

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

-----  
UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE  
FILIERE : CHIMIE

## **MEMOIRE DE MASTER**

SPECIALITE : *CHIMIE PHARMACEUTIQUE*

### **THEME**

**Extraction de l'huile végétale de noyaux de dattes et la mise  
en forme d'un exfoliant et sérum capillaire**

*Présenté par :* **BOUAZIZ YASMINE  
CHALAL DYHIA**

*Soutenu publiquement, le 11/07/2021*

*devant le Jury composé de :*

*DERRIDJ Fazia*

*Professeur*

*UMMTO*

*Présidente*

*KHALDI Nassima*

*MAA*

*UMMTO*

*Examinatrice*

*TOUZOUIRT Saida*

*MCA*

*UMBB*

*Encadreur*

*RAHAL Foudil*

*MAA*

*UMMTO*

*Co-encadreur*

***Année universitaire : 2020/2021***

***Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie chaleureusement ce travail***

***Au bon Dieu le tout puissant***

*Qui m'a donné la volonté, le courage, la patience et la force et qui a guider mes pas vers le droit chemin durant mes années d'études.*

***A mes très chers parents***

*Pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien, leur patience, leur affection et leurs prières tout au long de ma vie. Grâce à vous j'ai appris le sens du travail et de la responsabilité et surtout vous m'avez appris à être forte et à me relever dans les moments difficiles. Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point vous remercier comme il se doit. Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Je vous demande pardon pour le stress que je vous ai fait subir durant mon cursus scolaire. Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infaillible. Je vous souhaite une longue vie et une bonne santé je vous aime énormément que Dieu le tout puissant vous protège et garde pour moi.*

***A mon très cher et unique frère***

*A mon ami et confident, à tous les moments passés avec toi. Merci d'être toujours là pour moi, de m'aider, de me soutenir, de m'encourager et reconforter. Je te souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant te protège et te garde pour moi. Puissent nos liens fraternels se consolider et se pérenniser encore plus. Je t'aime énormément*

***A mes grands-parents, mes oncles, mes tantes, mes cousins et cousines, mes amies merci pour votre précieuse aide et soutien.***

***A mes deux êtres chers, ma tante Dehbia et mon oncle Belaid paix à leurs âme.***

***A ma chère binôme Dyhia, copine et amie avec qui j'ai partagé ce travail, ainsi pour tous les membres de sa famille en particulier l'adorable Mamel.***

***A mon amie et copine Narimene avec qui, nous avons pu former une bonne équipe solide au cours de la réalisation de ce travail à tous nos moments partagés et fous rire et à tous les membres de sa famille.***

***A toutes les personnes qui ont pu contribuer de près ou de loin à la réussite et réalisation de ce travail.***

## **Je dédie ce travail**

*Au bon Dieu le tout puissant, qui m'a donné, la volonté, le courage et la patience et qui a guider mes pas vers le droit chemin durant mes années d'études.*

### **A mes très chers parents,**

*Unique et irremplaçable, aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour dont ils ne cessent de me combler. Merci de m'avoir toujours soutenu tout au long de ma vie pendant les bons moments et les plus difficile , merci de m'avoir toujours encouragé et cru en moi et merci pour tout ce que vous m'avez appris et apporté , que dieu vous garde et vous prête une longue vie afin que je puisse vous combler à mon tour.*

### **A mon adorable et unique petite sœur**

*Qui sais toujours comment procurer la joie et la bonne humeur pour toute la famille, source de tendresse et d'amour. Merci de me soutenir et d'être toujours présente à mes côtés, merci de faire en moi la grande sœur comblé, je prie Dieu de te garder près de moi en bonne santé et de te combler de joie, de bonheur et surtout d'amour. Je t'aime bichette.*

### **A mon très cher et unique frère et sa fiancée**

*Je te dédie ce travail en témoignage de l'amour et de la gratitude pour l'épaule inconditionnelle que tu présentes pour moi .Que Dieu vous comble de bonheur, de santé et de succès dans votre vie.*

### **A mon très cher fiancé**

*Quand je t'ai connu, j'ai trouvé l'homme de ma vie, mon âme sœur. Ma vie à tes cotés est remplie de belles surprises. Ton soutien moral, ta gentillesse sans égal, ton profond attachement et ton amour m'ont procuré que confiance et stabilité. Que Dieu réunisse nos chemins pour un long commun serein et que ce travail soit témoignage de ma reconnaissance et de mon amour sincère et fidèle.*

*A ma grand-mère, mes oncles, mes tantes, cousins et cousines, voisine en particulier la petite Sofia, merci pour votre précieuse aide et soutien.*

*A ma chère binôme Yasmine, copine et amie avec qui j'ai partagé ce travail, ainsi pour tous les membres de sa famille*

*A mon amie et copine Narimene, avec qui, nous avons pu former une bonne équipe solide au cours de la réalisation de ce travail, à tous nos moments partagés et fou rire et à tous les membres de sa famille*

*A toutes les personnes qui ont contribués à la réussite et la réalisation de ce travail.*

## **Dyhia**

## Remerciements

Nous remercions notre créateur Allah, Grand et Miséricordieux, le tout puissant pour le courage, la force, la patience et la volonté qu'il nous a donné pour mener à terme ce travail. On commence par exprimer notre profonde gratitude et nos vifs remerciements à notre Promotrice **Mme TOUZOUIRT Saida** et Co-promoteur **Mr RAHAL Foudil** qui nous ont honoré d'avoir accepté de diriger ce travail. Merci pour vos recommandations, vos suggestions, votre disponibilité, votre confiance, vos précieux conseils et critiques constructives. Merci de nous avoir guidés avec patience et d'avoir consacré autant de temps et d'énergies pour la réalisation de ce mémoire, nous vous souhaitons santé et bonheur.

Nous exprimons également notre gratitude aux membres du jury qui ont bien voulu et accepter de lire notre travail et d'y apporter leurs remarques et critiques à l'occasion de la soutenance. Mme DERRIDJ Fazia d'avoir présidé notre jury de soutenance, et Mme Khaldi Nassima d'avoir examiné ce travail.

Nos vifs remerciements à Mr M. Benchoulak, Mr H. Layeb et Mme Kord pour leur générosité et leur aide.

Nos remerciements vont aux membres de l'équipe des Laboratoires chimie pharmaceutique et organique en particulier Madame Koulougli Djedjiga et Mme Bouhraoua Souad. Aux Pr. K. Houali et Mr K. Bariz spécialistes en biochimie, du laboratoire de Microbiologie Appliquée de la faculté des sciences biologique et agronomique de Tizi Ouzou pour leurs aides, accueil chaleureux et d'avoir mis à notre disposition le matériel demandé.

Aux spécialistes du CHU Tizi-Ouzou : Dr K. Didi du service microbiologique, Dr Matmer, Dr. Mekacher du service toxicologie, ainsi que Dr A. Abdennouri du laboratoire analytique de la faculté de médecine, UMMTO. Et Mr M. Benailia ingénieur principal au laboratoire d'analyse instrumental ENSA.

Nous remercions aussi Mme Dj. Merzougui de l'unité de recherche de Boumerdes, Mme D. Deboub, Mme F. Bouizri, et Mme H. Medouni ingénieurs du laboratoire à l'université de Boumerdes.

Nous tenons vivement à remercier tous les enseignants rencontrés lors de notre cursus, pour les connaissances et le savoir qu'ils nous ont apportés.

Enfin, nos sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce fabuleux travail.

## RÉSUMÉ

Le présent travail se porte sur la valorisation de deux variétés de dattes (*Ghars*, *Guerbaï*). Ainsi, l'extraction au Soxhlet de l'huile de leurs noyaux, a été réalisée en utilisant l'hexane comme solvant. Le rendement d'extraction est 6.65 % pour *Ghars* et 5.83% pour *Guerbaï*. Par ailleurs, nous avons préparé une formulation d'un exfoliant et un sérum capillaire à partir des composants de dattes. Les huiles ont fait l'objet de différentes caractérisations physicochimiques, par la spectroscopie IR, UV, CPG et HPLC. L'activité antioxydante des poudres des noyaux, a été évaluée par la détermination du pouvoir réducteur des polyphénols, et celle de l'huile par le test du blanchissement du  $\beta$ -carotène. Les teneurs en caroténoïdes et en chlorophylles sont respectivement 34.40 mg/kg et 24.63 mg/kg pour l'huile *Ghars*, et 4.40 mg/kg et 3.05 mg/kg pour l'huile *Guerbaï*. L'activité antibactérienne a été étudiée vis-à-vis de six souches bactériennes, l'effet d'inhibition de l'extrait huileux est absent.

**Mots clés :** Ghars, Guerbaï, noyaux des dattes, soxhlet, formulation, l'activité biologique.

## ABSTRACT

The aim of the present work is the valorization of two varieties of dates (*Ghars*, *Guerbaï*). Thus, the extraction of oil from their seeds using soxhlet apparatus, using hexane as a solvent was carried out. The extraction yield is 6.65% for *Ghars* and 5.83% for *Guerbaï*. In addition, we have prepared a formulation of an exfoliant and a hair serum from the components of dates. The oils were subjected to different physicochemical characterizations, by IR, UV, GC and HPLC spectroscopy. The antioxidant activity of seeds powder was evaluated by determining the reducing power of polyphenols and that of the oil by the  $\beta$ -carotene bleaching test. The carotenoid and chlorophyll contents are respectively 34.40mg/kg and 24.63mg / kg for *Ghars* oil, and 4.40 mg/kg and 3.05 mg/kg for *Guerbaï* oil. The antibacterial activity has been studied against six bacterial strains. The inhibitory effect of the oily extract is absent.

**Keywords:** Ghars, Guerbaï, date seeds, soxhlet, Formulation, biological activity.

## ملخص

يدور هذا العمل حول تثمين نوعين من التمور (غرس و قرباعي) و نواتهما عن طريق الإستخلاص على الساخن بجهاز سوكليت باستعمال الهكسان كمذيب، و عن طريق صياغة مقشر و مصل شعري. عملية الإستخلاص أعطت مردودا يقدر ب 6,658 % لتمر غرس و مردودا يقدر ب 5,838 % لتمر قرباعي.

أخضع كل من لب، مساحيق و أنوية هذين النوعين من التمور لكشوف فيتوكيميائية و تم القيام بتحديد خصائصها بطرق طيفية (تحت الحمراء، فوق البنفسجي، كروماتوغرافيا الطور الغازي و كروماتوغرافيا الطور السائل).

تم تقدير النشاط المضاد للاكسدة للمساحيق عن طريق فحص التبييض ل  $\beta$ كاروتين. مقدار الكاروتينويدات و الكلوروفيلات هو 34,4 مغ/كغ و 24,63 مغ/كغ على التوالي بالنسبة لزيت غرس و 4,40 مغ/كغ و 3.05 مغ/كغ لزيت قرباعي. تم كذلك تحديد النشاط المضاد للبكتيريا تجاه 6 سلالات بكتيرية بواسطة طريقة الإنتشار على القرص، حيث وجد بأن تأثير التطبيث للمستخلص الزيتي منعدم.

**كلمات مفتاحية :** غرس، قرباعي، أنوية، إستخلاص، صياغة.

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

## Synthèse bibliographique

1. Généralités sur le palmier dattier <i>Phoenix dactylifera</i> L .....	2
1.1. Taxonomie.....	2
1.2. Répartition géographique du palmier dattier et production de datte en Algérie.....	2
2. La datte.....	3
2.1. Description de la datte .....	3
2.2. Formation et maturation de la datte.....	3
2.3. Variétés de dattes .....	4
2.4. Critères de qualité de la datte .....	4
3. Noyaux de dattes .....	5
3.1. Définition et description des noyaux de dattes.....	5
3.2. Composition chimiques de la partie non comestible « noyau ».....	6
4. Les huiles végétales.....	6
4.1. Méthodes d'extraction des huiles végétales.....	6
4.1.1. Extraction mécanique à froid ou pression (par presse hydraulique) .....	6
4.1.2. Extraction mécanique à chaud.....	7
4.1.3. Extraction par solvant .....	7
4.2. Huile de noyaux de dattes .....	8
4.2.1. Composition chimique de l'huile végétale du noyau de datte .....	8
4.2.2. Valorisation de l'huile de noyau de datte en cosmétologie .....	9
5. Formulation d'un produit cosmétique .....	10
➤ Définition d'un produit cosmétique naturel.....	10

## Matériel et méthodes

1. Matériel utilisé.....	11
1.1. Matière végétale.....	11
1.2. Préparation des noyaux .....	11
1.3. Réactifs et équipements .....	11
2. Méthodes.....	12
2.1. Screening phytochimique .....	12
2.2. Extraction.....	14

## Table des matières

2.2.1.	Extraction de l'huile végétale .....	14
2.2.2.	Extraction des polyphénols.....	14
2.3.	Caractérisation .....	15
2.3.1.	Caractéristique physico-chimiques de l'huile de noyau de datte.....	15
2.3.2.	Caractérisation par spectroscopie .....	18
2.3.2.1.	Analyse spectroscopie d'absorption IR.....	18
2.3.2.2.	Analyse par UV-visible .....	18
2.3.2.3.	Analyse par HPLC .....	18
2.3.2.4.	Analyse par CPG.....	20
2.3.3.	Evaluation du pouvoir antioxydant .....	21
2.3.3.1.	Inhibition d'oxydation par le test de blanchissement du $\beta$ -carotène (the bleaching test).....	21
2.3.3.2.	Détermination du pouvoir réducteur des composés phénoliques .....	21
2.3.4.	Détermination de la teneur en pigments (caroténoïdes et chlorophylle).....	22
3.	Formulation.....	23
3.1.	Formulation d'un gommage pour usage cosmétique .....	23
3.2.	Formulation d'un sérum capillaire.....	23
3.3.	Caractérisation des formulations.....	24
3.3.1.	Contrôle des formulations obtenues .....	24
3.3.2.	Etudes du comportement rhéologique du gommage.....	24
4.	Etude biologique .....	25
4.1.	Etude microbiologique.....	25
4.1.1.	Activité bactériologique .....	25
4.1.2.	Recherche de bactéries.....	27
4.2.	Etude pharmaco-toxicologique .....	27
4.2.1.	Effet sur la repousse de poils.....	27
4.2.2.	Tests d'irritation cutanée.....	27

## Résultats et discussion

1.	Extraction de l'huile de noyaux de dattes .....	30
1.1.	Screening phytochimique .....	30
1.2.	Rendement d'extraction .....	30
2.	Caractérisation.....	31
2.1.	Caractères organoleptiques.....	31
2.2.	Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de noyau datte .....	32
2.3.	Caractérisation des composés de datte par spectroscopie .....	34

