifs à utiliser, nous devons choisir la technique adaptée à cette préparation.

Elle dépend tout d'abord du nombre de tensioactifs à utiliser :

- Si nous n'utilisons qu'un seul tensioactif, il suffira de le dissoudre dans l'une des deux phases en fonction de sa polarité ;

- Si nous utilisons un couple de tensioactifs, le surfactif lipophile sera dissous dans la phase lipophile et le surfactif hydrophile est dissous dans la phase hydrophile.

Après cette dissolution du ou des tensioactifs dans leurs phases respectives, nous devons procéder à l'addition des deux phases entre elles selon un ordre bien précis. En effet, il existe une méthode permettant d'obtenir une émulsion très fine en apportant peu d'énergie mécanique au système : la méthode d'inversion des phases:

- Pour préparer une émulsion huile dans eau (H/E), nous devons additionner l'eau dans l'huile [68].
- Pour préparer une émulsion eau dans huile (E/H), nous devons additionner l'huile dans l'eau.

Outre la technique de dissolution des tensioactifs ainsi que l'ordre de l'addition des phases entre elles, nous devons aussi choisir la température à laquelle se fera la préparation :

- Lorsque les constituants sont à l'état liquide à température ambiante, nous devons chauffer à une température de 75°C.
- Lorsque certains composants sont à l'état solide à température ambiante, nous devons chauffer à une température supérieure de 10°C par rapport à celle du point de fusion le plus élevé des composants de l'émulsion.

Enfin, l'agitation doit se faire en fonction de l'état de la phase lipophile. Plus ce dernier est visqueux, plus l'agitation à fournir doit être élevée.

#### 2.4.2.5. Essais de sélection

Après avoir effectué minutieusement les étapes précédentes, nous devons maintenant réaliser des essais de sélection afin de choisir l'émulsion idéale.

##### 2.4.2.5.1. Examen macroscopique

C'est lui qui nous donne une première indication quant à la stabilité de la préparation.

Il existe différents aspects macroscopiques dépendant du diamètre des gouttelettes.

Cet examen constitue surtout un test d'élimination qui permet d'écarter les émulsions présentant une séparation de phases précoce ou une couleur différente de celle attendue.

##### 2.4.2.5.2. Examen microscopique

Parmi les techniques utilisées, nous trouvons la granulométrie par laser. A laide d'un microscope optique [69].

##### 2.4.2.5.3. Détermination du sens de l'émulsion [70]

###### •Méthode des colorants

Cette méthode consiste à tester la réaction de l'émulsion vis-à-vis de deux colorants : l'un à caractère hydrophile, par exemple le bleu de méthylène, l'autre à tendance lipophile comme le rouge Soudan.

###### •Méthode par dilution

Dans cette méthode, nous ajoutons une petite (1g) d'eau distillée à l'émulsion à tester.

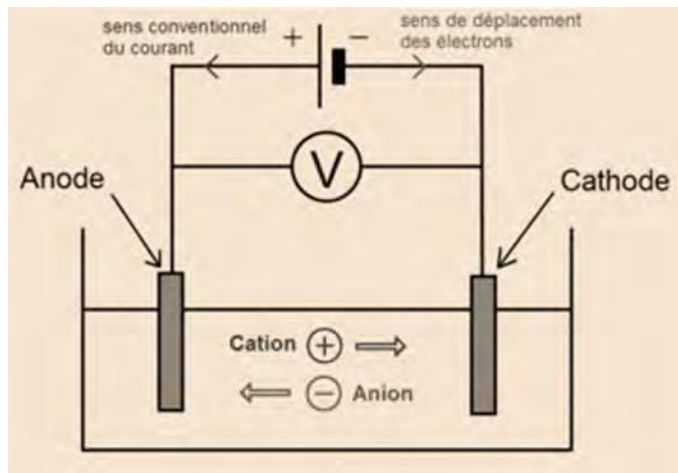
- Si l'émulsion reste homogène, l'émulsion est de type H/E.
- Si l'émulsion devient hétérogène, l'émulsion est de type E/H.

Une émulsion H/E peut être diluée avec l'eau, une émulsion E/H avec l'huile.

- Méthode par mesure conductimétrique

Une émulsion H/E est conductrice, sa phase externe huileuse étant aqueuse.

Les émulsions E/H, ayant une phase externe huileuse, sont donc à l'inverse des émulsions très peu conductrices.



**Figure 2.5 :** Détermination du sens d'une émulsion par conductimétrique

Après avoir étudié l'émulsion sur un plan macroscopique puis microscopique et après avoir déterminé son sens, nous devons mesurer sa viscosité.

Pour cela, nous devons apprécier son comportement rhéologique. Nous utilisons un viscosimètre comme par exemple un viscosimètre de type à chute de bille ou Höppler.



**Figure 2.6:** Viscosimètre à chute de bille (Höppler)

D'une manière très générale, la viscosité des émulsions dépend des paramètres suivants[71]:

- La fraction volumique de phase dispersée  $\Phi$  ;
- La taille des gouttelettes et la distribution de taille des gouttes ;
- La tension interfaciale eau/huile ;

- La viscosité de la phase continue et, à degré moindre, celle de la phase dispersée ;
- La rhéologie interfaciale.

#### 2.4.2.4.5. Contrôle de la stabilité

Pour effectuer ce contrôle, nous devons faire subir à l'émulsion à contrôler un vieillissement accéléré appelé encore dégradation forcée [72].

Pour cela, nous pouvons effectuer une centrifugation afin de tester la résistance de la préparation à des conditions extrêmes.

Mise à part cette centrifugation, nous pouvons aussi tester la résistance de ces émulsions en imposant des cycles de réchauffement/refroidissement répétés afin d'apprécier la réaction de ces préparations à des conditions thermiques variables.

### 2.5. Etude de l'instabilité des émulsions

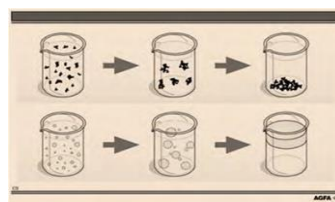
Une émulsion dite instable est une émulsion qui présente rapidement une séparation de phases [73].

#### 2.5.1. Types d'instabilités

- **La coalescence** : il s'agit de la fusion de 2 micelles qui se répète et conduit à la rupture définitive de l'émulsion par séparation des phases.
- **Le crémage et la sédimentation** : Il s'agit du rassemblement des micelles à la surface ou au fond selon que le liquide dispersé est plus lourd ou moins lourd que le liquide dispersant.

Lorsque la phase dispersée est plus dense que la phase dispersante, il y a sédimentation.

A l'inverse, il y a crémage lorsque la densité de la phase dispersée est inférieure à celle de la phase dispersante



**Figure 2.7** : Représentation des phénomènes de sédimentation (en HAUT) et de crémage (en BAS)

- **La floculation** : les micelles se rapprochent en paquet, phénomène souvent précurseur de la sédimentation ou du crémage, dû à l'adhésivité des gouttelettes.
- **L'inversion de phase** : Lorsque nous rajoutons une quantité importante d'huile dans l'eau, nous n'obtenons plus des micelles d'huile dans l'eau, mais des micelles d'eau dans l'huile.

Ainsi, une émulsion huile dans eau (H/E) se transforme en émulsion eau dans huile (E/H) et inversement.

- **Le mûrissement** : À l'issue de l'émulsification, la population de micelles n'est pas homogène en taille. Nous observons un flux de matière des petites vers les grosses gouttes, au travers de la phase continue. Les petites gouttes se vident au profit des plus grosses, la granulométrie se modifie, les micelles faible taille disparaissent. Ce phénomène n'est en général pas gênant.

### 2.5.2. Facteurs influençant la stabilité d'une émulsion

De nombreux paramètres jouent un rôle important dans la stabilité d'une émulsion :

- Le choix de l'émulsifiant.
- La quantité d'émulsifiant. Il existe une concentration optimale.
- La nature des phases, le choix des différents composants.
- Le rapport volumique des phases.
- Le mode opératoire, ce qui inclut le matériel utilisé (outil cisailant, pâles, sens et vitesse d'introduction des composants, etc).
- La température.
- Le ph.

### 2.5.3. Solutions pour résoudre les problèmes d'instabilité

Il existe quelques solutions pour remédier à ce problème d'instabilité des solutions :

En jouant sur la viscosité de l'émulsion (utilisation d'un gélifiant) ;

Par répulsion stérique, c'est-à-dire en dotant les gouttelettes d'une couronne de polymère amphiphile ou de particules solides (talc, nacre micronisée...) ;

En jouant sur la répulsion électrostatique en utilisant un tensioactif ionique ; En contrôlant l'élasticité en choisissant un tensioactif convenable.

