

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement supérieur et de la recherche
scientifique



Faculté de technologie
Département de Génie des Procédés
Université -BLIDA-1-

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de master 2 en Génie des Procédés

Option : Matériaux Et Produits Organiques Industrielles

Thème

**Formulation et contrôle d'une crème cosmétique réparatrice BIO
à activité cicatrisante à base d'huile essentielle de lavande vrais**

Présenté par :
M^{elle} : Z. Bouldal

Encadrée par :
Mme .Djedri.Bani

Année universitaire 2014-2015

Remerciement

Aucune œuvre humaine ne peut se réaliser sans la contribution d'autrui.

Je mémoire est le résultat d'un effort constant, cet effort n'aurait pu aboutir sans la contribution d'un nombre de personnes, et sans l'aide de dieu le tout puissant ainsi se présente l'occasion de les remercier.

Tous d'abord, le bon dieu de m'avoir accordé le courage et la patience ainsi que la volonté d'aboutir à ce modeste travail, je remercie aussi ma promotrice madame «Bani.djedri »

En outre je tiens à remercier mes parents pour leur soutien moral, leurs encouragements et leurs sacrifices

Je remercie mes sœurs et mes frères, mes ami(e)s pour leur fidélité, tendresse et entente en leur souhaitant une vie pleine de joie et de succès,

Je remercie mes professeurs pour leur présence et leurs efforts continuels.

Enfin je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail.

A mes chers parents ainsi qu'à ma famille

A mes frères, et sœurs

A la mémoire de mon oncle paix à son âme

Saidoune Mouhamed

A la mémoire de mon neveu Mehdi paix à son âme

A tous mes amis (es)

LISTE DES FIGURES

FIGURE N°	TITRE	N° PAGE
I.1	Isoprène	6
I.2	exemples de structures monoterpènes	7
I.3	exemples de structures sesquiterpènes	7
I.4	Structures de quelques arènes dérivées du phénylpropane	7
I.5	Les étapes de l'extraction des huiles essentielles	9
I.6	plante de <i>lavandula angustifolia</i> (lavande vrais)	14
I.7	Les différents types d'émulsions	19
I.8	Phénomènes de crémage et de sédimentation	20
I.9	Phénomène de Flocculation	21
I.10	Phénomène de coalescence	22
I.11	Phénomène de mûrissement d'Ostwald	24
II.1	Structure générale de la peau	33
III.1.1	<i>lavandula angustifolia</i> : (a) fleurs fraîches ; (b) fleurs sèches	37
III.1.2	dispositif d'hydrodistillation	39
III.1.3	huile essentielle de lavande.	44
III.1.4	beurre de karité	46
III.1.5	Cire d'abeille	46
III.1.6	schéma représentatif du processus de fabrication.	53
III.1.7	viscosimètre type (Anton Paar)	55
III.2.1	Taux d'humidité de " <i>lavandula angustifolia</i> "	58
III.2.2	évolution du rendement de l'huile essentielle de " <i>lavandula angustifolia</i> " en fonction du temps.	59
III.2.3	huile essentielle de <i>lavandula angustifolia</i>	60
III.2.4	crème élaboré	71
III.2.5	courbe comparative des deux crèmes : viscosité en fonction du taux de cisaillement	72
IV.2.6	courbe viscosité en fonction du taux de cisaillement crème élaborée	72
III.2.7	Efficacité clinique	74

III.2.8	effet de cicatrisation	72
III.2.9	observation microscopique : (a) crème de référence ; (b) crème élaboré	77

LISTE DES TABLAUX

N°	TITRE	N° PAGE
III-1	Structure chimique de la barrière épidermique (Goetz et Busser, 2007)	34
III.1.1	Tableau récapitulatif des matières utilisé dans la formulation de la crème..	47
III.1.2	balayage des proportions de formulation $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile	49
III.1.3	balayage des proportions de formulation $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile essentielle avec $TA=0.3\%$	49
III.1.4	balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 60/40$ sans Huile essentielle avec $(CA+BK < 10)$, $TA=0.5\%$.	50
III.1.5	balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 60/40$ sans Huile essentielle avec $(CA+BK < 10)$, $TA=0.3\%$.	50
III.1.6	balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans huile essentielle avec $TA=0.5\%$.	51
III.1.7	balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans huile essentielle avec $TA=0.3\%$.	51
III.1.8	balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans Huile essentielle avec $(CA+BK < 10)$, $TA=0.5\%$.	51
III.1.9	balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans Huile essentielle avec $(CA+BK < 10)$, $TA=0.3\%$.	52
III.2.1	rendement d'extraction de l'huile essentielle de " <i>lavandula angustifolia</i> "	59
III.2.2	indices physico chimique de l'huile essentielle de <i>lavandula angustifolia</i>	61

III.2.3	plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile essentielle. (HAD=30 % ; (CA+BK=10%))	62
III. 2.4	plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile essentielle. (HAD=30 % ; (CA+BK<10%))	63
III.2.5	plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 65/35$ sans huile essentielle. (HAD=25 %) (CA+BK=10%)	63
III.2.6	plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 65/35$ sans huile essentielle. (CA+BK<10%)	64
III.2.7	balayage des proportions de formulation avec huile essentielle	64
III.2.8	Valeur de pH des crèmes stables	65
III.2.9	plan de mélange ; viscosité et PH (V=10tr/min ; T=20°C)	65
III.2.10 :	Etude sensorielle des critères de qualité des crèmes formulées.	74
III.2.11	composition des crèmes conventionnelle BIO, et celle élaboré	76
III.2.12	comparaison des paramètres étudiés pour les deux crèmes.	76

Liste des abréviations

- + **AFNOR** : Association française de normalisation
- + **NF** : Normes française.
- + **HE** : Huile Essentielle.
- + **E/H** : HUILE/ EAU
- + **E/H** : Eau/ huile
- + **HLB** : Hydrophilic lipophilic balance (balance hydrophile lipophile).
- + **BIO** : Biologique.
- + **pH** : Potentiel hydrogène.
- + **OGM** : Organe génétiquement modifié.
- + **CPG** : Chromatographie phase gazeuse.
- + **ml** : Millilitre.
- + **µL** : Micro litre .
- + **Kg** : Kilogramme.
- + **g** : Gramme.

SOMMAIRE

❖ INTRODUCTION	1
----------------------	---

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : LES HUILES ESSENTIELLES ET LES EMULSIONS

I.1 Les huiles essentielles	5
I.1.1 Définition et caractéristique	5
I.1.2 Composition chimique	6
I.1.3 Localisation des HE dans les tissus de la plante.....	8
I.1.4 Méthodes d'extraction et d'identification des composés des huiles essentielles.....	8
I.1.5 Utilisations des huiles essentielles.....	12
I.1.6 <i>Lavandula angustifolia</i>	13
I.2 Les émulsions	17
I.2.1 Introduction	17
I.2.2 Définition	17
I.2.3 Différents systèmes des émulsions	18
I.2.4 Différents types d'émulsions	18
I.2.5 Caractérisations des émulsions	19
I.2.5 Mesure de stabilité	23
I.2.6 Emulsifiassions.....	24

CHAPITRE II: CREMES COSMETIQUES BIOLOGIQUES ET LA PEAU

II.1	Crèmes cosmétiques biologique	25
II.1.1	Introduction	25
II.1.2	Définition d'un produit cosmétique	25
II.1.3	Frontière avec le médicament	27
II.1.4	La formulation des cosmétiques	28
II.1.5	Préparation cosmétique pour les soins de peau	29
II.2	La peau	31
II.2.1	Généralité	31
II.2.2	Structure de la peau	31
II.2.3	Constitution de la peau	32
II.2.4	Composition chimique de la peau	33
II.2.5	Le pH de la peau	34
II.2.6	Les trois types de plaies	34
II.2.7	Phénomène de cicatrisation de la peau	35

ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

III.1	Matériels et méthodes	36
III.1.1	matière végétale	36
III.1.2	élaboration de la crème de soin	44
	➤ Optimisation des paramètres de formulations	48
	➤ Mode opératoire.....	52

➤ Processus de fabrication	53
- Stockage et conservation.....	54
- Contrôle du produit finis	54
A. Contrôles physico-chimique	54
B. Contrôle sensoriel	56
C. Test de tolérance cutanée	56
D. Test d'efficacité clinique	56
V.2 Résultats et discussion	58
❖ CONCLUSION	78
❖ Références bibliographique	80
❖ Annexe	84

الملخص

تعد اللافندر أو الخزامى من أحد الزهيرات العطرية التي تستعمل في التداوي . خصائصها الغير الضارة و المميزة جنباً إلى جنب مع فعاليتها دون الظلال ساهمت بالتأكيد إلى الدور الحاسم الذي تلعبه في أي صيدلية عطرية، تعتبر من الانواع النباتية الموجودة في مناطق البحر الابيض المتوسط تستخدم في مستحضرات التجميل او الطب التقليدي لأسباب مختلفة نذكر منها خاصية شفاء الندب بالبشرة (الجروح).

ويهدف هذا العمل في صياغة كريم التجميل والشفاء عضوية ، باستخدام زيت الخزامى كعنصر النشط الأساسي . في البداية تم تحديد الخصائص الفيزيوكيميائية للزيت المستخلصة وهذه الأخير كشفت عن وجود 42 مركب ترييني ، منه 67.29% مشتقات تريينية اكسجينية 15.3 % و تريينات هيدروجينية .

من ناحية أخرى أخرى تم دمج المستخلص المائي و زيت الخزامى في صياغة كريم التجميل ، تم إخضاع هذه الأخيرة إلى عدة فحوصات التي كشفت عن استقرارية الكريمة ، ذات اللون البيض الشاحب ، و انها قادرة على شفاء الانسجة العضوية للجلد .

تظهر هذه النتائج أن زيت الخزامى عنصر محافظ ممتاز ، ويمكن تثمينها لأغراض تجميلية ولكن أيضا لمستحضرات العناية بالبشرة.

RESUME

La lavande vraie ou officinale est un des fleurons de l'aromathérapie moderne. Sa parfaite innocuité, son excellente tolérance, alliée à son efficacité sans ombre ont très certainement contribué au rôle primordiale qu'elle occupe dans toute pharmacie aromatique, c'est une espèce végétale répondue dans la région méditerranéenne, utilisé ainsi dans la cosmétologie ou encor la médecine traditionnelle à des fins diverses, parmi elle l'activité cicatrisante à la suite d'une rupture des cellules au niveau de la peau (plaies).

Le présent travaille a pour but la formulation d'une crème cosmétique a activité cicatrisante de type Bio, avec pour principe actif l'huile essentielle de la lavande officinal

Dans un premier temps les caractéristiques physico chimique de l'huile essentielle ont été déterminées, cette dernière a permis de détecter 42 composés terpéniques dont 67.29 % sont des dérivés monoterpéniques oxygénés et 15,3 % sont des hydrocarbures monoterpéniques.

D'autre part l'hydrolat ainsi que l'huile essentielle sont incorporés dans la formulation de la crème cosmétique ; celle-ci est donc soumise aux différents contrôles .

Ces dernier révèlent que la crèmes est stable, blanche pâle non irritante qu'elle est apte a la cicatrisation des tissus de la peau .

Ces résultats montrent que l'HE est un bon conservateur, et peut être appliqué pour des fins cosmétiques mais aussi cosméceutiques .

ABSTRACT

Lavandula angustifolia The true or officinal lavender is one of the florets of the modern aromatherapy. Its perfect harmlessness, its excellent tolerance, allied to its efficiency without shade doubtless contributed to the role paramount which it occupies in any aromatic pharmacy, it is a plant which is located in the Mediterranean region, used thus in the beauty care or traditional medicine for various purposes, among the processes of cicatrization following a rupture of cells on the level of the skin (*wounds*).

the aim of this work is the formulation of a Bio cosmetic cream which has a healing activity with for active ingredient the essential oil of the lavender officinal.

Initially the physicochemical characteristics of essential oil were determined, the latter counts 49 terpenic compounds which 67.29% are monoterpenic oxygenated derivatives and 15,3% are monoterpenic hydrocarbons.

On the other hand the hydrosol and essential oil are incorporated in the formulation of cosmetic cream this one is subjected to various controls.

The latter reveal that the creams is stable, white colour, not irritant and it is apt to the cicatrization of the skin.

These results show that essential oil is a good conservative, and can be applied for fine cosmetics purposes but also cosmeceuticals

❖ INTRODUCTION :

Durant des siècles, l'Homme s'est toujours soigné par les plantes, de manière empirique, guidé par la tradition ou les coutumes. La plupart de grands médecins du passé ont été des phytothérapeutes

Les vertus thérapeutiques des plantes ont été expérimentées depuis lors et leurs précieuses caractéristiques se sont transmises oralement de génération en génération ou consignés dans les vieux écrits. Les remèdes de bonne réputation ont prévalu malgré le développement de la médecine moderne qui est venue marginaliser le recours aux techniques médicales naturelles.

Actuellement, les plantes aromatiques possèdent un atout considérable grâce à la découverte progressive des applications des leurs huiles essentielles dans les soins de santé ainsi que leurs utilisations dans d'autres domaines d'intérêt économique. Leurs nombreux usages font qu'elles connaissent une demande de plus en plus forte sur les marchés mondiaux

La popularité dont jouissent depuis longtemps les huiles essentielles et les plantes aromatiques en général reste liée à leurs propriétés médicinales en l'occurrence les propriétés anti-inflammatoires, antiseptiques, antivirales, antifongiques, bactéricides, antitoxiques, insecticides et insectifuges, tonifiantes, stimulantes, calmantes, etc.

D'autres parts, les huiles essentielles sont des substances très actives et par ailleurs elles peuvent être toxiques. Leur toxicité est liée à la présence de certains sites fonctionnels oxygénés, Parmi leurs propriétés indésirables, on peut souligner entre autres : les propriétés vésicantes, nécrosantes, allergiques, hépatotoxique, photosensibilisantes, neurotoxiques et néphrologiques [1].

Leur utilisation devrait être basée sur les connaissances fiables et suffisantes apportées par la recherche scientifique bien menée. Il est donc indispensable de connaître les principes actifs des plantes afin d'en étudier l'efficacité, le mode d'action et évidemment les effets secondaires.

Selon Hostettmann (1997), connaître une plante ayant des vertus médicinales suppose pouvoir décrire sa morphologie et son anatomie, connaître son origine et son mode d'action, apprécier l'incidence de ceux-ci sur sa qualité, analyser sa composition chimique et les facteurs qui peuvent la faire varier, connaître la structure et les propriétés des principes actifs aussi bien que leur activité pharmacologique, savoir apprécier la qualité par des éléments objectifs et mettre en œuvre des méthodes pour la contrôler, et enfin d'appréhender tous les problèmes liés à l'utilisation des plantes et des produits qui en sont issus: indication, contre -indication, effets secondaires, interactions médicamenteuses

La maîtrise de tous ces paramètres ne peut se faire qu'avec un concours de plusieurs disciplines, chacune apportant une contribution suivant sa spécialité.

A cet effet, on s'est intéressé à l'une des espèces de la famille des Lamiacées : la lavande (*Lavandula officinalis*), celle-ci est utilisée dans divers domaines ; l'huile essentielle est utilisée en parfumerie, cosmétique et aromathérapie. C'est un liquide limpide transparent à jaune clair.

L'huile essentielle de lavande est 100% pure et naturelle obtenue par distillation à la vapeur des sommités fleuries de la plante. Son odeur légère et subtile est caractéristique de la plante.

C'est l'huile essentielle la plus utilisée car elle est polyvalente, non toxique et bien tolérée par la peau même chez les plus jeunes. Elle est particulièrement adaptée au soin de plaies grâce à ces propriétés anti-inflammatoires, anti-infectieuses, antalgiques et cicatrisantes, elle soulage certaines affections de la peau : eczéma, acné, brûlures légères, psoriasis, piqûres d'insectes. Cicatrise et assainit les plaies et les ulcères. Douleurs articulaires : entorses, foulures, contusions et rhumatismes. Action antivenimeuse sur la morsure de vipère. Antiparasitaire (poux) et vermifuge. Problèmes dermatologiques (bactéricide, antiseptique). Douleurs articulaires et rhumatismales.

Les propriétés cicatrisantes de l'huile essentielle de lavande ont également été démontrées. Dans l'étude « *Healing advantages of lavender essential oil during episiotomy recovery* » (Vakilian K, Atrha M, Bekhradi R, Chaman R, *Complement Ther Clin Pract.* 2011 Feb;17(1):50-3.), 120 femmes ayant subi une épisiotomie lors de l'accouchement ont participé à une étude clinique afin d'évaluer l'apport éventuel de l'huile essentielle de lavande vraie dans le processus de cicatrisation.

60 femmes sur 120 ont été traitées avec de l'huile d'olive dosée à 1,5% d'huile essentielle et des bains de siège avec 5 à 7 gouttes d'huile essentielle de lavande dans 4 litres d'eau deux fois par jour pendant 10 jours. Les 60 autres femmes du groupe témoin ont reçu des soins de routine à base de Povidone iodée.

Au 10^{ième} jour, l'étude a démontré que le groupe de femmes traitées avec la lavande était moins sujet à la douleur, ne connaissait pas de cas d'œdèmes de plus de 2cm et souffrait de rougeurs significativement réduites.

On peut également citer la célèbre anecdote de R.M Gattefossé, qui se brula la main dans son laboratoire et après avoir plonger sa main dans de l'huile essentielle de lavande constata un soulagement immédiat et une guérison rapide. C'est à la suite de cet accident qu'il s'intéressa aux propriétés des huiles essentielles et c'est à ce chercheur que nous devons le terme d'aromathérapie.

L'histoire de l'humanité semble indissociable des produits cosmétiques. De tout temps, ceux-ci ont été les alliés des femmes et, souvent aussi, des hommes. Au fil des époques, les mœurs et les habitudes se sont bien sûr montrées très différentes, mais les produits cosmétiques ont toujours été présents.

L'évolution de la cosmétologie est, depuis ces dernières années, considérable, notamment par le nombre de nouvelles substances qui apparaissent et par la pression de plus en plus forte de leur réglementation. Le produit cosmétique n'est plus ce produit qui devait tout à l'artificiel, au faux-semblant dans le but de donner l'illusion d'une réalité ou plutôt de cacher cette réalité. La cosmétologie est devenue une science, s'appuyant sur des faits précis d'ordre biologique et physicochimique et cette nouvelle conception s'est définitivement imposée. [3].

Cependant, de plus en plus de consommateurs, inquiets suite aux nombreuses campagnes médiatiques visant à créer un rejet des substances synthétiques, se tournent vers les produits cosmétiques biologiques. Face à cet engouement, les géants de la cosmétique rachètent des entreprises spécialisées dans la biocosmétique et l'arrivée de grands acteurs du secteur cosmétique sur le marché bio rend compte de la progression de la demande.

la cosmétique biologique englobe la famille des produits contenant un maximum d'ingrédients naturels, issus de règne végétale , comme l'huile d'Olive , les huiles essentielles et les eau florales [4] .

A cheval entre les médicaments et les cosmétiques, apparait le terme « cosmeceutique » sensés améliorer la beauté et la santé de la peau en usage externe (Millikan, 2001), en fait ; l'usage traditionnel des plantes contres les maladies et tous spécialement à des fin cosmétiques et une pratique assez commune dans la médecine domestique et beaucoup de culture (Pieroni **et al .2004**).

Nous avons donc exploité ces donnés de la littérature afin valoriser l'activité cicatrisante de cette plante.

Ce présent travail sera présenté comme suite :

- la première partie concernera la caractérisation morphologique de la plante (type , famille , partie utilisées...); puis l'extraction et caractérisation physicochimique de l'huile essentielle de (*lavandula angustifolia*).
- La seconde partie a pour but la formulation d'une crème cosmétique à activité cicatrisante de type BIO, par addition de l'essence de lavande.

CHAPITRE I : LES HUILES ESSENTIELLES ET LES EMULSIONS

I.1 Les Huiles essentielles

I.1.1. Définition et caractérisation physico chimiques :

➤ Définition

Une huile essentielle (HE) est un extrait de végétaux aromatique et hautement Volatiles, marqués par une forte odeur. C'est un produit de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie. [7] [8]

On appelle huile essentielle (ou parfois *essence végétale*) le liquide concentré et hydrophobe des composés aromatiques (odoriférants) volatils d'une plante. Se sont par définition des métabolites secondaires produits par les plantes comme moyen de défense contre les ravageurs phytophages. Ces extraits contiennent en moyenne 20 à 60 composés qui sont pour la plupart des molécules peu complexes (monoterpènes, sesquiterpènes,...) [6].

➤ Caractéristiques physico –chimique

L'huile obtenue possède certaines caractéristiques physico-chimiques qu'il est possible de mesurer au laboratoire à l'aide de techniques simples ou d'appareillages plus complexes.

- Les **huiles essentielles** sont incolores ou jaune pâle à l'état liquide et à température ordinaire.
- Toutes les **huiles essentielles** sont volatiles et odorantes. Leur densité est le plus souvent inférieure à un (1); à l'exception de quelques cas.
- Elles sont peu solubles dans l'eau, solubles dans les huiles végétales dans les alcools et dans la plupart des solvants organiques. Elles sont altérables et très sensibles à l'oxydation. [9]
- Leur point d'ébullition varie de 160°C à 240°C et leur densité de 0,759 à 1,096.

I.1.2 Composition Chimique.