## Table des matières

2.3.1. Analyse Infra rouge.....	34
2.3.2. Analyse par UV-Visible .....	36
2.3.3. Analyse par chromatographie à haute performance en phase liquide .....	36
2.3.4. Analyse de l'huile par la chromatographie en phase gazeuse (CPG) .....	37
3. Pouvoir antioxydant .....	38
3.1. Inhibition d'oxydation par le test de blanchissement du $\beta$ -carotène.....	38
3.2. Détermination du pouvoir réducteur des composés phénoliques .....	39
4. Détermination de la teneur en pigments (caroténoïdes et chlorophylle) .....	39
5. Caractérisation des formulations .....	40
5.1. Tests de contrôle des formulations obtenues.....	40
5.2. Etude du comportement rhéologique du gommage.....	41
6. Etude Biologique.....	42
6.1. Etude microbiologique .....	42
6.1.1. Activité bactériologique .....	42
6.1.2. Recherche de bactéries.....	42
6.2. Tests d'irritation cutanée.....	43
6.3. Test sur la repousse de poils .....	43
Conclusion.....	45
Références.....	47
Annexes	

## Abréviations

**A** : Absorbance

**AGMI** : Acide gras mono-insaturé

**AGPI** : Acide gras poly-insaturé

**AGS** : Acide gras saturé

**ATCC** : American type culture collection

**C.H.U** : Centre hospitalo-universitaire

**CPG** : Chromatographie en phase gazeuse

**E** : Coefficient d'extinction

**FID** : Détecteur à ionisation de flamme

**FRAP** : Ferric reducing antioxidant power

**G<sup>+</sup>** : Gram positif

**G<sup>-</sup>** : Gram négatif

**HND** : Huile de noyau de datte

**HPLC** : Chromatographie en phase liquide à haute performance

**IR** : Infra rouge

**ISO** : Organisation internationale de normalisation

**Meq** : Milliéquivalent

**MH** : Muller Hinton

**pH** : Potentiel hydrogène

**R** : Rendement

**rpm** : Rotation par minute

**UV** : Ultra-violet

**VT** : Viscotester

## Liste des figures

<b>Figure 1</b> : Palmier dattier.....	2
<b>Figure 2</b> : Coupe de la datte.....	3
<b>Figure 3</b> : Etapes de maturation de la datte .....	4
<b>Figure 4</b> : Coupe du noyau de datte.....	6
<b>Figure 5</b> : Huile de noyaux de datte.....	8
<b>Figure 6</b> : Compositions panoramique des corps gras.....	9
<b>Figure 7</b> : Etapes de préparation de la poudre de noyau de datte.....	12
<b>Figure 8</b> : Réactions du screening phytochimiques.....	13
<b>Figure 9</b> : Montage de l'extraction par soxhlet.....	14
<b>Figure 10</b> : Extraction des polyphénols.....	15
<b>Figure 11</b> : Préparation d'un gommage à usage cosmétique .....	23
<b>Figure 12</b> : Préparation d'un sérum capillaire.....	23
<b>Figure 13</b> : Appareillage d'un rhéomètre.....	24
<b>Figure 14</b> : Test de repousse des poils .....	27
<b>Figure 15</b> : Etapes du test d'irritation cutanée.....	28
<b>Figure 16</b> : Huiles de noyaux de dattes Ghars et Guerbaï.....	31
<b>Figure 17</b> : Spectre infra rouge de la pulpe Ghars.....	34
<b>Figure 18</b> : Spectre infra rouge de la pulpe Guerbaï.....	34
<b>Figure 19</b> : Spectre infra rouge de la poudre des noyaux de dattes Ghars.....	34
<b>Figure 20</b> : Spectre infra rouge de la poudre des noyaux de dattes Guerbaï.....	35
<b>Figure 21</b> : Spectre infra rouge de l'huile de la variété Ghars.....	35
<b>Figure 22</b> : Spectre infra rouge de l'huile de la variété Guerbaï.....	35
<b>Figure 23</b> : Chromatogramme HPLC des étalons .....	36
<b>Figure 24</b> : Chromatogramme HPLC de l'huile Ghars.....	37
<b>Figure 25</b> : Chromatogramme HPLC de l'huile Guerbaï.....	37
<b>Figure 26</b> : Chromatogramme HPLC de $\alpha$ -tocophérol.....	37
<b>Figure 27</b> : Chromatogramme HPLC de l'huile de noyaux de dattes.....	37
<b>Figure 28</b> : Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique du test FRAP.....	39
<b>Figure 29</b> : Gommage éclaircissant.....	40
<b>Figure 30</b> : Sérum capillaire.....	40
<b>Figure 31</b> : Observation microscopique du gommage.....	40
<b>Figure 32</b> : Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement du gommage.....	41
<b>Figure 33</b> : Test antibactérien sur six souches bactériennes.....	42
<b>Figure 34</b> : Recherche de contamination dans le sérum capillaire .....	42
<b>Figure 35</b> : Recherche de contamination dans le gommage.....	42
<b>Figure 36</b> : Recherche de contamination dans l'huile de noyaux de dattes .....	43

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b> : Différence entre les deux techniques d'extraction.....	7
<b>Tableau 2</b> : Matériel et produits utilisés pour l'extraction et la caractérisation.....	12
<b>Tableau 3</b> : Conditions d'analyse par HPLC pour l'huile de noyau de datte.....	19
<b>Tableau 4</b> : Conditions chromatographiques pour les esters méthyliques de l'huile.....	20
<b>Tableau 5</b> : Préparation de la gamme standard de l'acide ascorbique.....	22
<b>Tableau 6</b> : Souches bactériennes.....	25
<b>Tableau 7</b> : Sensibilité des souches microbiennes en fonction des zones d'inhibition.....	26
<b>Tableau 8</b> : Matériel utilisé pour le test d'irritation cutanée .....	28
<b>Tableau 9</b> : Lecture d'érythèmes et d'œdèmes.....	29
<b>Tableau 10</b> : Résultats des tests phytochimiques.....	30
<b>Tableau 11</b> : Rendement d'extraction de l'huile de noyau de datte.....	31
<b>Tableau 12</b> : Caractère organoleptique des deux huiles .....	31
<b>Tableau 13</b> : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de noyau de datte.....	32
<b>Tableau 14</b> : Composition et teneur en acide gras de l'huile Ghars en %.....	38
<b>Tableau 15</b> : Teneur en pigments des huiles des noyaux de dattes.....	39
<b>Tableau 16</b> : Résultats des tests d'irritation cutanée pour le gommage et sérum.....	43
<b>Tableau 17</b> : Résultat du test de la repousse de poils.....	44

# INTRODUCTION

## Générale

## Introduction générale

Dans le Sahara, il y a une grande diversité de plantes qui sont adaptés au climat désertique. Parmi elles, la plus connue dans le milieu oasien est le palmier dattier.

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) synonyme de la vie dans le désert est probablement le plus vieil arbre cultivé par l'homme, il constitue l'une des cultures les plus importantes dans les zones arides et semi-arides de l'Afrique du Nord. C'est un arbre d'un grand intérêt en raison de sa productivité élevée, de la qualité nutritive de ses fruits très recherchés et de ses facultés d'adaptation aux régions sahariennes.

Les dattes étant riche en eau, vitamines, fibres, sucres et lipides, constituent le premier produit agricole exporté par le pays. Depuis quelques années, la filière est marquée par un certain dynamisme qui se traduit par un accroissement conséquent de la production.

Il existe diverses variétés de dattes, parmi elles : *Deglet Nour* étant demi molle, *Ghars* étant molle qui sont utilisées pour l'alimentation humaine. Enfin, la variété sèche *Guerbaï*, utilisée pour l'alimentation animale.

Les sous-produits du palmier dattier (Feuilles, tronc, noyaux...), ont diverses utilisations. Les noyaux de dattes, en particulier, sont destinés à l'alimentation du bétail. Cette partie non comestible est composée de protéines, sucres, cendres, éléments minéraux et acide gras.

Dans le palmier dattier, tout est utilisable de sa racine aux noyaux qui révèlent, une large gamme de propriétés intéressantes dans le domaine alimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

L'objectif de notre travail, est la valorisation des produits végétaux de faible et moyenne valeur marchande qui sont respectivement : dattes de variété *Guerbaï* et de variété *Ghars*, ainsi les déchets de l'industrie agroalimentaire (noyaux de dattes) en l'occurrence, afin d'extraire l'huile végétale pour usage cosmétique.

Ce manuscrit est subdivisé en trois parties. La première partie est consacrée à la synthèse bibliographique comprenant des généralités sur les palmiers dattiers, les critères de qualité des dattes et leurs noyaux.

La seconde partie décrit les produits chimiques, le matériel utilisé et les techniques expérimentales nécessaires pour l'extraction, la caractérisation et l'étude biologique des différents extraits et des formulations préparées au cours de cette étude.

Enfin, la troisième partie est dédiée à la présentation et l'interprétation des résultats obtenus au cours de ce travail, cette étude pourrait justifier l'utilisation des dattes et leurs noyaux à des fins cosmétiques.

*Partie  
bibliographique*



## 1. Généralités sur le palmier dattier *Phoenix dactylifera* L

Le palmier dattier a été dénommé *Phoenix dactylifera* par Linné en 1734. Le terme «Phoenix» signifie dattier chez les phéniciens et dactylifera dérive du terme grec «dactylos» signifiant doigt, allusion faite à la forme du fruit. Le palmier est une composante essentielle de l'écosystème oasien, grâce à sa remarquable adaptation aux conditions climatiques. La haute valeur nutritive de ses fruits, les multiples utilisations de ses produits et sa morphologie favorisant d'autres cultures sous-jacentes. Il existe des arbres mâles appelés *Dokkars* et des arbres femelles *Nakhla*. C'est une espèce arborescente connue pour son adaptation aux conditions climatiques trop sévères des régions chaudes et sèches. Un adage arabe évoque les conditions climatiques et écologiques que la culture du dattier requiert : « le palmier-dattier vit les pieds dans l'eau et la tête au soleil ». Il nécessite en effet des températures élevées, une faible hygrométrie mais une humidité édaphique constante [1].

### 1.1. Taxonomie

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L), est classé comme suit :

**Classe :** Monocotylédones

**Groupe :** Spadiciflores

**Ordre :** Palmales

**Famille :** Arecaceae (Palmaceae)

**Tribu :** Phoeniceae

**Genre :** *Phoenix*

**Espèce :** *Phoenix dactylifera* L.



Figure 1 : palmier dattier

### 1.2. Répartition géographique du palmier dattier et production de dattes en Algérie

En général, les palmeraies algériennes sont localisées au Nord-est du Sahara au niveau des oasis où les conditions hydriques et thermiques sont favorables.

Du point de vue répartition des palmiers et productions de dattes, le Sahara algérien est subdivisé en sept régions productrices de dattes : Zibans, Oued Righ, Oued-Souf, Ouargla, M'Zab, Saoura et Tidikelt. Les régions de Ghardaïa, Tidikelt, Gourara possèdent 40 % du patrimoine phoenicicole national.

La superficie globale des palmiers-dattiers s'élève à 167.663 hectares en 2017, alors que les palmiers productifs sont estimés à 15,7 millions et ceux plantés à 18,53 millions.

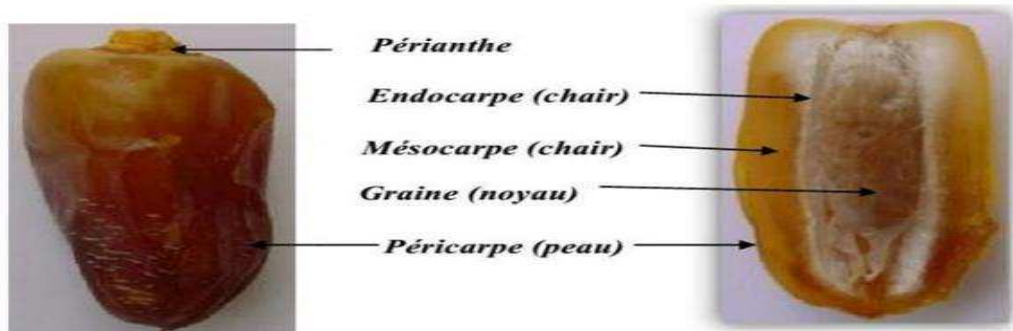
La production annuelle de dattes en Algérie est estimée à 450.000 tonnes qui peuvent présenter au minimum 10% (45000) de noyaux par an, pour un nombre total de palmiers d'environ 17 millions [2][3].

## 2. La datte

### 2.1. Description de la datte

La datte fruit du palmier dattier, est une baie contenant une seule graine, appelé noyau. Elle est constituée de deux parties :

- Une partie non comestible formée par la graine ou le noyau ayant une consistance dure.
- Une partie comestible dite chair ou pulpe constituée:
  - D'une enveloppe cellulosique, peau ou épicarpe.
  - Un mésocarpe généralement charnu, de consistance variable selon sa teneur en sucre présentant une zone périphérique de couleur plus soutenue.
  - Un endocarpe de teinte plus clair et de texture fibreuse, parfois réduit à une membrane parcheminée entourant le noyau [4].



**Figure 2 :** Coupe de la datte

### 2.2. Formation et maturation de la datte

Après la fécondation des fleurs, le fruit se forme (nouaison), se développe en changeant de couleur, d'aspect et de consistance jusqu'au stade Tmar (datte mure).

Entre la nouaison et le stade final on peut distinguer des stades intermédiaires qui permettent de suivre l'évolution de la datte et d'appliquer des techniques appropriées lors des opérations de traitement et de conditionnement.

L'évolution de la datte chez le palmier dattier passe par cinq (05) stades [4] :

**Stade I (Loulou) :** C'est le premier stade du développement des dattes et dure environ cinq semaines et se termine à la chute des deux carpelles non fécondés. Les dattes sont de couleur verte et globuleuse, teinte qu'elle conserve jusqu'au stade suivant. Le fruit est d'une grosseur et d'un poids inférieur à 1g à la nouaison.

**Stade II (Khalal) :** Le fruit prend sa forme et sa taille presque définitive (poids maximale 5 à 12g). A la fin de ce stade, sa couleur commence à devenir jaune ou rouge selon les cultivars,

ainsi le noyau est mure physiologiquement et il est apte à germer. Ce stade est considéré comme celui de la maturation botanique.

**Stade III (Bser) :** La couleur de la datte vire au jaune ou brune, suivant les clones.

**Stade IV (Martouba):** Au cours de ce stade, la datte devient plus au moins, translucide, sa couleur passe au foncé ou au noir. La datte est molle, elle perd son astringence. Ce stade est souvent appelée stade de maturation.

**Stade V (Tmar) :** Correspond à l'étape finale de maturation du fruit. La datte perd une quantité importante d'eau, ceci donne un rapport sucre/eau élevé permettant d'empêcher la fermentation et d'assurer la conservation du fruit.