Biodisponibilité orale de principes actifs faiblement absorbés et de masquer un éventuel goût désagréable.

**CHAPITRE 3**  
**MATERIELS ET METHODES**

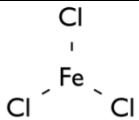
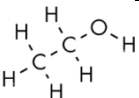
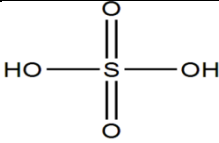
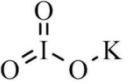
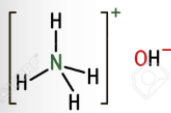
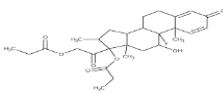


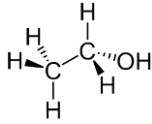
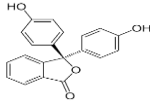
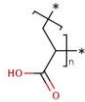
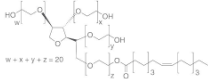
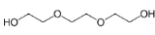
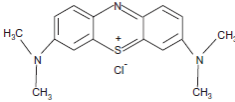
### 3.1. But de travail

La partie expérimentale a été effectuée au niveau de laboratoire de chimie Faculté de Science (pavillon 5), de l'Université Saad Dahleb Blida 1; pendant une durée de 3 mois de l'année universitaire 2024. Le travail consiste à étudier une émulsion anti inflammatoire à base d'un l'huile essentielle extrait de la plante « *Inulaviscosa L* » et « *Lavandula stoechas L* » En utilisant Hydro-distillation de type Clevenger et Entraînement à la vapeur.

### 3.2. Matériels et produits utilisés

**Tableau 3.1** : Matériels et produits utilisés et ses caractéristiques

Matériels	Produits Chimiques	Structures Chimiques	Caractérisations
Hydro-distillation (Clevenger)	Chlorure de fer		Sous forme de cristaux de couleur brun foncé
Entraînement à la vapeur	d'acétate de plomb	$Pb^{2+} [H_3C-C(=O)O^-]_2$	Sous forme d'un solide cristallisé blanc
Balance	Alcool éthylique		Liquide incolore volatil, miscible à l'eau
UV (rayonnement ultraviolet)	Solution Chlorhydrique	$H-Cl$	Transparent, très légèrement jaunâtre
Agitateur magnétique	Acide Sulfurique		Liquide hygroscopique, huileuse, incolore, inodore
Ultracentrifugeuse	iode de mercurate de potassium		Composé inorganique
Homogénéisateur Ultra-Turrax	Hydroxyde d'ammoniac		Solution très volatile, incolore
pH mètre	pierres ponce		non gélif et incombustible. Elle garantit une bonne résistance thermique et une
pycnomètre			
microscope optique			
Rhéomètre Anton par Modular Compact			

			bonne isolation phonique
éthanol 99%			Volatil et inflammable
Phénolphtaléine			indicateur coloré
Hydroxyde de potassium	$K-O-H$		agent séchant pour gaz, à la fois basique et rapide, mais de faible capacité.
Carbopol940			émulsifiant, stabilisant, de mise en suspension, épaississant et gélifiant.
Tween80			un tensioactif non ionique utilisé comme émulsifiant, agent dispersant, agent mouillant, un modificateur de viscosité, un stabilisant
Solution triéthylène			ajusteur de pH et épaississons les formules cosmétiques.
Bleu de méthylène			Colorant

### 3.3. Préparation de la matière végétale

Les feuilles de la plante d'*Inula voscosa* et *Lavandula stoechas* L ont été récoltés le mois de mars dans la région de Mouzaia willaya de Blida. Les feuilles doit passer par deux étapes avant de passer aux analyses biochimiques. Il s'agit du séchage, du broyage et de conservation.

#### ➤ Séchage

Après la récolte, les feuilles d'*Inulaviscosa* et *Lavandula stoechas* L, ont été lavées plusieurs fois, et séchées au niveau de laboratoire à l'abri loin de lumière, à une température ambiante pendant quelque jour.



(a).Feuilles fraîches

(b).Feuilles sèches

**Figure 3.1** : La plante d'inulaviscosa .

(a).Feuilles fraîche

(b).Feuilles sèches

**Figure 3.2:** La plante de Lavandulastoechas L.

➤ Broyage

Cette opération a été faite après le séchage des feuilles de deux plantes, les feuilles sont broyées en poudre fine pour les tests de screening et pour l'extraction des huiles essentielles.

➤ Conservation

La poudre végétale des deux plantes obtenue est conservée dans des boites fermés et stockés à l'abri de la lumière en attendant l'extraction.

### 3.4. Etude phyto-chimique (sreening chimique)

Ce test qualitatif a été conçu pour comprendre la composition des métabolites secondaires des feuilles d'*Inula viscosa* L et du *Lavandula stoechas* L en fonction des changements de couleur. Sur poudre ou infusion.

#### 3.4.1. Préparation de l'infusé

Mettre à infuser 20g de la poudre sèche dans 100ml d'eau distillée bouillante, pendant 15min l'extrait obtenu est filtré par papier filtre.

**-Les tanins**

La présence des tanins est mise en évidence en ajoutant à 1ml de l'infusé, 1ml d'eau distillée et 1 à 2 gouttes de solution de  $FeCl_3$  à 10%. L'apparition d'une coloration verte foncée ou bleu vert indique la présence des tanins.

**-Les saponosides**

À 2ml de l'infusé ajouter 3ml d'une solution d'acétate de plomb. L'aspect mousseux de la solution indique la présence des saponosides.

**- Les coumarines**

Faire bouillir à reflux 2g de poudre dans 20ml d'alcool éthylique pendant 15 min puis filtré. A 5ml du filtrat, sont rajoutées 10 gouttes de la solution alcoolique de KOH à 10% et quelques gouttes de HCL à 10%. La formation d'un trouble indique la présence des coumarines.

**- Les glucosides**

L'essai effectué consiste à ajouter quelques gouttes de  $H_2SO_4$  à 96% (acide sulfurique) à 2g de poudre végétale. La formation d'une coloration rouge brique qui vire vers le violet indique la présence des glucosides.

**- Les alcaloïdes**

Mettre 10g de poudre végétale dans 100ml d'eau distillée bouillante, couvrir d'un verre de montre, laisser reposer 15 minutes, puis filtrer avec du papier filtre, rincer le résidu avec un peu d'eau distillée chaude, et obtenir 10ml de filtrat. Injecter 5 ml dans l'éprouvette et ajouter environ 1 ml d'une solution de  $FeCl_3$  à 1% dans l'eau : en présence de tanins, verts (tanins catéchines) ou bleu foncé (gallo-tanins).

**- Les anthocyanines**

5ml de l'infusé sont mélangés avec 4ml d'hydroxyde d'ammoniac à 30%. L'apparition d'une coloration rouge indique la présence des anthocyanines.

**- Les flavonoïdes**

Introduire 10g de la poudre sèche dans 150ml de HCl à 37%, dilué à 1%. Laisser pendant 24h puis filtrer et procéder au test suivant : À 10ml du filtrat rajouter 5 ml de  $NH_4OH$  à 30%, le milieu est ainsi basique. Un test positif est révélé par l'apparition d'une coloration jaune dans la partie supérieure du tube à essai.

### 3.5. Extraction de l'huile essentielle

L'extraction de l'huile essentielle d'inulaviscosa et Lavandulastoechas ont été effectuées par deux méthodes d'extraction différentes. Hydrodistillation par Clevenger pour la plante d'inulaviscosa au niveau de laboratoire et Entraînement à la vapeur pour Lavandulastoechas à l'échelle industrielle.

#### - Méthode 1

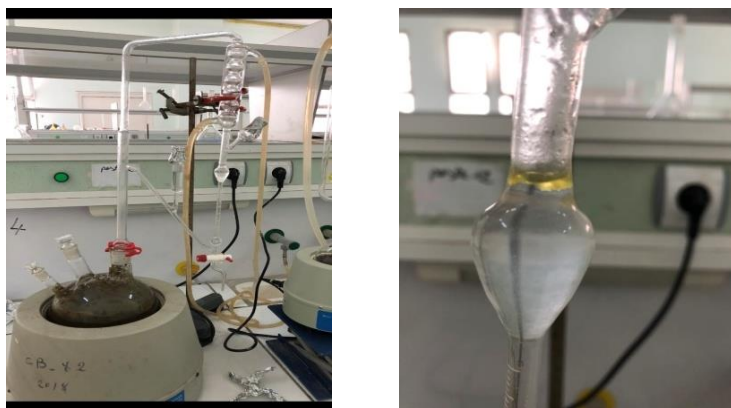
Les feuilles séchées d'inulaviscosa L est soumis à une hydrodistillation par Clevenger.