Du point de vue chimique, les huiles essentielles représentent le groupe le plus hétérogène qui existe. On y trouve divers composés représentant un bon nombre de fonctions organiques (hydrocarbures, alcools, cétones, aldéhydes, esters et acides). Ces composés appartiennent à une classe de produits naturels nommée terpènes ou encore terpénoïdes.

Les terpènes sont des hydrocarbures résultant de la combinaison de plusieurs unités d'isoprène (C_5H_8) (Figure I-1), et ont pour formule de base des multiples de celle-ci, c'est-à-dire $(C_5H_8)_n$. Les terpénoïdes peuvent être considérés comme des terpènes modifiés avec des groupes méthyles ajoutés ou enlevés, ou des atomes d'oxygène ajoutés. On utilise le terme «terpène» de façon plus large, en y incluant les terpénoïdes. Tout comme les terpènes, les terpénoïdes peuvent être classés selon leur nombre (n) d'unités isoprène.

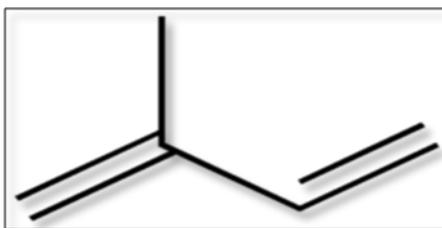


Figure I.1 : Isoprène

➤ Les terpénoïdes :

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes pouvant contenir plus de 300 composés différents.

Ces composés sont des molécules volatiles appartenant pour la grande majorité à la famille des terpènes.

Rappelons ici que les terpènes sont des composés issus du couplage de plusieurs unités « isopréniques » (C_5H_8), soit deux unités pour les monoterpènes ($C_{10}H_{16}$) et trois pour les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$). Exceptionnellement, quelques diterpènes ($C_{20}H_{32}$) peuvent se retrouver dans les huiles essentielles.

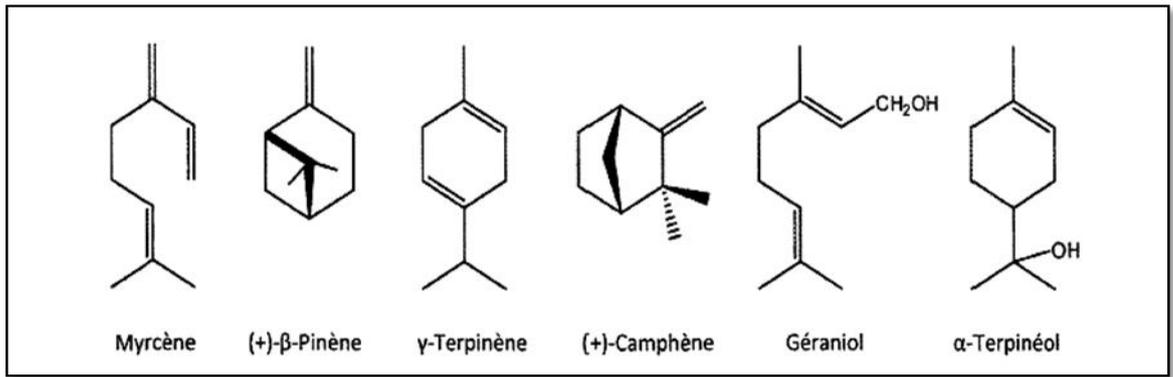


Figure I. 2 : exemples de structures monoterpènes

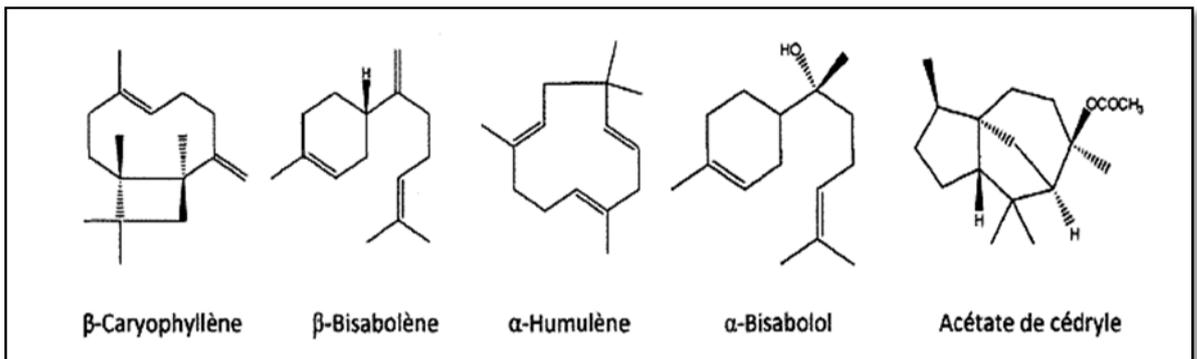


Figure I.3: exemples de structures sesquiterpènes

➤ **Les composés aromatiques :**

Contrairement aux dérivés terpéniques, les composés aromatiques sont moins fréquents dans les huiles essentielles. Très souvent, il s'agit d'allyle et de propénylphénol. Ces composés aromatiques constituent un ensemble important car ils sont généralement responsables des caractères organoleptiques et olfactifs des huiles essentielles. Nous pouvons citer en exemple l'**eugénol** qui est responsable de l'odeur du clou de girofle. La figure suivante schématise quelques dérivés du phénylpropane

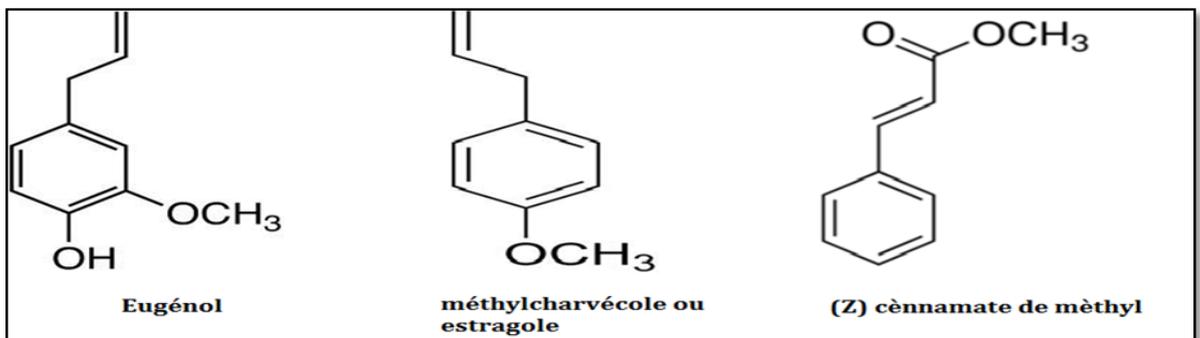


Figure I.4 : Structures de quelques arènes dérivées du phénylpropane

➤ Les composés d'origines diverses

Les huiles essentielles peuvent renfermer divers composés aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire, entraînés lors de l'hydro distillation. Ces produits peuvent être azotés ou soufrés

I.1.3. Localisation des HE dans les tissus de la plante

Les huiles essentielles se localisent dans toutes les parties vivantes de la plante et se forment dans le cytoplasme de certaines cellules végétales spécialisées [9]. Elles peuvent être stockées et emmagasinées dans diverses structures de la plante telles que les poils sécréteurs ou les trichomes, les cellules épidermiques, les cellules sécrétrices internes, les poches sécrétrices et les canaux sécréteurs. On les retrouve dans le protoplasme sous forme d'émulsion plus ou moins stable qui tend à se collecter en gouttelettes de grosse taille. [10].

Les H.E peuvent s'accumuler dans des cellules isolées qui se distinguent des cellules banales par leur teinte plus jaune et leurs parois épaisses, légèrement subéreuses. C'est le cas chez les Lauraceae. Elles peuvent former de fines gouttelettes parsemant le protoplasme de cellules épidermiques (épiderme supérieur des pétales de Rose) [6,[7]. On peut dire alors que toutes les parties des plantes aromatiques peuvent contenir de l'huile essentielle:

- **Les fleurs** (oranger, rose, lavande; le bouton floral (girofle)....).
- **Les feuilles** (eucalyptus, menthe, thym, Laurier, sauge, aiguilles de pin, sapin...).
- **Les organes souterrains**, (racines (vétiver), rhizomes (gingembre, acore).....).
- **Les fruits**, (fenouil, anis, épicarpes des Citrus....).
- **Les graines**, (noix de muscade, coriandre.....).
- **Le bois et les écorces**, (cannelle, santal, bois de rose.....) [9].

I.1.4 Méthodes d'extraction et d'identification des composés des huiles essentielles

Les étapes de l'extraction des huiles essentielles d'origines végétales restent identiques quelque soit le « type » d'extraction utilisé. Il est nécessaire dans un premier temps d'extraire de la matière végétale les molécules aromatiques constituant l'huile essentielle, puis dans un second temps de séparer ces molécules du milieu par distillation, comme il est représenté dans la (Figure I.5) [12].

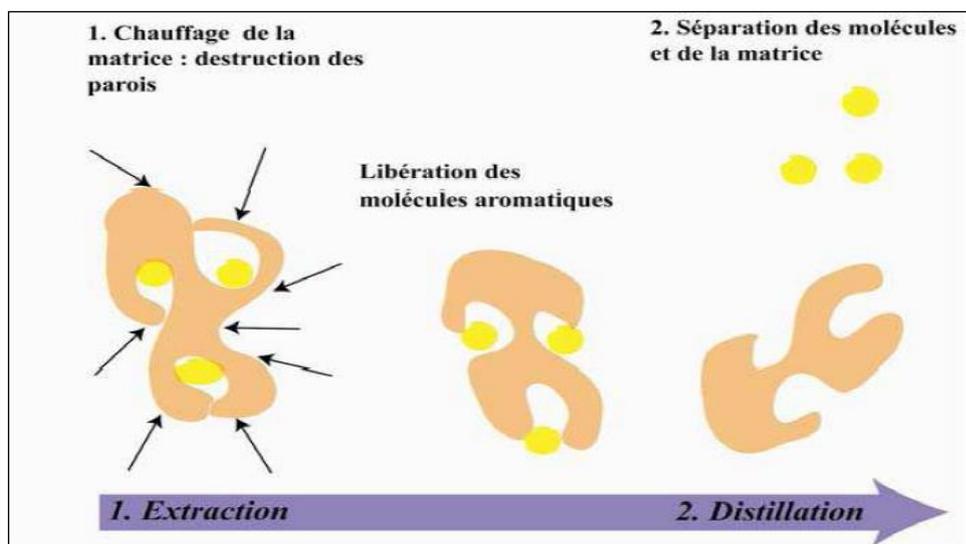


Figure I.5 : Les étapes de l'extraction des huiles essentielles. [10]

I.1.5.Méthodes d'extraction

Le procédé d'obtention des HE intervient d'une façon déterminante sur sa composition chimique [11]. Différentes méthodes sont mises en œuvre pour l'extraction des essences végétales, cette diversité est due à la variété des matières premières et à la sensibilité considérable de certains de leurs constituants.

i. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ».

Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : " l'huile essentielle". L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile.

ii. L'hydrodiffusion.

C'est une variante de l'entraînement à la vapeur. Dans le cas de l'hydrodiffusion, le flux de vapeur n'est pas ascendant mais descendant. Cette technique exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau. Le principe de cette méthode réside dans l'utilisation de la pesanteur pour dégager et condenser le mélange « Vapeur d'eau + huile essentielle » dispersé dans la matière végétale. Comme pour l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodiffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur.

iii. Expression (pression à froid)

L'expression à froid permet de conserver tous les types de molécules aromatiques de la plante et non seulement les molécules volatiles. Il s'agit d'un traitement mécanique qui consiste à presser la plante pour faire éclater les poches à essence et en recueillir le contenu. La substance obtenue est dénommée essence et non plus huile essentielle. Cette technique ne peut être appliquée qu'aux agrumes et ne fonctionnera pour aucune autre plante aromatique. (AFNOR).

iv. L'enfleurage (macération ou extraction par solvants non volatils)

C'est une méthode ancienne utilisée uniquement pour les fleurs fragiles (ex : jasmin, rose). Les parfums sont extraits par contact avec une matière grasse, qui est ensuite lavée à l'alcool pur. Après évaporation de l'alcool, on obtient une absolue [13].

Elle est utilisée pour recueillir les essences de fleurs du fait qu'elles ont tendance à s'évaporer par distillation. Les pétales de fleurs sont étalés sur une plaque de verre recouverte d'une couche de suif. Chaque jour, jusqu'à saturation du suif sur les essences des pétales frais sont déposés sur cette plaque. A saturation, le suif est lavé dans l'alcool, ce qui permet d'obtenir des extraits purs.

L'enfleurage peut être pratiqué à chaud ou à froid, selon les propriétés et la résistance de la plante.

v. L'extraction par solvants volatils

La méthode de cette extraction est basée sur le fait que les essences aromatiques sont solubles dans la plupart des solvants organiques. L'extraction se fait dans des extracteurs de construction variée, en continu, semi-continu ou en discontinu. Le

procédé consiste à épuiser le matériel végétal par un solvant à bas point d'ébullition qui par la suite, sera éliminé par distillation sous pression réduite. L'évaporation du solvant donne un mélange odorant de consistance pâteuse dont l'huile est extraite par l'alcool. L'extraction par les solvants est très coûteuse à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation des solvants. Un autre désavantage de cette extraction par les solvants est leur manque de sélectivité; de ce fait, de nombreuses substances lipophiles (huiles fixes, phospholipides, caroténoïdes, cires, coumarines, etc.) peuvent se retrouver dans le mélange pâteux et imposer une purification ultérieure.

vi. L'extraction au CO₂ supercritique

La technique se base sur la solubilité des constituants dans le CO₂ et de son état physique. Grâce à cette propriété, il permet l'extraction dans le domaine supercritique et la séparation dans le domaine gazeux. Le CO₂ est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie, ensuite il est injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, après le liquide se détend pour se convertir à l'état gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant.

vii. Extraction assistée par micro-onde

Cette technique d'extraction a été développée au cours des dernières décennies à des fins analytiques]. Le procédé consiste à irradier par micro-ondes de la matière végétale broyée en présence d'un solvant absorbant fortement les microondes (le méthanol) pour l'extraction de composés polaires ou bien en présence d'un solvant n'absorbant pas les microondes (hexane) pour l'extraction de composés apolaires. L'ensemble est chauffé sans jamais atteindre l'ébullition durant de courtes périodes entrecoupées par des étapes de refroidissement

L'avantage essentiel de ce procédé est de réduire considérablement la durée de distillation et d'obtenir un bon rendement d'extrait.

I.1.5 Méthodes d'identification

- **Identification physico-chimique des huiles essentielles**

Ces analyses concernent essentiellement les paramètres suivants :

- La densité,
- L'indice de réfraction,

- Le pouvoir rotatoire,
- L'indice d'acide et l'indice d'ester.

A ces paramètres, on peut aussi ajouter les caractéristiques organoleptiques telles que l'aspect, la couleur et l'odeur.

- **Analyse de la composition chimique**

Cette analyse concerne l'identification qualitative et quantitative des différents constituants d'une huile essentielle. On peut utiliser les méthodes suivantes : CPG, CG/SM, HPLC, RMN, IR, etc.

I.1.6. Utilisations Des Huiles Essentielles.

Les industries alimentaires, pharmaceutiques, cosmétiques et la phytothérapie consomment des dizaines de milliers de tonnes de plantes à huile essentielle.

L'utilisation des huiles essentielles présente pour l'être humain l'un des plaisirs de la vie.

- ❖ **Utilisations en industrie agro-alimentaire**

Les huiles essentielles sont utilisées en industrie alimentaire comme agents naturels de conservation [36]. Leur utilisation pour cette dernière est due à la présence de composés ayant des propriétés antimicrobiennes et antioxydantes [14].

- Elles augmentent le goût des aliments.
- Pour parfumer et colorer.
- Le secteur des boissons gazeuses se confirme un gros consommateur d'huiles essentielles.
- Les HE peuvent être utilisés comme additifs alimentaire [15].
- Les fabricants d'aliments utilisent de plus en plus les HE parce que le consommateur recherche d'avantage les produits avec les ingrédients naturels. L'huile la plus utilisée dans le monde est l'huile essentielle d'orange.
- Les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient également être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires.
- La fabrication des gâteaux, biscuits, soupes, sauces, chewing gum, chocolats et bonbons.

❖ Utilisations en industrie pharmaceutique

- Elles permettent l'amélioration de la circulation du sang et la bronchite chronique.
- Elles soulagent les nerfs, les symptômes d'estomac tels que le vomissement et la flatulence aussi le rhumatisme et allègent la douleur.
- Elles calment les émotions.
- Elles ajustent la tension artérielle.
- Elles interdisent l'acétylcholine de la décomposition, activent les cellules du cerveau et améliorent la réminiscence
- Elles sont bonnes pour le bain sénile de crétinisme même aux applications de peau avec l'essence de Romarin.
- Elles protègent l'ADN contre l'oxydation.

❖ Utilisations en industrie cosmétique

- Les marques de cosmétiques naturels contiennent des huiles essentielles pour leurs propriétés, pour servir de conservateur et aussi pour remplacer les parfums de synthèse.
- Les HE sont largement utilisées dans la fabrication des produits cosmétiques tels que les parfums, savons, lotions et les pommades de soins [16, 17, 18].

I.1.7 Lavandula Angustifolia (lavande officinal)

Déjà utilisée par les Romains dans l'Antiquité pour son parfum et ses qualités thérapeutiques, la lavande est aujourd'hui l'une des plantes médicinales les plus prisées en phytothérapie, notamment pour des problèmes de nervosité, digestifs ou articulaires.

➤ **Identification de la plante :**

Nom scientifique : *Lavandula angustifolia*

Noms communs : lavande officinale, lavande vraie

Nom anglais : *lavender*

Classification botanique : famille des labiées (*Labiatae*)

Formes et préparations : essences, huiles essentielles, décoctions, tisanes, poudres micronisées, gélules, alcoolatures, teintures, nébulisats

Constituants principaux :

- Monoterpénols : linalol.
- Esters terpéniques : acétate de linalyle.



Figure I.6 : plante de *lavandula angustifolia* (lavande vrais)

➤ Histoire de l'utilisation de la lavande en phytothérapie

La lavande est originaire du bassin ouest-méditerranéen. Les Romains de l'Antiquité s'en servaient déjà pour parfumer les thermes et le linge. Sainte Hildegarde de Bingen, au XII^e siècle, lui donnait une place de choix dans sa pharmacopée naturelle et, à la même époque, on en faisait la culture dans les monastères pour ses propriétés thérapeutiques. Dès le Moyen Age, la lavande était employée en Provence dans la confection des médicaments et des parfums. A partir du XIX^e siècle, cette plante aromatique a vu sa culture se développer dans plusieurs pays d'Europe ainsi qu'en Amérique. La région de Grasse, en France, constitue aujourd'hui la "capitale" de la lavande, en raison de sa grande production d'huile essentielle de cette plante, qui sert en phytothérapie mais aussi en parfumerie. Il en pousse également dans les pays suivants : Portugal, Espagne, Baléares, Somalie, Inde, Sahara et Australie.

➤ Huile essentielle de lavande vrais .

La lavande vraie ou officinale est un des fleurons de l'aromathérapie moderne. Sa parfaite innocuité, son excellente tolérance, alliée à son efficacité sans ombre ont très

certainement contribué au rôle primordiale qu'elle occupe dans toute pharmacie aromatique digne de ce nom. Le nombre étendu d'indications traitées par cette huile essentielles la place comme une panacée universelle.

L'huile essentielle est utilisée en parfumerie, cosmétique et aromathérapie. C'est un liquide limpide transparent à jaune clair. L'huile essentielle de lavande est 100% pure et naturelle obtenue par distillation à la vapeur des sommités fleuries de la plante. Son odeur légère et subtile est caractéristique de la plante.

➤ **utilisation de l'huile essentielle de lavande**

- **Utilisation interne**

Léger effet narcotique (coumarine) : insomnie, hystérie, troubles nerveux. Effet anti-spasmodique, grâce aux esters que la plante contient. Troubles digestifs : digestion difficile liée au stress ou à la nervosité, ulcérations. Troubles respiratoires : rhume, asthme. Apaise en cas de vertiges. Troubles cardio-vasculaires : calme un début d'angine de poitrine. Traitement des migraines et céphalées.

- **Utilisation externe**

Soulage certaines affections de la peau : eczéma, acné, brûlures légères, psoriasis, piqûres d'insectes. Cicatrise et assainit les plaies et les ulcères. Douleurs articulaires : entorses, foulures, contusions et rhumatismes. Action antivenimeuse sur la morsure de vipère. Antiparasitaire (poux) et vermifuge.

➤ **Utilisation de l'huile essentielle de lavande pour favorisé la cicatrisation**

C'est l'huile essentielle la plus utilisée car elle est polyvalente, non toxique et bien tolérée par la peau même chez les plus jeunes. Elle est particulièrement adaptée au soin de plaies grâce à ces propriétés anti-inflammatoires, anti-infectieuses, antalgiques et cicatrisantes.

L'étude « Healing advantages of lavender essential oil during episiotomy recovery » (Vakilian K, Atrha M, Bekhradi R, Chaman R, Complement Ther Clin Pract. 2011 Feb;17(1):50-3.) rapporte que 120 femmes ayant subi une épisiotomie lors de l'accouchement ont participé à une étude clinique afin d'évaluer l'apport éventuel de l'huile essentielle de lavande vraie dans le processus de cicatrisation.