**Figure 3 :** Etapes de maturation de la datte

### 2.3. Variétés de dattes

Le dattier (*phoenix dactylifera L.*) fait la base de l'alimentation des populations sahariennes et d'autre part, l'exportation de ses produits dans le monde entier représente pour l'Algérie une richesse des plus appréciables. Les dattes se divisent en trois (03) catégories suivant leur consistance, forme, couleur, saveur... etc [5].

- **Variétés très molles (Ghars) :** qui sont aqueuses de texture fibreuse, elles ont l'inconvénient de ne pas se garder intacte, mais les indigènes les écrasent et les compriment en une pâte qui est conservée dans des sacs en toile pendant plusieurs mois ou même des années.
- **Variétés demi-molles (Deglet-nour) :** Cette datte de luxe du Sahara sud-constantinois, possède un noyau plus épais et dont la pulpe, à maturité complète devient translucide et très sucré.
- **Variétés sèches (Guerbaï) :** Qui durcissent sur l'arbre et ont une texture farineuse, elles possèdent un noyau volumineux, et dont la pulpe devient dure en murissant.

### 2.4. Critères de qualité de la datte

Les constituants majeurs et mineurs de la pulpe sont :

## Partie bibliographique

**L'eau** : c'est l'un des constituants essentiels de la datte. Elle a une importance fondamentale sur la qualité des dattes et conditionne l'aptitude à la conservation. La teneur en eau des dattes varie de 12 à 30% du poids de la pulpe fraîche. Les dattes présentent des humidités inférieures à 40%.

**Sucre** : la datte contient trois (03) sucres majeurs : le saccharose, le glucose et le fructose. Ceci n'exclut pas la présence d'autres sucres tels que : le galactose, la xylose et l'arabinose. Certaines dattes sont totalement dépourvues de saccharose, par contre d'autres en contiennent une proportion élevée. De ce fait, les teneurs en sucres des dattes pourraient être utilisées en tant que marqueur de la caractérisation variétale du palmier dattier.

**Lipides** : la pulpe des dattes contient une faible quantité de lipides (de l'ordre de 0,13 à 1,9 % du poids frais). Les lipides sont principalement concentrés dans l'épicarpe (2,52 à 7,42%) sous forme d'une couche de cires, ayant un rôle physiologique dans la protection contre l'évaporation du fruit.

**Vitamines** : La pulpe de datte contient des vitamines en quantités variables selon les variétés et leur provenance. Elle contient les caroténoïdes et les vitamines du groupe B en quantité appréciable (100g de pulpe de datte contient 1,7 mg de vitamine B3, 0,8 mg de vitamine B5, 1,15 mg de vitamine B6 et 0,15 mg de vitamine B2).

**Les composés phénoliques** : Ce sont des constituants naturels responsables de la qualité organoleptique des fruits (goût et couleur). Ils constituent pour la datte un des critères de qualité les plus importants à maîtriser depuis la récolte jusqu'à la commercialisation. L'analyse qualitative a révélé la présence des acides cinnamiques, des flavones, flavanones et flavonols [4].

### 3. Noyaux de dattes

Les noyaux du palmier dattier sont des sous-produits, qui sont jetés dans la plus part des pays producteurs, de dattes ou partiellement incorporés dans l'alimentation animale. Ces derniers renferment des composants extractibles à valeur ajoutée élevée. Ils sont aussi riches en protéines, fibres alimentaire, composés phénoliques et antioxydants [6].

#### 3.1. Définition et description des noyaux de dattes

Le noyau de datte ou graine est un organe de reproduction, il est de forme allongée et de grosseur variable, son poids moyen est environ d'un gramme, il représente 13 à 15% du poids de la datte. Le noyau de datte, enveloppé dans l'endocarpe membraneux, est constitué d'un albumen corné d'une consistance dure protégé par une enveloppe cellulosique [7].

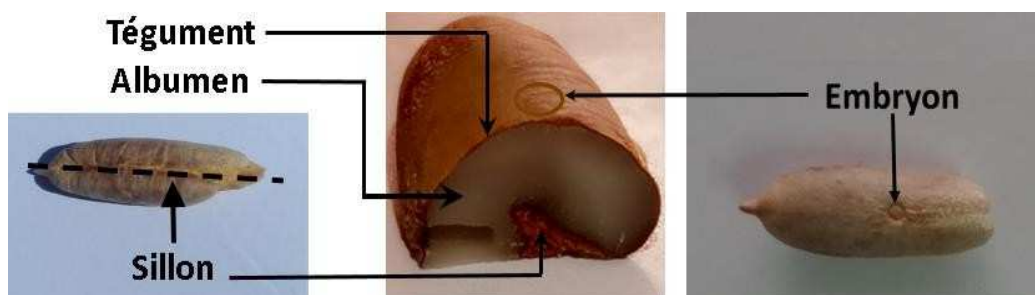


Figure 4 : Coupe du noyau de datte

### 3.2. Composition chimiques de la partie non comestible « noyau »

La caractérisation chimique est nécessaire pour une meilleure compréhension des aptitudes technologiques des noyaux de dattes.

- **Composition en matière protéique**

Plusieurs protéines existent dans le noyau de datte, qui varie selon la région et les différents cultivars. Plusieurs études ont montré des teneurs allant de 2 à 7.2 % [8].

- **Composition en matière grasse :** les noyaux de dattes sont très riches en matière grasse et contiennent des acides gras saturés et insaturés à une très grande diversité, leur teneur varie entre 5 et 12% [3].

- **Teneur en sucre :** les noyaux de dattes comportent des sucres réducteurs et non réducteurs. La majorité des cultivars de noyau de datte présente une teneur moyenne en sucre qui varie entre 5,34% et 7,4 % [6].

- **Teneur en cendre :** la teneur en cendres dans les noyaux de datte est faible, elle varie entre 0,89 à 1,16% de la matière sèche [3].

- **Composition en éléments minéraux :** l'analyse des éléments minéraux ( K ,P , Ca , Na , Fe ,Mn, Zn , Cu ) montre que le potassium est le plus abondant dans le noyau de datte avec une teneur moyenne de 370,10 mg/100g de matière sèche [8].

## 4. Les huiles végétales

L'huile végétale est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante extraite d'une plante oléagineuse. Renfermant en général plus de 99 % de lipides, ni glucides, ni protides et très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%) [9].

### 4.1. Méthodes d'extraction des huiles végétales

#### 4.1.1. Extraction mécanique à froid ou pression (par presse hydraulique)

C'est la méthode la plus utilisée. Clairement, dans la démarche, la graine ou une partie de la plante sont pressées à froid afin d'avoir une huile vierge de haute qualité. Elle fait

uniquement intervenir des presses mécaniques. Par ce procédé, l'huile obtenue est très pure ne contenant aucune substance étrangère. Par contre, ce procédé ne retire pas l'entière de l'huile des graines. Il reste, selon le type de graines extraites, 9 à 20% d'huile dans le tourteau d'extraction [10].

### 4.1.2. Extraction mécanique à chaud

Cette méthode industrielle est plus efficace que l'extraction à froid, mais ne dispose pas des mêmes avantages.

Ici, les graines sont triturées et chauffées de manière légère. C'est après que l'on extrait l'huile végétale grâce à la pression à chaud. Grâce à cette méthode, l'huile obtenue est particulièrement pure [11].

- **Différence entre les deux techniques d'extraction**

La différence la plus palpable entre ces deux techniques d'extraction est donc la qualité du produit.

L'extraction à froid consiste au pressage simple ou successif à une température inférieure à 60°C. Tandis que l'extraction à chaud consiste au pressage de la matière première jusqu'à 120°C. Les autres différences résident dans un certain nombre de caractéristiques citées dans le tableau 1 [11].

**Tableau 1 :** Différence entre les deux techniques d'extraction mécanique

Caractéristiques de l'extraction à froid	Caractéristiques de l'extraction à chaud
Le processus exclut tout traitement de raffinage (décoloration, désodorisation, etc.)	L'huile végétale pressée à chaud subi plusieurs traitements (dégommage, neutralisation, hydrogénation...)
Peu coûteuse	Cette technique requiert un investissement financier plus conséquent. Car le réchauffage entraîne une grande consommation énergétique.
Rendement d'extraction plutôt faible (moins de 50%).	Rendement plus élevé
La qualité de l'huile obtenue après la pression à froid est optimale. Ce plus permet de la consommer dès la sortie du filtre de la machine	A l'huile obtenue, les producteurs rajoutent très souvent des conservateurs chimiques.
L'extraction à froid garantie une huile végétale naturelle et remplie de nutriments.	Le chauffage de la matière première lui enlève toutes ses qualités nutritionnelles et gustatives, ainsi que ses propriétés cosmétiques.

### 4.1.3. Extraction par solvant

Ce type d'extraction fait appel à des solvants organiques apolaires. Le solvant le plus utilisé est l'hexane, afin de dégraisser le résidu des graines broyées car il est très sélectif vis-à-vis des huiles ayant une chaleur latente de vaporisation assez faible donc une évaporation facile,

et pour un coût énergétique limité, puis la distillation vise à éliminer le solvant afin d'obtenir l'huile. Cette méthode est la plus utilisée pour l'extraction des huiles végétales car elle permet de retirer plus d'huile que la méthode par pression néanmoins c'est la moins saine puisqu'il est très probable que des résidus de solvants se retrouvent dans l'huile ainsi obtenue [10].

### 4.2. Huile de noyaux de dattes

C'est une huile fine et précieuse extraite de la graine du dattier (*Phoenix Dactylifera L.*) qui donne lieu à une huile jaune aux vertus multiples et rares de par sa haute teneur en stérols et en vitamine E.

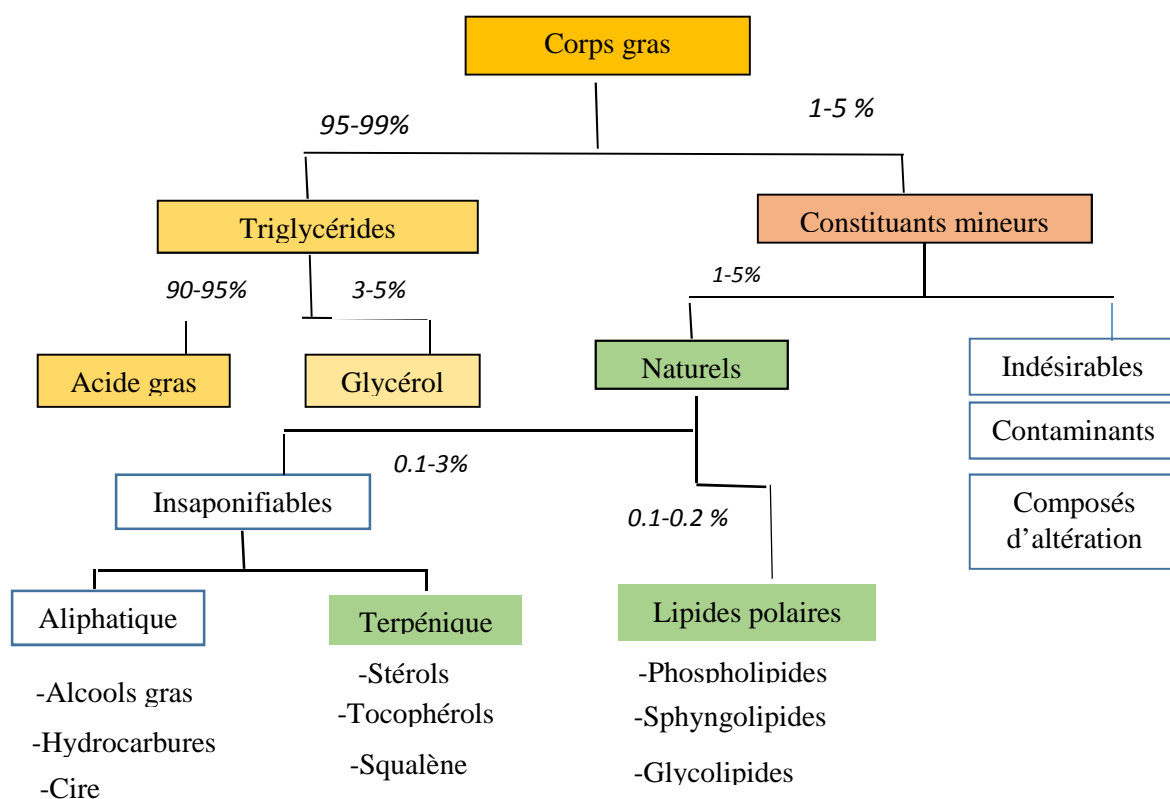
Elle se caractérise par son fabuleux toucher sec et soyeux.



**Figure 5 :** Huile de noyau de datte

#### 4.2.1. Composition chimique de l'huile végétale du noyau de datte

Un corps gras (huile ou graisse) est composé d'une grande variété de constituants représentés par la figure 6 de façon panoramique. Les triglycérides sont très largement majoritaires (95-99 %) : ils sont composés de glycérol (3-5 %) et d'acides gras (90-95 %). D'autres constituants sont naturellement présents en plus faible quantité : des lipides à caractère polaire tels que les phospholipides (0,1-0,2 %) et des composés dits insaponifiables appartenant à une fraction non glycérique (0,1 à 3 %) principalement, représentés par les stérols et les tocophérols mais contenant également des caroténoïdes, des alcools terpéniques, et des composés phénoliques [12].



**Figure 6** : composition panoramique des corps gras

Selon leurs compositions en acides gras, l'huile des noyaux de dattes se répartie en différentes familles. Selon les critères de caractérisation de ces familles, elles peuvent être plus ou moins nombreuses. [12] Mais il en existe trois (03) principales :

- Famille oléique : où cet acide gras, principal représentant des acides gras mono-insaturés (AGMI)
- famille linoléique : acide gras polyinsaturé (AGPI)
- Famille des corps gras riches en acides gras saturés (AGS) avec leurs principaux représentants : acide laurique, acide palmitique, acide myristique et acide stéarique. [13]

#### 4.2.2. Valorisation de l'huile de noyau de datte en cosmétologie

Dans le palmier dattier tout est utilisable de sa racine aux noyaux. Ces derniers montrent une large gamme de propriétés intéressantes qui leur confèrent une possibilité d'utilisation dans le domaine cosmétique.

## Partie bibliographique

- L'huile de noyaux de dattes se caractérise entre autre par son fabuleux toucher sec et soyeux. Très apprécié dans la composition de soins et huiles de massage, elle apporte une action nourrissante, hydratante et assouplissante, sans toutefois surgraisser la peau. De plus, grâce à sa teneur en vitamine E, l'huile extraite des noyaux de dattes agirait miraculeusement sur le corps (anti-âge). Incroyablement efficace pour la revitalisation et la stimulation de la repousse des cheveux [3].

### 5. Formulation d'un produit cosmétique

La formulation est par définition, « l'ensemble des connaissances et des opérations mises en œuvre lors du mélange, de l'association ou de la mise en forme d'ingrédients souvent incompatibles entre eux de façon à réaliser un produit caractérisé par une fonction d'usage ».