L'opération consiste à introduire 100 g de matière végétale sèche dans un ballon de 2000ml, muni d'un réfrigérant avec une quantité d'eau distillée correspondant à 2/3 du volume du ballon. Deux à trois pierres ponce pour homogénéiser la température.

L'ensemble est ensuite porté à l'ébullition à l'aide d'un chauffe ballon, une fois on atteint l'ébullition, les cellules éclatent et commencent à dégager leurs contenus en huiles essentielles, qui par la suite transportées avec la vapeur d'eau jusqu'au réfrigérant.

Les vapeurs chargées d'huile et qui traversent le réfrigérant, se condensent et chutent dans une ampoule à décanter.

L'eau et l'huile se séparent par différence de densité après trois heures de l'extraction.



**Figure 3.3 :** Montage hydrodistillation par Clevenger

#### - Méthode 2

Dans un alambic, On introduit maximum de masse (7500g) de matière végétale (Les feuilles de Lavandulastoechas), imprégné d'eau distillé (2/3 de capacité du alambic). L'ensemble est porté à ébullition, la vapeur étant emprisonné dans un circuit fermé, elle monte naturellement dans l'alambic jusqu'à son passage dans un système de refroidissement. La vapeur est donc condensée et fait sont retour à l'état liquide en étant gorgé des précieuses huiles essentielles.



**Figure 3.4 :** Montage d'entraînement à la vapeur.

- Décantation

L'huile essentielle est séparée de l'eau aromatique par décantation comme la montre figure suivant :



**Figure 3.5 :** La séparation de l'HE par décantation

Les huiles essentielles obtenus sont recueillies dans des bouteilles sombres ou dans les flacons en aluminium ou en verre teinté (brun, vert, ou bleu) et de les garder à l'abri de la lumière conservées au réfrigérateur à 4°C pour les préserver de la chaleur jusqu'à l'utilisation.

### 3.6. Détermination du rendement des deux procédés

Le rendement en huile essentielle ( $R_{HE}$ ), est défini par la norme [74], comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle extraite ( $M'$ ) et la masse de la matière végétale utilisée ( $M$ ). Elle peut être calculée selon la formule suivante :

$$R_{dHE} = \frac{M'}{M} \cdot 100 \quad (\text{Eq1.3})$$

Où :

- **Rd<sub>HE</sub>** : rendement en huile essentielle en (%).
- **M'** : masse de l'huile essentielle obtenue en gramme
- **M** : masse de la matière végétale utilisée en gramme

### 3.7. Caractérisation des huiles essentielles extraites

Les seules indications permettant d'évaluer la qualité d'une huile essentielle étaient les caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur, goût). Cependant, ces caractéristiques ne fournissent que des informations très limitées sur ces essences, ce qui nécessite l'utilisation d'autres techniques de caractérisations plus précises. Les normes établies définissent la qualité d'une huile essentielle et sa valeur commerciale en se basant sur les indices physicochimique [75].

Ces normes ont été déterminées par plusieurs organisations connues à l'échelle mondiale comme :

ISO : International Standard Organisation

AFNOR : Association Française de Normalisation

AOAC: Association of Official Agricultural Chemist.

Dans notre cas, nous avons déterminé les indices suivant la norme AFNOR.

#### 3.7.1. Caractères organoleptique

Les caractéristiques organoleptiques sont liées à l'aspect, la couleur et l'odeur d'une HE. L'objectif est d'utiliser les divers organes des sens, tels que les yeux pour observer à l'œil nu l'aspect et la couleur et le nez pour ressentir l'odeur [76].

#### 3.7.2. Caractéristiques physicochimique

##### 3.7.2.1. La densité

D'après la réglementation NFT75-JUIN1982 /ISO 279-1993 :

La densité est le rapport entre la masse d'un volume de l'huile essentielle et la masse du même volume d'eau distillé, à une température (20°C), son symbole est **d**.

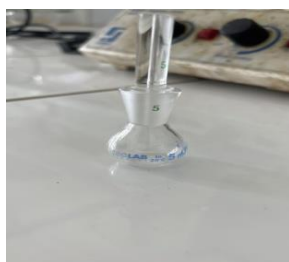
A l'aide d'un pycnomètre, on pèse deux volumes égaux d'eau distillé et de l'huile essentielle puis on calcule la densité, en appliquant la formule suivante :

$$d_{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (\text{Eq2.3})$$

**m<sub>0</sub>** : masse du pycnomètre vide en (g) ;

**m<sub>1</sub>** : La masse du pycnomètre remplie d'eau distillé en (g) ;

$m_2$  : La masse de pycnomètre rempli d'HE(g).



**Figure 3.6** : Pycnomètre

### 3.7.2.2. Le potentiel d'hydrogène (pH) [77].

Le PH, également connu sous le nom de potentiel d'hydrogène, évalue l'activité chimique des ions hydrogènes ( $H^+$ ) présents en solution. Le PH est généralement utilisé pour évaluer l'acidité ou la basicité d'une solution. Ce coefficient est utilisé pour déterminer si une solution est acide, basique ou neutre :

- ✓ Acide : si son PH est inférieur à 7 ;
- ✓ Neutre : s'il est égal à 7 ;
- ✓ Basique : s'il est supérieur à 7.

- **Méthode de mesure**

On mesure le PH à l'aide d'un PH-mètre.

### 3.7.2.3. Indice d'acide (IA)

L'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans un 1 g de l'huile essentielle[78]. Cet indice est déterminé selon les indications de la norme AFNOR, NF-T75-103.

- **Mode opératoire**
  - Dans un erlenmeyer on dissout 1g de l'Huile essentielle dans 5ml d'éthanol à 99%, On ajoute 2 gouttes d'indicateur coloré (la phénolphaléine).
  - La neutralisation est effectuée à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) 0,1M
  - Une fois la couleur rose apparaît, on arrête le titrage. On note le volume de KOH consommé

L'indice d'acide (IA) est donc donné par la formule :

$$IA = 56.1.V.C / m \text{ (Eq2.4)}$$

V : Volume de solution d'hydroxyde de potassium versée en ml.



m : Masse en g de la prise d'essai.

C : Concentration exacte de KOH (0,1) en mol/L.

### 3.8. L'évaluation de l'activité antimicrobienne

Le test d'activité antimicrobienne a été réalisé au niveau de laboratoire **PILAB** (laboratoire de contrôle qualité privé) à Blida.

L'évaluation de l'activité antimicrobienne sur l'huile essentielle de Lavandulastoechas a été faite sur souches bactériennes suivante.

- Germes aérobies à 30°C –UFC/ml
- Staphylococcus à coagulase +-UFC/ml
- Eschirichia coli – UFC/ml
- Pseudomonas aeruginosa – UFC/ml
- Moisissures – UFC/ml
- Candida albicans – UFC/ml

### 3.9. Formulation d'une émulsion anti inflammatoire à base d'une huile essentielle de Lavandula stoechas L.

#### 3.9.1. Matériels

**Tableau3.2:** Les quantités des produits

Produits	Quantités
Composition de la phase 1 : Phase aqueuse	
Carbopol 940	0,5g
Eau Distillé	60ml
Solution Triéthanolamine	2ml
Composition de la phase 2 : Phase huileuse	
Huile essentielle de Lavandulastoechas L	30g
Tween 80	1g

#### 3.9.2. Préparation de l'émulsion

Ce procédé de fabrication comporte deux étapes :

##### 3.9.2.1. Préparation de la phase aqueuse

- Disperser le carbopol dans 60 ml d'eau sous une forte homogénéisation (vitesse : 7) jusqu'à l'obtention d'une dispersion lisse sans agrégats.

- Mesure le PH de la dispersion obtenue.

- A l'aide d'une seringue ajouter, goutte à goutte, la solution de triéthanolamine sous une très faible agitation jusqu'à gélification du mélange.



**Figure 3.7:** Préparation de la phase aqueuse

### 3.9.2.2. Préparation de la phase huileuse

- Mélanger dans un autre bécher, sous agitation, l'huile essentielle de Lavandulastoechas L et le tween 80 pendant 5 mn.



**Figure 3.8:** Préparation de la phase huileuse

### 3.9.2.3. Etape d'émulsification

- Verser la solution huileuse sur le gel de carbopol sous une faible homogénéisation pendant 20 mn.



**Figure 3.9:** Etape d'émulsification

### 3.9.3. Les paramètres physicochimiques de l'émulsion

Les émulsions se distinguent par leur pH, leur stabilité, l'activité antimicrobienne, l'activité anti –inflammatoire.

#### 3.9.3.1. Analyse organoleptique

L'observation de la couleur, l'aspect, et l'odeur de l'émulsion.