Au cours de cette étude, 60 femmes ont été traitées avec une huile d'olive dosée à 1,5% d'huile essentielle et des bains de siège avec 5 à 7 gouttes d'huile essentielle de lavande dans 4 litres d'eau deux fois par jour pendant 10 jours. Les 60 autres femmes du groupe témoin ont reçu des soins de routine à base de Povidone iodée.

Au dixième jour, l'étude a montré que le groupe de femmes traitées avec la lavande était moins 15/35 sujet à la douleur, ne connaissait pas de cas d'oedèmes de plus de 2cm et présentait des érythèmes réduits. La différence avec le groupe témoin était significative : l'apport de l'huile essentielle de lavande dans le traitement était bénéfique.

Cette étude de cas nous permet de confirmer l'importance de l'utilisation de la lavande officinale pour la cicatrisation des plaies.

Nous pouvons également citer la célèbre anecdote de R.M Gattefossé qui se brûla la main dans son laboratoire et après avoir plongé sa main dans de l'huile essentielle de lavande constata un soulagement immédiat et une guérison rapide. C'est à la suite de cet accident qu'il s'intéressa aux formidables propriétés des huiles essentielles et c'est à ce chercheur que nous devons le terme d'aromathérapie.

I.2. les émulsions

I.2. 1. Introduction :

De nos jours, les émulsions sont partout. Elles sont très utilisées dans l'industrie, notamment l'industrie pharmaceutique, cosmétique, agroalimentaire, les peintures, l'agrochimie et l'industrie pétrolière. Dans l'industrie pharmaceutique, les applications sont nombreuses : émulsions parentérales, topiques, orales ou ophtalmiques. Du fait de cette large étendue d'utilisations, de nombreuses études sont en cours pour essayer de mieux comprendre le comportement des émulsions.

Les émulsions sont des systèmes formés par la dispersion de fines gouttelettes d'un liquide dans un autre, elles contiennent ainsi une phase dispersée et une phase continue. Elles sont en général formées de trois composants : une phase aqueuse, une phase huileuse et un tensioactif.

I.2.2.Définition :

Une émulsion est un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. Une émulsion est souvent décrite comme une dispersion de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. On distingue donc une phase dispersée et une phase continue. Les émulsions sont souvent composées d'une phase aqueuse, semblable à de l'eau, et d'une phase huileuse, semblable à de l'huile. Une émulsion huile dans l'eau (H/E ou O/W pour oil in water) est composée d'une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse. Il s'agit d'une émulsion "directe". Une émulsion eau dans l'huile (E/H ou W/O pour water in oil) est composée d'une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse.

Pour que l'émulsion soit durable (c'est-à-dire que l'état dispersé demeure lorsque l'agitation mécanique cesse), il est nécessaire d'utiliser un agent émulsionnant ou émulsifiant. Son rôle est de stabiliser le système dispersé en inhibant les phénomènes de dégradation. Les tensioactifs, les polymères et les solides divisés sont des agents émulsionnants. Ceux les plus largement utilisés sont les tensioactifs.

Une émulsion E/H est plus grasse au toucher, car le toucher correspond majoritairement à la nature de la phase externe. Une telle émulsion est dite "inverse".

On peut également trouver des émulsions multiples H/E/H ou E/H/E.

I.2.3. Différents systèmes des émulsions

➤ Les macroémulsions ou émulsions :

Il s'agit de systèmes dispersés hors équilibre comportant deux phases liquides non miscibles. Les émulsions sont des systèmes instables du point de vue thermodynamique, car la séparation des deux phases conduit à une diminution de l'énergie libre. Cependant, la cinétique de grossissement de gouttes peut être suffisamment retardée pour que l'émulsion reste stable pendant une durée déterminée. Le diamètre moyen de ces émulsions classiques est supérieur ou égal au micromètre. Compte tenu de leur taille, et en fonction de la viscosité de la phase continue, les gouttes des émulsions sédimentent (ou crèment) sous l'effet de la gravité.

➤ Les nano/mini émulsions :

Ces deux termes sont utilisés pour nommer des systèmes biphasiques, de taille de gouttes comprises entre 20 et 200 nm [20].

En raison de la taille des gouttes, les nanoémulsions sont transparentes ou translucides à l'œil et sont stables à la sédimentation ou au crémage.

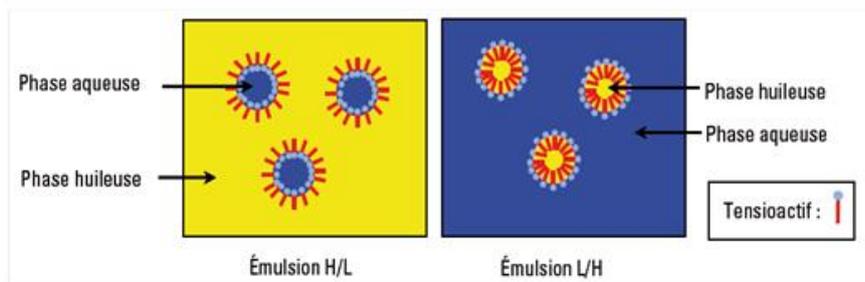
La préparation des nanoémulsions exige soit l'utilisation de méthodes hautement énergétiques, comme la microfluidisation, ou bien l'utilisation de méthodes non conventionnelles et complexes, mais de faible consommation énergétique, comme l'inversion de phase. L'avantage des miniémulsions est leur extraordinaire stabilité au vieillissement et à la dilution [21].

I.2.4. Les différents types d'émulsions

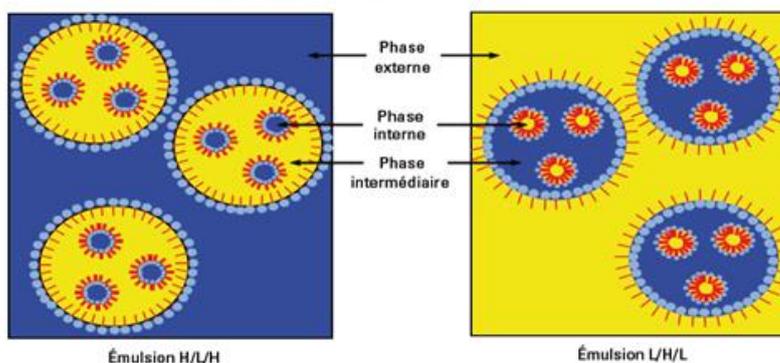
Il existe plusieurs types d'émulsions selon la dispersion des phases aqueuses et huileuses (Figure I.7).

- Les émulsions simples sont appelées eau-dans-huile (E/H) quand des gouttelettes d'eau sont dispersées dans une phase huileuse,
- Les émulsions inverses huile-dans-eau (H/E) quand des gouttelettes d'huile sont dispersées dans une phase aqueuse,
- Les émulsions multiples sont symbolisées par h/E/H ou e/H/E; h (respectivement e) indique la phase la plus interne et H (respectivement E) indique la plus externe. Les phases h et H ou e et E peuvent être identiques ou différentes.

- Les biémulsions sont des émulsions contenant deux différentes phases internes de gouttelettes, soit de même nature (mais de taille différente), soit de nature différente (quelque soit la taille).



Les 2 types d'émulsions simples



Les 2 types d'émulsions multiples

Figure I.7. Les différents types d'émulsions

I.2.5. Caractérisation des émulsions

✓ Taille des gouttes :

Après avoir caractérisé le type de l'émulsion, la seconde information importante est la taille des gouttes de la dispersion. Une émulsification est généralement un procédé d'agitation dans lequel cassure et coalescence sont en équilibre, l'émulsion qui en résulte est un système polydispersé dans lequel coexistent des petites et des grosses gouttes. Cet équilibre dépend de l'agitation, de la viscosité, de la température et de la formulation. La meilleure description consiste à donner une distribution de ses tailles de goutte qui traduit un inventaire statistique de la fragmentation de la phase dispersée.

La taille des gouttes peut être mesurée par plusieurs techniques : turbidité, diffraction laser, sédimentométrie, atténuation ultrasonore, comptage individuel ou fractionnement capillaire. La diffraction laser est aujourd'hui la méthode la plus répandue.

✓ **Stabilité :**

Les émulsions, contrairement aux microémulsions, sont thermodynamiquement instables car leur décomposition résulte d'une diminution d'énergie libre. Cependant les mécanismes cinétiques impliqués dans la démixtion des 2 phases peuvent être si lents que l'émulsion peut être considérée comme stable.

La stabilité d'une formulation revêt plusieurs aspects : physiques, chimiques et microbiologiques. Pour être stable physiquement, l'émulsion ne doit pas montrer de démixtion, qui peut être provoquée soit par de la coalescence, soit par un phénomène de crémage/sédimentation. La stabilité physique inclut aussi une invariance du comportement rhéologique et de la granulométrie.

La stabilité chimique repose sur le fait qu'aucun des composants de l'émulsion ne doit participer à une réaction chimique pouvant soit modifier de manière grave la stabilité physique, soit perturber les propriétés applicatives (aspect, couleur, odeur, efficacité).

Enfin, la formulation, pour être stable microbiologiquement, ne doit pas être un milieu de culture pour levures, moisissures, et germes bactériens.

Différents mécanismes de rupture existent, ils peuvent être réversibles ou irréversibles [21].

❖ **Sédimentation et crémage**

Ce mécanisme résulte de la différence de densité entre phase dispersée et phase continue. On parle de crémage quand il s'agit d'une ascension de la phase dispersée et de sédimentation quand la phase dispersée chute (figure I.8). C'est un phénomène réversible : l'interface existe toujours, il suffit d'agiter pour revenir à l'émulsion.

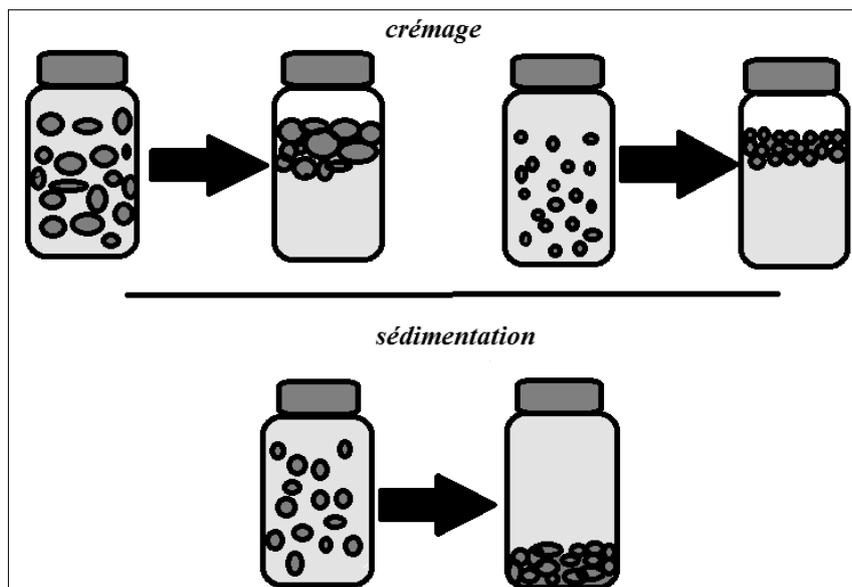


Figure I.8 : Phénomènes de crémage et de sédimentation

Pour limiter ce phénomène, on a plusieurs possibilités :

- réduire la taille des gouttes de phase dispersée,
- ajouter un agent qui augmente la viscosité,
- diminuer la différence de densité entre les deux phases,
- éviter l'agrégation des gouttes.

❖ Floculation

Ce mécanisme résulte de l'agrégation des gouttelettes due aux interactions attractives.

L'énergie d'interactions entre les particules est due à la somme des forces de répulsions électrostatiques et au potentiel d'attraction de type Van der Waals. Ce phénomène peut être réversible lorsque l'attraction est peu énergétique ou irréversible lorsqu'elle est très énergétique.

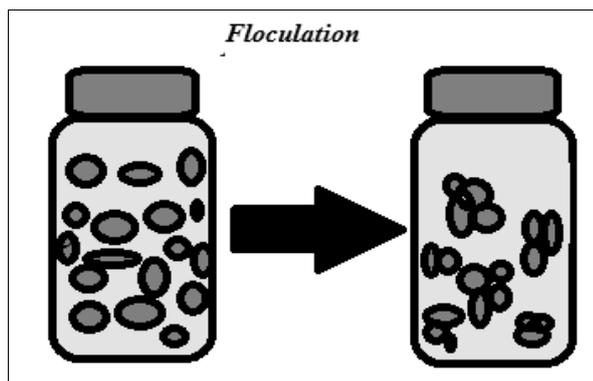


Figure I.9 10 : Phénomène de Floculation

Pour éviter ce phénomène, il faut

- éviter le crémage et la sédimentation (car ces phénomènes mettent les gouttes en contact),
- augmenter les répulsions stériques et électrostatiques (en utilisant des tensioactifs ioniques par exemple).

❖ Coalescence

Ce mécanisme, irréversible, résulte de la rupture du film interfacial entre les gouttes de la phase dispersée. Deux ou plusieurs gouttes fusionnent pour former une goutte plus grosse. Le processus se répétant, l'aire interfaciale devient de plus en plus petite et la phase dispersée démixte, et à terme on revient au système diphasique de départ. C'est un processus énergétiquement favorable

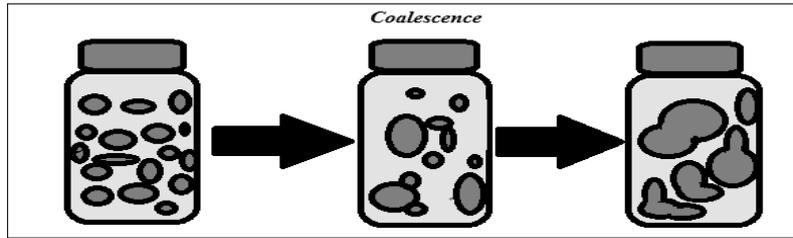


Figure I.10 : Phénomène de coalescence

Pour éviter ce phénomène, il faut

- prévenir la floculation,
- renforcer la résistance du film par le choix du tensioactif.

❖ Mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire

Il existe toujours une solubilité partielle de la phase dispersée dans la phase continue.

A l'issue de l'étape d'émulsification, la population de gouttelettes n'est pas homogène en taille. Il existe un flux de matière des petites vers les grosses gouttes, au travers de la phase continue. Les petites gouttes se vident au profit des grosses, et la granulométrie se modifie puisque les classes de faible taille disparaissent. Ce phénomène irréversible constitue le mûrissement d'Ostwald.

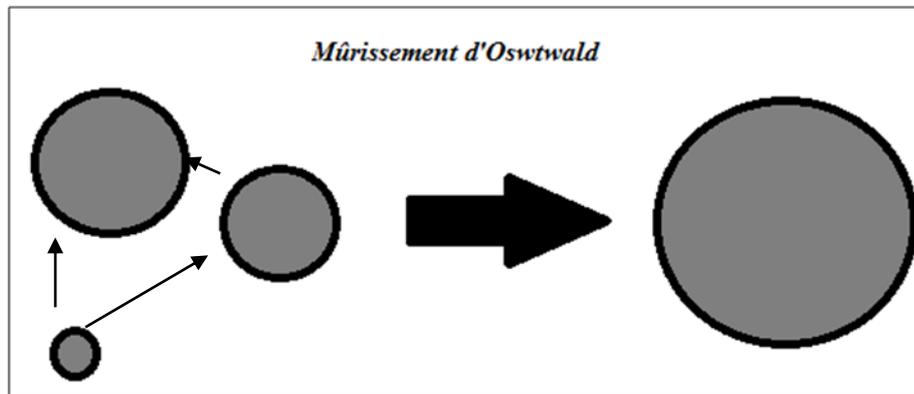


Figure I.11 : Phénomène de mûrissement d'Ostwald

Ce phénomène est en pratique peu gênant dans la plupart des émulsions fabriquées.

Par contre, ce phénomène est prédominant dans le cas de microémulsions.

Ce phénomène peut être évité par :

- mono dispersion de la population de gouttelettes,

- diminution de la solubilité en ajoutant du sel dans une émulsion E/H ou un soluté apolaire de masse molaire élevée pour une émulsion H/E,
- tensioactifs faisant barrière à la diffusion de molécules de la phase dispersée.

✓ Viscosité

Les propriétés rhéologiques d'une émulsion constituent l'un des meilleurs moyens d'étude de l'influence des paramètres de formulation et des procédés de fabrication sur les qualités d'un produit, mais aussi une méthode de contrôle de la reproductibilité de la production et de la conservation [22].

Quand la phase continue est en gros excès, la viscosité de l'émulsion se rapproche de la viscosité de cette phase. Quand la proportion de la phase interne croît, la viscosité augmente progressivement jusqu'à consistance d'une crème épaisse. Théoriquement, si tous les globules étaient sphériques et de même taille, le volume maximum occupé par la phase dispersée serait de 74%. En réalité, les globules peuvent être de différentes tailles et peuvent de plus se déformer mutuellement. Il existe ainsi des émulsions avec 95% et même 99% de phase dispersée [23]. On parle d'émulsions très concentrées ou d'émulsions-gels.

Pour modifier la viscosité d'une émulsion, on peut agir soit sur la proportion de phase interne, soit sur la viscosité de la phase continue, soit sur la HLB et la concentration de l'émulsifiant (qui font varier la taille des gouttes), mais il est évident que ces modifications peuvent changer considérablement la stabilité de l'émulsion. Il est à noter que l'homogénéisation d'une émulsion augmente sa viscosité.

I.2.5. Mesure de stabilité

- Le test de l'ampoule ou *bottle test* consiste à observer le comportement d'une émulsion au cours du temps, à une température donnée. On recueille un volume donné d'émulsion fraîchement fabriquée dans une ampoule graduée que l'on bouche. Cette ampoule est observée à intervalles réguliers (tous les jours par exemple) pour observer les éventuelles démixtions et noter la hauteur des limites entre zones d'aspects différents. En général, on réalise une série d'ampoules pour optimiser la formulation. Ce test reproduit le vieillissement naturel de la formulation, sa mise en œuvre est simple, mais le temps nécessaire à l'obtention d'un résultat peut être long. Cette technique est donc mieux

adaptée à un travail de développement plutôt qu'à une procédure de contrôle post-fabrication.

- Une autre technique utilisée pour mesurer la stabilité d'une émulsion est le vieillissement accéléré, réalisable par deux méthodes :
 - le vieillissement en enceinte climatique fait subir aux émulsions des cycles de chaud-froid répétés ;
 - la sédimentation forcée reprend le principe du *bottle test* mais en utilisant une centrifugeuse pour accélérer la sédimentation.

I.2.6 Emulsification

L'énergie nécessaire à l'opération d'émulsification peut être apportée au système de différentes façons, ce qui entraîne l'existence de nombreux procédés. Elle peut être d'origine mécanique (procédé le plus couramment utilisé) mais aussi sonique, électrique...

Une façon de classer les procédés d'émulsification les plus courants selon le mécanisme qu'ils mettent en jeu consiste à distinguer les systèmes qui génèrent un cisaillement et ceux qui font appel au phénomène de cavitation. Le premier groupe rassemble, entre autres, les mobiles spécifiques à l'émulsification (turbines, hélices...), les dispositifs à rotor-stator et les broyeurs colloïdaux. Le deuxième groupe comprend les techniques ultrasonores et les homogénéiseurs haute pression [24].

- Etapes de fabrication d'une émulsion

Généralement, l'émulsification se décompose en deux étapes successives : d'abord une étape de dispersion-mélange, que l'on appelle pré-émulsification et qui va conduire à une simple mise en suspension des gouttelettes de la phase dispersée vers la phase continue (gouttes de l'ordre de 100 μm), puis une étape dite d'homogénéisation dont le but est de réduire la taille des gouttes de façon à conférer à l'émulsion les propriétés requises et à la stabiliser. Ces deux opérations s'effectuent dans des cuves agitées ou dans des conduites munies d'outils appelés respectivement disperseurs et homogénéiseurs.

L'ajout des tensioactifs dans la formation des émulsions a un rôle important dans la diminution de la tension pour réduire la pression.

CHAPITRE II : CREMES COSMETIQUES BIOLOGIQUE ET LA PEAU

II.1. Crèmes cosmétiques biologique

II.1.1. Introduction

La composition des crèmes et des lotions est différente et spécifique selon l'usage. Ainsi on trouve au moins deux grandes catégories. Les produits destinés à des applications journalières dits crème ou lotion du jour et les autres spécifiques destinées à la baignade ou l'escalade en montagne. Toutes les crèmes et lotions sont des mélanges complexes faire par des substances hydrophiles et d'autres hydrophobes. C'est ainsi par exemple les deux antioxydants largement utilisés comme les bêtas carotènes et la vitamine C, la première est liposoluble ou hydrophobe et l'autre est hydrophile ou soluble dans l'eau. Si utilise par exemple les bêta carotènes qui le double phénomène de protection comme antioxydant et comme anti-âge on doit recourir à la préparation dite d'une émulsion. C'est-à-dire faire mélanger des substances hydrophiles et hydrophobes dans une même phase stable comme le lait par exemple.

II.1.2. Définition d'un produit cosmétique

En droit français, les produits cosmétiques sont définis par l'article L.5131-1 du Code de la santé publique (modifié par Loi n°2011-12 du 5 janvier 2011 - art. 8) :

« On entend par produit cosmétique toute substance ou mélange destiné à être mis en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain, notamment l'épiderme, les systèmes pileux et capillaire, les ongles, les lèvres et les organes génitaux externes ou avec les dents et les muqueuses buccales en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de les protéger, de les maintenir en bon état ou de corriger les odeurs corporelles ». [26].