#### ➤ Définition d'un produit cosmétique naturel

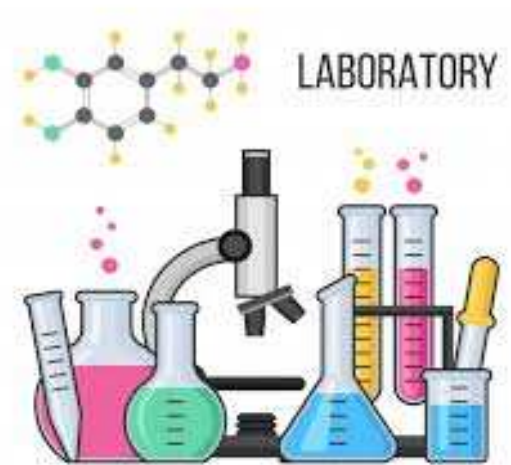
Un « produit cosmétique naturel » signifie tout produit qui se compose de substances naturelles de toutes origines et qui est préparé dans des conditions bien définies.

En effet, un produit fini ne peut être qualifié que s'il ne renferme 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 [14].

Parmi les produits cosmétiques naturels existants :

- Exfoliant.
- Sérum capillaire

# Matériel et Méthodes



# Matériel et méthodes

Cette partie est consacrée à la description du matériel et des méthodes utilisés afin de mettre en évidence l'expérimentation effectuée dans cette étude. Elle englobera trois parties essentielles : La première partie est consacrée à la présentation des matières végétales et du matériel, la seconde à l'extraction et les différentes techniques d'identification et de caractérisation mises en œuvre. Enfin la dernière partie, repose sur la formulation des produits cosmétiques (gommage et sérum) à partir de l'extrait.

## 1. Matériel utilisé

### 1.1. Matière végétale

Nous avons choisi les dattes de variétés Ghars et Guerbaï pour formuler le gommage et le sérum. Tous les composants de ce fruit seront exploités dans les formulations que ce soit la pulpe, le noyau ou l'huile extraite des noyaux. Le choix de la variété Ghars est justifié par sa qualité gustative, sa disponibilité sur le marché et sa large consommation. Par contre, celui de la variété Guerbaï est justifié par son faible cout d'achat et sa non valorisation, sauf pour l'utilisation alimentaire des animaux.

### 1.2. Préparation des noyaux

La préparation des noyaux comprend les étapes schématisées par la figure 7.

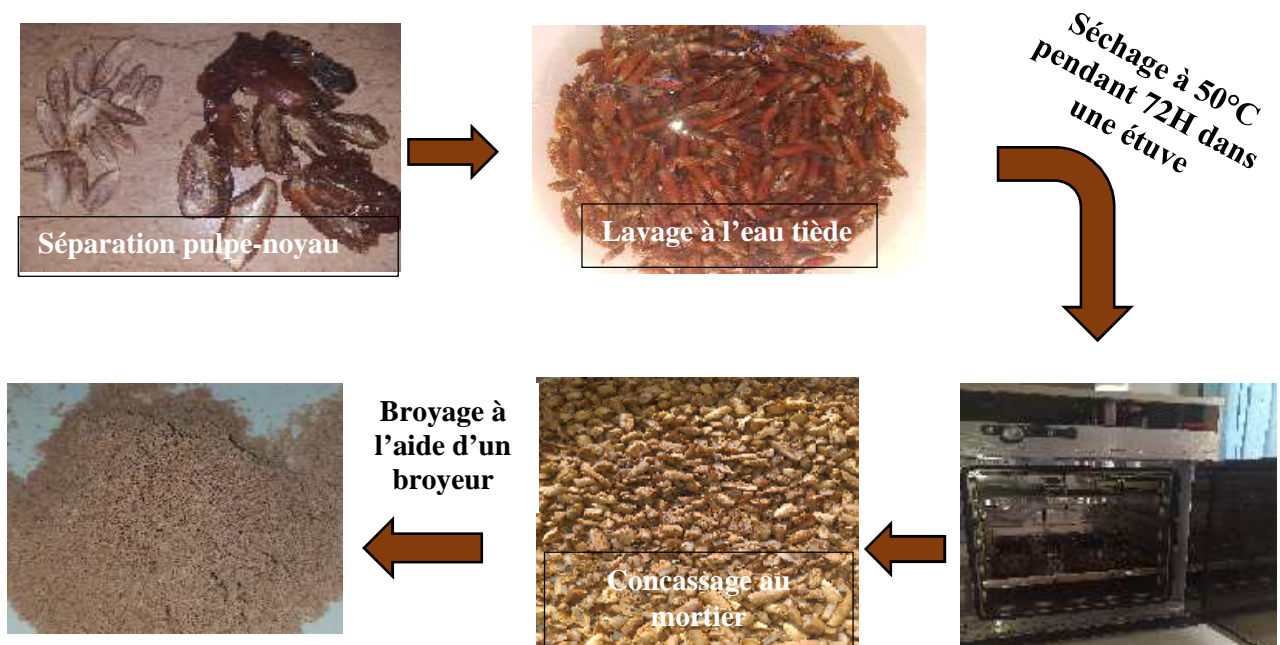


Figure 7 : Etapes de préparation de la poudre des noyaux de dattes

### 1.3. Réactifs et équipements

Les équipements, la verrerie et les réactifs utilisés pour l'étude de nos extraits sont présentés dans le tableau 2.

**Tableau 2 :** Matériel et produits utilisés pour l'extraction et la caractérisation

Equipements		Réactifs		Verreries
Nom	Marque	Nom	Marque	Nom
Balance analytique	Denver	Hexane	Sigma-Aldrich	Soxhlet
Infra rouge	IRAffinity-1S SHIMADZU	Ethanol à 96°	Biochem	Hydro distillateur
Microscope	PHYWE	Acide sulfurique	Sigma-Aldrich	Micro pipette et pipette pasteur
Réfractomètre	OPTECH	Anhydride acétique à 98%	Biochem	Boîtes de pétries
Viscosimètre	HAAKE DC 30	Chloroforme à 99%	Biochem	Ecouvillon stérile
Spéctorphotomètre Ultra-violet	UV-1601 SHIMADZU	Ether di éthylique	Honeywell Riedel-de Haen	Papier wattman
Rota vapeur	Laborota 4001- efficient Heidolph	Hydroxyde de potassium	Sigma-Aldrich	Bec bunsen
HPLC	Shimadzu Decad II	Thiosulfate de sodium	Fluka Chemika	Boîte de pétries
Balance technique	Kern	Acétone	Biochem	Pince
Broyeur	IKA-WERKE M20	Méthanol à 99%	Honeywell Riedel-de Haen	Scalpel

## 2. Méthodes

### 2.1. Screening phytochimique

Les tests phytochimiques sont des tests qualitatifs qui permettent de caractériser les différents groupements chimiques contenus dans un organe végétal. Ces tests sont réalisés sur la pulpe, la poudre et l'huile de noyaux de dattes [15].

#### Préparation de la solution

- Verser 100 ml d'eau distillée bouillante sur 10g de matériel végétal.
- Agiter et laisser le mélange refroidir.
- Filtrer le mélange et récupérer le filtrat.

Les protocoles de ces tests sont résumés dans la figure 8.

# Matériel et méthodes

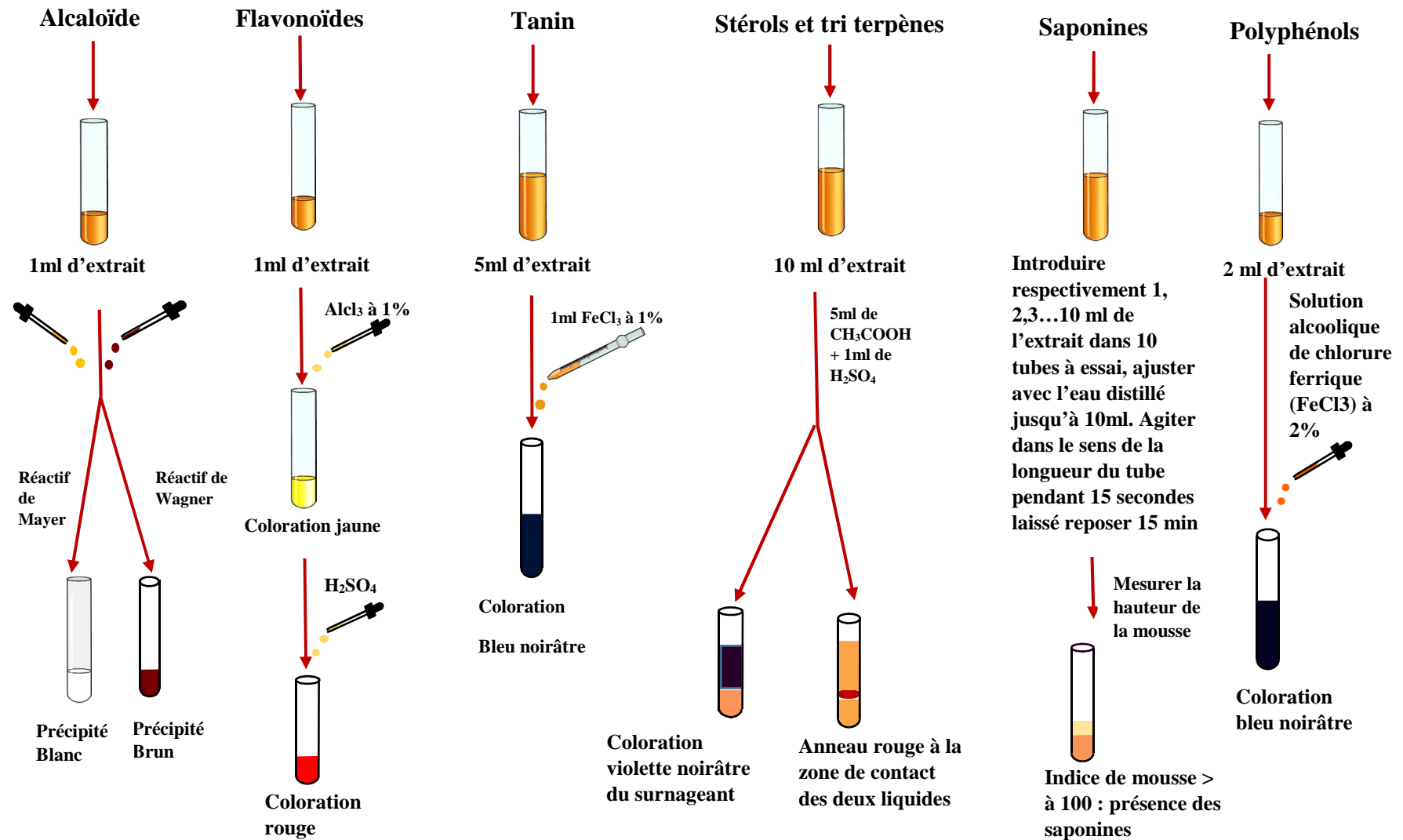


Figure 8 : Réactions du screening phytochimique

## 2.2. Extraction

### 2.2.1. Extraction de l'huile végétale

L'extraction de l'huile de noyaux de dattes a été réalisée par extraction solide-liquide en utilisant l'appareil Soxhlet. Ce dernier se compose d'un corps en verre dans lequel est placée une cartouche en papier-filtre que nous avons confectionné en forme d'un bâtonnet, d'un tube siphon et d'un tube d'adduction. Dans le montage, l'extracteur est placé sur un ballon à col rodé contenant le solvant d'extraction. Dans l'extracteur est insérée une cartouche dans laquelle est placée la poudre contenant l'espèce à extraire, puis un réfrigérant est adapté au-dessus de l'extracteur.

➤ **Le protocole d'extraction est comme suit :**

- Placer 20g de poudre végétale dans la cartouche de papier filtre se trouvant à l'intérieur de l'extracteur.
- Verser 300ml d'hexane dans le ballon.
- Chauffage du ballon pendant 3h.
- Utiliser un rota vapeur afin de séparer l'huile du solvant à une température ne dépassant pas 69°C.
- Eliminer toute trace de solvant au bain marie pendant 20min à une température de 70°C.

➤ **Rendement d'extraction**

Le rendement d'extraction est calculé comme suit :

$$R\% = (P_1/P_2) \times 100 \dots \dots (1)$$

R : rendement d'extraction

P<sub>1</sub> : poids de l'extrait après évaporation du solvant

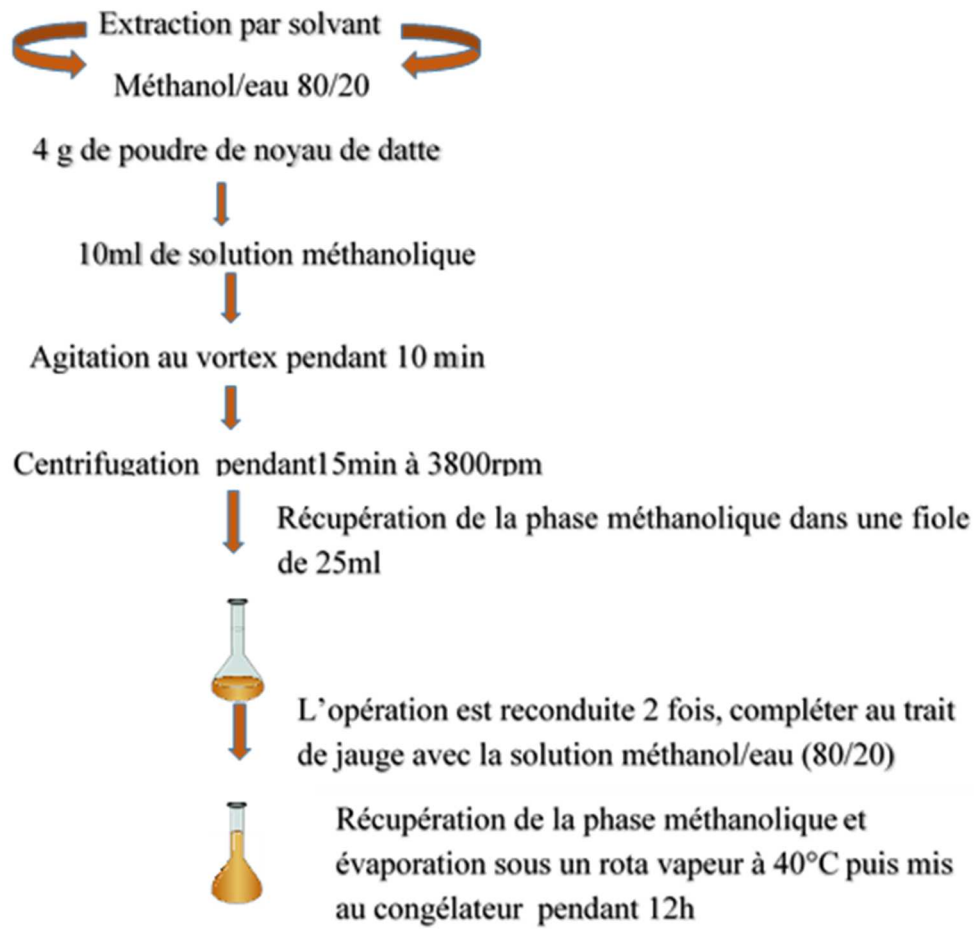
P<sub>2</sub> : poids de la prise d'essai.