#### 3.9.3.2. Homogénéité

Nous avons vérifié l'homogénéité de l'émulsion, en étalant en couche mince sur une surface plane à l'aide d'une spatule. La répartition régulière ou non de l'extrait dans les excipients a été notée.

#### 3.9.3.3. Type d'émulsion

Nous ajoutons à une goutte de l'émulsion un colorant hydrosoluble « Bleu de méthylène », Si l'émulsion est de type H/L (la phase hydrophile est dispersée dans la phase lipophile) la coloration se propage dans l'émulsion.

#### 3.9.3.4. Essais de stabilité

Les études de stabilité ont été fait par deux testes :

1 –Essai à la centrifugation : Une masse de 10 g de émulsion est introduite dans un tube approprié à L'ultracentrifugeuse (SIGMA 3-30K). Elle est soumise à une centrifugation pendant 20 minutes à 4000 tr/min.

2 –Essai aux températures extrêmes (4°C et 40°C) : Cette étude se fait de même manière de centrifugation mais en plaçant chaque tube à une température différente puis en examinant après 48 h.

Les deux études sont fait par rapport les variables ou paramètres examinés étaient notamment les caractères organoleptiques ( consistance , couleur , odeur , aspect ) de la

préparation , l'apparition ou non des phénomènes de crémage et de sédimentation , de séparation de phase , l'homogénéité et enfin la viscosité de la préparation .

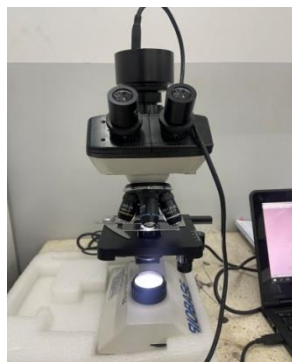
### 3.9.3.5. Mesure de pH

La lecture de la valeur du pH pour l'émulsion a été effectuée, après avoir étalonné le dispositif et nettoyé avec de l'eau distillée.

### 3.9.3.6. Microscope optique

L'examen microscopique se fait au niveau de laboratoire LAFPC. Cet essai effectué pour identifier les systèmes obtenus. Il constitue un excellent moyen pour suivre la stabilité de ces systèmes lors du vieillissement. Il permet de déterminer la taille, la forme et la répartition des particules de principes actifs ou de globules d'une émulsion.

La taille des gouttelettes d'huile dispersées dans la phase aqueuse a été déterminée à l'aide d'un microscope optique équipé d'une caméra digitale. Une goutte d'émulsion (ni diluée, ni colorée) est déposée entre lame et lamelle, l'examen est fait immédiatement.



**Figure 3.10** : Microscope optique

### 3.9.3.7. Etude rhéologique de l'émulsion

L'analyse rhéologique a été effectuée sur un rhéomètre à contrainte et à déformation imposée de marque MCR302 Anton PaarPhysica. La géométrie utilisée de type plan-plan avec  $\varnothing = 1\text{mm}$ . Les résultats expérimentaux sont traités par un logiciel Rheoplus US200. Le courbe d'écoulement a été obtenu mesure de la contrainte de cisaillement en faisant varier la vitesse de cisaillement de  $10^{-4}$  à  $1000\text{ s}^{-1}$  à  $20^{\circ}\text{C}$ . Cette courbe est exprimée en terme de viscosité de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement.

### 3.9.3.8. Test de viscoélasticité en déformation oscillatoire

Le test de viscoélasticité en déformation permet d'évaluer la rigidité de l'émulsion formulée, de déterminer leur propriété mécanique qui se déclinent par le module élastique (ou de conservation)  $G'$  et le module visqueuse (de perte)  $G''$ , en appliquant une rampe de

déformation oscillatoire allant de 0,01 à 1000% à une fréquence de 1Hz et à UNE température de 20°C.

#### 3.9.4. L'évaluation de l'activité antimicrobienne

L'évaluation d'activité antimicrobienne de notre émulsion se fait par les souches bactériennes suivant :

- Germe aérobies à 30°C - UFC/g
- Staphylococcus à coagulase +-UFC/g
- Eschirichia coli -UFC/g
- Pseudomonas aeruginosa –UFC/g
- Moisissures-UFC/g
- Levures-UFC/g
- Candida albicans-UFC/g

**CHAPITRE 4**  
**RÉSULTATS ET DISCUSSION**

Dans ce chapitre, on présente les principaux résultats expérimentaux obtenus lors de l'étude de différentes méthodes d'extraction d'Inule viscosa L et Lavandulastoechas L. Deux méthodes d'extraction ont été testées et les huiles ont été analysées par plusieurs techniques de caractérisation. Les résultats sont discutés.

Une émulsion anti inflammatoire a également été préparée en vue de son activité biologique qui a été analysée.

#### 4.1. Le screening chimique

Les résultats des testes photochimiques effectuées sur les feuilles d'Inulaviscosa et Lavandulastoechas sont regroupés dans le tableau (4.1) :

**Tableau 4.1** : Différents regroupements chimique retrouvé dans les feuilles d'Inula viscosa et Lavandula stoechas L.

Substances testées	Réaction d'Inulaviscosa	Réaction de Lavandulastoechas
Les tanins	+	+
Les saponosides	+	+
Les coumarines	+	+
Les flavonoïdes	+	+
Les glucosides	-	+
Les alcaloïdes	-	-
Les anthocyanines	-	+

**(-) : absence      (+) : présence**

- Le tableau 4.1, nous permet de constater que les feuilles d'Inulaviscosa renferment les tanins, les saponosides, les coumarines et les flavonoïdes avec absence des alcaloïdes, des glucosides, et des anthocyanines.

Nos résultats d'Inulaviscosa concordent avec ceux obtenus par [79][21], qui indiquent la présence des flavonoïdes, des tanins, des saponosides, des coumarines, en plus d'une vingtaine de molécules sesquiterpéniques et des terpéniques

-Pour les feuilles de Lavandulastoechas renferment aussi les tanins, les saponosides, les coumarines et les flavonoïdes, les glucosides et l'absence des alcaloïdes

Ces résultats aussi sont en accord pour la plupart des substances par [80]. Ayant travaillé sur L.stoechas cultivée en Maroc. En effet, ces auteurs signalent la présence de flavonoïdes, des tanins, des saponosides, d'anthocyanines, et l'absence d'alcaloïdes. Ceci

explique par l'influence du milieu sur la composition en substances bioactives produites par lavande. Elle tient compte aussi la saison de récolte et la partie utilisée.

## 4.2. Rendement

Les rendements en huiles essentielles des plantes étudiées sont regroupés dans le tableau.

**Tableau 4.2 :** Rendement d'huile essentielle d'Inule visqueuse.

Extraction	Masse de plante (g)	Masse HE (g)	Rendement (%)
Hydrodistillation par clevenger	1000	0,1	0,01

Le rendement obtenu lors de l'extraction de l'huile essentielle de l'inule visqueuse par hydrodistillation (Clevenger) à partir des feuilles est (0,01%). Ce résultat est très faible comparativement à celle rapporté par [81][82] qui notent de rendement de 0,148%.

Cette différence est due à plusieurs facteurs : l'origine géographique, les facteurs écologiques notamment climatiques (la température et l'humidité), l'origine végétale, le stade de développement, la période de cueillette, la conservation de la matière végétale et la méthode d'extraction. [12][83][84]

**Tableau 4.3:** Rendement d'huile essentielle de Lavandula stoechas L

Extraction	Masse de plante (g)	Masse d'HE (g)	Rendement %
Entraînement à la vapeur	7500	30	0,4

Les feuilles de Lavandulastoechas L est fourni un rendement en huile essentielle d'environ 0,4 % par entraînement à la vapeur.

Ce taux est légèrement supérieur à celui trouvé par l'Inule visqueuse.

Pour cette raison ne peuvent pas terminés l'étape suivante (formulation) avec l'huile essentielle d'inule visqueuse à cause de très faible rendement.

## 4.3. Caractère organoleptique

Les caractères organoleptiques sont indispensable pour avoir caractériser les HEs , à savoir principalement leur aspect , leur couleur et leurs odeur . Il s'agit d'utiliser les organes de sens humains, notamment pour notre l'huile sont représentés dans le tableau suivant :



**Tableau 4.4** : Les paramètres organoleptiques de l'huile essentielle d'inule visqueuse.

Caractère	Aspect	Couleur	Odeur
Echantillon étudié	Liquide, visqueuse	Jaune Claire	Odeur végétale très forte

**Tableau 4.5**: Les paramètres organoleptiques de l'huile essentielle de Lavandulastoechas L.

Caractère	Aspect	Couleur	Odeur
Echantillon étudié	Liquide, limpide, visqueuse	Jaune foncé	Très forte et persistance
[85]	Liquide, mobile, limpide	Jaune foncé	Très forte et persistance
[74]	Liquide, mobile, limpide	Jaune pâle	Caractéristique

L'analyse des résultats présents dans le tableau montre que l'HE extraite dans notre étude est conforme à la norme [85].