➤ **produit cosmétique naturel**

Un « produit cosmétique naturel » signifie tout produit qui se compose de substances naturelles de toutes origines et qui est préparé dans des conditions bien définies.

En fait, un produit fini ne peut être qualifié de « naturel » que s'il ne referme aucun produit de synthèse à part les conservateurs, les parfums et les propulseurs. Les composants utilisés en phytothérapie constituent essentiellement les ingrédients des cosmétiques naturelles.

➤ **produit cosmétique biologique**

Ce que l'on appelle communément les « cosmétiques bio » désigne une famille de produits composés d'ingrédients naturels ou d'origine naturelle (en proportion plus ou moins selon les marques), contrairement aux produits cosmétiques « classiques » fabriqués en grande majorité à partir d'ingrédients synthétiques. La cosmétique bio limite ou exclut l'utilisation de substances pouvant entraîner des effets nocifs sur l'utilisateur (allergies, cancer...) ou sur la nature (tests sur les animaux, utilisation de procédés de fabrication polluants...). [27].

Les produits cosmétiques naturels sont très proches des produits « natifs », comme la phytothérapie traditionnelle, qui utilise des matières premières quasiment brutes. Ils subissent essentiellement des transformations mécaniques et chimiques primaires, telles que distillation, extraction, cuisson ou filtration, fermentation et oxydation, percolation, dessiccation, laissant peu de résidus, qui sont aisément recyclables et biodégradables. Schématiquement, on trouve dans les produits cosmétiques naturels et bio par extension une majorité d'ingrédients issus du monde végétal (plantes, fruits, fleurs...) exploités sous différentes formes (huiles essentielles, huiles végétales, poudres...), mais aussi des substances d'origine animale produites naturellement et sans maltraitance pour les obtenir (miel, cire d'abeille, lait, œufs) et quelques ressources minérales (argiles, silices...).

➤ **Les différences entre la cosmétique traditionnelle et la cosmétique biologique**

Les différences entre les produits cosmétiques biologiques et les produits cosmétiques conventionnels proviennent :

- De l'origine des ingrédients choisis : la cosmétique bio s'appuie sur l'utilisation de matières premières naturelles comme les huiles végétales, les huiles essentielles, les eaux florales, les cires, les beurres... qui n'ont quasiment pas subi de transformation (distillation, filtration...). Ces ingrédients sont facilement recyclables et biodégradables. La cosmétique conventionnelle, elle, utilise bien souvent des produits d'origine synthétique, qui ont été obtenus selon des procédés chimiques et physiques lourds.

- De l'exclusion d'un certain nombre d'ingrédients jugés potentiellement à risque pour l'homme et l'environnement : OGM, matières issues de la pétrochimie, silicones, PEG, nanoparticules, parabènes, phénoxyéthanol, colorants et parfums de synthèse ...

- De la diversité d'ingrédients : la cosmétique naturelle utilise des composants d'une grande richesse et la plupart des formules qui en découlent sont « épurées », contrairement à la cosmétique conventionnelle dans laquelle il n'est pas rare de retrouver une cinquantaine de produits dans la formule.

- De la méthode de fabrication du produit : en respectant l'environnement, en interdisant toutes les pratiques polluantes (pesticides, engrais chimiques), en limitant les déchets, la cosmétique biologique annonce clairement son objectif de protéger l'Homme et sa planète [27].

II.1.3 Frontière avec le médicament

La frontière entre médicament et produit cosmétique est parfois difficile à définir.

La définition nationale du médicament selon le Code de la santé publique article L5111-1, est la suivante : « On entend par médicament toute substance ou composition présentée comme possédant des propriétés curatives ou préventives à l'égard des maladies humaines ou animales, ainsi que toute substance ou composition pouvant être utilisée chez l'homme ou chez l'animal ou pouvant leur être administrée, en vue d'établir un diagnostic médical ou de restaurer, corriger ou modifier leurs fonctions physiologiques en exerçant une action pharmacologique, immunologique ou métabolique » [28].

On pourrait dire que le médicament présente une efficacité thérapeutique vis-à-vis d'un individu malade, le produit cosmétique présente une efficacité « physiologique » limitée à cas un traitement pour un individu malade.

La différenciation sera néanmoins toujours délicate, les critères de définition du médicament pouvant s'appuyer sur la présentation, la fonction, la composition, le vocabulaire employé. Selon les revendications, un produit peut donc être cosmétique ou médicament.

Ainsi, un produit anti-acnéique est un médicament, l'acné étant une maladie, la même formule considérée comme « régulatrice de la sécrétion sébacée » est un produit cosmétique. Sur un plan législatif, le produit cosmétique n'est pas soumis à une autorisation de mise sur le marché, l'évaluation du rapport bénéfice-risque étant spécifique au médicament. L'exigence prévue par les textes est l'absence de nocivité pour la santé. Il incombe aux fabricants de garantir que leurs produits satisfont aux exigences législatives, réglementaires et ne présentent aucun danger pour la santé [29].

II.1.4. La formulation des cosmétiques

La formulation consiste à associer un ou plusieurs principes actifs avec divers constituants en vue de répondre à un cahier des charges.

Dans la pratique, la formulation consiste à mieux cerner les attentes et la perception des consommateurs pour adapter les produits à la demande. En effet, la formulation permet soit de concevoir un nouveau produit, soit d'améliorer une formule déjà existante.

Un cosmétique est constitué d'un excipient (supérieur à 90%), d'adjuvants et éventuellement de principes actifs (dont l'efficacité est quelquefois difficile à prouver - exemple : anti-âge...).

- l'excipient : pour la forme, le transport, la stabilité, l'efficacité ; eau, huiles, tensioactifs.
- les adjuvants :
 - Conservateurs : dérivés de l'acide benzoïque (parabens), ammoniums quaternaires.

- Agents viscosants (gélifiants ou épaississants) : chlorure de sodium, dérivés.
 - cellulosiques, diéthanolamine, gomme xanthane, polymères de l'acide acrylique (Carbopol®),
 - Opacifiants et colorants : TiO₂ pigment blanc, colorants identifiables par le préfixe Color Index (CI)
 - Abrasifs (peeling, dentifrices) : carbonates...
 - Parfums.
 - Ajusteurs de pH : acide lactique, acide phosphorique, acide tartrique, acide citrique, acide malique, acide sorbique.
 - stabilisateurs de mousse : diéthanolamine, lécithines.
 - Séquestrants : EDTA
 - humectants : retiennent l'eau, maintiennent l'hydratation : glycérol, constituants du NMF...
 - filmogènes...diméthicone, polyquaternium...polymères
 - bactéricides, agents tannants...
-
- les actifs : ce sont des substances qui agiraient en profondeur (antivieillessement, antirides...)

II.1.5. Préparations cosmétiques pour les soins de la peau.

La surface de la peau est légèrement acide (pH 6 environ), ce qui joue un rôle dans la défense de l'épiderme contre les agressions bactériennes. Ce manteau acide est fourni par les glandes sébacées. La peau est exposée à de nombreuses attaques d'agents extérieurs : la lumière, les intempéries (les vents chauds déshydratent l'épiderme, les vents humides et salés enflamment la peau), en outre, les poussières rayent l'épiderme et ouvrent la porte aux microbes.

Le revêtement cutané est un gel protéique dans lequel les protides sont plus ou moins associés à des lipides et fortement gonflés d'eau. En moyenne, la peau contient 27% de protides et 70 % d'eau. Celle-ci contient en solution des sels minéraux et des glucides.

La surface de la peau qui est kératinisée est moins hydrophile que les couches inférieures. Il semble en effet que la présence d'acides aminés soufrés dans la kératine ainsi que le grand nombre de ponts entre les chaînes de cette protéine en bloquent les fonctions hydrophiles. La teneur en lipides de la peau varie de 2,5 à 4 % et, chaque jour, nous en éliminons 2g au moyen des sécrétions sébacées. Ces lipides se trouvent sous

forme de glycérides, d'acides gras et de lécithine fixés sur des protéines que l'on appelle alors lipoprotéines. Ces composés rendent les membranes cellulaires semi perméables.

➤ **Les préparations cosmétiques**

Les préparations cosmétiques doivent présenter un certain nombre de qualités :

- être neutres ou légèrement acides ;
- ne pas être trop hygroscopiques ;
- ne pas être imperméables pour que l'élimination des déchets par l'organisme soit possible ;
- avoir une composition proche des sécrétions normales de l'épiderme et de sa composition physiologique ;
- pouvoir pénétrer dans la peau.

La plupart de ces préparations se présentent sous forme d'émulsions eau / huile ou huile/ eau dans lesquelles de fines gouttelettes d'une des phases sont dispersées dans l'autre phase appelée phase continue.

Pour que l'émulsion soit stable, il faut ajouter un émulsifiant : substance tensioactive caractérisée par la présence dans la molécule d'une partie lipophile (chaîne carbonée) et d'une partie hydrophile ionisée ou non.

Selon la définition de la pharmacopée, les préparations semi-solides pour application cutanée doivent être homogènes. Il faut donc préparer un mélange onctueux facilement applicable c'est-à-dire non abrasif dans lequel les composants solubles ou insolubles sont parfaitement dispersés et non visibles à l'application.

Les préparations s'effectuent en 2 étapes :

- mélange des excipients pâteux qui s'effectue le plus souvent après liquéfaction des excipients en commençant soit par celui qui a le point de fusion le plus élevé, soit dans l'ordre de quantités croissantes.
- addition des principes actifs solide ou liquide qui s'effectue en fonction :
 - de la solubilité du principe actif dans les excipients utilisés
 - de l'insolubilité du principe actif : s'il est liquide, on pourra l'émulsionner et s'il est solide, on le dispersera dans une suspension après l'avoir réduit en poudres fines et tamisé pour éviter tout effet abrasif [30].

➤ **L'absorption percutanée des produits cosmétiques :**

L'absorption percutanée d'une substance, en accord avec Rothaman (1954), peut être définie comme étant la somme de deux phénomènes qui sont, d'une part, une pénétration d'une molécule du milieu extérieur au sein de la peau entière et, d'autre part, une résorption depuis les structures cutanées par la circulation sanguine ou lymphatique.

➤ **Mode d'action des crèmes et laits cosmétiques :**

Les cosmétiques peuvent avoir une action physique, physico-chimique ou chimique.

La peau étant une membrane semi-perméable, des molécules de petites dimensions peuvent diffuser au travers de sa surface, surtout si elles sont liposolubles.

La perméabilité de la peau peut être modifiée par la fixation d'ions sur les protéines superficielles.

Parmi les constituants des préparations cosmétiques, les protides peuvent se combiner avec les lipides de la peau : les kératines entrent en combinaison avec les lipides en donnant lieu à des lipoprotéines dont les caractéristiques physico-chimiques sont différentes de celles des molécules de départ et peuvent donner un aspect plus agréable à l'épiderme. Les hydrocarbures, par contre, ne donnent que des associations physiques (adhésion) et ne réagissent pas avec les constituants de l'épiderme.

II.2. La peau

II.2. 1. Généralité

Avec plus de 1.5 m² chez l'homme adulte, la peau est un organe de grandes dimensions; elle constitue la première barrière protectrice contre les produits chimiques, le rayonnement et les infections, tout en limitant l'évaporation des fluides corporels. On distingue dans la peau trois couches : l'épiderme (qui comprend une couche supérieure de cellules mortes appelée "couche cornée"), le derme et le tissu sous-cutané.

II.2. 2. Structure de la peau

La peau recouvre tout le corps et en reproduit les formes extérieures (anatomie de surface). Sa surface varie en fonction du poids et de la taille du sujet (70Kg-1,70m-1,80m²). Pour un sujet de 70Kg, le poids de la peau est évalué à 2100g. L'épaisseur de la peau varie selon les points considérés de 0.5mm à 2mm, à la paume des mains et à la

plante des pieds, 3mm. La couleur de la peau. Caractéristique du sexe et de la race, est due à la répartition en surface de quatre composantes principales :

- La mélanine : pigment brun
- Le carotène : varie du jaune à l'orange
- L'oxyhémoglobine : rouge
- La carboxyhémoglobine : pourpre

II.2. 3. Constitution de la peau:

✓ L'épiderme

L'épiderme est la couche la plus superficielle, celle qui est en contact avec l'extérieur. L'épiderme est la surface de la peau. Elle est composée de cellules mortes qui sont éliminées continuellement.

L'épiderme est constitué de:

- kératinocytes
 - mélanocytes.
 - cellules de Langerhans.

✓ Le derme

Le derme est riche en fibres collagènes et élastiques, qui assurent à la peau sa résistance et son élasticité. Le derme se situe juste en dessous de l'épiderme. C'est là où les cellules se multiplient pour remplacer celles qui sont éliminées. Contrairement à l'épiderme, il contient de nombreux vaisseaux sanguins qui assurent la nutrition de l'épiderme. On trouve dans le derme des terminaisons nerveuses spécifiques, sensibles au toucher, à la douleur et à la température qui permettent la protection et la réparation des tissus endommagés. En effet, le derme est essentiellement constitué d'une protéine appelée collagène, laquelle élabore le tissu cicatriciel pour réparer les coupures et les écorchures. Le derme renferme également la base du poil.

✓ L'hypoderme

L'hypoderme est la couche la plus profonde de la peau. Sous le derme se trouve l'hypoderme qui est une couche adipeuse sous-cutanée. Cette couche de peau est riche en graisse et en vaisseaux sanguins, son rôle est d'amortir les pressions auxquelles la peau est soumise et de protéger l'organisme des variations de température. L'hypoderme se trouve essentiellement dans les parties du corps devant supporter un impact important, comme les fesses ou les talons. Il est quasi inexistant dans les autres zones [31].

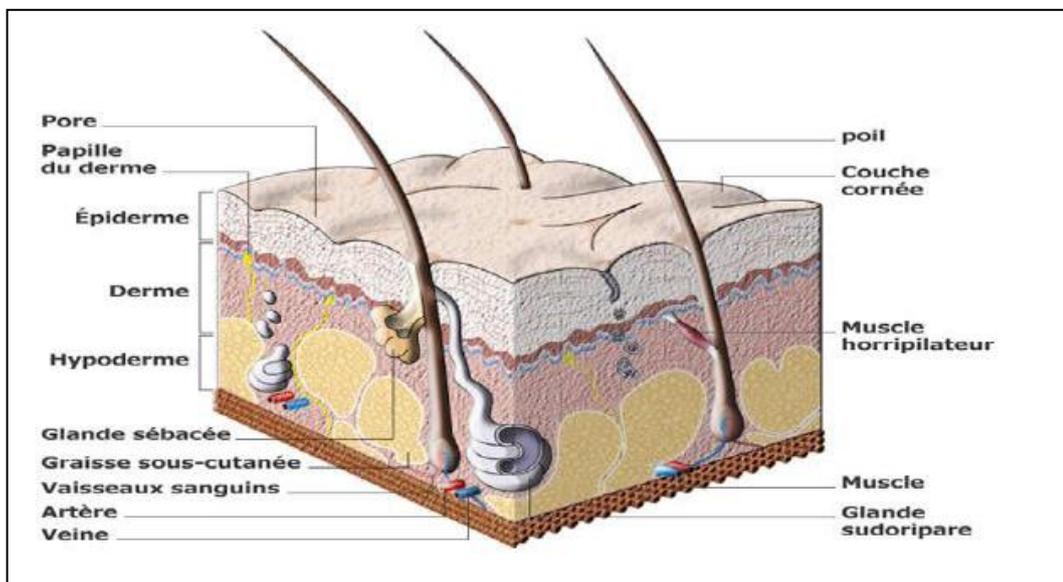


Figure II.1 : Structure générale de la peau

II.2. 4. Composition chimique de la peau :

La surface épidermique n'est pas uniforme, puisqu'elle donne passage aux conduits excréteurs des glandes sudoripares, au système pileux accompagné de la voie d'excrétion des glandes sébacées. Ces voies trans épidermiques sont des voies de passages directes vers le derme où logent ces organes (Tableau III-1). La glande sudoripare a un conduit étroit qui ne permet guère un passage, par ailleurs repoussée par le flux de sueur. [32].

Tableau III-1: Structure chimique de la barrière épidermique [32]

Membrane	Composition
Membrane cellulaire	5% <ul style="list-style-type: none"> • Lipides • Protéines non fibrillaires
Membrane intracellulaire	85 % <ul style="list-style-type: none"> • Lipides (20 %) • Protéines a (50 %) • Protéines b (20 %) • Protéines non fibrillaires (± 10 %)
Membrane Extracellulaire	10 % <ul style="list-style-type: none"> • Lipides • Protéines • Mucopolysaccharides

II.2.5. Le pH de la peau

Le pH de la peau est plus important qu'on ne puisse le croire, puisqu'il conditionne l'ionisation et la capacité d'absorption des principes actifs. Ce pH est variable sur les divers endroits divers du corps, mais aussi en fonction de la sueur, de sécrétions séborrhéiques, ou d'états pathologiques de la peau. Voisin d'un pH 5, il peut être facilement influencé par le pH du véhiculeur. [32].

II.2.6 Les trois types de plaies.

A. Les plaies du premier degré

Les blessures du premier degré ne concernent que l'épiderme. Elles se manifestent par une suppression des kératinocytes situés à la surface de la plaie, l'épiderme se trouve alors plus ou moins aminci. Elles ne sont douloureuses que quelques jours et le pronostic évolutif est rapidement favorable.

Ces lésions proviennent la plupart du temps d'une légère brûlure, d'un coup de soleil ou d'une petite abrasion.

B. Les plaies du deuxième degré

Les blessures du second degré sont caractérisées par la destruction de l'épiderme, de la membrane basale et d'une partie du derme. La blessure ayant touché les corpuscules basaux, les vaisseaux et d'autres cellules importantes, les terminaisons nerveuses de la douleur s'activent. Les blessures du second degré sont donc souvent très douloureuses.

Ce type de blessure est généralement causé par une brûlure importante, une abrasion de la peau ou une coupure. [33]

C. Les plaies du troisième degré

Les blessures du troisième degré sont les plus graves : elles se manifestent par une destruction complète de l'épiderme et du derme avec bien souvent atteinte de l'hypoderme. Ces lésions sont très graves car de nombreuses structures sont touchées et bien souvent détruites.

Ces blessures résultent dans la majorité des cas d'une brûlure importante, d'une coupure ou abrasion profonde. [33]

II.2. 7. Phénomènes de cicatrisation de la peau

L'épiderme guérit par régénération, grâce au renouvellement naturel des kératinocytes.

Le derme guérit par réparation, le tissu d'origine étant remplacé par un nouveau tissu non spécifique avec formation d'une cicatrice.

Dès qu'une lésion atteint le derme, les vaisseaux sanguins sont endommagés. Il se produit alors un épanchement de sang dans la plaie. Afin de refermer la blessure et de limiter les pertes sanguines, de nombreux mécanismes visant à stopper ou retenir l'hémorragie se mettent en place: on nomme l'ensemble de ces mécanismes l'hémostase. Cette hémostase est précédée d'un phénomène d'inflammation.[33].

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

III.1. MATERIELS ET METHODES

Dans cette étude, nous avons cherché à optimiser une formulation d'une crème cosmétique de soin de type l'huile dans l'eau (huile/eau), renfermant essentiellement deux phases. Une phase grasse (huile d'amande douce, beurre de karité, cire d'abeille), une phase aqueuse (hydrolat de lavande) et lécithine de soja (comme émulsifiant). L'huile essentielle (HE) de lavande est ensuite ajoutée autant que principe actif. Cette huile essentielle possède plus ces propriétés pharmacologiques (Anti-infectieuse, anti-inflammatoire), des propriétés dermatologique très intéressantes (acné, piqûres d'insectes, cellulite, furoncles, dermatose, eczéma, inflammation, psoriasis, brûlures du soleil, peau sèche, herpès, peau grasse, mycose, candida et cicatrisante). L'extraction de l'huile essentielle s'est effectuée par hydrodistillation à partir des sommités fleuries secs de la plante, puis incorporée par la suite dans la formulation d'une crème cicatrisante BIO.

III.1.1. Matière végétale :

❖ **Description de la plante :**

- **Famille :** Lamiaceae.
- **Autres appellations:** Lavande vraie, Lavande officinale, Lavande commune.
- **Constituants principaux :**
 - Monoterpénols : linalol.
 - Esters terpéniques : acétate de linalyle.

La Lavande officinale ou Lavande vraie, est une plante à feuilles étroites. Son nom latin est *Lavandula angustifolia* L. ou *L. officinalis* Chaix = *L. vera* DC. Elle connue en arabe sous le nom de « khuzâma », c'est un arbrisseau buissonnant pouvant atteindre 1 m de hauteur. Les feuilles, linéaires et de couleur gris vert, ont une longueur variant

entre 3 et 5 cm. La tige est ligneuse. Les Fleurs sont bleues groupées à l'aisselle de bractées ovales au sommet de rameaux fertiles formant des sortes d'épis un peu lâches, très aromatiques.

❖ Parties utilisées

Les sommités fleuries constituent la seule partie prélevée sur cette plante.