### 2.2.2. Extraction des polyphénols

La présente étape consiste à déterminer la teneur en composés phénoliques de la poudre des noyaux de dattes. Le protocole est donné dans la figure 4 [16].



**Figure 9 :** Montage de l'extraction de l'huile par Soxhlet



**Figure 10:** Extraction des polyphénols

## 2.3. Caractérisation

### 2.3.1. Caractéristique physico-chimiques de l'huile de noyau de datte

La qualité d'une huile végétale est définie par certains critères, qui déterminent :

- Sa saveur, sa couleur, son odeur à l'aide du test organoleptique.
- Son degré de détérioration par la mesure de l'indice d'acide, l'indice de saponification.
- Son degré d'oxydation et son éventuel rancissement par la détermination de l'indice de peroxyde et l'indice d'iode.
- L'indice de réfraction.

#### a) Indice de réfraction

L'indice de réfraction des huiles extraites est déterminé comme suit [17] :

- Nettoyer la lame du réfractomètre
- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33

## Matériel et méthodes

- Déposer quelque goutte d'huile de noyau de datte sur la lame à l'aide d'une pipette pasteur
- Régler le cercle de la chambre sombre et claire dans la moitié et effectuer la lecture

### b) Indice d'acide

Pour déterminer l'indice d'acide des huiles nous procédons comme suit [17] :

- Peser 0.5g d'huile dans un erlenmeyer.
- Ajouter 20 ml d'éthanol à 95°.
- Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénophtaléine à 1%.
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0,01 N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- Noter le volume de KOH ajouté.

#### Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivant :

$$IA = \frac{56.1 \times (V \times N)}{P} \quad (\text{mg de KOH/g d'huile}) \dots (2)$$

Où :

P : Masse (g) de la prise d'essai.

56,11: Masse molaire, exprimée en g/mole, d'hydroxyde de potassium.

V: Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0,01 N).

### c) Indice d'iode

Pour déterminer l'indice d'iode de l'huile nous procédons comme suit [17]:

- Peser 0.1g d'huile dans une fiole conique de 500 ml.
- Ajouter 10 ml d'éther d'éthylique et mélanger jusqu'à dissolution.
- Ajouter ensuite 20 ml d'une solution d'iode alcoolique 0.2 N.
- Rajouter 250 ml d'eau distillée et fermer à l'aide d'un bouchon rodé.
- Mélanger énergiquement et titrer l'iode en excès par le thiosulfate de sodium 0.1N.
- En fin de réaction rajouter 2 à 3 ml d'empois d'amidon et continuer le titrage jusqu'à décoloration.
- Réaliser un essai à blanc sans rajouter de matière grasse.

#### Méthode de calcul

$$II = \frac{(V2 - v1)}{m} 12.969 \times N \dots (3)$$

$V_2$  : volume de thiosulfate de sodium dépensé (ml)

$V_1$  : volume de thiosulfate de sodium de l'essai à blanc (ml)

m : prise d'essai (g)

### d) Indice de saponification

L'indice de saponification des huiles extraites est déterminé comme suit [17] :

- Peser 0.1g d'huile puis ajouter 25 ml de KOH à 0,5 N, la solution est mise dans un chauffe-ballon muni d'un réfrigérant.
- Après 30min d'ébullition, le ballon est refroidi sous l'eau de robinet.
- Après ajout de 2 à 3 gouttes de phénophtaléine, titrer par une solution de HCl 0,5 N Jusqu'à disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale du mélange.
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires.

### Méthode de calcul

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous

$$IS = \frac{(V_0 - V)}{p} \times N \times 56.11 \dots \dots (4)$$

$V_0$  : volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

$V$  : volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

$P$  : prise d'essai en grammes.

$N$  : normalité de la solution d'HCL.

56.11 : masse molaire exprimé (g/mole) d'hydroxyde de potassium.

### e) Indice de peroxyde

Pour déterminer l'indice de peroxyde de l'huile nous procédons comme suit [17] :

- Dans un erlenmeyer peser 0.5 g d'huile.
- Ajouter 5ml du chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 10 ml d'acide acétique, puis 0.5ml de la solution d'iodure de potassium.
- Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant 1 min et le laisser 5 min à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25°C.
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate en agitant vigoureusement en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Méthode de calcul

$$IP = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 1000}{m} \dots (5)$$

Où :

$V_0$  : volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc.

$V_1$  : volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination

$C$  : concentration exacte, en mol/l de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé.

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

### f) Indice d'ester

L'indice d'ester des deux huiles est déterminé selon cette loi [17] :  $IE = IS - IA \dots (6)$

### 2.3.2. Caractérisation par spectroscopie

#### 2.3.2.1. Analyse spectroscopie d'absorption IR

La spectroscopie IR est basée sur l'absorption d'énergie dans le domaine spectral infrarouge qui s'étend de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$ . Elle permet d'identifier les divers groupements fonctionnels. L'analyse a été réalisée au laboratoire de recherches en chimie appliquée et génie chimique UMMTO pour la pulpe, la poudre et l'huile extraite.

#### 2.3.2.2. Analyse par UV-visible

La spectroscopie UV-visible permet d'accéder qualitativement à des renseignements quant à la nature des liaisons présentes au sein de l'échantillon mais également de déterminer quantitativement la concentration d'espèces absorbant dans ce domaine spectrale.

### Mode opératoire

L'huile extraite des noyaux des deux variétés de datte étudiées est analysée. Des dilutions de 166.66mg/ml pour l'huile de la variété Ghars et Guerbaï ont été préparées, puis analysées par un spectrophotomètre UV-VIS, pour un domaine d'absorption entre 200 et 800nm ; afin de mener à une analyse qualitative des deux échantillons.

#### 2.3.2.3. Analyse par HPLC

L'HPLC est une méthode d'analyse qui permet l'identification, la séparation et le dosage des composés chimiques dans un mélange. Cette technique nous a permis de doser les polyphénols dans la poudre des noyaux de dattes et de doser aussi les tocophérols dans l'huile de noyaux de datte. L'analyse a été réalisée à la Faculté de Médecine UMMTO.

### a) Dosage des polyphénols

Les extraits phénoliques préparés à partir des poudres des noyaux de Ghars et Guerbai ont été dissous dans du méthanol à des concentrations déterminées. Après filtration, les solutions sont injectées [18].

Les conditions opératoires suivies pour la réalisation de cette analyse sont décrites dans le tableau 3

**Tableau 3 :** Conditions d'analyse par HPLC pour l'huile de noyau de datte

Condition d'analyse	Ghars	Guerbai
Colonne	C <sub>18</sub>	C <sub>18</sub>
Volume d'injection	10µl	50µl
Concentration	9.112mg/ml	6.316mg/ml
Température	40°C	40°C
Phase stationnaire	(CH <sub>2</sub> ) <sub>17</sub> -CH <sub>3</sub> greffé sur la silice	(CH <sub>2</sub> ) <sub>17</sub> -CH <sub>3</sub> greffé sur la silice
Phase mobile	Méthanol	Méthanol
Débit	1 ml/min	1ml/min
Détecteur spectrophotomètre	280nm	230et 280nm

### b) Dosage de l'α-tocophérol

Afin de déterminer la teneur en tocophérols dans l'huile de noyaux de dattes, la méthode utilisée est la chromatographie liquide à haute performance.

- **Mode opératoire**

Mettre 0,12 g de matière grasse dans un tube à essai contenant 1 ml de propanol. Mélanger par vortex ensuite injecter directement dans la colonne HPLC [13].

- **Conditions d'analyse**

La colonne : L=150 mm, φ= 4,6 mm, d<sub>i</sub> = 3,5µm.

La phase stationnaire : ODS (C<sub>18</sub>).

La phase mobile : acétonitrile/méthanol (50/50 ; v/v)

Le volume injecté : 20 µl.

Pompe : waters TM600

Détecteur: waters 474 scanning fluorescence.

Le débit : 1 mL/min.

## 2.3.2.4. Analyse par CPG

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique de séparation d'un mélange de molécules volatiles. Cette technique permet de déterminer le profil des acides gras.

L'analyse a été réalisée au laboratoire d'analyse instrumental à l'École nationale supérieure agronomique, département de technologie alimentaire.

Les huiles ont été converties en ester méthyliques qui se forment par transestérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification selon la méthode ISO (5509 :2000) [13].

### Mode opératoire

Dans un tube à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile.

Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2N d'hydroxyde de potassium, bouché à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes.

Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le Chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures. Les conditions opératoires suivies pour la réalisation de cette analyse sont représentés dans le tableau 4.

**Tableau 4 :** Conditions chromatographiques pour esters méthyliques des huiles

<b>Chromatographe</b>	<b>Chrompack CP 9002</b>	<b>Diamètre inférieur</b>	<b>0,32mm ×0,25µm</b>
<b>Détecteur (FID)</b>	260 °C	<b>Epaisseur</b>	0,25 µm
<b>Injecteur (SPLIT 1/100)</b>	250 °C	Four	150 C°-4C°/mn--- - 230C°
<b>Gaz vecteur</b>	Azote	<b>Quantité injectée</b>	0.8ul
<b>Colonne capillaire</b>	Cp Sil 8 CB (5%Phenyl+ 95%dimethylpolysiloxane)	<b>Vitesse du papier</b>	0.5 cm/ mn
<b>Longueur</b>	30		

### 2.3.3. Evaluation du pouvoir antioxydant

#### 2.3.3.1. Inhibition d'oxydation par le test de blanchissement du $\beta$ -carotène (the bleaching test)

L'évaluation de l'activité anti oxydante par le test de blanchissement du  $\beta$ -carotène repose sur la mesure d'inhibition des composés organiques volatils et des hydro-péroxydes conjugués diène résultant de l'oxydation d'acide linoléique. C'est la méthode convenable à l'aspect huileux de notre échantillon. Le test a été réalisé pour l'huile extraite des noyaux de datte, variété Ghars selon le protocole suivant [19] :

- **Préparation de l'émulsion**

1 mg de  $\beta$ -carotène est solubilisé dans 5 ml de chloroforme, 1 ml de cette solution est ajouté à 20  $\mu$ l d'acide linoléique et 200 mg de Tween 80, le mélange résultant est agité par le vortex puis évaporé sous pression réduite à 40°C jusqu'à élimination complète du chloroforme et obtention d'un semi-solide auquel est ajouté 50 ml d'eau oxygénée par les bulles d'air sous agitation vigoureuse pour former l'émulsion.

- **Préparation des échantillons**

200  $\mu$ l de l'échantillon préparé à une concentration de 1 mg/ml sont réagis avec 2 ml de l'émulsion.

- **Réalisation du test**

Le temps d'addition de l'émulsion est considéré comme le temps  $t_0$ .

Le mélange est incubé dans un bain marie à 50°C pendant 2 heures. L'absorbance est mesurée à 470 nm à l'aide du spectrophotomètre contre un blanc constitué d'éthanol. Le tocophérol est utilisé comme référence.

Le pourcentage d'inhibition de l'oxydation est le pourcentage d'inhibition du blanchiment du  $\beta$ -carotène, il est calculé selon la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = \frac{A_t}{A_{t=0}} * 100 \dots (7)$$

$A_t$  : Absorbance des extraits après incubation.

$A_{t=0}$  : Absorbance des extraits avant incubation

#### 2.3.3.2. Détermination du pouvoir réducteur des composés phénoliques

Le pouvoir réducteur est basé sur la réduction de Fer ferrique ( $\text{Fe}^{3+}$ ) du ferricyanure de potassium en fer ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ), celui-ci se traduit par le changement de la couleur jaune du

## Matériel et méthodes

ferricyanure de potassium vers une couleur bleue verdâtre, dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de chaque composé phénolique.

Le pouvoir réducteur de la poudre des noyaux de dattes, est déterminé en se référant à une droite d'étalonnage préparée, dans les mêmes conditions, à partir d'une série de dilutions (0,0 – 0,1 mg/ml) d'acide ascorbique.

**Tableau 5:** Préparation de la gamme standard de l'acide ascorbique

Tubes à essai	T <sub>0</sub>	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>5</sub>
Acide ascorbique (ml)	0	0.5	1	1.5	2	2.5
Méthanol (ml)	2.5	2	1.5	1	0.5	0

Un volume de 2,5 ml de chaque extrait est mélangé avec 2,5 ml de la solution tampon phosphate (pH 6.60 ; 2M) et 2.5 ml de solution d'hexacyanoferrate (III) de potassium (1%). Après 20 min d'incubation à 50°C, un volume de 2,5 ml de la solution d'acide trichloracétique à 10% est ajouté. Le tout est ensuite centrifugé à 5000 tr/min, pendant 10min. 5 ml du surnageant sont combinés avec 5 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub> à 0.1%) et utilisés pour la détermination de l'absorbance à 700 nm en se servant d'un spectrophotomètre visible. Une absorbance élevée indique une activité antioxydant élevée. Le blanc est préparé de la même façon en remplaçant l'extrait par le méthanol.

Le résultat obtenu du pouvoir réducteur est estimé comme absorbance mesurée à 700 nm. L'acide ascorbique (vitamine C) est utilisé comme référence [20].

### 2.3.4. Détermination de la teneur en pigments (caroténoïdes et chlorophylle)

Une prise d'essai de 3 g est ajustée jusqu'à 10ml de cyclohexane dans une fiole jaugée. Les absorbances maximales à 670nm et 470 nm nous renseignent sur la teneur en chlorophylles et caroténoïdes respectivement contre un tube témoin contenant le cyclohexane [21].

La valeur du coefficient d'extinction spécifique utilisée :

E<sub>0</sub> : 613 pour la phéophytine (composant majeur des chlorophylles).

E<sub>0</sub> :2000 pour la lutéine (composant majeur des caroténoïdes).

$$\text{Chlorophylle} \left( \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times T} \dots \dots (8) \quad / T : \text{épaisseur de la cuve (1cm)}$$

$$\text{Caroténoïde} \left( \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times T} \dots \dots (9)$$

## 3. Formulation

### 3.1. Formulation d'un gommage pour usage cosmétique

Un gommage, ou exfoliant (du latin : exfoliare, signifiant « effeuiller »), est un produit cosmétique qui sert à éliminer les cellules morte de l'épiderme. La peau est ainsi lissée, l'absorption des crèmes hydratantes et le renouvellement cellulaire sont favorisés.