#### 4.4. Caractérisation physico-chimique d'HE

Les huiles essentielles sont caractérisées par leurs propriétés physiques (pH, densité, ...) ainsi que par leurs propriétés chimiques (essentiellement l'indice d'acide). Les résultats des analyses physico-chimiques de l'HE d'inule visqueuse et de Lavandulastoechas L sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 4.6**: caractéristiques physico-chimiques de l'HE de Inule visqueuse et Lavandulastoechas L.

Caractère	Inule visqueuse	Lavandulastoechas L
Densité	0,803	0,948
pH	7,16	4,97
IA	12,34	16,27

##### 4.4.1. Densité

La densité d'une HE constitue un caractère très important pour évaluer la qualité d'une huile essentielle dans différents domaines (pharmacie, cosmétique, chimique, ...etc). Elle peut facilement donner un aperçu sur la naturalité du produit. Ces résultats sont en accord avec [86] qui mentionnent que les HEs sont plus ou moins colorées et leurs densité est en général inférieure à celle de l'eau.

##### 4.4.2. pH

La mesure de pH de l'HE d'Inulaviscosa extraite a donné une valeur de 7,16 qui quasiment la même que celle rapportée en norme d'ISO 709:2001.

Pour *Lavandula stoechas* L, le pH = 4,97. Ce qui signifie que le pH est acide, donc on peut conclure que cette huile a un bon caractère stabilisateur contre les microorganismes.

Ces propriétés sont très importantes car elles caractérisent la pureté et la qualité des huiles essentielles.

#### 4.4.3. Indice d'acide

La détermination de l'indice d'acide indique la susceptibilité de l'huile à subir les altérations, notamment l'oxydation, et il caractérise la pureté et la stabilité de ces huiles. De plus, plus la valeur d'indice d'acide est grande, plus la teneur en acides libres est importante [87]

D'après le tableau l'indice d'acide de l'HE d'inule visqueuse est marqué une valeur de 12,34. Cette valeur est inférieure à celle mentionnée par [15].

L'HE de *Lavandula stoechas* L a un indice d'acide élevé 16,26 par rapport au Inule visqueuse.

Ces résultats démontrent la présence d'acide libre dans 1g de la matière végétale, indiquant une bonne conservation de l'HE

### **4.5. Activité antimicrobienne**

**Tableau 4.7 :** Résultat de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle de *Lavandula stoechas*

<b>Paramètres recherchés</b>	<b>E1</b>	<b>m</b>	<b>M</b>
Germes aérobie à 30°C-UFC/ml	INF 100	1000/1(ml/g)	2000/1(ml/g)
<i>Staphylococcus</i> à coagulase +-UFC/ml	ABS	Absence/1(ml/g)	Absence/1(ml/g)
<i>E. coli</i> - UFC/ml	ABS	Absence/1(ml/g)	Absence/1(ml/g)
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> -UFC/ml	ABS	Absence	Absence
Moisissures - UFC/ml	INF 10	<100/1(ml/g)	<100/1(ml/g)
<i>Candida albicans</i> -UFC/ml	ABS	Absence	Absence

On se base sur les résultats des normes résumés dans ce tableau (4.7), concernant les bactéries gram négative (-), on observe que germes aérobies est inférieure à 100 ml/g et l'absence de Staphylococcus et Escherichia coli, Pseudomonas aeruginosa et candida albicans, et pour les gram positives(+) on remarque l'absence de Staphylococcus.

Ses résultats sont en accord avec les normes.

## **4.6. Formulation d'une émulsion anti inflammatoire à base d'une huile essentielle de Lavandula Stoechas L.**

### 4.6.1. Les paramètres physicochimiques de l'émulsion



#### 4.6.1.1. Analyse organoleptique

L'émulsion préparée possède une consistance molle, avec une très bonne homogénéité. (Tableau 4.8)

#### 4.6.1. 2. Homogénéité

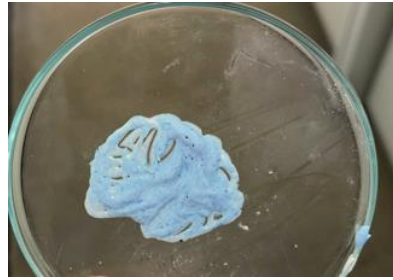
L'homogénéité de l'émulsion a été vérifiée par l'étalement d'une couche mince sur une surface plane à l'aide d'une spatule. La distribution uniforme de notre émulsion est observée (voir le Tableau 4.8)

**Tableau 4.8** : Propriété organoleptique de l'émulsion préparée.

<b>Emulsion</b>	<b>Résultats des tests</b>		
Emulsion à base de l'huile essentielle de Lavandulastoechas L	<b>Couleur et odeur</b>	<b>Homogénéité</b>	<b>Consistance</b>
	Blanche L'odeur très forte		

#### 4.6.1. 3. Type d'émulsion

L'examen de type d'émulsion montre que l'émulsion préparée est de nature hydrophile (H/E) car la coloration se propage par tout. Dans ce cas la phase externe est la phase aqueuse.



**Figure 4.1** : photo montre le sens d'émulsion

#### 4.6.1.4. Essais de stabilité




1- L'essai de stabilité à la centrifugation montre que l'émulsion ne présente pas séparation de phase c.à.d. notre émulsion est stable. (Tableau 4.9)

2- Test de stabilité aux températures extrêmes :

D'après le tableau on observe que notre émulsion à la température 4°C reste stable à l'aspect visuel.

Par contre à la température 40°C est plus liquide. Ce qui indique l'instabilité potentiel de l'émulsion.

**Tableau 4.9** : Essais de stabilité.

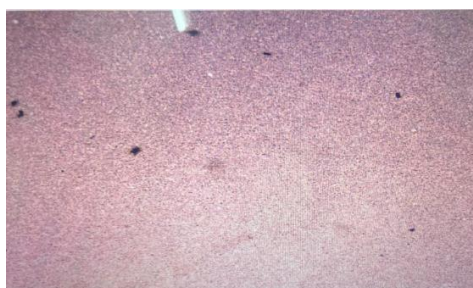
Essai à la centrifugation	Température 4°C	Température 40°C
		

#### 4.6.1.5. pH de l'émulsion

Le pH d'émulsion obtenue est de 5. Ce chiffre est proche du pH cutané (pH= 5,5). Le pH standard varie entre 5 et 7 [88]. Donc la formulation de l'émulsion à base de l'huile essentielle de Lavandulastoechas L peut être destinée à l'usage thérapeutique.

#### 4.6.1.6. Examen microscopique

L'émulsion formulée a été examinée à l'aide d'un microscope optique avec un grossissement de 100 fois. On observe bien la phase grasse parfaitement dispersée sous forme de gouttelettes dans la phase aqueuse continue avec une taille homogène, ce que indique que le système est mono dispersé.

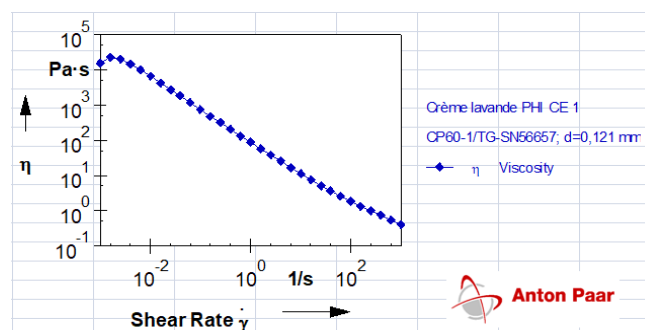


**Figure 4.2 :** Photo au microscope optique de l'émulsion.

#### 4.6.1.7. Test rhéologique

La figure (4.3) montre une courbe typique de courbe d'écoulement de l'émulsion formulée. Cette courbe exprime la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.

On observe un premier domaine qui traduit le premier plateau newtonien (viscosité  $\eta$  constante en fonction de la vitesse de cisaillement), une deuxième région typique d'un système Rhéofluidifiant (la diminution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement).