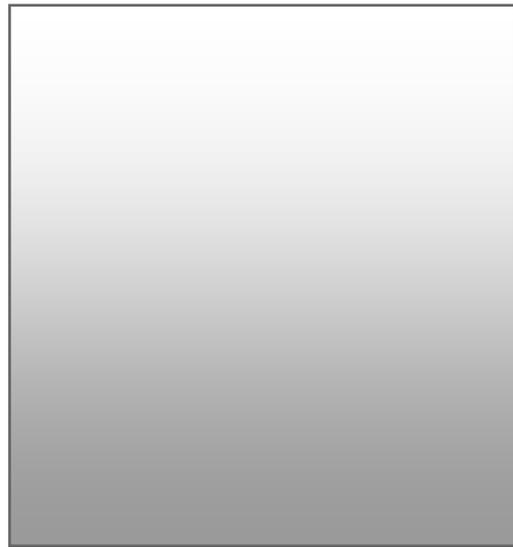


Figure III.1.1. : lavandula angustifolia : (a) fleurs fraîches ; (b) fleurs sèches.

C'est l'huile essentielle la plus utilisée car elle est polyvalente, non toxique et bien tolérée par la peau même chez les plus jeunes. Elle est particulièrement adaptée au soin de plaies grâce à ces propriétés anti-inflammatoires, anti-infectieuses, antalgiques et cicatrisantes.

❖ Détermination du taux d'humidité :

Le taux d'humidité est la quantité d'eau contenue dans la matière végétale. Le contenu en humidité des plantes a été déterminé par le procédé de séchage à l'étuve à $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ [29]. Le taux d'humidité est exprimé en pourcentage et calculé par la formule suivante :

$$H (\%) = (M1 - M2) / M1 \times 100$$

H % = taux d'humidité exprimé en pourcentage.

M1 = Poids de l'échantillon en gramme après la récolte (plante fraîche).

M2 = poids de l'échantillon en gramme après le séchage (plante sèche).

La plante de *lavandula angustifolia* que nous avons achetée était déjà séchée, afin de calculer l'humidité de cette dernière nous nous sommes procuré une quantité fraîche de l'institut ITMAS et nous l'avons séchée à l'étuve, puis comparé les poids.

❖ Extraction de l'huile essentielle de lavande :

La qualité et la valeur commerciale d'une huile essentielle dépendent de plusieurs facteurs qui sont :

- l'espèce botanique : origine de la plante, son âge,...
- les conditions climatiques et géologiques : nature du sol, ensoleillement, situation géographique,...
- l'extraction : temps d'extraction ...

Le procédé d'obtention de l'huile essentielle intervient de façon déterminante dans sa composition.

Nous nous sommes intéressés plus particulièrement au procédé d'hydrodistillation puisque c'est une méthode de mise en oeuvre facile et peut donner des rendements très élevés.

L'hydrodistillation est sans aucun doute le procédé le plus ancien, en effet il fut importé en Europe de la civilisation islamique entre le VIII^{ème} et le X^{ème} siècle mais le principe était déjà connu et utilisé par les Egyptiens dès le IV^{ème} siècle. L'hydrodistillation peut facilement être reproduite au laboratoire et elle ne nécessite pas beaucoup de matériel. Elle consiste à immerger la matière végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est porté à ébullition et l'opération est généralement conduite à pression atmosphérique.

A. Description du dispositif d'extraction :

De manière générale, la distillation est un procédé de séparation basé sur la différence de composition entre un liquide et la vapeur engendrée [35]. La technique implique la condensation de vapeur et la récupération des fractions liquides miscibles. On peut également procéder à la distillation des liquides miscibles. C'est le cas de l'hydrodistillation.

La figure (III.1.2) montre le montage utilisé pour l'extraction. L'appareil utilisé est constitué d'un chauffe ballon qui permet la distribution homogène de la chaleur dans le ballon, un ballon en verre où l'on place les fleurs séchées et l'eau distillée, une

colonne de condensation de la vapeur (réfrigérant) qui vient de l'échauffement du ballon, un collecteur (erlen) en verre qui reçoit les extraits de la distillation.

Le protocole expérimental de l'hydrodistillation au laboratoire est le même pour une extraction à grande échelle, le ballon et le chauffe-ballon dans ce cas sont remplacés par un alambic et l'erlenmayer par un vase florentin.



Figure III.1.2 : dispositif d'hydrodistillation

- 1 : ballon rond remplie par la matière végétale
- 2 : chauffe ballon.
- 3 : réfrigérant serpentin .
- 4 : Ampoule à décanter

B. Procédé d'extraction :

Le poids de 50 g de fleur sèches sont mises dans un ballon à fond rond de 250 ml, additionnées de 200ml d'eau distillée. On ajoute quelques grain de pierre ponce pour assurer une ébullition homogène, la matière végétale doit être totalement immergé dans l'eau, l'ensemble est porté à ébullition pendant environ 3 heures. Le chauffage doit être assez fort au début pour amorcer l'ébullition puis il est réglé de façon à maintenir le reflux souhaité.

On a répété l'opération 3 fois avec le même procédé sauf que la 2^{ème} et 3^{ème} fois on a pesé 100 g de matière végétale.

L'huile essentielle est alors entraînée par la vapeur d'eau. Elle est ensuite condensée en passant par le condensateur. Le liquide recueilli résulte en un distillat avec une couche d'huile mince à la surface qui sera par la suite séparée, après repos du liquide. L'huile essentielle obtenue est gardée au réfrigérateur à 4 °C et à l'obscurité.

C. Détermination de la cinétique et du rendement d'extraction :

L'extraction s'effectue en deux étapes de durée inégale. L'étape de chauffage, traduit l'augmentation de la température au sein du réacteur jusqu'à la température de distillation sensiblement égale à la température d'ébullition de l'eau.

L'étape d'extraction proprement dite durant laquelle les molécules aromatiques sont effectivement distillées est longue et se traduit par un palier de température situé au niveau de la température de distillation (100°C).

Pour étudier la cinétique d'extraction de l'huile essentielle des fleurs de *Lavandula officinalis* à l'état sec, nous avons récupéré des quantités de l'huile essentielle correspondantes à des intervalles de temps de 15 mn qui s'étalent de 0 à 190 minutes. Les quantités des huiles essentielles obtenues ont été exploitées dans le but de calculer le rendement à chaque intervalle de temps.

Selon la norme **AFNOR (1986)**, le rendement en huile essentielle (RHE) est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue après l'extraction (M_H) et la masse de la matière végétale utilisée (M). [36]. Le rendement est exprimé en pourcentage, et il est donné par la formule suivante :

$$\text{RHE (\%)} = M_H/M \times 100$$

RHE : rendement en huile essentielle des fleurs sèches ;

M_H : masse d'huile essentielle en gramme à partir des fleurs sèches ;

M : masse de la matière végétale sèche utilisée en gramme et qui vaut 50 g.

D. Conservation de l'huile essentielle obtenue :

La conservation des huiles essentielles exige certaines précautions indispensables. C'est pour cela nous les avons conservées à une température voisine de 4 °C, dans un flacon en verre brun fermé hermétiquement pour la préserver de l'air et de la lumière.

E. Analyse de l'huile essentielle :

La valeur commerciale d'une huile essentielle est la plus part du temps estimée d'après ses qualités organoleptiques, (odeur, goût, couleur, état.) auxquelles s'ajoutent qui ont fait l'objet d'étude "indices" un certain nombre de constantes appelées statistique très importante. Ces constantes ont été normalisées au sein d'organismes nationaux exemple en France : l'AFNOR (Association Française de Normalisation) ou encore l'ISO (International Standard Organisation) et généralement dans tous les pharmacopées existantes.

Comme les propriétés organoleptiques ne donnent qu'une idée fluctuante et fragmentaire d'une huile essentielle, le besoin d'une caractérisation plus précise s'est manifesté. Celle-ci a été obtenue par l'examen des propriétés globales de l'essence les plus facilement accessibles en particulier ses propriétés physico-chimiques. Ces indices sont constitués par des déterminations physiques et chimiques (densité, indice de réfraction, pouvoir rotatoire, indice d'acide, indice d'ester.....).

Dans ce chapitre nous avons soumis notre essence :

- d'une part à une caractérisation par les indices physico-chimiques
- d'autre part à une analyse CPG.

i. Analyse physico-chimique de l'huile essentielle :**1. Mesure de densité relative à 20°C :**

La densité ou la masse volumique est une grandeur physique qui caractérise la masse d'un matériau par unité de volume.

La densité relative de l'HE est le rapport de la masse d'un certain volume de l'huile à 20°C et la masse d'un égal volume d'eau distillé à 20°C [37]. On a utilisé pour la mesure de densité une balance électronique de précision 10^{-4} , une seringue de 5 ml propre et sèche. 1 ml d'huile essentielle est pesé afin d'obtenir son poids exact.

2. Indice de réfraction :

C'est le rapport entre le sinus des angles d'incidence et de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

L'appareil employé pour mesurer l'indice de réfraction est le réfractomètre d'Abbe.

3. Indice d'acide I_A :

C'est le nombre de mg de KOH nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1g d'huiles essentielles. Les acides libres sont neutralisés par une solution d'Ethanol titrée de KOH.

Le matériel et réactifs chimiques nécessaires sont :

- Burette de 25 ml graduée.
- Erlenmeyer de 50 ml;
- Ethanol à 95%;
- Hydroxyde de potassium : on prépare une solution de 0.1 N dans l'éthanol;
- Phénolphtaléine : solution à 2g par litre dans l'éthanol;
- Huile essentielle de lavande.

Le mode opératoire consiste à l'introduction de 0.5g d'huile de lavande dans un ballon propre et sec, ajouter 5 ml d'éthanol à l'aide d'une pipette et 5 gouttes de Phénolphtaléine puis neutraliser la solution obtenue avec l'hydroxyde de potassium on utilisant une burette, après quelque secondes on distingue une variation de la couleur de la solution et à ce moment on arrête le titrage.

A la fin on prend le volume exact de KOH consommé pour le calcul de l'indice d'acide à l'aide de la relation suivante:

$$IA = (0.56 \times V_{KOH}) / m_{HE}$$

V: volume de KOH

m: masse d'huile.

ii. Détermination de la composition chimique de l'huile essentielle par chromatographie en phase gazeuse :

La chromatographie est une méthode de séparation et de quantification d'un composé présent dans une phase homogène liquide ou gazeuse, c'est une série de pics permettant de caractériser une huile essentielle. Dans une analyse chromatographique, les principaux constituants doivent être dans une fourchette précise pour répondre à la norme.

L'étude analytique de l'huile essentielle de *Lavandula officinalis*, par chromatographie en phase gazeuse type VARIAN CHROMPACK-CP 3800 par injection de 0.2µl d'extrait à l'aide d'une micro-seringue. Le gaz vecteur est l'hélium He d'un débit de 0.3ml/min. La colonne utilisée est une colonne capillaire de type CP-Chirasil Dex CB fusedsilica WCOT, de 25m de longueur et de 0.25mm de diamètre intérieur. L'épaisseur de la phase stationnaire est de 0.25µm ; la programmation de la température de la colonne initiale d'injection est de 70°C pendant 2.50mn, puis s'élève par palier de 15°C/mn à 240°C pendant 20mn ; le détecteur utilisé pour cette analyse est de type FID avec une température de 250° C.

L'appareil est piloté par un ordinateur menu d'un logiciel et d'une banque de données NIST qui permet l'identification des composés.

III.1.2. Elaboration de la crème.

Les propriétés d'un mélange dépendent généralement de sa composition, et il est fréquent que l'on veuille traduire les variations d'une propriété en fonction de la concentration des divers constituants.

Notre travail a pour objectif la recherche d'une composition optimale d'une formule destinée à élaborer une crème cosmétique de soin, et une comparaison de cette optimisation à une crème de référence.

❖ Matières Premières :

Toutes les matières premières ont été achetées localement.

➤ Huile essentielle de lavande :

Extraite à partir de lavande sèche. (Voir extraction de l'huile essentielle)



Figure III.1.3 : huile essentielle de lavande.

➤ Hydrolat de lavande :

L'eau d'évaporation condensée durant la distillation de l'huile essentielle constitue l'hydrolat. Cet hydrolat, plus communément appelé « eau florale », contient les mêmes composés volatils présents dans l'huile essentielle mais en quantité moindre (moins de 5%), en plus des composés hydrosolubles.

Ces eaux florales constituent fréquemment la partie aqueuse des bases de produits bio mais peuvent également s'appliquer directement sur le visage comme tonique.

Elles sont très douces et sans alcool, elles peuvent donc être utilisées comme eau de toilette, notamment pour les jeunes enfants.

➤ Huile d'amande douce :

Nom latin : Prunus amygdalus, Prunus dulcis.

INCI : PRUNUS AMYGDALUS DULCIS OIL.

L'huile d'amande douce est riche en différentes vitamines, mais surtout en vitamine A (améliore l'élasticité de la peau) et en vitamine E (accélère la réparation cellulaire).

Elle est aussi très riche en minéraux et contient du potassium, du phosphore, du calcium, du magnésium, du fer, du zinc et du cuivre. C'est surtout utile à savoir si vous mangez des amandes régulièrement (les minéraux sont plus utiles dans la digestion que... sur la peau).

L'huile d'amandes en plus de désenflammer et calmer les irritations cutanées, hydrate et atténue tout type de peaux.

- Elle prévient les rides et les vergetures.

➤ **Beurre de karité :**

Synonymes: arbre à beurre, arbre de vie aux multiples vertus.

Nom scientifique: *Butyrospermum parkii*

Famille: sapotacées

Le beurre de karité est un produit efficace aux vertus exceptionnelle, il résout tous les problèmes de peau sans aucune contre indication

Il possède de puissantes vertus régénératrices et réparatrices de la peau grâce aux vitamines A, D, E et F qu'il contient naturellement

Il apaise protège nourrit et assoupli la peau, ce qui contribue à la garder jeune et en bonne santé, il combat les rides, le dessèchement.

Il est recommander pour :

- L'hydratation de la peau (partie lipidique) la cicatrisation (esters cinnamique)
- La protection solaire (calme les coups de soleil grâce au karitène)
- Retarder la formation des rides au visage
- Soulager les tendinites ou autres problèmes musculaire.
- Protège les cheveux et les pieds secs.
- Il est bénéfique pour les démangeons de la peau, éruption cutanée ; eczéma ...etc. et pour les peaux intolérante ne supportant pas les cosmétiques à base de produits chimique.



Figure III.1.4 : beurre de karité.

➤ **Cire d'abeille :**

Nom scientifique : Cera flava

Description : Il s'agit de la cire des abeilles, non purifiée elle est de couleur jaune.

Elle forme un film protecteur sur la peau, elle lisse et graisse la peau

Famille : Cire : Solide ou liquide.

Origine : Animale.

On retrouve la cire d'abeille dans les traités de médecine de l'antiquité romaine où elle est mentionnée dans les formules de cérat (le célèbre Cérat de Galien, médecin romain du II^e siècle). Plus tard, elle entre dans la composition des rouges à lèvres.

De nos jours, en cosmétique, c'est un ingrédient presque incontournable. La cire d'abeille est en effet un émulsifiant naturel (qui permet le mélange d'une phase liquide et d'une phase huileuse), un actif filmogène extraordinaire (qui empêche la déshydratation) et un additif (qui permet de durcir les huiles pour en faire des baumes par exemple).

Utilisée dans les soins de prévention de vergetures, elle apporte en outre à la peau un toucher très doux, l'assouplit et empêche son dessèchement.



Figure III.1.5 : Cire d'abeille

➤ **Lécithine de Soj :**

- **Origine**

La lécithine est en fait recouverte une famille de molécules tensioactives aussi appelées phosphatidyl-glicéride, qui varient par la nature des acides gras qui les constituent.

On trouve de la lécithine dans le soja (c'est la principale source aujourd'hui de lécithine) et dans le jaune d'oeuf (on l'extrait de l'œuf principalement pour la cosmétique).

La lécithine contient également une vitamine parente du groupe B, la choline, elle contient aussi de la vitamine E, antioxydant puissant et ennemi des graisses.

La lécithine que nous vous proposons est extraite de soja garanti non OGM. Incorporée dans les émulsions, elle en augmentera la stabilité tout en conservant une texture plutôt fluide, au toucher très soyeux.

Les matières premières et leurs rôles sont résumés sur le tableau III.1.1

Tableau III.1.1 : tableau récapitulatif des matières utilisées dans la formulation de la crème.

Composés	Nature chimique	Propriété physique	Rôle
HE de lavande	Composé d'origine végétale (monoterpèneol, esters terpéniques))	Liquide transparent à jaune pâle	Principe actifs activité cicatrisante
H d'amande douce	Composé organique végétale (mélanges de terpènes ,	Liquide jaune pâle	hydratation de la peau
Cire d'abeille	Composé d'origine animale (mélange d'acide et d'esters)	Aspect peu solide de couleur miel	effet filmogène et nourri la peau
Beurre de karité	phosphatidyl-glicéride végétal	Poudre jaune avec une légère odeur d'œuf	apaise protège nourrit et assouplit la peau
Lécithine de soja	phosphatidyl-glicéride	Poudre jaune avec une légère odeur d'œuf	Emulsifiant

❖ Préparation de la crème de base (Huile/Eau) .

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

- Introduction de la phase dispersée par fraction en attendant que l'émulsion se fasse.
- Respect des conditions de température et d'agitation, compte tenu de ses principes, le mode opératoire décrit ci-après a été adopté.

En premier lieu, on effectue les pesées nécessaires :

1. **Phase huileuse** : elle est composée essentiellement de l'huile d'amande douce, de la cire d'abeille, du beurre de karité, et de la lécithine de soja comme émulsifiant
2. **Phase aqueuse** : elle est composée d'hydrolat de lavande.

- **Formulation :**

Notre travail a pour objectif la recherche d'une composition optimale d'une formule destinée à élaborer une crème cosmétique de soin, l'optimisation de la composition a été réalisée en mettant en œuvre un balayage, nous nous sommes aussi proposé de varier les rapports des phases constituant l'émulsion en prenant deux rapports différents $\phi_H / \phi_A = 60/40$ et $\phi_H / \phi_A = 65/35$.

- **Optimisation des paramètres :**

Nous avons effectué plusieurs essais pour la formulation de la crème en faisant varier les proportions des composants.

- $\phi_A / \phi_H = 60/40$

Le balayage pour 20g de crème effectué est représenté dans (les tableaux III.1.2 , II.1.2 , III.1.3. et III.1.4) ci-dessus.

- Pour cette étude nous avons fait varier la quantité de cire(CA) et beurre de karité(BK), cependant la somme des deux constituants devrait être égale $(CA+BK)=10\%$; et fixer le % de l'huile d'amande douce HAD= 30% et celle du tensioactif TA=0.5 %.

Tableau III.1.2 : balayage des proportions de formulation $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile essentielle avec

a. TA=0.5%, HAD=30%.

Essais N°	CA%	BK%
a.1	5	5
a.2	6	4
a.3	4	6
a.4	7	3
a.5	3	7

- Pour les même % de cire, de beurre et d'huile d'amande douce, le % du tensioactif est fixé à TA=0.3 %.

Tableau III.1.3 : balayage des proportions de formulation $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile essentielle avec

b. TA=0.3%, HAD=30%.

Essais N°	CA%	BK%
b.1	5	5
b.2	6	4
b.3	4	6
b.4	7	3
b.5	3	7

- Nous avons par la suite varié les % de cire d'abeillé et de beurre de karité pour que leur somme soit inférieure à 10%, et fixer les même % pour l'huile et le tensioactif que dans la formulation précédente.

Tableau III.1.4 : balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 60/40$ sans Huile essentielle avec

c. (CA+BK<10), TA=0.5%.

Essai N°	HAD%	CA%	BK%
c1	34	3	3
c2	32	3	5
c3	32	5	3
c4	31	4.5	4
c5	35	2	3
c6	35	3	2

- Nous avons repris les mêmes % de cire, de beurre et de l'huile cependant fixé le % du tensioactif TA=0.3 %.

Tableau III.1.5 : balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 60/40$ sans Huile essentielle avec

d. (CA+BK<10), TA=0.3%.

Essai N°	HAD%	CA%	BK%
d1	34	3	3
d2	32	3	5
d3	32	5	3
d4	31	4.5	4.5
d5	35	2	3
d6	35	3	2

➤ $\phi_H / \phi_A = 65/35$

Le balayage pour 20g de crème effectué est représenté dans (les tableaux III.1.6 ; III.1.7 ; III.1.8 ; III.1.9) ci-dessus.

Nous avons procédé de la même façon que pour le balayage précédents, avec en premier lieu variation des % de cire et de beurre pour que (CA+BK=10%) et TA=0.5 % Puis varier les % de cire e de beurre pour que (CA+BK<10%) et TA=0.3 %.

Tableau III.1.6: balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans huile essentielle avec

a'. TA=0.5% et HAD=25%.

Essai N°	CA%	BK%
a'1	5	5
a'2	6	4
a'3	4	6
a'4	7	3
a'5	3	7

Tableau III.1.7 : balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans huile essentielle avec

b'. TA=0.3% et HAD=25%..

Essais N°	CA%	BK%
b'1	5	5
b'2	6	4
b'3	4	6
b'4	7	3
b'5	3	7

Tableau III.1.8 : balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans Huile essentielle avec

c' (CA+BK<10), TA=0.5%.

Essai N°	HAD%	CA%	BK%
c'1	29	3	3
c'2	30	2	3
c'3	27	3	5
c'4	27	4	4
c'5	28	3	4

Tableau III.1.9 : balayage des proportions de formulation $\phi_H / \phi_A = 65/35$ sans Huile essentielle avec

d' (CA+BK<10), TA=0.3%.