#### ➤ Préparation du gommage

Le gommage est composé d'une base et d'ingrédients exfoliants. Afin de le formuler nous avons adopté le protocole suivant :

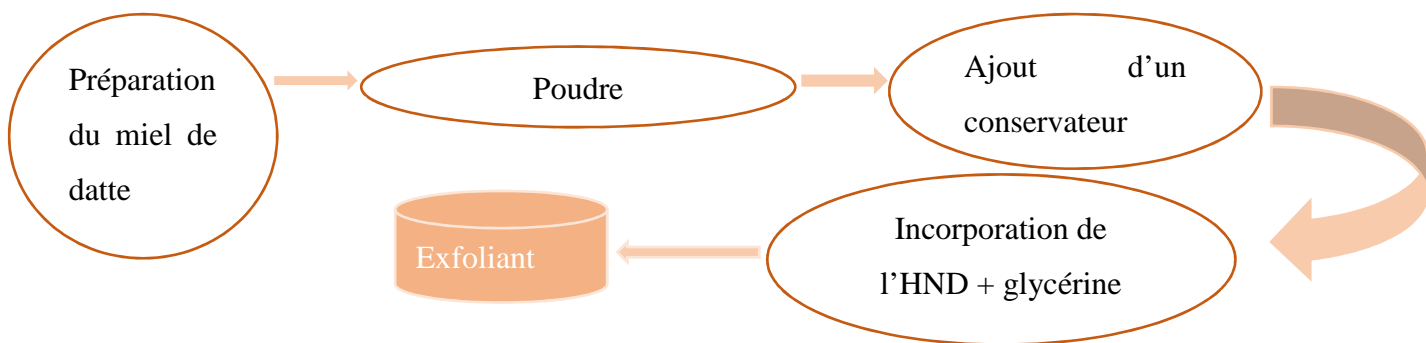


Figure 11 : Préparation d'un gommage à usage cosmétique

### 3.2. Formulation d'un sérum capillaire

Un sérum capillaire est un concentré d'actifs particulièrement étudié pour le soin des cheveux. C'est un produit liquide, parfois un peu gélatineux, il est issu de différentes huiles végétales. Pourtant, à l'origine, les sérums renfermaient surtout des silicones pour lisser les cheveux et leur apporter de la douceur. La silicone a laissé place à des ingrédients naturels pour la même efficacité. Aujourd'hui, les sérums contiennent des vitamines et des acides gras qui permettent de nourrir, d'apporter de l'élasticité, et la brillance aux cheveux.

#### ➤ Préparation du sérum

En collaboration avec notre camarade M<sup>lle</sup> Zeggane Narimene nous avons pu formuler un sérum à base de l'huile végétale de noyau de datte et l'huile végétale de Moringa possédant chacune des bienfaits propres au cuir chevelu.

Afin de préparer cette formule nous avons adopté le protocole suivant :

Huile de noyau de datte + huile de moringa

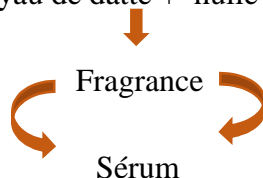


Figure 12 : Préparation d'un sérum capillaire

## 3.3. Caractérisation des formulations

### 3.3.1. Contrôle des formulations obtenues

- **Examen macroscopique :** L'observation macroscopique des formulations cosmétiques est l'un des tests d'acceptabilité de l'utilisateur.  
L'examen est pratiqué à l'œil nu directement sur les formulations conservées.  
Les principaux caractères observés sont : la couleur, l'aspect physique, la consistance et l'homogénéité de la préparation.
- **Examen microscopique :** La taille des particules est appréciée par la mise au point au microscope optique.
- **Détermination du pH :** La mesure du pH doit être déterminée par Potentiométrie. Cette mesure est effectuée, soit directement sur la préparation, soit sur une dilution ou une dispersion, le plus souvent au dixième dans de l'eau distillée bouillie. En moyenne le pH d'un cosmétique destiné au soin de la peau est d'environ 5,5 à 6. C'est le moyen d'apporter à la peau un produit adapté à sa nature. Enfin le pH d'un produit capillaire doit être acide (pas en dessous d'un pH=3).
- **Conservation :** Le gommage et le sérum doivent être conservés dans des flacons teintés à l'abri de la lumière et à une température ambiante.

### 3.3.2. Etudes du comportement rhéologique du gommage

La stabilité rhéologique est évaluée par des déterminations rhéologiques dans un rhéomètre modèle Thermo HAAKE (*VT-550*), muni d'un dispositif de rotation, avec un cône de 1° relié à un programme de logiciel (*Rhé Win Data Manager*). Notre analyse est réalisée au sein du laboratoire de recherche de l'Université de Boumerdes. Les paramètres rhéologiques sont déterminés à la  $T^{\circ} = 25^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 300\text{s}$ .

L'échantillon de 0,2 ml est placé entre un plateau et un cône qui forme un angle avec le plan du plateau. L'extrémité du cône est tronquée de façon à séparer d'une distance constante de l'ordre du micro, le cône et le plan, ce gap doit être précisément maintenu pour ne pas perturber la symétrie conique du module.

Le plateau du rhéomètre est fixe, le cône est par contre soumis à un couple qui induit le mouvement de cisaillement par rotation.



**Figure 13:** Appareillage d'un rhéomètre

## 4. Etude biologique

### 4.1. Etude microbiologique

#### 4.1.1. Activité bactériologique

L'étude de l'activité antibactérienne a été réalisée au laboratoire de microbiologie du C.H.U Nedir Mohammed à Tizi-Ouzou et au laboratoire de microbiologie UMMTO.

##### a) Méthodes

La technique choisie est l'antibiogramme par diffusion de disques, utilisée pour étudier l'interaction entre l'huile de noyaux de datte Ghars et Guerbai avec l'espèce bactérienne en inhibant la croissance de celle-ci.

##### b) Souches utilisées

Les bactéries utilisées dans ce travail sont des souches de références, qui sont citées dans le tableau 6.

**Tableau 6:** Souches bactériennes

Souche bactérienne	Gram	Souche bactérienne	Gram
<b>Escherichia Coli ATCC 25 922</b>	-	Salmonelle Typhi ATCC 14028	-
<b>Staphylococcus Aureus ATCC 25923</b>	+	Pseudomonase Aeruginosa ATCC 27 853	-
<b>Bacillus Subtilis ATCC 14 579</b>	+	Staphylococcus Aureus ATCC 6538P	+

##### c) Ré-isolement des souches bactériennes

Cette première étape consiste à isoler les différentes colonies bactériennes sur gélose puis sur des milieux sélectifs (gélose ordinaire) à l'aide d'une pipette pasteur puis les incuber dans une étuve à une température de 37°C pendant 18 à 24h.

##### d) Milieu pour antibiogramme

Le milieu choisi pour la souche bactérienne est la gélose Muller-Hinton (MH) dans des boîtes de pétri stériles en y versant 20ml de gélose par boîte, soit 4mm d'épaisseur. La gélose doit être séchée avant l'application.

### e) Préparation de l'inoculum

- Dans la zone septique du bec Bunsen, à partir d'une culture pure de 18 à 24h sur milieu d'isolement approprié, racler à l'aide d'un écouvillon quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques.
- Bien décharger l'écouvillon dans 5 à 10 ml d'eau physiologique stérile à 0.9%
- Bien homogénéiser la suspension bactérienne, son opacité doit être équivalente 0.5 Mc Farland ou à une Densité optique de 0.08 à 0.10 lue à 625nm. L'utilisation d'un densimètre est fortement souhaitable.

### f) Ensemencement

- Tremper un écouvillon stérile dans l'inoculum.
- L'essorer en pressant fermement (et en le tournant) contre la paroi interne du tube afin de décharger au maximum.
- Frotter l'écouvillon sur la totalité de la surface gélosée, sèche, de haut en bas en stries serrés.
- Répéter l'opération deux fois en tournant la boîte de 60°C à chaque fois, sans oublier de faire pivoter l'écouvillon sur lui-même. Faire l'ensemencement en passant de l'écouvillon à chaque fois.

### g) Application des disques

Les disques préparés à partir de papier wattman, doivent avoir un diamètre de 9 mm avec un contour bien régulier, ces derniers sont mis dans un tube à essai et stérilisé à l'autoclave pendant 20 min à 120 °C.

- Déposer les disques délicatement à l'aide d'une pince stérile sur la surface gélosée MH à un espace de 20mm centre à centre de chaque disque.
- Pour chaque boîte de pétri, quatre disques y sont déposés, en utilisant une pince, les trois premiers sont imbibés d'huile végétale et le dernier étant un antibiotique (Gentamicine) comme témoin positif, pour toutes les souches.

### h) Incubation et lecture

Les boîtes de pétries sont fermées et incubées à 37°C pendant 24h.

La lecture des antibiogrammes a été faite à l'aide d'un pied à coulisse, elle est réalisée au verso des boîtes de Pétri. Les diamètres sont ainsi mesurés et comparés à des diagrammes de références.

**Tableau 7** : Sensibilité des souches microbiennes en fonction des zones d'inhibition

**Sensibilité**

**Zones d'inhibition**

---

Non sensible (-)	Diamètre < 8mm
Sensible (+)	Diamètre compris entre 9 à 14 mm
Très sensible (++)	Diamètre compris entre 14 à 19 mm
Extrêmement sensible (+++)	Diamètre > 20mm

### 4.1.2. Recherche de bactéries

Ce test est réalisé afin de s'assurer de la non- contamination des échantillons (huile, gommage, et sérum). Après prélèvement, les échantillons sontensemencés dans les milieux de cultures suivants :

- **Hektoen** : un milieu destiné à la recherche des entéro bactéries pathogènes.
- **Chapman** : un milieu destiné à la recherche des staphylococcus.
- **Sang frais** : un milieu enrichi pour l'isolement sélectif de bactéries a Gram+
- **Sang cuit** : un milieu d'isolement non sélectif utilisé pour la culture de bactéries exigeantes.

## 4.2. Etude pharmaco-toxicologique

### 4.2.1. Effet sur la repousse de poils

Pour effectuer le test repousse de poils nous avons proposé de l'effectuer sur un lapin en rasant son flanc gauche et son flanc droit, et avons appliqué le sérum sur le flanc gauche en laissant le flanc droit comme témoin. Suivre l'évolution de la repousse durant 31 jours.



**Figure 14** : Test de repousse de poils

### 4.2.2. Tests d'irritation cutanée

Les tests de la tolérance cutanée ont pour but de prédire à partir de la connaissance de la toxicité sur un organisme vivant animal, le risque toxicologique chez l'homme [22].

#### Principe

## Matériel et méthodes

La méthode est réalisée sur trois (03) lapins de souche néozélandaise. Elle est inspirée d'une méthode standardisée par DRAIZE.

Le dos de chaque animal est divisé en deux zones, après élimination des poils. Sur l'une des zones le produit est appliqué directement, sur l'autre zone il est appliqué après scarification. Le produit est maintenu en contact pendant 4h. Le système de notation des phénomènes observés permet de dégager par un calcul, un indice d'irritation primaire cutanée (IP) pour classer les produits en quatre catégories. Le matériel utilisé pour réaliser ce test est donné dans le tableau 8.

**Tableau 8:** Matériel utilisé pour le test d'irritation cutanée

Réactifs animal	Equipements et instruments
Lapins albinos	Tendeuse électrique et rasoir
Sexe : male	Scalpel stérile
Poids : 1.5-3kg	Pansements, compresses stériles et Bandes de sparadrap

### Protocole

- Préparation des animaux

La veille du jour d'application du produit, les lapins sont tondu au niveau des flancs sur une surface d'environ 14×14 cm à l'aide d'une tendeuse électrique (hauteur de la coupe 0.5 cm).

- Applications de la substance

Le jour de l'essai, on effectue sur le flanc gauche à l'aide d'une lame de scalpel stérile, trois scarifications espacées de 0.5cm et longue de 2 cm. Le flanc droit restant tel quel. Les scarifications doivent abraser la couche cornée sans provoquer de saignements.

On dépose à l'aide d'une seringue de 1ml, 0.5g du produit sur une compresse stérile de 2.5×2.5 cm qui est appliquée sur les deux flancs. La compresse ainsi Imbibée est recouverte par une bande adhésive. Elle-même recouverte d'une bande de sparadrap. Les lapins sont remis dans leurs cages.



**Figure 15 :** Etapes du test d’irritation cutanée

**Lecture**

Quatre heures plus tard, les pansements sont ôtés. Les résultats sont lus au bout de 24h. Une seconde et une troisième lecture sont faites respectivement 48 et 72 heures après l’application du produit.

Les lectures consistent à apprécier l’érythème et l’œdème selon l’échelle numérique suivante présentée dans le Tableau 9.

**Tableau 9:** lecture d’érythèmes et d’œdèmes

Erythème	Pas d’érythème	0
	Léger érythème (à peine visible)	1
	Erythème bien visible	2
	Erythème important	3
	Erythème grave (rouge pourpre) avec ou sans escarres (lésions profonde)	4
Œdème	Pas d’œdème	0
	Très léger œdème (à peine visible)	1
	Léger œdème (contours bien définis gonflement apparent).	2
	Œdème moyen (épaisseur environ 1mm)	3
	Œdème grave (épaisseur supérieur à 1mm et surface supérieur)	4

➤ Détermination de l’indice d’irritation primaire cutanée

Pour calculer l’indice d’irritation primaire cutanée (IP), on additionne les chiffres relevés pour l’érythème et l’œdème à chaque temps de lecture (24h et 72h après l’application) sur les trois zones scarifiées d’une part et les zones non scarifiées d’une autre part, puis on calcule la moyenne des résultats observés.

$$IP = \frac{\sum 24h (E \times O_e) + 72h (E \times O_e)}{24} \dots \dots \dots (10) / E : \text{érythème}, O_e : \text{œdème}$$

# Résultats et discussion



## 1. Extraction de l'huile de noyaux de dattes

### 1.1. Screening phytochimique

Les résultats de l'analyse phytochimique des extraits aqueux (pulpe et poudre) et huileux des deux variétés de dattes étudiées sont représentés dans le Tableau 10.

La mise en évidence des composants recherchés dans les différents extraits est confirmée par une coloration ou une précipitation lors du contact de ces derniers aux réactifs spécifiques.

**Tableau 10:** Résultats des tests phytochimiques

Tests	Pulpe de datte		Poudre de noyaux de datte		Huile de noyaux de datte	
	Ghars	Guerbaï	Ghars	Guerbaï	Ghars	Guerbaï
<b>Alcaloïdes</b>	+++	+++	-	-	+++	+++
<b>Tanins</b>	+	+	+++	+++	-	-
<b>Polyphénols</b>	+++	+++	+++	+++	-	-
<b>Flavonoïdes</b>	-	-	+++	+++	+	+
<b>Stérols</b>	-	-	-	-	+++	+++
<b>Terpénoïdes</b>	-	-	+	+	-	-
<b>Saponines</b>	/	/	+++	+++	/	/

+ : Faiblement présent. ++ : Moyennement présent. +++ : Fortement présent. - : Absence.