**Figure 4 .3:** Rhéogramme de la viscosité en fonction de vitesse de cisaillement

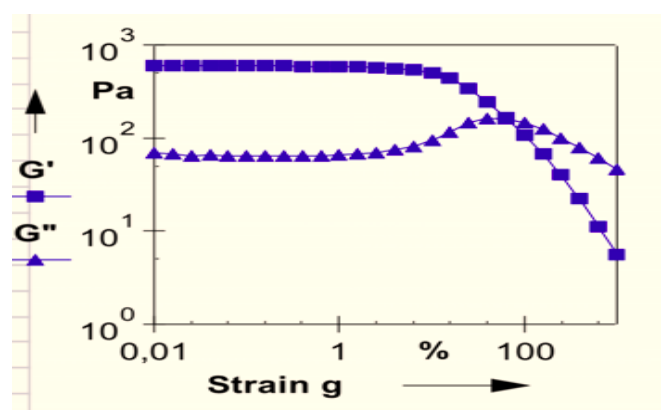
#### 4.6.1.8. Comportement viscoélastique de l'émulsion

L'étude des propriétés viscoélastique dans émulsion est essentielle pour comprendre la relation entre les microstructures et les propriétés rhéologiques. Examiner leur comportement aux amplitudes plus élevées est nécessaire pour déterminer leurs propriétés lorsqu'elles sont soumises à des déformations plus intenses et fournit notamment des informations quant à leurs différences structurelles.

La figure (4.4) illustre l'évolution typique des deux modules  $G'$  et  $G''$ , d'une émulsion du plan d'expérience, en fonction de la déformation. Dans le premier domaine, on remarque que  $G' > G''$ . Donc l'émulsion exhibe le comportement d'un solide viscoélastique.

Dans la deuxième région,  $G'$  commence à diminuer pour intercepter  $G''$  au point ( $G'=G''$ ). Au-delà de ce point,  $G''$  devient supérieure à  $G'$ . En conséquence, le comportement viscoélastique cède la place au comportement d'un liquide à déformation plastique qui n'est récupérable que partiellement.

Les valeurs des trois paramètres rhéologiques  $G'$ ,  $G''$  sont présentés en Annexe 3.



**Figure 4.4 :** Variation des deux modules de conservation  $G'$  et de perte  $G''$  typique de l'émulsion en fonction de la déformation.  $T=20^{\circ}\text{C}$

#### 4.6.2. Evaluation de l'activité antimicrobienne

**Tableau 4.10:** Résultats de l'activité antimicrobienne de l'émulsion

Paramètres recherchés	E1	M	M
Germes aérobies à 30 °C-UFC/g	INF 100	1000/1 ( ml/g)	2000/1(ml/g)
Staphylococcus coagulase +-UFC/g	ABS	Absence/1(ml/g)	Absence/1(ml/g)

Escherichia coli- UFC/g	ABS	Absence/1(ml/g)	Absence/1(ml/g)
Pseudomonas aeruginosa – UFC/g	ABS	Absence	Absence
Levures – UFC/g	INF 10	< 100/1(ml/g)	< 100/1(ml/g)
Moisissures –UFC/g	INF 10	< 100/1(ml/g)	< 100/1(ml/g)
Candida albicans – UFC/g	INF 10	Absence	Absence

D'après le tableau (4.9) on remarque que les bactéries de gram négatives : Germes aérobies est inférieurs à 100 ml/g et les levures et moisissures et candida albicans sont inférieur de 10ml/g et l'absence de Escherichia coli et pseudomonasaeruginosa par contre les bactéries de gram positive c'est staphylococcus à coagulase est absente

Donc ses résultats sont conformes car ils sont accord avec les normes.

## **CONCLUSION GENERALE**



Les plantes ont toujours été, et restent à ce jour, une source importante de traitement en raison de leurs propriétés thérapeutiques. Les huiles essentielles extraites de ces plantes occupent ainsi une place importante dans la recherche scientifique à cause de leurs activités biologiques.

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à l'extraction d'une huile essentielle et à l'étude de son application dans le domaine pharmaceutique. Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à la valorisation de deux plantes à savoir Inule viscosa et Lavandulastoechas. Elles sont connues pour leurs propriétés médicinales et biologiques.

L'objectif de notre travail est d'étudier dans un premier temps l'effet anti inflammatoire et anti microbienne des huiles essentielles d'Inulaviscosa et de lavandulastoechas et dans une seconde partie étudier l'effet thérapeutique de ces huiles en préparant une émulsion bio pour un usage externe.

La première partie du travail consistait en l'extraction des huiles essentielles d'Inule viscosa et de lavandulastoechas par deux méthodes d'extraction qui sont l'hydrodistillation par Clevenger et Entraînement à la vapeur. Ces deux méthodes sont des méthodes simples et qui ne nécessitent pas l'utilisation de solvants organiques ce qui assure la pureté de nos huiles.

Les huiles extraites ont fait l'objet d'une caractérisation des différentes propriétés : organoleptiques (couleur et odeur), physico-chimiques (rendement, mesure de pH, densité, indice d'acide).

Un test biologique (test antimicrobienne) a également été réalisé.

Une deuxième partie a porté sur l'étude de l'effet thérapeutique de nos huiles et la préparation d'une émulsion anti-inflammatoire.

Les résultats expérimentaux ont abouti aux conclusions suivantes:

- L'extraction de l'huile essentielle des feuilles d'Inule viscosa a donné un très petit rendement en huile essentielle de 0,01 % alors que pour Lavandulastoechas le rendement est de 0,4 %. Ces résultats sont pas satisfaisants par rapport la plante de lavande. Cette considération peut être due aux conditions de récolte, au climat ou à la nature de plante.
- Les caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques des huiles extraites étaient conformes à la norme [85] prouvant la bonne qualité et la pureté de nos huiles.
- L'examen macroscopique de l'émulsion obtenu est à une distribution homogène de la taille des gouttelettes, l'essai à la centrifugation confirme que l'émulsion ne présente pas de séparation de phase ce qui exprime que l'émulsion est stable, l'essai de stabilité aux températures extrêmes 4°C reste stable par contre à la température 40°C est liquide, ce qui indique l'instabilité potentiel de l'émulsion.

- L'examen de sens d'émulsion par bleu de méthylène est de type H/E.
- Le pH d'émulsion obtenue est de 5, proche du pH cutané, donc la formulation de l'émulsion à base HE de Lavandulastoechas peut être destinée à l'usage thérapeutique.
- L'étude rhéologique d'une émulsion a permis d'évaluer les facteurs qui sont susceptibles d'avoir un rôle sur la formule et de connaître avec précision l'importance de chaque constituant sur la formule proposée.
- Les tests microbiologiques effectués sur l'huile essentielle de Lavandulastoechas L et l'émulsion sont conformes à les normes ce qui indique que notre l'huile essentielle de et l'émulsion sont de qualités satisfaisantes.

Il serait intéressant, pour la continuité de ce travail de :

- Procéder à l'extraction de l'huile essentielle par d'autres techniques pour avoir la méthode optimale qui donne le meilleur rendement en l'huile essentielle.
- Réaliser des tests antimicrobiens sur une large gamme de microorganismes
- Evaluer d'autres d'activités comme : antioxydant, antidiabétique, antispasmodique ...

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] **DUFAUT, CH., VERONIQUE L.(2001).**Encyclopédie des plantes médicinales, Larousse, VUEF édition.
- [2] **A.BELOUD, (1998).** Plantes médicinales d'Algérie, OPU, Alger.
- [3] **J.P. LAFON, C. THARAUD – PRAYER (1988).** Biologie des plantes cultivées. Tome organisation, Physiologie de la nutrition, Editions Tec & Doc Lavoisier, p. 240, Paris.
- [4] **FIGUIER,L.(2011).**Histoire des plantes. Histoire Des Plantes.
- [5] **BOUZID ,D. (2012).** Evaluation de l'activité biologique de l'huile essentielle d'une plante endémique Hélichrysumitalicum (Roth) G. DON Soutenu. thèse de Doctorat .Université Ferhat Abbas Sétif. 130.
- [6] **BAHRUN T. (1997).** Substances naturelles activités: La flore mauricienne, une source d'approvisionnement potentielle. Ed. AMAS. Food and Agricultural Research Council, Réduit, Mauritius; 83-94.
- [7] **KRIEF S, (2003).** Métabolites secondaires des plantes et comportement animal, thèse doctorat, muséum national d'histoire naturelle .32P
- [8] **GAUDDEN H., DEUROY, J.F., et OZENDA P, (1982).** Précis de botanique II « les végétaux supérieurs », Ed. Masson., p (215-408).
- [9] **ChAOU S, (2017).** Caractérisation phytochimique de la partie aérienne de la plante médicinale *Inulaviscosa* L. (Asteraceae) de la région de Djinet (Boumerdés). Mémoire de Master en Biochimie Appliquée. Université de Boumerdés., p (3-6).
- [10] **GUIGNARD J.L, (1994).** Abrégé botanique. 9 ème édition Masson, Paris., p (204)
- [11] **QUEZEL, P., SANTA, S. (1962-1963).** Nouvelle Flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Ed .CNRS- Paris France; 1-2
- [12] **FOURNIER, P. (1947)** .Livre des plantes médicinales et vénéneuses de France. Ed. LE Chevalier. Tome 1, pp. 176-178.
- [13] **BAKKARA F.A.,BENHAMMOU N., et PANOVASKA T.K, (2008).** Biological activities of the essential oil and ethanolic extract of *Inulaviscosa* from the Tlemcen region of Algeria. *advances in food sciences*, 29 (3)., p (3-139).
- [14] **BENSEGUENI TOUNSI L, (2001).**Etude in vitro de l'effet antibactérien et antifongique de *Inulaviscosa*-*Lawsoniainermis*- *Asphodelusmicrocarpus*- *Aloevera*-*Juniperusoxycedrus*. Mémoire de Master en Médecine Vétérinaire. Université de Constantine., p (110).