Essai N°	HAD%	CA%	BK%
d'1	29	3	3
d'2	30	2	3
d'3	27	3	5
d'4	27	4	4
d'5	28	3	4

➤ **Mode opératoire :**

➤ **Préparation des deux phases (huileuse et aqueuse)**

Dans un bêcher de 50 ml on place une quantité d'huile d'amande douce, de cire d'abeille et de beurre de karité et l'émulsifiant, afin de les faire liquéfier.

Le bêcher est maintenu a une température entre (60-70 °C) avec une agitation d'environ 600tr/mn jusqu'à liquéfaction total des composés.

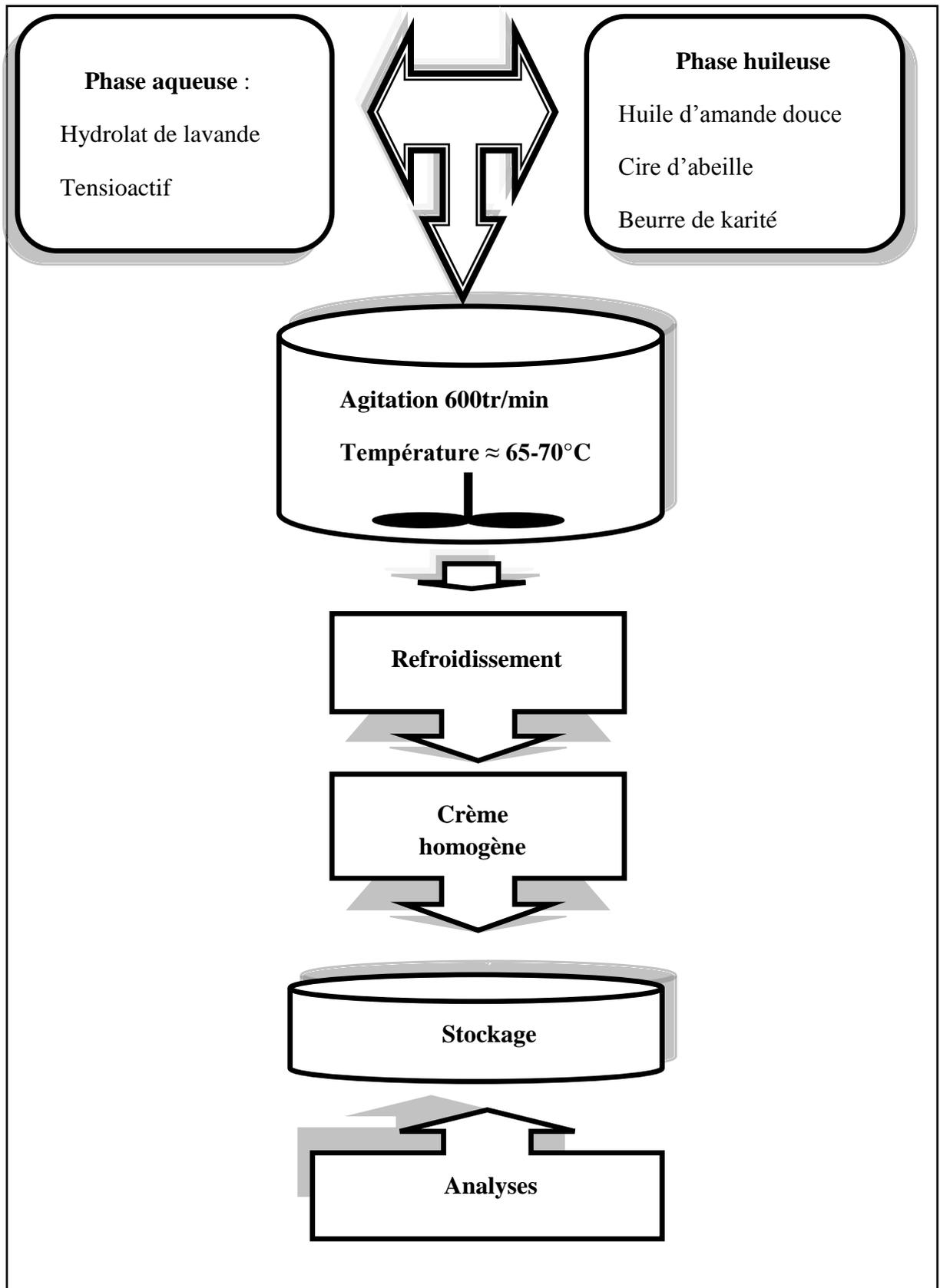
Entre temps faire chauffer l'hydrolat de lavande entre (60-70 °C).

➤ **mélange des deux phases et ajout des HE, conservateurs.**

Après chauffage on incorpore la phase huileuse dans la phase aqueuse

Lorsque le mélange passe en dessous des 40°C, on ajoute 1% de L'HE de lavande et le conservateurs en maintenant l'agitation jusqu'à refroidissement du mélange a environ 20 à 25°C

Mettre la crème dans un récipient hermétique et la conserver dans un endroit frais.

➤ **Processus de fabrication :****Figure III.1.6:** schéma représentatif du processus de fabrication.

❖ Stockage et conservation :

L'emballage utilisé pour le conditionnement doit être inerte vis-à-vis du produit fini et doit assurer une bonne conservation. Ceci est particulièrement important lorsqu'il y a une phase aqueuse qui risque soit de s'évaporer, soit d'être contaminée.

❖ Contrôle du produit finis

En tant que non seulement produit commercial mais surtout produit à usage cutané, la préparation des crèmes doit subir des tests ou analyses de qualité.

Pour être apte à son utilisation, tout produit formulé doit pouvoir être stable quelles que soit les conditions auxquelles il peut être exposé.

Notre crème formulée (celle qui correspond le plus exactement possible aux crèmes de soins du marché), doit subir un certain nombre de contrôles :

- Les uns physico-chimiques comme :
 - contrôles de stabilité(Centrifugation)
 - Le contrôle rhéologique (viscosité)
 - Le pH .
- D'autres contrôles sensoriels comme
 - L'aspect.
 - L'odeur.
 - La couleur.

A. contrôles physico-chimiques :**i. Test de Stabilité par centrifugation**

Cet essai a été effectué sur un ensemble d'échantillon dans une centrifugeuse type (EBA20) pendant 10 minutes à une vitesse de 3600 tours/minute et une température ambiante.

ii. homogénéité :

Ce test permet d'apprécier l'homogénéité. Celle-ci peut effectivement être évaluée après étalement en couche mince sur une surface plane à l'aide d'une spatule.

iii. Mesure du pH

Nous avons procédé à un test à l'aide d'un pH mètre, afin de mesurer la teneur en pH de notre crème. Tout d'abord, il est nécessaire de savoir que la valeur lue sur le pH mètre ne peut être retenue comme mesure que lorsqu'elle est stabilisée. La durée de stabilisation est en général de quelques secondes et elle varie en fonction de la nature de

la solution ou de l'encrassement de l'électrode. Ensuite, le pH mètre doit être étalonné avant chaque mesure ou série de mesures ce qui permet la graduation de l'appareil en étalon.

Nous avons mesuré directement, à l'aide d'un pH-mètre, le pH de la crème (l'électrode utilisé est spécifique pour la mesure des pH des gels)

iv. Mesure de la viscosité

La viscosité est une grandeur physique qui joue un rôle essentiel en rhéologie ; elle représente la résistance qu'opposent les molécules d'un liquide à une force tendant à les déplacer par glissement. Pour caractériser physiquement un produit, on détermine sa courbe d'écoulement. On appelle équation rhéologique d'état d'une substance, la relation qui existe entre la déformation de cisaillement « γ » et la contrainte de cisaillement « τ ». Cette relation est notée : $\tau = f(\gamma)$.

Les courbes qui traduisent graphiquement l'équation rhéologique d'état sont appelées rhéogramme. La viscosité est définie par la relation : $\eta = \tau / \dot{\gamma}$.

Pour évaluer la stabilité physique et la plasticité d'une crème cosmétique, on détermine la viscosité à l'aide d'un viscosimètre de type (**Anton Paar**). Les paramètres sont déterminés à une température de 20° C, pour une quantité de 2 g de chaque échantillon et une vitesse de 10 tours/min.



Figure III.1.7 : viscosimètre type (Anton Paar).

v. Influence de l'air

Le produit est exposé à l'air libre pendant une semaine.

vi. Influence de la température :

Pour le test de stabilité, nous avons déposé un échantillon de notre crème dans une étuve à 37° pendant 3 jours afin de mesurer sa stabilité microbiologique au cours du temps. La stabilité des produits cosmétiques est un des paramètres clé pour la garantie de sa qualité et pour la satisfaction du consommateur.

B. Contrôle sensoriel :

Après sa fabrication, et avant sa commercialisation, chaque produit cosmétique doit passer par une analyse sensorielle qui permet de mesurer les perceptions sensorielles (vue, ouïe, odorat, toucher et parfois même goût) d'un produit en se reposant sur un avis objectif, celui d'un consommateur consentant. Pour que cette analyse ait plus de valeur, il est nécessaire de la reproduire sur le maximum de personnes possibles. Ainsi, l'analyse sensorielle consiste à étudier de manière ordonnée et structurée les propriétés d'un produit afin de pouvoir le décrire, de le classer ou de l'améliorer d'une façon extrêmement objective et rigoureuse. La définition officielle est : L'analyse sensorielle consiste à analyser les propriétés organoleptiques des produits par les organes des sens. C'est pour cela que nous avons interrogée séparément 10 personnes, en leur demandant de noter le plus objectivement possible notre produit de 0 à 10.

La crème qui correspond le plus aux critères de qualités des consommateurs doit encore passer les tests suivant :

C. Tests de tolérances cutanées :

Les tests effectués sur des volontaires, afin de s'assurer que le produit ne pose pas de problème sur la peau.

D. Test d'efficacité clinique :

Les cicatrices sont bien souvent inesthétiques mais il est important de garder à l'esprit que les nombreuses thérapeutiques qui existent ne pourront jamais complètement les faire disparaître. Elles pourront cependant les atténuer, les aplanir ou les rendre plus esthétique.

Pour ce test, nous avons appliqué la crème réparatrice ; l'activité cicatrisante de la crème est testée sur des volontaires ayant des problèmes de peau (écorchures, brûlures, plaies ...)

III.2. RESULTATS ET DISCUSSION

III.2. 1. Taux d'humidité de la matière végétale

La détermination de l'humidité des fleurs sèches de *lavande* a révélé un taux approximatif à la moitié du poids des fleurs fraîches. Il correspond à environ 51,8% (figure III.2.1). D'où 48.2% représente le taux de matière sèche ayant servi réellement à l'extraction des huiles essentielles.

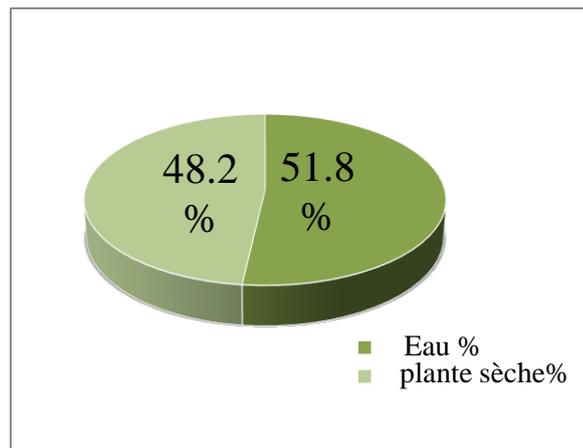


Figure III.2.1 : Taux d'humidité de "*lavandulaangustifolia* "

III.2.2. Détermination de la cinétique et du rendement d'extraction

Le rendement de l'huile essentielle est le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue et la masse de la matière végétale (*lavandulaangustifolia*) mise dans le ballon. Le rendement est exprimé en % et donnée par le rapport suivant.

$$R\% = M_H/M \times 100$$

Nous avons obtenu trois (3) extraits dont voici leur rendement respectif :

Tableau III.2.1 : rendement d'extraction de l'huile essentielle de

"*lavandulaangustifolia* "

Extraction	Masse en(g) de l'huile	Masse en(g) de la plante	Rendement %
E1	0.15g	50g	0.25%
E2	0.94	100g	0.94%
E3	1.02g	100g	1.02%

.L'évolution du rendement en fonction du temps est donnée dans le tableau (III.2.1) et représentée par le graphe(figure III.2.2)

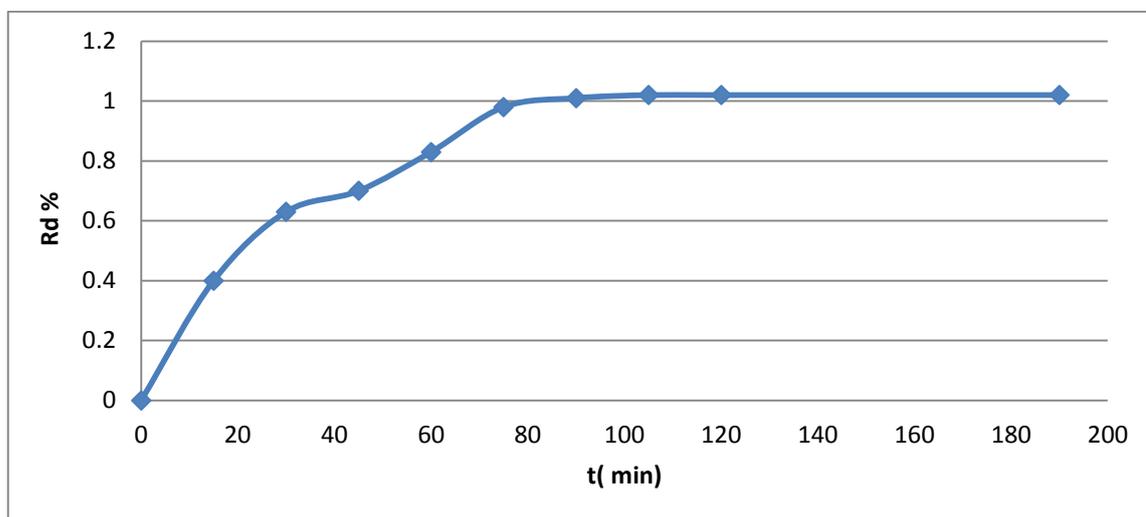


Figure III.2.2 : évolution du rendement de l'huile essentielle de "*lavandulaangustifolia*" en fonction du temps.

La cinétique d'extraction consiste à déterminer le rendement en fonction du temps d'extraction. Cette étude a pour but de fixer le temps nécessaire pour extraire le maximum d'huile et pour éviter les pertes de temps et d'énergie.

La cinétique d'extraction de l'huile essentielle des fleurs sèches de *Lavandulaofficinalis*, indique que le rendement augmente en fonction du temps puis il se stabilise. Les résultats présentés dans la Figure (III.2.2) montrent que pour une durée de traitement relative à 90 min nous avons pu atteindre un palier traduisant l'équilibre.

Nous avons obtenu une huile de couleur jaune pâle avec une odeur rappelant les sommités fleuries . Nous n'avons pas pu récupérer une quantité huileuse importante, le rendement obtenu est de 1.02 %.

De même, les résultats obtenus par **Sidi Boulouar et Ziane (2003)** indiquent que les fleurs sèches de *la lavande* provenant de la région d'Ouchba et Zarifet ont donné des teneurs en huile essentielle équivalentes respectivement à 0.94% et 0.70%. [38].

Ces variations de teneurs peuvent être dues à plusieurs facteurs cités dans la bibliographie notamment le degré de maturité des fleurs de *Lavandulaofficinalis*, l'interaction avec l'environnement (type de climat, sol), le moment de la récolte et la méthode d'extraction (**Besombes, 2008**).[39].

De ce fait nous pouvons dire que l'essence est extraite lors des 90 premières minutes de traitement

III.2.3. Analyse de l'huile essentielle :

L'huile essentielle de lavande ou essence de lavande est un liquide obtenu par hydrodistillation des sommités fleuries de *LavandulaAngustifolia*.

L'huile essentielle de lavande constitue un produit le plus souvent intermédiaire utilisé principalement en parfumerie mais aussi en cosmétologie et en aromathérapie.

i. Caractéristiques organoleptiques et indices physico chimique de l'huile essentielle de *lavandulaangustifolia* .

➤ Caractères organoleptiques :

Liquide limpide incolore à jaune pâle (voir **Figure III.2.3**) , d'odeur caractéristique, fraîche, florale rappelant celle des sommités fleuries de la plante légèrement camphrée



Figure III.2.3 : huile essentielle de *lavandulaangustifolia*

➤ caractérisation physico chimique

Les mesures des critères physico-chimiques ont été mesuré et comparé avec ce donné par les normes afnor, les résultats sont regroupés sur le tableau.....

Tableau III.2.2 : indices physico chimique de l’huile essentielle de *lavandulaangustifolia*

<i>Indices</i>	<i>Densité relative</i>	<i>Indice d’acide</i>	<i>Indice de réfraction</i>	<i>Pouvoir rotatoire à 10°</i>
Valeur	0.885	0.927	1.461	-10.5°
Normes AFNOR	0.880- 0.890	< 1	1.458 -1.464	– 11.5° – 7.0°

D’après les résultats obtenus on remarque que les valeurs des critères physico-chimiques sont conformes aux normes afnor.

- la densité relative de l’huile essentielle obtenue est dans le domaine des normes.
- l’indice d’acide vérifie la norme recommandée.
- l’indice de réfraction est conforme aux normes des huiles essentielles, la valeur trouvée est supérieur à l’indice de réfraction de l’eau.
- le pouvoir rotatoire est conforme aux normes de l’huile essentielle de *lavandulaangustifolia* donné par les normes AFNOR.

ii. Composition chimique

➤ **Principaux composés de l’huile essentielle détectés par CPG**

L’analyse de l’huile essentielle de *Lavandulaofficinalis* par chromatographie en phase gazeuse a permis de détecter 42 composés terpénique dont 67.29 % sont des dérivés monoterpéniques oxygénés et 15,3 % sont des hydrocarbures monoterpéniques.

Les composants majeurs de cette huile sont Linalol (27.44%) Acetate de linalyle (35.51%), terpèn-4-ol (3.31%) et l’Acétate de lavandulyle (4.44%)). **Sun et al** [40] ont comparé la composition chimique des huiles essentielles de *Lavandulaofficinalis* obtenues par différentes méthodes d’extraction. Ils ont trouvé que le linalyl acétate (35,44 %) et le linalol(18,70 %) sont prédominants dans les huiles essentielles obtenues par distillation à la vapeur tandis que leurs valeurs étaient respectivement de 2,63 et 4,04 % dans le cas d’extraction par solvants ; 36,80 et 43,47% dans le cas d’extraction par microonde.

D’après ces résultats, on remarque que la composition chimique de l’huile essentielle de l’espèce *Lavandulaofficinalis* cultivée dans cette région est différente de celles obtenues dans de nombreux travaux sur la même espèce, avec une prédominance

des composés monoterpéniques dans la plupart des cas, mais à des proportions différentes.

Cette différence de composition est due probablement à diverses conditions notamment l’environnement, le génotype, l’origine géographique, la période de récolte, le lieu de séchage, la température et la durée de séchage, les parasites et la méthode d’extraction [41].

III.2.4. Optimisation des paramètres de formulation.

l’optimisation consiste a déterminer le mélange optimal des 3 trois constituant voir (huile d’amande douce, cire d’abeille, et beurre de karité) comme variable de réponse nous avons pris la stabilité, la viscosité, la variation du pH, l’analyse organoleptique a aussi été prise en compte

➤ **Etude de stabilité**

Les résultats obtenus sont montrés dans les tableaux suivants ; et les analyses organoleptique ont été faites sur des volontaires.

Nous avons repris les paramètres de formulation précédentes pour le rapport $\phi A / \phi H = 60/40$ et regroupé dans un seul tableau. Et de même pour le balayage de formulation ayant un rapport $\phi A / \phi H = 65/35$.

Tableau III.2.3 : plan de mélange $\phi A / \phi H = 60/40$ sans huile essentielle.

Essais N°	CA%	BK%	Stabilité
a1	5	5	Instable
a2	6	4	instable
a3	4	6	stable
a4	7	3	Instable
a5	3	7	Instable
b1	5	5	Instable
b2	6	4	stable
b3	4	6	instable
b4	7	3	instable
b5	3	7	instable

Tableau III. 2.4 : plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 60/40$ sans huile essentielle. (HAD=30 % ; (CA+BK<10%))

Essais N°	HAD %	CA%	BK%	TA%	Stabilité
c1	34	3	3	0.5	stable
c2	32	3	5	0.5	stable
c3	32	5	3	0.5	stable
c4	31	4.5	4	0.5	stable
c5	35	2	3	0.5	Instable
c6	35	3	2	0.5	Instable
d1	34	3	3	0.3	instable
d2	32	3	5	0.3	instable
d3	32	5	3	0.3	instable
d4	31	4.5	4.5	0.3	instable
d5	35	2	3	0.3	instable
d6	35	3	2	0.3	Instable

Tableau III.2.5 : plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 65/35$ sans huile essentielle.