Une simple lecture du tableau, indique clairement que les deux variétés de pulpes étudiées ont la même composition avec les mêmes teneurs, ainsi que les deux variétés de poudres et les deux variétés d'huiles.

Ces tests ont affirmé la richesse des pulpes en polyphénols, et alcaloïdes, la richesse des poudres en tanins, polyphénols et flavonoïdes, enfin la richesse des huiles en alcaloïdes et stérols.

Par comparaison de ces résultats aux résultats trouvés par (Tarbagou, Hamza 2020), [23] lors de l'étude de la variété Azerza, nous remarquons les même teneurs en tanins, polyphénols, flavonoïdes et terpénoïdes. Tant dis que, la teneur en saponines est plus abondante dans les variétés Ghars et Guerbaï.

### 1.2. Rendement d'extraction

Le rendement d'extraction de l'huile de noyaux de dattes est présenté dans le Tableau 11.

## Résultats et discussion

La durée de 3 heures a été suffisante pour un bon épuisement des noyaux et une meilleure extraction de l'huile à chaud. Le taux d'extraction des deux huiles se situe dans l'intervalle obtenu par *Ben-Youssef et al (2019)* 4.44–7.24 % [10].

**Tableau11** : Rendement d'extraction de l'huile de noyaux de dattes

Variété	Rendement(%)
Ghars	6.658
Guerbaï	5.838

### Remarque :

Les résultats de cette partie d'étude, comparaison de Screening phytochimique et du rendement d'extraction des deux variétés de dattes étudiées ont fait objet d'une communication poster au Premier congrès national sur la Valorisation des Substances et Matériaux Naturels ; 05 - 06 juin 2021 ; Tlemcen ; Algérie. (l'attestation est en Annexe N°3)

## 2. Caractérisation

### 2.1. Caractères organoleptiques

Les caractères organoleptiques des deux huiles sont présentés dans le Tableau 12. La figure 16 représente les échantillons des deux huiles extraites.

**Tableau 12** : Caractères organoleptiques des deux huiles

Caractères organoleptiques	Huile Guerbaï	Huile Ghars
Aspect	Fluide	Fluide
Couleur	Jaune Claire	Jaune Foncé
Odeur	Agréable	Agréable



**Figure 16** : Huiles de noyaux de dattes Ghars et Guerbaï

### 2.2 Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de noyau datte

L'huile de noyau de datte est soumise à un examen physico-chimique afin de vérifier sa qualité et sa pureté.

Les résultats obtenus lors de la détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile sont représentés dans le tableau 13.

**Tableau 13:** Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de noyau de dattes

Indices physico-chimiques	Ghars	Guerbaï	CODEX STAN 210_1999
Indice de réfraction	1,46	1,47	1,4630-1,4720
Indice d'acide (IA)	3,366	68,442	0,6
Indice d'iode (II)	6,485	51,876	50-55
Indice de saponification (IS)	420,83	280,55	248-265
Indice de peroxyde (IP)	10	40	10
Indice d'ester (IE)	417,464	216,108	

- Indice de réfraction

L'indice de réfraction représente un critère de pureté. Il dépend de la composition chimique de l'huile et de la température. D'après les résultats, les indices de réfraction de l'huile de noyau de datte Ghars et Guerbaï sont presque égaux. Cet indice est très proche de celui énoncé par la norme CODEX STAN 210\_1999 où les indices de réfraction oscillent entre 1.4630 et 1.4720.

- Indice d'acide et indice de peroxyde

Lorsqu'une huile n'est pas soumise à de bonnes conditions de conservation, sa qualité peut se détériorer de diverses manières, mais le plus souvent par hydrolyse ou par oxydation.

Ainsi, l'indice de peroxyde qui permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile et l'indice d'acide qui mesure la quantité d'acides gras libres résultant des réactions hydrolytiques des triglycérides, sont deux critères de qualité permettant de se rendre compte de l'état d'oxydation d'une huile.

L'indice d'acide de l'huile Ghars est légèrement supérieur à celui énoncé par la norme (0,6mg KOH/g d'huile) contrairement à celui de l'huile Guerbaï qui est très supérieur. Plus l'indice d'acide est bas, plus la qualité de l'huile est excellente donc une bonne stabilité de cette dernière à une température ambiante ce qui est le cas pour l'huile de noyaux de dattes Ghars [24].

## Résultats et discussion

A la température ambiante, l'indice de peroxyde obtenu pour l'huile de noyau de datte Ghars est égal à celui énoncés par la norme CODEX STAN 210\_1999, par contre celui de la variété Guerbaï est très supérieur aux normes qui fixent la valeur à 10 mEq de peroxydes/kg d'huile. Cela explique que l'huile de la variété Guerbaï soit plus oxydée à cause de la durée de conservation. L'attaque des huiles par l'oxygène atmosphérique conduit à des dégradations organoleptiques et fonctionnelles affectant directement la qualité des huiles.

- Indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation des acides gras contenus dans une huile. Il est en rapport direct avec son degré d'oxydation, plus une huile est insaturée plus son indice d'iode est élevé et on peut se baser sur cette grandeur pour évaluer le rancissement de l'huile, étant donné que plus elle contiendra d'insaturation plus elle sera sensible à l'oxygène.

Les valeurs d'indice d'iode trouvées dans nos deux huiles sont très différentes, l'indice de la variété Ghars est proche de celui de l'huile végétale de coco dont la valeur est comprise entre 6,3 et 10, tandis que celui de la variété Guerbaï est proche de celui de l'huile végétale de palme dont la valeur est comprise entre 50 et 55. Ces valeurs sont énoncées par la norme CODEX STAN 210\_1999.

Se basant sur la valeur d'indice d'iode de l'huile de la variété Ghars relativement faible par rapport à la variété Guerbaï, la conservation de cette huile pourrait se faire sans trop de risques d'auto-oxydation. Cette huile sera faiblement concentré en acides gras insaturés.

- Indice de saponification

La connaissance de l'indice de saponification d'un corps gras nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides constituant ce corps gras. Cet indice est d'autant plus élevée que la chaîne carbonée des acides gras est courte. Les valeurs d'indice de saponification obtenue dans nos deux huiles sont très différentes. Celui de la variété Guerbaï est légèrement supérieur par rapport à l'huile végétale de coco qui est compris entre 248-265 [25]. Donc la longueur moyenne des chaînes carbonées des acides gras dans l'huile de noyau de datte Ghars sont plus petites que celles de la variété Guerbaï.

- Indice d'ester

D'après les résultats obtenus, on peut déduire que les indices d'ester des deux huiles sont plus faibles que les indices de saponification. Ce qui veut dire que ces huiles contiennent une quantité appréciable d'acide gras libres. Par conséquent des précautions de conditionnement doivent être prises afin de limiter une dénaturation ultérieure qui conduirait à une décoloration de l'huile.

## 2.3. Caractérisation des composés de datte par spectroscopie

### 2.3.1. Analyse Infra rouge

L'analyse par IR a été réalisée pour les différents composants de datte à savoir la pulpe, la poudre et l'huile extraite, et ceci pour les deux variétés de datte étudiées.

Les spectres IR des pulpes des deux variétés de dattes, Ghars et Guerbaï sont représentés par les figures 17 et 18.

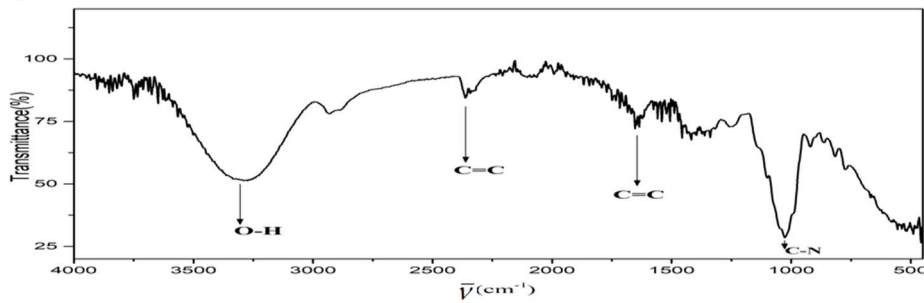


Figure17 : Spectre IR de la pulpe Ghars

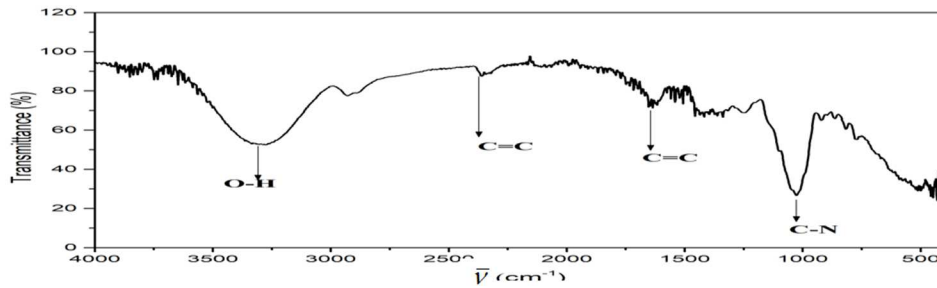


Figure18 : Spectre IR de la pulpe Guerbaï

D'après ces figures (18et19), nous remarquons que les deux spectres des deux variétés de datte sont identiques. Par comparaison aux tables infrarouge, un pic à  $1026\text{ cm}^{-1}$  est observé correspondant au groupement amine. Un autre pic est observé à  $1635\text{ cm}^{-1}$  correspondant au groupement C=C. Le pic à  $2362\text{ cm}^{-1}$  est attribué au groupement alcyne. Une large bande est observée dans la région  $3300\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la flexion et vibration d'étirement des liaisons O-H.

L'analyse de poudres des noyaux de dattes Ghars et de Guerbaï, par la technique infrarouge, a donné les spectres présentés ci-dessous (figure 19 et 20)

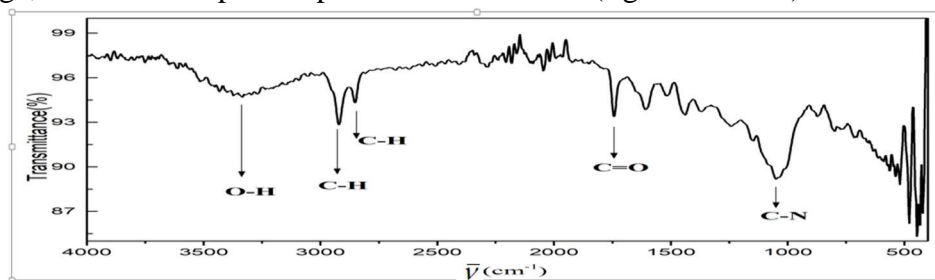
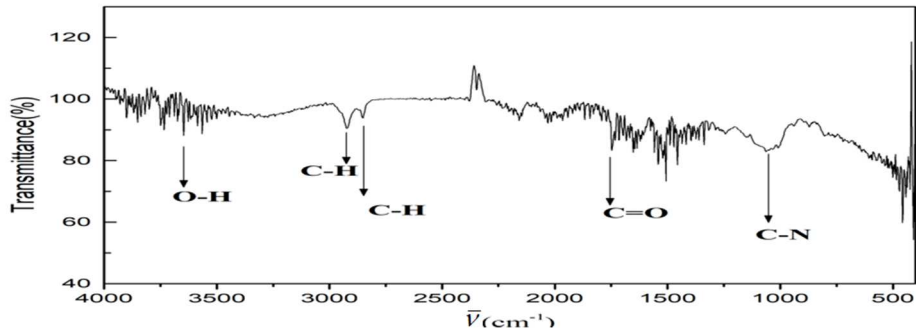


Figure 19 : Spectre IR de la poudre des noyaux de dattes Ghars

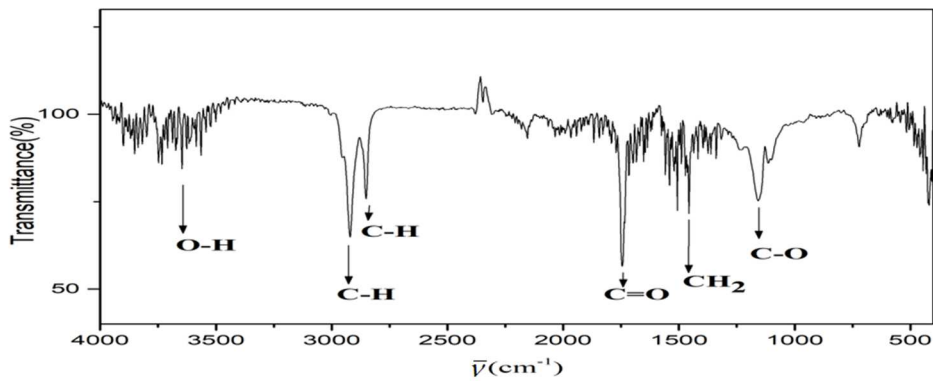
## Résultats et discussion



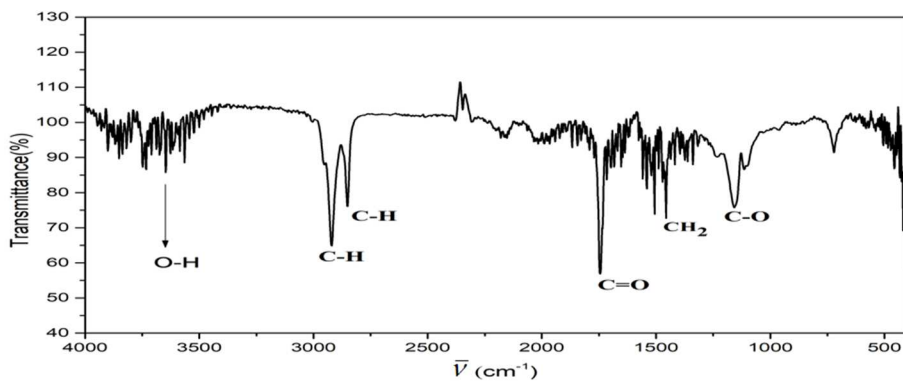
**Figure 20** : Spectre IR de la poudre des noyaux de dattes Guerbaï

D'après ces figures (20et21), un pic à 1047 cm<sup>-1</sup> est observé correspondant au groupement amine. Un pic est observé à 1745 cm<sup>-1</sup> correspondant au groupement C=O des acides carboxyliques de l'ester. Les pics centrés à 2921 cm<sup>-1</sup> et 2852 cm<sup>-1</sup> sont attribués aux vibrations d'étirement des C-H aliphatiques dans les groupes CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub> terminaux respectivement. Une large bande est observée dans la région 3300-3600 cm<sup>-1</sup> correspondant à la flexion et vibration d'étirement des liaisons O-H.