- [15] **BOUMAZA D, (2011)**. Séparation et caractérisation chimique de quelques biomolécules actives de deux plantes médicinales: Inule visqueuse, Rosmarin us officinalis de la région d'Oran. Mémoire de Master en Chimie. Université d'Oran., p (44).
- [16] **CICCARELI D., GARBARI F., PAGINIA (2007)**. Glandular hairs of the ovary: a helpful character for Asteroideae (Asteraceae) taxonomy. Bot. Fennici44: 1-7.
- [17] **MANEL, A. I. D. E. L., & MERBOUHA, H. A. S. N. I. O. U. (2021)**. Etude des propriétés antioxydantes et antimicrobiennes des extraits de *Dittrichia viscosa* et de *Juniperus oxycedrus* (Doctoral dissertation). Medicinal and Aromatic Plants 344.
- [18] **BONNIER G. (1990)** La grandeflore .Ed Belin : 517 .565. 568
- [19] **HALIMI A. (1997)**. Les plantes médicinales en Algérie, Beraki, 300 p.
- [20] **PAROLIN P., SCOTTA M.1., et BRESH C, (2014)**. Biology of *Dittrichia viscosa* a Mediterranean ruderal plant. International Journal of experimental Botany, 83., p (251-261).
- [21] **BENAYACHE S., BENAYACHE F., DENDOUGHI .H., et JAY M, (1991)**. Les flavonoïdes d'*Inula viscosa* L. Plantes médicinales et phytothérapie. Tome 25, N° 4., p (170-176).
- [22] **AMEUR N., AMMARA N., et HAMMACHE Y, (2016)**. Etude des propriétés antimicrobiennes des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba* et de Rosmarin us officinalis. Mémoire de Master en Analyse et Contrôle de la Qualité des Denrées Alimentaires. Université de Bordj Bou Arreridj., p (7-9).
- [23] **ATIKA, T., & LAMIA, A. W. A. (2019)**. Etude et caractérisation phytochimique de la plante médicinale *Inula viscosa*.
- [24] **N.ZEGHAD (2009)**, Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et évaluation de leur activité antibactérienne", Mémoire magister, Université Constantine
- [25] **DENDOUGHI.H. (1989)**, Thèse de magister, Université de Constantine, plant. Med. phytother ,1991.25 (4) ,170-176.
- [26] **BICHA, S. (2003)**. Etude de l'effet de la pollution du sol par les métaux lourds sur L'accumulation des métabolites secondaires de l'exsudat chloroforme d'*Inula viscosa* (compositae). Thèse de magister, Université de Constantine
- [27] **SIMIN, N., ORCIC, D., CETOJVIC-SIMIN, D., MIMICA-DUKIC, N., ANACHOV, G., BEARA, I., MITIC-CULAFIC. and BOZIN, B. (2013)**. Phenolic profile, antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic activities of small yellow onion (*Allium flavum* L. subsp. *flavum*, Alliaceae. ). Food Science and Technology 54: 139-146.

- [28] **BELLOM Z., (2007)**. Etude phytochimique des plantes médicinales .Inulacrithmoides L Algériennes, cas de l'espèce. Mémoire de magister.
- [29] **TEBAKH C., IMERZOUKENE F. (2012)** . Synthèse et caractérisation de quelques molécules anticoagulantes dérivés de la coumarine. Mém de master: Chimie Pharmaceutique: Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- [30] **DOB,T.,BERRAMDANE,T. CHELGOUM,C.(2005)** .Chemical composition of essential oil of Pinushalepensis Miller growing in Algeria.ComptesRendusChimie ,Vol 8,Pages 1939-1945.doi.org/10.1016/j.crci.2005.05.007.
- [31] **SUSPLUGAS, C., BALANSAR, G ., JULIEN , J . (1980)**. Evidence of anthelmintic action of aerial part fromInulaviscosaAit. Herba Hung., 19: 19–33
- [32] **MANEZ, S. RECIO, M ., GIL, I., GOMEZ,, C., GINER, R.,WAREMNEMN , P. (1999)** .Aglycosyl
- [33] **ZEGHWAGH, N., OUAHIDI, M ., LEMHADRI, A., EDDOKUS, M. (2006)**.Study of hypoglycaemic and hypolipidemic effects of Inulaviscosa L. aqueous extract in normal and diabetic rats. J. Ethnopharmacol. 108: 223-227. 6.
- [34] **CAVANAGH,H. M. A., & WILKINSON ,J .M (2002)** . Biological activities of lavender essential oil .Phytotherapy Research, 16(4),301-308..
- [35] **ROZENBALT, S., GROSMEN , S., BERGMAN, M., GOTTLIB, H., COHEN, Y., DOVRAT, S. (2008)**. Induction of G2/M arrest and apoptosis by sesquiterpene lactones in human melanoma cell lines. BiochemicalPharmacology.75:369–82. 29.
- [36] **RAMLI, B. (2013)**. Extraction des flavonoïdes de la plante Inulaviscosa de la région d'oran et mise en évidence de l'activité microbienne. Mémoire de master en chimie. universitéd'oran., p (32).
- [37] **SASSI, A., SKHIRI, F., BOURGOUGNON, N., AOUNI, M. (2008)**. Antiviral activity of some tunisian medicinal plants against herpes simplex virus type 1. Natural productresearch;22: 53-65.Mostaganem.189p
- [38] **MOHAMMEDIZ.(2012)** pouvoir antifongique et antioxydant de l'huile essentielle de Lavandulastoechad L. Nature & Technologie. N06, 34-39.
- [39] **GALOUL, A., & TOUHARIA, M.(2018)** .Dosage des antioxydants et l'évaluation de l'activité antioxydante du pollen .mémoire de Master . UniversitéA . MIRA – Bejaia . 70
- [40] **MOHD AFTAB S.,(2016)** .Mohd, K., Juber A., H H Siddiqui., Badruddeen., Usama A., Farogh A., Mohd

- [41] **BENABDELKADER, T.(2012)**. Biodiversité ,bioactivité et biosynthèse des composés terpéniques volatils des lavandes ailées , lavandulastoechas sensu lato, un complexe d'espèces méditerranéennes d'intérêt pharmacologique . Thèse de Doctorat en Science , Filière de Biologie . Université Jean Monnet – Saint – Etienne ( France) en co- tutelle avec l'Ecole normal supérieure de Kouba (Alger, Algérie).
- [42] **UPSONT et ANDERW S. (2004)**. The genus Lavandula. Portland and Oregon, USA. TimberPress, p 442.
- [43] **BELLAKHDER, J ,. (1997)**. La pharmacopée marocaine traditionnelle. Médecine arabe ancienne et savoirs populaire .IBISPess. 318 P.
- [44] **CAVANAGH ,H. M. A., & WILKINSON ,J .M (2002)** . Biological activities of lavender essential oil .Phytotherapy Research, 16(4),301-308..
- [45] **SHIN, B. C.,& LEE , M. S. (2007)** . Effects of aromatherapy acupressure on hemiplegic shoulder pain and motor power in stroke patients: a pilot study. The Journal of Alternative and Complementary Medicine, 13(2), 247-252
- [46] **RHIND , J.P ,,& PIRIE, D (2012)** . Essential oils : a handbook for aromatherapy practice . Singing Dragon.
- [47] **GIRY,E .S., KIRICL,S ,KAYA,D. A., TURK, M ,. , SONEMEZ ,O.,& INAN ,M.(2008)** . Comparing the effect of sub-critical water extraction with conventional extraction methods on the chemical composition of Lavandulastoechas .Talanta , 74(4), 930-935.
- [48] **LAGUERRE. V., (2015)**. Huiles essentielleset1, 8-cinéole. Thèse de Doctorat. Université de Lorraine.
- [49] **BOUKHATEM. et al., (2019)**. Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles : Revue de Littérature. Revue Agrobiologia., 9(2) : 1653-1659.
- [50] **SELADJI D, 2014**. Compositions chimiques, propriétés antimicrobiennes et anti-oxydantes des huiles essentielles des racines de trois pinaceae d'Algérie. Mémoire Master en chimie.Univaboubekrbelkaïd Tlemcen., p (10- 17).
- [51] **LE PETIT LAROUSS .(2012)**.
- [52] **TADROS, T. F.** Emulsion formation, stability, and rheology.
- [53] **DOUMIEX, O. (2011)**.Lesémulsions.
- [54] **ALLOUCHE, J. (2013)**. Développement de nouvelles méthodes pour l'élaboration d'émulsions multiples eau/huile/eau. Thèse pour l'obtention du grade de docteur de l'institut national polytechnique de Lorraine.
- [55] **CATHERIN XUEREB, M. P.**Agitation et mélange. dunod.