Essais N°	HAD %	CA%	BK%	TA%	Stabilité
a'1	25	5	5	0.5	stable
a'2	25	6	4	0.5	stable
a'3	25	4	6	0.5	instable
a'4	25	7	3	0.5	Instable
a'5	25	3	7	0.5	Instable
b'1	25	5	5	0.3	Instable
b'2	25	6	4	0.3	instable
b'3	25	4	6	0.3	stable
b'4	25	7	3	0.3	instable
b'5	25	3	7	0.3	instable

Tableau III.2.6 : plan de mélange $\phi_A / \phi_H = 65/35$ sans huile essentielle.

Essais N°	HAD %	CA%	BK%	TA%	Stabilité
c'1	29	3	3	0.5	stable
c'2	30	2	3	0.5	instable
c'3	27	3	5	0.5	stable
c'4	27	4	4	0.5	stable
c'5	28	3	4	0.5	stable
d'1	29	3	3	0.3	Instable
d'2	30	2	3	0.3	instable
d'3	27	3	5	0.3	instable
d'4	27	4	4	0.3	instable
d'5	28	3	4	0.3	instable

Nous avons repris tous les mélanges stables avec le pH le mois acide pour ensuite additionner 1% de l'HE, et refaire les tests de stabilité par centrifugation et mesurer leur pH, les résultats de l'analyse sont regroupés dans le tableau (III.2.7) ci-dessus.

Tableau III.2.7: balayage des proportions de formulation avec huile essentielle

Essais N°	HAD %	CA%	BK%	HE	TA%	Stabilité
a3	30	4	6	1%	0.5	stable
b2	30	6	4	1%	0.3	instable
c1	32	3	3	1%	0.5	stable
c2	32	3	5	1%	0.5	instable
c3	32	5	3	1%	0.5	instable
c4	31	4.5	4	1%	0.5	stable
a'1	25	5	5	1%	0.5	stable
a'2	25	6	4	1%	0.5	instable
b'2	25	4	6	1%	0.3	instable
c'1	29	3	3	1%	0.5	stable
c'3	27	3	5	1%	0.5	stable
c'4	27	4	4	1%	0.5	stable
c'5	28	3	4	1%	0.5	instable

➤ **Mesure du pH des crèmes stables.**

Tableau III.2.8 : Valeur de pH des crèmes stables

N°	essai	pH sans HE	pH avec HE
1	a'1	5.7	5.5
2	a'3	5.8	5.5
3	c1	5.9	5.6
4	c4	6.1	5.8
5	c'1	5.6	5.4
6	c'3	6.3	6.1
7	c'4	6.1	5.6

L'addition de l'huile essentielle de lavande vrais a légèrement acidifié notre crème ce pendant le pH est toujours dans les normes et proche au pH cutané. De plus elle permet de mieux conserver la crème.

Nous avons fais subir aux crèmes formulés les plus stables un examen rhéologique afin de mesurer leur viscosités. Les résultats de l'examen rhéologique sont regroupés dans le tableau (III.2.9) ci-dessus.

Tableau III.2.9 : plan de mélange ; viscosité et pH (V=10tr/min ; T=20°C)

N° essai	Composition					Viscosité Pa.s	pH
	HAD	CA	BK	TA	HE		
1	32	3	3	0.5	1%	34.45	5.5
2	30	4	6	0.5	1%	30.90	5.5
3	25	5	5	0.5	1%	40.22	5.6
4	31	4.5	4.5	0.5	1%	37.45	5.8
5	29	3	3	0.5	1%	18.56	5.4
6	27	3	5	0.5	1%	20.78	6.1
7	27	4	4	0.5	1%	31.52	5.6

Les résultats obtenues dans le tableau (III.2.12) montre que la viscosité change d'un mélange à un autre, d'après le plan de mélange .la viscosité augmente proportionnellement dans certain mélanges avec l'augmentation du % de cire d'abeille.

➤ **Analyse sensoriel :**

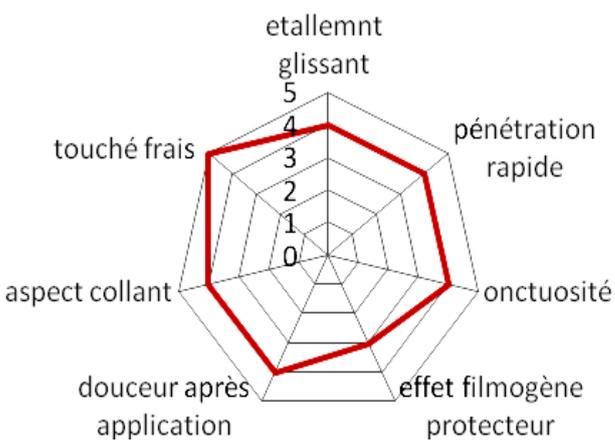
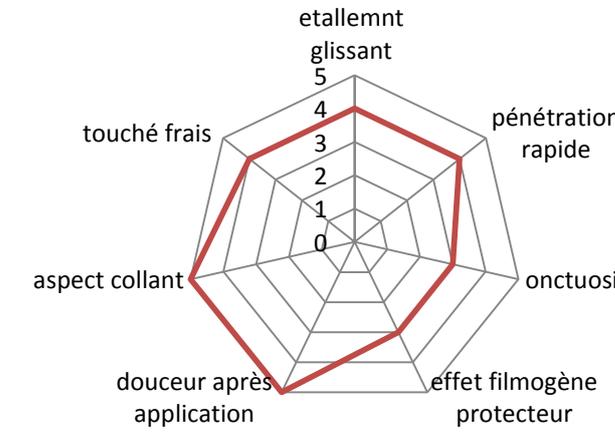
Les textures sont difficiles à caractériser avec des paramètres physiques, c'est pour cela que nous avons interrogé différentes personnes ayant utilisés les crèmes élaborés afin de les noter le plus objectivement possible allant de la note 1 à 5.

Nous avons établis un panel sensoriel qui consiste à synthétiser, par un graphique, l'ensemble des informations dégagées par l'analyse sensoriel du produit. Les réponses sensorielles sont regroupées dans le tableau (III.2.10).

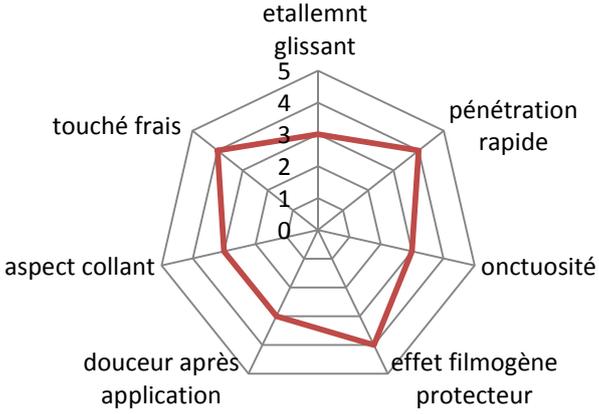
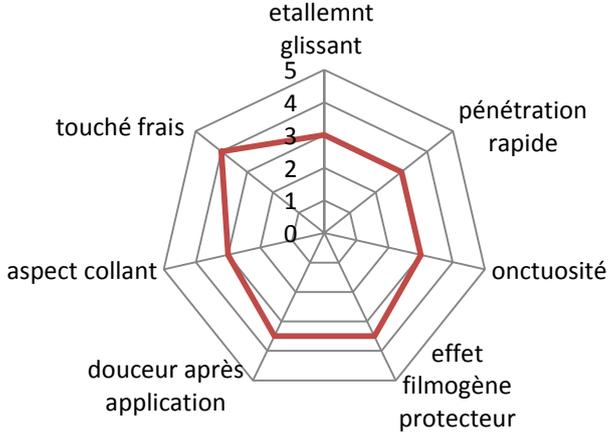
Certains critères on été choisis par les volontaires tel que l'aspect collant et le touché frais ; en se basant sur la lecture des graphes on constate que le film protecteur filmogène est peu apprécié, la raison est que les mélanges formulées sont à base de cire d'abeille, celle-ci laisse un film transparent brillant sur la peau ce qui est parfois non désiré chez quelques volontaires , cependant nous pouvons clairement voire que le mélange N°4 à été beaucoup plus apprécié que les autres mélanges et qu'une note de 5/5 a été attribuée aux critères étalement glissant et touché frais ainsi qu'une note 4.5/5 pour la pénétration rapide ; qui sont important pour caractériser les crèmes cosmétique de soin .

Ainsi d'après les notes d'appréciation nous remarquons que la crème est peut collante comparé aux autre mélanges formulées. Et qu'elle approche des critères de qualité de la crème de référence.

Tableau III.2.10: Etude sensorielle des critères de qualité des crèmes formulées.

N°	Composition	Résultat	Profil sensoriel
1	32% HAD 3% CA 3% BK 0.5% TA 1% HE	Crème légèrement épaisse, glissante bien pénétrante Apparence : homogène Odeur : lavande fraîche Couleur : jaune pâle	 <p>Detailed description of the radar chart for cream 1: The chart has seven axes representing sensory attributes. The scores are: étallement glissant (4.5), pénétration rapide (4.5), onctuosité (4.5), effet filmogène protecteur (3.5), douceur après application (3.5), aspect collant (3.5), and touché frais (4.5).</p>
2	30% HAD 4% CA 6% BK 0.5% TA 1% HE	Crème, légère, très glissante, fraîche au touché, bonne pénétration Apparence : homogène Odeur : lavande fraîche Couleur : blanc pâle	 <p>Detailed description of the radar chart for cream 2: The chart has seven axes representing sensory attributes. The scores are: étallement glissant (4.5), pénétration rapide (4.5), onctuosité (4.5), effet filmogène protecteur (3.5), douceur après application (3.5), aspect collant (3.5), and touché frais (4.5).</p>

<p>3</p>	<p>25% HAD 5% CA 5% BK 0.5% TA 1% HE</p>	<p>Crème légèrement épaisse, onctueuse, trais fraiche au touché, peu collante</p> <p>Apparence : homogène</p> <p>Odeur : lavande fraiche</p> <p>Couleur : blanc jaunâtre</p>	
<p>4</p>	<p>31% HAD 4.5% CA 4.5% BK 0.5% TA 1% HE</p>	<p>Crème, légèrement épaisse, très fraiche au touché, pénétration rapide peu collante.</p> <p>Apparence : homogène</p> <p>Odeur : lavande fraiche</p> <p>Couleur ; blanche</p>	

<p>5</p>	<p>29%HAD 3% CA 3% BK 0.5% TA 1% HE</p>	<p>Crème onctueuse, glissante pénètre rapidement, très fraiche au touché</p> <p>Apparence : homogène</p> <p>Odeur : lavande fraiche</p> <p>Couleur ; blanc pâle</p>	
<p>6</p>	<p>27%HAD 3% CA 5% BK 0.5% TA 1% HE</p>	<p>Crème onctueuse, étalement facile, fraiche au touché, pénètre rapidement.</p> <p>Apparence : homogène</p> <p>Odeur : lavande fraiche</p> <p>Couleur ; jaune pâle</p>	

<p>7</p>	<p>27% HAD 4% CA 4% BK 0.5% TA 1% HE</p>	<p>Crème onctueuse au touché frais ; pénètre rapidement</p> <p>Apparence : homogène</p> <p>Odeur : lavande fraîche</p> <p>Couleur ; blanche</p>	
<p>Crème de référence</p>	<p>Crème onctueuse fraîche au touché pénètre rapidement, ne colle pas</p>	<p>Crème onctueuse fraîche au touché pénètre rapidement, ne colle pas</p>	

D’après le profil sensoriel et les mesures de viscosité obtenue, et sachant que la viscosité d’une crème hydratante varie entre 7.155 Pa.s et 88 .00 Pa.s [42].

A la lumière de ces résultats (Tableau III.2.9 et III.2.10) le mélange N°4 (Figure III.2.4) semble être le plus proche et le meilleur puisque il représente

- Une viscosité dans les normes
- Une couleur, odeur, pénétration, aspect etc.... ; acceptable correspondantes aux crèmes commercialisé localement



Figure III.2.4 : crème élaboré

- **Homogénéité :**

Test macroscopique :

Dans le cas de notre crème on aperçoit aucune présence de grumeaux ou de gouttes d'huile ou d'eau ; de ce fait nous constatons que notre crème est parfaitement homogène

- **Mesure de la viscosité :**

On se propose dans cette partie d'étude de caractériser le comportement rhéologique de notre crème. Notre analyse est réalisée au sein du laboratoire de recherche universitaire de BLIDA au moyen d'un viscosimètre de type ANTON PAAR ; ces tests sont effectués à une température de 20°C.

On fait subir à la crème formulée des tests rhéologiques qui permettent de déterminer la courbe (Figure III.2.6) ; sachant que les autres crèmes présentent le même type de graphe, cette dernière donne la variation du taux de cisaillement enregistrée et de la viscosité.

Les résultats de l'étude rhéologique sont montrés dans les figures (III.2.5 et III.2.6)

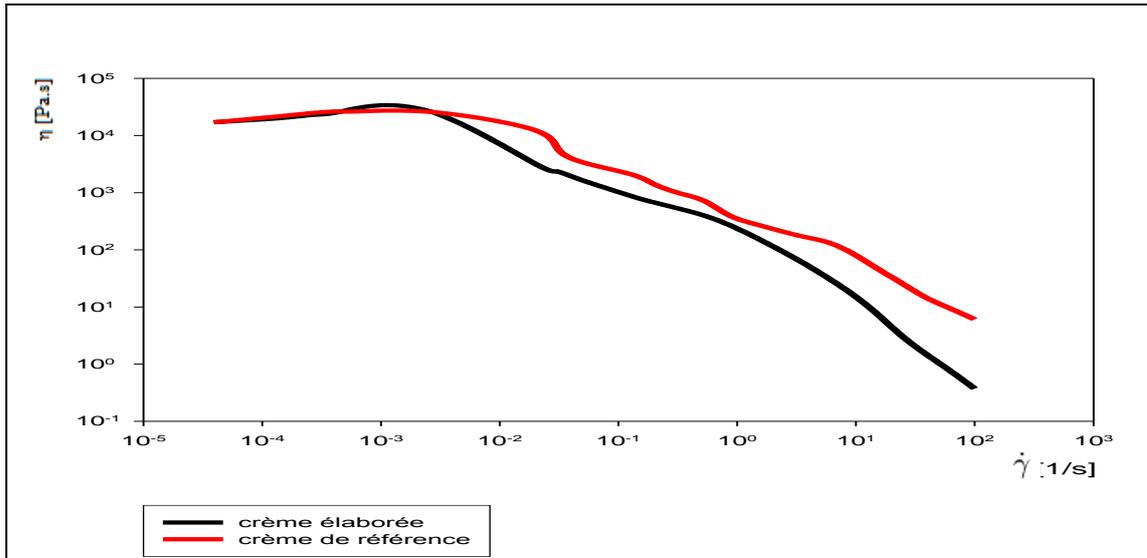


Figure III.2.5 : courbe comparative des deux crèmes : viscosité en fonction du taux de cisaillement

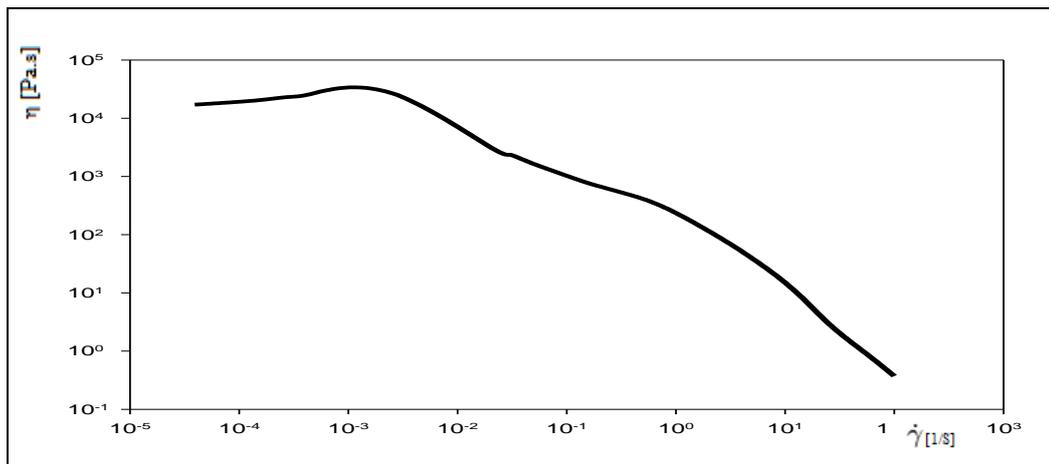


Figure III.2.6 : courbe viscosité en fonction du taux de cisaillement crème élaborée

Étymologiquement, la rhéologie est une science qui traite l'écoulement, les déformations, et plus généralement la viscosité des matériaux sous l'action de contraintes. La rhéologie est capable d'intégrer l'étude de l'ensemble des substances, qu'elle soit liquides ou solides. Mais dans la plupart des cas, le formulateur doit traiter des problèmes qui concernent des solides pâteux ou des liquides épais.

Le graphe (figure III.2.6) indiquant la viscosité en fonction du taux de cisaillement montre que la crème élaborée est dite "rhéo-fluidifiante" ,car en effet la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente ce type de comportement est de loin

le plus fréquent , il concerne les dispersion de particules asymétriques , les polymères à longues chaines en solution ou à l'état fondu , les pâtes de papier , ou plus encore les crèmes cosmétiques ce qui renvoi a notre cas d'étude , qui son fluides lors de l'étalement et visqueuse au toucher . L'interprétation à l'échelle microscopique est du au fait que les molécules, sous l'effet de la vitesse de cisaillement ont tendance à s'aligner progressivement le long des couches ce qui favorise leur glissement relatif. Les résultats obtenues suite a l'étude rhéologique sont conforme, et la crème élaborée est rhéo-fluidifiante, ou non newtonien, pour caractériser se comportement rhéologique nous avons appliqué trois modèles, on cite le model de carreau ,casson et de cross. Ces modèles présentent le mieux la matière ayant un comportement rhéo-fluidifiant .

Ansi la modélisation mathématique a montré que le model carreau est le mieux adapté car il présente :

- Un coefficient de corrélation $R=0.97$
- Une equation : $\eta = (1+(a.x)^2)^p$

Avec :

η : viscosité [pa.s]

a : 52.923

p : 0.8554

- **Analyse microbiologique :**

Les analyses microbiologiques réalisées en laboratoire sont des indicateurs clés dans l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques. L'analyse microbiologique révèle une absence de d'aérobies totaux et de champignons.

- **Influence de l'aire :**

La crème a été exposée à l'aire libre pendant une semaine, on n'observe aucune présence de moisissures

- **Influence de température :**

La crème a été mise dans une étude pendant jours, a une température de 37 °C . On remarque qu'il n'y a pas eu de séparation entre la phase aqueuse et la phase huileuse du produit, ce qui prouve sa qualité et sa capacité à durer assez longtemps.

- **Analyse microbiologique :**

Les analyses microbiologiques réalisées en laboratoire sont des indicateurs clés dans l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques. L'analyse microbiologique révèle une absence de d'aérobies totaux et de champignons.

- **Influence de l'aire :**

La crème a été exposée à l'aire libre pendant une semaine, on n'observe aucune présence de moisissures

- **Influence de température :**

La crème a été mise dans une étude pendant jours, a une température de 37 °C . On remarque qu'il n'y a pas eu de séparation entre la phase aqueuse et la phase huileuse du produit, ce qui prouve sa qualité et sa capacité à durer assez longtemps.

- **Test de tolérance cutanée :**

La crème a été appliquée sur des volontaires, on observe aucune réponse désagréable ou effet secondaires, de ce fait nous pouvons dire que notre crème ne présente aucun effet indésirable

- **Test d'efficacité clinique**

Afin de valoriser l'activité cicatrisante de notre crème de soin elle a été testé sur des volontaires, 66 % de ces derniers ont jugé que la crème a un effet cicatrisant après une courte période d'essai, cependant environ 34 % ont été insatisfait et ont aperçu aucun effet cicatrisant.

La crème de soin a donc été testé sur un patient ayant une écorchure, le résultat a été plutôt positif Voir (figure III.2.7)

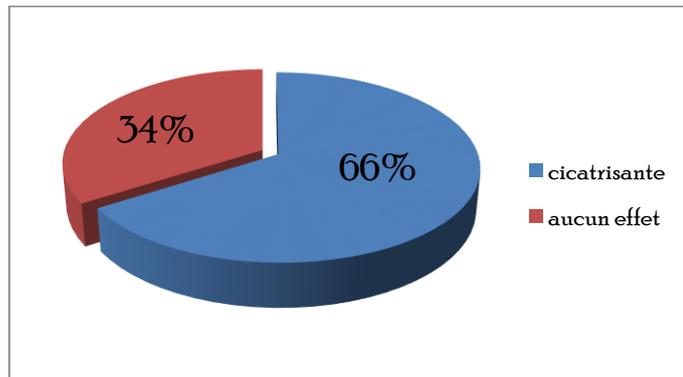


Figure III.2.7: efficacité clinique



Figure III.2.8 : effet de cicatrisation

- **Etude comparatifs de la crème BIO formulé et celle commercialisé (cicatryl BIO)**

La comparaison des deux types de cosmétiques (bio ou conventionnelle) doit passer par la comparaison de leurs ingrédients. En effet, un produit cosmétique contient essentiellement cinq composants.

Les principes actifs : Ce sont les éléments en partie responsables de l'efficacité du produit ; leur quantité est cependant négligeable par rapport aux autres substances contenues dans la formulation (pour la cosmétique conventionnelle, car pour le bio, il représente la quasi-totalité du produit).

Les excipients : Au contraire, ils représentent la plus grande proportion dans la composition du produit. Il est composé de la phase huileuse et de la phase aqueuse (une crème est généralement composée de 80% d'excipient) et a pour rôle d'accélérer la pénétration du produit. Dans la plupart des crèmes hydratantes, il existe des substances dites humectantes (ce sont des agents hydratants qui retiennent l'eau dans la peau en l'absorbant) que l'on ajoute généralement à la phase aqueuse, mais aussi des substances émoullientes (agents hydratants qui forment un « film gras » à la surface de la peau pour empêcher l'évaporation de l'eau), qui constituent la phase huileuse.

Les émulsionnants : Ils permettent d'homogénéiser l'émulsion, constituée de la phase aqueuse et de la phase huileuse, ces dernières ne pouvant se mélanger l'un avec l'autre.

Les additifs : Ils sont très variés. Ils peuvent être composés d'adjuvants, qui regroupent les colorants et les parfums, mais aussi de conservateurs et d'épaississants (qui stabilisent, par exemple, la viscosité de la crème).

Tableau III.2.11: composition des crèmes conventionnelle BIO, et celle élaboré

	Crème bio élaborée	Crème bio commercialisé
Excipient	Phase aqueuse : hydrolat de lavande Phase huileuse : cire d'abeille Beurre de karité Huile d'amande douce Emulsionnat : licithine de soja	Phase aqueuse : Eau Phase huileuse : alcool cétylique ou palmitique C13 14 isoparrafine Pétrolatum
Actifs	Essence de lavandulaangustifolia	acide hyaluronique
Additifs	Conservateur : grain de pamplemousse	Methyleparabène ,propyle parabène

Tableau IV.2.12: comparaison des paramètres étudié pour les deux crèmes.

Paramètre	Crème élaboré	Crème de référence
PH	5.8	6.35 -6.39
Viscosité (Pa.S)	37.45	65.69-67
Analyse microbiologie	Absence des aérobies totaux et des champignons	Absence des aérobies totaux et des champignons

- **Observation microscopique :**

L'observation microscopique des émulsions permet de voir la dispersion des composés et aussi de calculer la taille des gouttelettes

On remarque que les gouttelettes sont parfaitement dispersées, et que notre crème est riche en constituants.

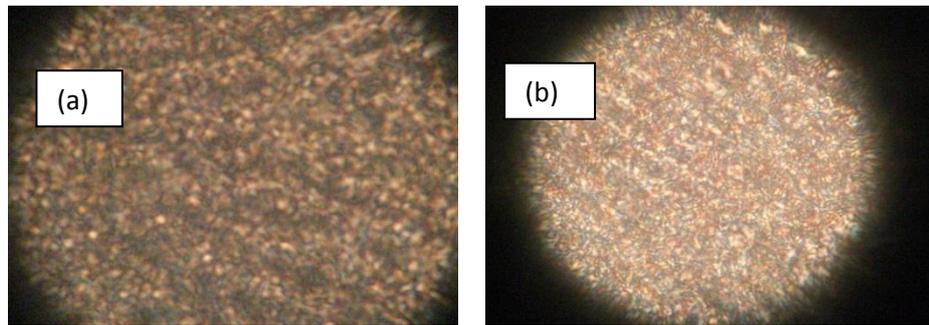


Figure III.2.9 : observation microscopique : (a) crème de référence ; (b) crème élaboré

❖ CONCLUSION

L'emploi de l'huile essentielle de *lavandula angustifolia* dans les préparations des cosmétiques et aussi les nombreuses propriétés thérapeutiques ;anti inflammatoire, cicatrisante, etc. est la raison pour laquelle nous nous sommes intéressé à son extraction.

L'objectif de ce travail est de valoriser l'activité cicatrisante de cette dernière par incorporation de son huile essentielle dans une crème cosmétique BIO.

Pour atteindre cet objectif, nous avons utilisé comme principe actif l'extrait des fleurs sèches de *lavadula angustifolia*, et incorporer dans une crème cosmétique.

La qualité, le rendement de l'huile essentielle dépendent de l'origine et de la méthode d'extraction, dans ce travail nous avons choisi l'hydrodistillation.

Nous avons ainsi pu faire une étude approximative de la durée d'extraction , cette étude nous a permis de déduire que la durée maximum d'extraction est de deux heures de temps .

L'analyse chromatographique a monter que l'huile essentielle de *lavandula angustifolia* est constitué de 42 composés terpéniques , pricipalement l' acétate de Linalyl (35.51 %), linalool (27.44 %), terpène-4-ol (3.31%) ; Acétate de lavandulyle (4.44%) .

Les travaux que nous avons effectués au laboratoire pour la formulation d'une crème cosmétique à activité cicatrisante de type BIO, et les contrôles ont révélés une bonne homogénéité et une stabilité de la crème, une absence d'irritation au niveau cutané ;et aussi efficace sur des personnes ayant des problèmes de peau superficielles, de ce fait l'activité cicatrisante que nous voulions mettre en évidence s'est révélée positif.

Ce travail est naturellement appelé à être approfondi puisque de nombreux points restent élucidés citant l'activité anti oxydante de l'huile essentielle, ainsi que les substances responsables de l'activité cicatrisante.

Références bibliographiques

- [1] **FRANCHOMME P. et PENOEL D. (1990)**, Matière médicale aromatique fondamentale (317-406), livre quatrième, l'aromathérapie exactement, encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. R.Jollois Edit., Limoge, 446p.
- [2] **HOSTETTMANN K(1997)** : Tout savoir sur le pouvoir des plantes. Ed. Favre. S.A. Lausanne. Suisse.
- [3] **Flavie Lacharme**. Les produits cosmétiques biologiques : labels, composition et analyse critique de quelques formules. Pharmaceutical sciences. 2011. <dumas-00630667>
- [4] **Anonyme (2003)** cosmétique , Ecocert .
- [5] **Pieroni A. Quave CL. Villanelli MI. Mangino P ,Sabbatini G, Santini L , Bocetti T, Profili M , Ciccio T, Rampa LG, Antonini G, Girolamini , Cecchi M, Tomasi M ; (2004)** Ethnopharmacognostics survey on the natural ingredients used in folk cosmetics
Cosmeceuticals and remedies for healing skin diseases in the island marches , central – eastern Italy , *Journal of Ethnopharmacology*
- [6] **Nisrin Benayad**, Thèse sur: les huiles essentielles extraites par plantes médicinales marocaines : moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées, Université Mohammed V– Agdal de Rabat, Novembre 2008, 13-30.
- [7] **Binet P. ET, Brunel J.-P.**, Physiologie Végétale. Tome II. Edit Doin, 2000,54.
- [8] **Fanny Bastien**, Thèse sur: Effet larvicide des huiles essentielles sur stomoxys calcitrans à la Réunion, Université Paul_Sabatier de Toulouse, 2008,19-28.
- [9] **Chaker El Kalamouni**, Thèse sur: Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées, l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 13 Décembre 2010, 22-38.
- [10] **M.C. Martini, M. Seiller**, Actifs et additifs en cosmétologie, Editions Tec & Doc Paris, 1999,214-219.

- [11] **Garnero M.J. , 1977.** Problèmes rencontrés au cours de l'étude de la composition chimique des huiles essentielles *in* Parfumes cosmétiques, arômes .14,p :31-40.
- [12] **Marie Elisabeth Lucc,** thèse sur : Extraction sans solvant assistée par Microondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles, université de la reunion, 13 juillet 2005, 59-71.
- [13] **DEGRYSE Anne-Claire,** DELPLA Ianis, VOINIER Marie- Alix ; 2008 : Risques et bénéfices possible des Huiles Essentielles.
- [14] **Conner D.E; 1993:** Naturally occurring compounds: antimicrobials in foods. New York, Davidson In.P. & Branen A. L, p 468.
- [10] **Deba.F., Dang Xuan.** T. Yasuda. M, Shinkichi. T; 2008: Chemical composition and antioxidant, antibacterial and antifungal activities of the essential oils from *Bidens pilosa* Linn. Var. *Radiata*. Food control, Vol. 19, Issue 4, p 346-352.
- [16] **Wilson R; 2002:** Aromatherapy: Essential oils for vibrant health and beauty. Avery éd, New York, p 75-76.
- [17] **Worwood .V.A; 2001:** Aromatherapy for the beauty Therapist. Cengage Learning EMEA, New York, p 30-35.
- [18] **Aquino. R ; 2002 :** Aromes méditerranéens pour la réalisation des lignes cosmétiques méditerranéenne, Journal of Cosmetic Sciences, p 53,10-30.
- [19] **(Larpent, 1995)Larpent C (1995)** Tensioactifs. *Techniques de l'ingénieur*, traité constantes physicochimiques **K342** : 1-14.
- [20] **Solans et al., 2005)** Solans C, Izquierdo P, Nolla J, Azemar N, Garcia-Celma MJ (2005) Nano-emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*. 10 : 102-110.
- [21] **Brochette, 1999) Brochette P (1999)** Emulsification : Elaboration et étude des émulsions. *Techniques de l'ingénieur*, traité Génie des procédés **J2150** : 1-18.
- [22] **(Puisieux et Seiller, 1983) Puisieux F, Seiller M (1983) Galenica 5.** Les systèmes dispersés. 1 Agents de surface et émulsions *Techniques et Documentation*. Editions Lavoisier, France.

- [23] **Le Hir A, (2001)** Pharmacie Galénique-Bonnes pratiques de fabrication des médicaments. Abrégés MASSON, France. 8^eédition p 158-167.
- [24] **(Poux et Canselier, 2004) Poux M, Canselier JP (2004)** Procédés d'émulsification. Techniques et appareillage. *Techniques de l'ingénieur J2153* :1-14
- [25] **Nadine PIERAT** : THESE : préparations d'emulsions par inversion de phase induite par agitation ; Le 13 Juillet 2010 UNIVERSITE HENRI POINCARÉ - NANCY 1 2010
- [26] **Article L5131-1 du Code de la santé publique**, site Légifrance, consulté le URL:

<http://www.legifrance.gouv.fr/affichCodeArticle.do?cidTexte=LEGITEXT000006072665&idArticle=LEGIARTI000023385246&dateTexte=20110131>

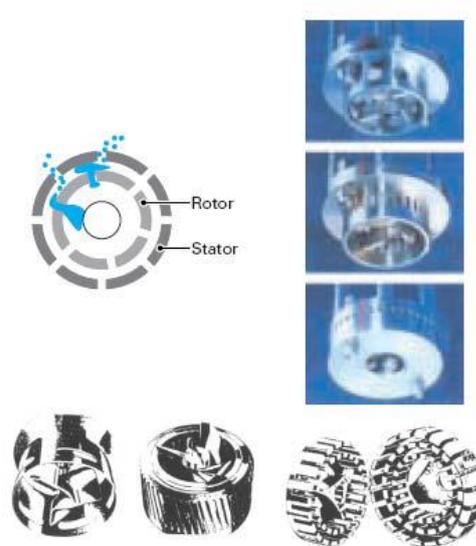
- [27] **MORILLON F**, *Le livre vert de la Cosmétique Bio*, le Courrier du Livre, Paris, 2008 : Chapitre 2, 23-56.
- [28] **Article L5111-1 du Code de la santé publique**, site Légifrance, consulté le URL:
http://www.legifrance.gouv.fr/affichCodeArticle.do;jsessionid=C94B8EFA6156F0906C505258B5F679E7.tpdjo07v_1?idArticle=LEGIARTI000006689867&cidTexte=LEGITEXT000006072665&dateTexte=20090625

- [29] **MARTINI M-C**, *Introduction à la dermatopharmacie et à la cosmétologie*, 3^e édition, Lavoisier, Paris, 2011 : Chapitre 1, « Législation », 1-12.
- [30] **Aiache J-M, Beyssac E., Cardot J-M, Hoffort V., Renoux R.** In: « Initiation à la connaissance du médicament », 5^e Edition, page 269-272.
- [31] **Teteamodeler (2010)**
<http://www.teteamodeler.com/sante/soleil/vichy/imagevy/peau4.jpg> USDA(2010). US department of Agriculture
- [32] **Goetz P., Busser C., 2007.** La phytocosmétologie Thérapeutique. Springer-Verlag France, Paris, 13, P 11-23.
- [33] **Marie FOIT. 2013** ; M emoire pour le certificat hippocratus de conseiller en huiles essentielles; (la cicatrisation favorisée par les huiles essentielles).
- [34] **Twidwell E. K., Wagner J. J. & Thiex Nancy J., 2002.** Use a Microwave Oven to Determine Moisture Content of Forages. P:77-88.

- [35] **Garnero J. 1985.** Semipreparative separation of terpenoids from essential oil. *Phytotherapy*. 15 : 19
- [36] **AFNOR, 1986.** Recueil des Normes Françaises « huiles essentielles », AFNOR. Paris. 57 p. **Aghel N., Yamini Y., Hadjiakhoondi A. & Mahdi Pourmortasavi S., 2004.** Supercritical carbon dioxide extraction of *Mentha pulegium L.* essential oil. *Talanta*. 62,p: 407-411.
- [37] **AFNOR (1992)** : recueil des normes française s sur les huiles essentielles ; paris .
- [38] **Sidi Boulenouar K. & Ziane A., 2003.** Etude phytochimique des huiles essentielles de *Lavandula stoechas L.* de la région de Tlemcen. Mémoire pour l'obtention du diplôme d'études supérieur en biologie. Option : Biochimie. Faculté des Sciences.univ.ABB.Tlemcen. 54 p.
- [39] **Besombes C., 2008.** Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydrothermomécanique d'herbes aromatiques. Applications généralisées. Thèse Doctorat. Université de La Rochelle.p :41-45.
- [40] **Sun Kim N.& Lee D.S.,2002.** Comparison of different extraction methods for the analysis of fragrances from *Lavandula* species by gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Chromatography* . 982. P:31–47
- [41] **Svoboda k.p. & Hampson J.B., 1999.** Bioactivity of essential oils of selected temperate aromatic plants: antibacterial, antioxidant, anti inflammatory and other related pharmacological activities. Plant Biology Departement, SAC Auchincruive, Ayr ,Scotland, UK., KA6 5HW.
- [42] **Czarnecki W., Gierucka K.,2007.** Cosmetic cream from lipid fraction of *juglans regia* and its properties. Department of applied pharmacy, medical university of lublin

Annexe

- **Homogénéiseurs : rotor-stator. [25]**



- **Microscope type (JENALUMAR)**



➤ Crème stable / crème insatiable



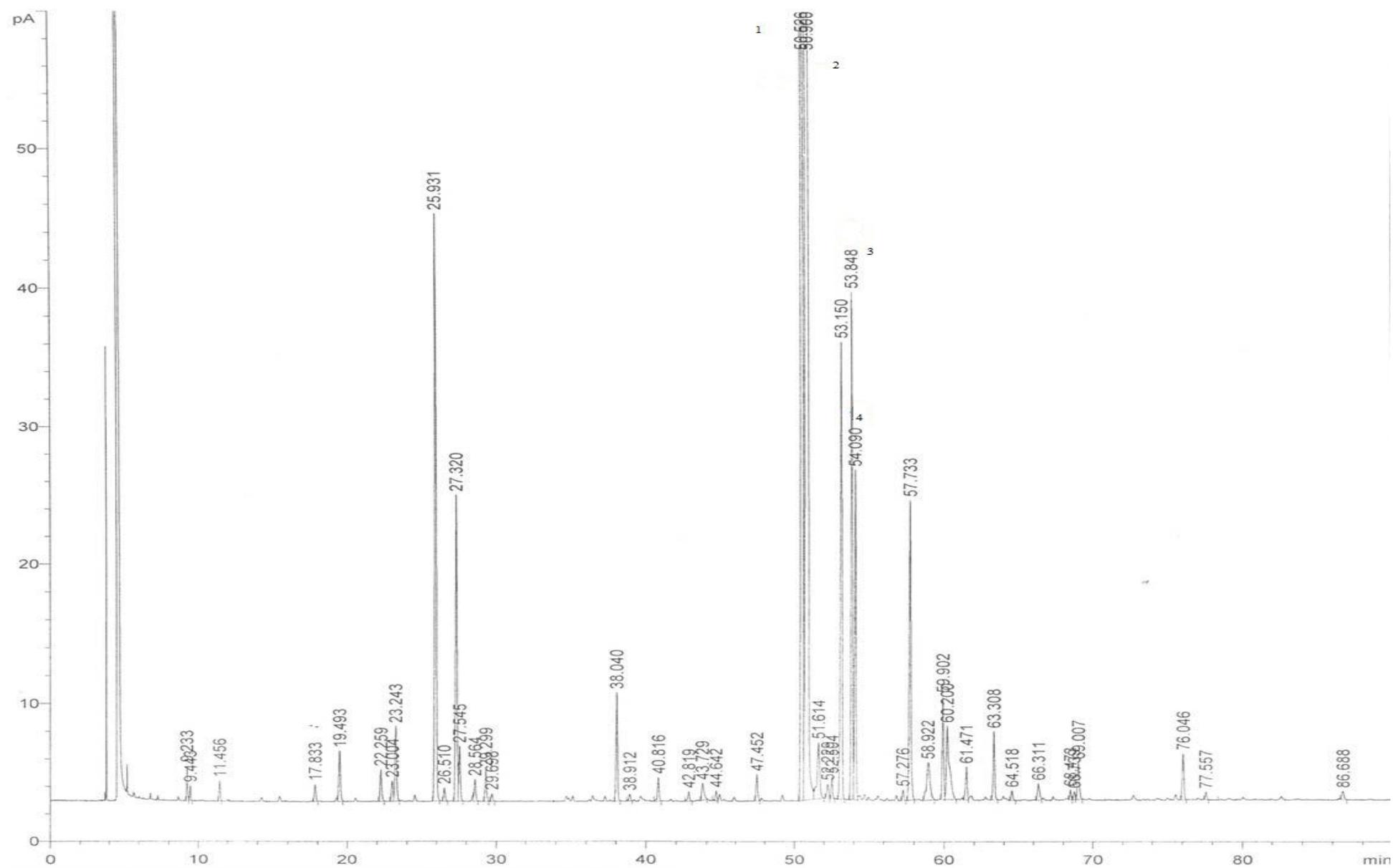
➤ microprocesseur pH mètre (Hanna GLP)



Tableau comparatif produit cosmétique classique/produit cosmétique bio [27]

Exemple d'émulsion	Produit cosmétique classique	Produit cosmétique bio
Phase aqueuse De 60 à 90 %	- Eau, eau distillée	- Hydrolats chargés de principes actifs provenant des plantes
Phase grasse De 5 à 30 %	- Esters de synthèse - Paraffine liquide - Substances minérales issues du pétrole - Silicones - Huiles végétales extraites à chaud et par un solvant	- Huiles végétales de première pression à froid - Cires naturelles (abeille, carnauba) - Triglycérides issus d'huiles végétales (coco, palme) - Insaponifiables d'huiles végétales et oléorésines végétales - Esters et acides gras d'origine végétale
Emulsifiant/tensioactif De 2 à 8 %	- Dérivés de PEG	- Dérivés de sucre, de matières premières végétales, transformés au moyen de réactions chimiques douces - Glucolipides issus de l'huile de coco, de glucose de maïs et de céréales - Lécithines végétales
Agents de texture lipophiles	- Alcool gras et silicones	- Alcool gras - Cires végétales (carnauba, candelilla) - Cire d'abeille - Beurre végétal (karité, cacao)

Exemple d'émulsion	Cosmétique conventionnelle	Cosmétique bio
Actifs	<ul style="list-style-type: none"> - Molécule isolée par extraction ou synthèse - D'origine synthétique ou naturelle 	<ul style="list-style-type: none"> - Actifs naturels : extraits huileux, hydroalcooliques, plantes, hydrolats, huiles essentielles, vitamines...
Humectant, adoucissant	<ul style="list-style-type: none"> - PEG - Glycérol synthétique - Silicone 	<ul style="list-style-type: none"> - Glycérol végétal - Gel d'aloé vera - Acide hyaluronique
Agents de texture hydrophiles	<ul style="list-style-type: none"> - Polymère acrylique, synthétique - Amidon synthétique modifié 	<ul style="list-style-type: none"> - Gomme de xanthane, guar - Argile - dérivés cellulose - Amidon naturel (maïs et riz)
Antioxydants	<ul style="list-style-type: none"> - BHT (butylhydroxytoluène) - BHA (butylhydroxyanisole) 	<ul style="list-style-type: none"> - Tocophérol (vitamine E naturelle) - Insaponifiables d'huiles végétales - Extrait de romarin
Conservateurs	<ul style="list-style-type: none"> - Parabènes (méthyl-, éthyl-, propyl-, butyl-) - Phénoxyéthanol - Formaldéhyde - Chlorophénésine - Bromure ou chlorure de cétrimonium (ammonium quaternaire) 	<ul style="list-style-type: none"> - Conservateurs doux autorisés par les labels : acide sorbique, acide déhydroacétique, acide citrique, benzoate de sodium - Extrait de propolis ou de pamplemousse - Autoconservation des produits par les huiles essentielles ou l'alcool
Parfum	<ul style="list-style-type: none"> - Synthétique 	<ul style="list-style-type: none"> - Huiles essentielles - Hydrolats



Composé	Temps de rétention	Pa %
Linalol	50.536	27.44
Acétate de linanyle	50.966	35.51
Terpène-4-ol	53.848	3.31
Acétate de lavandulyle	54.090	4.44