- [56] VIDAL, M., & RIVOAL, F. Lescosmétiques ou produits d'hygiène corporelle. Bordeaux.
- [57] LATTES, A. Interactions moléculaires et réactivité chimique et photochimique.
- [58] ROYER ESTTEL. Technologie des produits d'hygiène.
- [59] GUIGNARD J.L, (1994). Abrégé botanique. 9 ème édition Masson, Paris., p (204)
- [60] PIERRE LE PERCHEC, Les molécules de la beauté, de l'hygiène et de la protection, CNRS Editions/Nathan.
- [61] ROYER, E. Technologie des produits d'hygiène capillaire. Amiens
- [62] GUILLERMIC, R.-M. (Mars 2011). Propriétés physico-chimiques des mousses: études approfondies sur des mousses modèles et études exploratoires sur de nouvelles mousses. Rennes.
- [63] MUNDAY, D. **Surfaces, Interfaces and Colloids (2000)** . Principles and applications, second edition by D. Myers, Wiley-VCH, New York, 1999, xx+501 pp., ISBN 0-471- 33060-4; £61.50. Talanta. Vol. 51, n° 3. DOI 10.1016/s0039-9140(99)00305-7.
- [64] CHAGHI, R. (Juin 2007). Etude de la solubilisation des produits organiques à faible masse moléculaire dans un système micellaire. Thèse pour l'obtention d'un doctorat de l'Université Montpellier II.
- [65] HAYWORTH, D. Detergents for CellLysis and Protein Extraction.
- [66] PASQALI, R., TAURZI, M., & BREGNI, C. (2007). Some considerations about the hydrophilic-lipophilic balance system. Buenos aires: International journal of pharmaceutics.
- [67] ESSOFI ,S (2003)
- [68] VALENTINA PREZIOSI, A. P. (2013). Phase Inversion Emulsification
- [69] Brochure du laboratoire Eric BEUCHER d'analyses & surface.(s.d.).
- [70] LYCEE SAINT-PAUL IV, (2012). Détermination du sens de l'émulsion. Réunion
- [71] PIERAT, N. (2010). Préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation. Nancy: Thèse pour l'obtention d'un doctorat en Pharmacie.
- [72] PENSÉ-LHÉRITIER, A.-M. (Juillet 2014). Conception des produits cosmétiques: la formulation.
- [73] MARTINI, M.-C., GERAD, P., & JEROME , C. (2009). Esthétique cosmétique CAP



[74] **A.F.N.O.R., (2000).** Association française de Normalisation Norme Française : les huiles essentielles, monographie relatives aux huiles essentielles, Ed. Afnor, Paris, 663 p.

[75] **TALEB-TOUDERT, K ; (2015).** Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien). Evaluation de leurs effets sur le bruche du niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae). Thèse Doctorat. Université MOULOUD MAMMARI de Tizi-Ouzou.

[76] **KRAIFFI, F et BOUALAM, K ; (2021).** Extraction et caractérisation de quelques huiles essentielles des plantes Utilisés dans la thérapie grippale (*Thymus lanceolatus*, *Eucalyptus globulus*). Mémoire présenté pour l'obtention Du diplôme de master. Université Mohamed Khider de Biskra.

[77] **BRUNETON. J., (2009).** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 4eme éd. Tec & Doc/Lavoisier. Paris, 841-842.

[78] **AFNOR (1992.).** Recueil des normes françaises sur les huiles essentielles. Paris

[79] **ULUBELEN , A ., GOUN , S (2004) .** Radicaux libres et antioxydant : principes de base Symposium "Antioxydants et alimentation". Institut Danone.

[80] **IMELOUNEB ., AMHAMDIH ., TAHRI M ., DUBOIS J ., ELBACHIRI A., (2006)** . Activité antioxydantes des polyphénols des extraits de *Lavanduladentata* et leur cytotoxicité .Institute of pharmacy , libre University of Brussels , Belgium .

[81] **HAOUI IE DERRICH R ., MADANIL et OUKAIZ ., (2015) .** Analysis of the chemical composition of essential oil from Algerian *Inulaviscosa* L Aiton Arabian Journal of chemistry.

[82] **KHEEAYER N,DAHIA M BELHMER K , (2014) .** Etude de l'activité des antibactériennes des huiles essentielles d'*Inulaviscosa* ,*Salvia officinalis* et *Laurusnobilis* de la région de Bejaia . Algerian Journal of Natural Products 2, 18-26.

[83] **GRANGER, M .M.R ., PASSET , J ARBOUSET , G (1973) .** L'essence de *rosmarinus officinalis* , influence du mode de traitement du matériel végétal . Parf .Cosm. Sav . France 3(3) : 133-137.

[84] **KHAJEH, M., YAMINI Y., BAHRAMIFAR N ., SEFIDKOM F . and PIRMORADEI M.R.(2005) .** Comparison of essential oil composition of *Ferulaassa* .*Foetida* obtained.

[85] **AFSSAP. (2008).** Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles.

[86] **BENYOUCEF, F. Z. et ChERIFI, D ;(2020).** “ Extraction, caractérisation et valorisation de l’huile essentielle et de l’hydrolat du lentisque pistachier ”. Mémoire de projet de fin d’études en vue de l’obtention du Diplôme de Master. Université M’HamedBougara de Boumerdès,.

[87] **J. DENIS, F., DABERNAT, H. et MONTEIL, H ;(2000).** Bacteriologie clinique.2ème édition Marketing, paris. P148-280.



## **ANNEXES**

## ANNEX A

### Préparation des solutions

- Préparation du la solution FeCl<sub>3</sub> à 10%

Chlorure de fer 10 g + 100 ml D'eau distillé

- Préparation du la solution d'acétate de plomb Pb (C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>

0,6 g d'acétate de plomb + 100 ml d'eau distillé

- Préparation d'hydroxyde d'ammoniac

30ml hydroxyde d'ammoniac + 60 ml d'eau distillé

- Préparation de la solution chlorhydrique à 10%

10 ml HCL + 100 ml d'eau distillé

- Préparation d'hydroxyde de potassium KOH

0,35 g hydroxyde de potassium + 250 ml d'eau distillé

## ANNEX B

### Les équipements utilisés pour la caractérisation des émulsions



**Figure 1:** Microscope optique



**Figure2 :** Centrifugeuse



**Figure3 :** pH mètre



**Figure4 :** Rhéomètre Anton Paar Modular Compact Rhéomètre MCR302

## Annexe C

**Tableau 1** : Les valeurs de l'étude rhéologique

<b>Vitesse de cisaillement</b>	<b>Module de conservateurs G'</b>	<b>Module de perte G''</b>
%	Pa	Pa
0,01	5,97E +02	5,97E +02
0 ,0158	5,97E +02	5,75E +02
0,0251	5,93E +02	5,49E +02
0,0398	5,99E +02	5,50E +02
0,0631	5,97E +02	5,34E +02
0,1	5,97E +02	5,34E +02
0,158	5,94E +02	5,41E +02
0,251	5,92E +02	5,39E +02
0,398	5,91E +02	5,44E +02
0,631	5,87E +02	5,47E +02
1	5,82E +02	5,53E +02
1,59	5,76E +02	5,67E +02
2,51	5,71E +02	5,97E +02
3,98	5,59E +02	5,41E +02
6 ,31	5,38E +02	8,14E +02
10	5,02E +02	9,41E +02
15,9	4,38E +02	1,17E +02
25,1	4,42E +02	1,44E +02
39,8	2,44E +02	1,61E +02
63,1	1,62E +02	1,61E +02
100	1,06E +02	1,47E +02
158	6,69E +02	1,23E +02
251	3,99E +02	9,92E +02
398	2,21E +02	7,80E +02
631	1,13E +02	6,04E +02
1000	5,75E +02	4,64E +02