Par ailleurs, l'analyse de l'huile Ghars et l'huile Guerbaï, par la technique infra-rouge a montré les spectres suivants (figure 21 et 22).



**Figure21**: Spectre infra rouge de l'huile Ghars



**Figure22** : Spectre infra rouge de l'huile Guerbaï

## Résultats et discussion

Un pic à  $1157\text{ cm}^{-1}$  est observé correspondant aux groupements d'alcool tertiaire C-O. Les pics dans les régions  $1456\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$  sont principalement attribués aux vibrations de flexion des groupements aliphatiques  $\text{CH}_2$ .

Un pic intense est observé à  $1745\text{ cm}^{-1}$  correspondant au groupement C=O des acides carboxyliques de l'ester. Les pics centrés à  $2921\text{ cm}^{-1}$  et  $2852\text{ cm}^{-1}$  sont attribuées aux vibrations d'étirement des C-H aliphatiques dans les groupements  $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$  terminaux respectivement. Le pic observé à  $3648\text{ cm}^{-1}$  correspond à la flexion et vibration d'étirement des liaisons O-H.

Enfin d'après l'analyse infra-rouge (pulpe, poudre et huile), la fonction majoritaire commune pour les trois est l'alcool.

### 2.3.2. Analyse par UV-Visible

Les spectres d'absorption UV-Visible des composants des huiles de noyaux de dattes ont été obtenus en réalisant un balayage entre 190 nm et 800 nm. Les résultats de l'analyse sont présentés dans l'annexe N°2 qui illustrent l'évolution de l'absorption à 232 et à 270 nm, respectivement.

La mesure de l'absorbance aux ultra-violets est l'une des méthodes de mesure de l'état d'oxydation de l'huile. Les deux huiles évoluent de la même manière.

### 2.3.3. Analyse par chromatographie à haute performance en phase liquide

#### a) Dosage des polyphénols

Les figures nous donnent les chromatogrammes des mélanges d'étalons (acide gallique, acide caféïque, acide coumarique, acide cinnamique) utilisés et des huiles. Les analyses sont faites à deux longueurs d'ondes différentes, 280 et 320 nm. L'identification et la quantification de composés phénoliques contenus dans les extraits se fait par comparaison du temps de rétention.

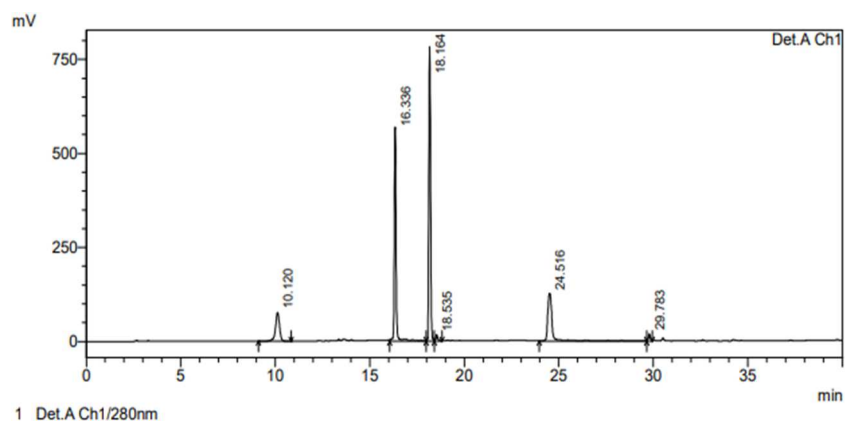
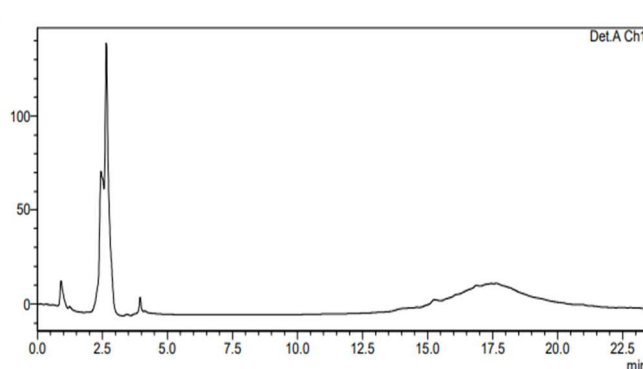
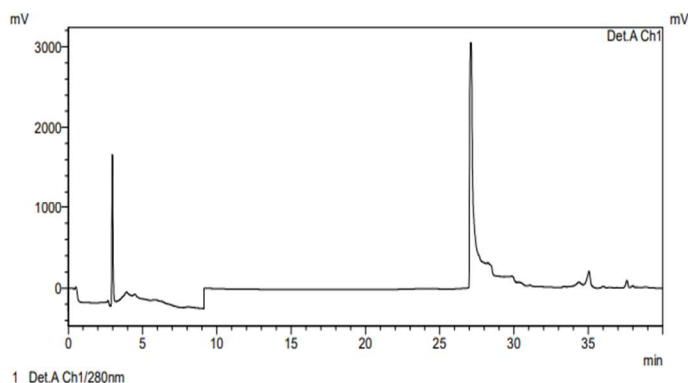


Figure 23 : Chromatogramme HPLC des étalons

## Résultats et discussion



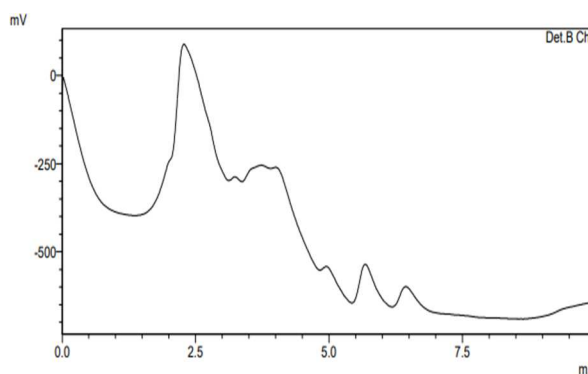
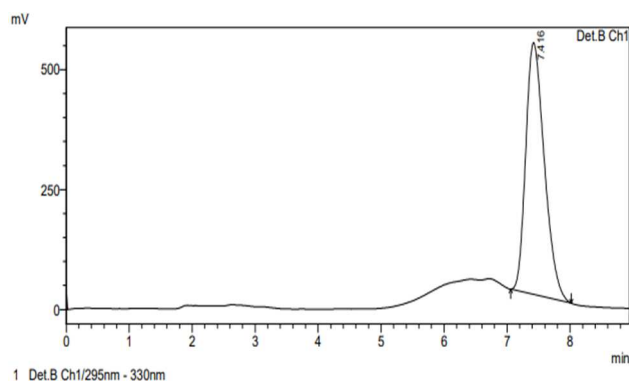
**Figure 24:** Chromatogramme HPLC de l'huile Ghars

**Figure25 :** Chromatogramme HPLC de l'huile Guerbaï

D'après les figures (23,24et25), nous observons l'apparition d'un pic à un temps de rétention égal à 2,5min pour les deux huiles correspondant à une substance inconnue non identifiée par manque d'étalon adéquat, enfin l'apparition d'un pic à un temps de rétention égal à 27min pour l'huile Ghars, qui se situe dans l'intervalle 24-30min correspondant à l'acide cinnamique, par contre ce dernier est inexistant dans l'huile Guerbaï.

### b) Dosage de l' $\alpha$ -tocophérol par HPLC

Les résultats obtenus après le dosage de l' $\alpha$ -tocophérol dans l'huile de noyaux de dattes sont présentés dans les figures (26 et 27)



**Figure 26:** Chromatogramme HPLC de  $\alpha$ -tocophérol

**Figure 27:** Chromatogramme HPLC de l'huile de noyaux de dattes

D'après les figures, l'huile de noyaux de dattes ne contient pas l' $\alpha$ -tocophérol.

### 2.3.4. Analyse de l'huile par la chromatographie en phase gazeuse (CPG)

La caractérisation de l'huile de noyaux de datte Ghars, nous a permis d'identifier sa composition en acides gras. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 14.

## Résultats et discussion

**Tableau14** : Composition et teneur en acides gras de l'huile Ghars en (%)

Acide gras	Pourcentage (%)	Acide gras	Pourcentage (%)
<b>C 10 : O Acide caprique</b>	0,58	<b>C18 :1<math>\omega</math>9 Acide oléique</b>	40,68
<b>C12 : O Acide laurique</b>	26,12	<b>C18 :2<math>\omega</math>6 Acide linoléique</b>	7,36
<b>C14 : O Acide myristique</b>	11,60	<b>C18 :3<math>\omega</math>3 Acide linoléique</b>	0,40
<b>C16 : O Acide palmitique</b>	09,35	<b>C20 : O Acide arachidonique</b>	0,42
<b>C16 : 1<math>\omega</math>7 Acide palmitoléique</b>	0,06	<b>C22 :1<math>\omega</math>9 Acide béhenique</b>	0,21
<b>C18 : O Acide stéarique</b>	3,15		

L'acide oléique représente 40,68% de l'huile de noyaux de dattes étudiées. C'est l'acide gras majoritaire qui va donc conférer ses propriétés à l'huile, il est mono insaturé et de type  $\omega$ 9. D'après une étude effectuée par *Besbes et al. (2004)* sur deux cultivars de l'huile des noyaux de dattes, l'acide oléique s'étend de 41,3 % pour l'huile des noyaux de *Deglet Nour* à 47,7 % pour l'huile des noyaux d'*Allig*. Donc nos résultats sont en accord avec la littérature.

Cet acide gras est également très majoritaire dans l'huile d'olive. Quantitativement le second acide gras rencontré dans cette huile est l'acide laurique avec un taux de 26,12% puis l'acide myristique 11,60%, l'acide palmitique 9,35%, l'acide linoléique 7,36% et l'acide stéarique 3,15%.

L'huile étudiée peut être donc considérée comme une huile oléique - laurique.

Le degré de saturation montre que cette huile est composée de 50,22 % d'acides gras saturés, une valeur qui la rend résistante au rancissement. Le degré d'insaturation est de 48,65% d'acides gras insaturés, dont 40,68% d'acides gras mono insaturés et 7,36% d'acides gras poly insaturés. Ces résultats confirment l'aspect fluide de l'huile.

La composition en acides gras de l'huile des noyaux de dattes semble varier légèrement avec les cultivars. Elle peut être due à l'état physiologique des noyaux qui sont différents, et à l'influence des facteurs climatiques des régions d'études (*Besbes et al. 2004*) [26].

### 3. Pouvoir antioxydant

#### 3.1. Inhibition d'oxydation par le test de blanchissement du $\beta$ -carotène

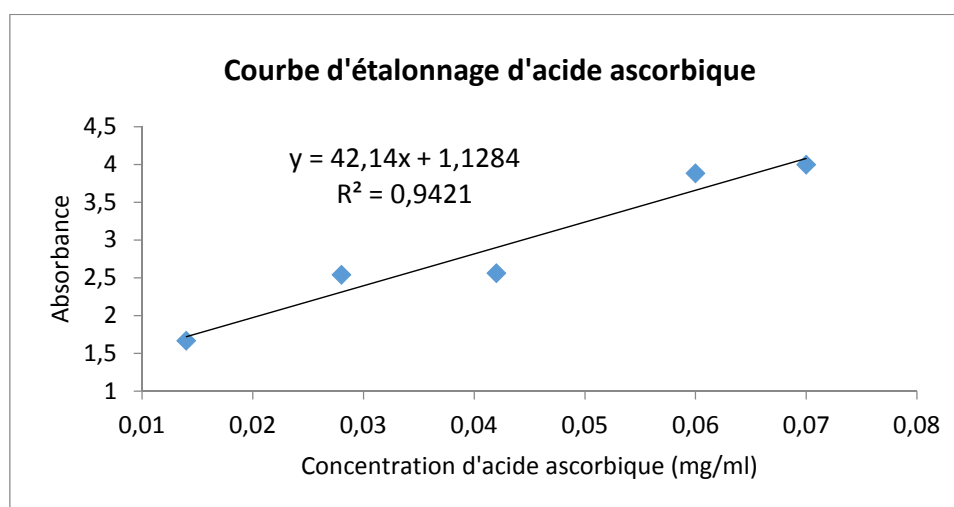
L'activité antioxydante de l'huile a été évaluée en utilisant le test du  $\beta$ -carotène/acide linoléique ce qui nous permet de mieux apprécier l'effet antioxydant.

L'activité antioxydante de l'huile de noyaux de dattes Ghars est de 77.6% supérieur à celle des tocophérols qui est de 67.67% utilisé comme standard. L'huile a inhibé l'oxydation de

l'acide linoléique. Enfin cette activité est due à la richesse de l'extrait huileux en antioxydants.

### 3.2. Détermination du pouvoir réducteur des composés phénoliques

D'après les résultats obtenus, l'absorbance des composés phénoliques est de 3.883 correspondant à une concentration de 0.448mg en équivalent d'acide ascorbique/g d'échantillon (figure28). L'augmentation de l'absorbance indique une augmentation du pouvoir réducteur, qui peut être expliquée par l'accroissement de la concentration en composés phénoliques présents dans l'extrait méthanolique. Ces derniers ont un fort pouvoir réducteur ce qui leurs confère ainsi une activité antioxydante importante.



**Figure 28:** Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique du test FRAP

### 4. Détermination de la teneur en pigments (caroténoïdes et chlorophylle)

La teneur en chlorophylles et caroténoïdes a été déterminée selon la méthode de *Wolf et Mosquera Minguez*, le maximum d'absorption à 670 nm est relatif à la fraction de la chlorophylle et à 470nm à la fraction des caroténoïdes [21].

Les teneurs obtenues pour la chlorophylle et caroténoïde, de nos deux huiles, exprimées en (mg/kg), sont représentés dans le tableau15.

**Tableau15 :** teneur en pigments des huiles de noyau de dattes

Teneur en pigments (mg/kg)	Ghars	Guerbaï
<b>Chlorophylles</b>	24,63	3,05
<b>Caroténoïdes</b>	34 ,40	4,40

## Résultats et discussion

L'huile de noyau de datte Ghars est riche en chlorophylles par rapport à l'huile Guerbaï. Cette richesse, en fait une huile susceptible à l'oxydation lors du stockage à la lumière. En effet les chlorophylles sont des composés photosensibles capables de transférer l'énergie de la lumière aux radicaux libres d'oxygène qui réagissent alors avec les acides gras insaturés de l'huile.

Les caroténoïdes en plus de leur contribution à la coloration de l'huile, protégerait également celle-ci contre l'oxydation en agissant comme capteur des radicaux libres d'oxygène. L'huile Ghars est plus riche en caroténoïdes par rapport à l'huile Guerbaï, ce qui explique la coloration prononcé de cette huile (jaune foncé) par rapport à l'huile Guerbaï (jaune claire).

### 5. Caractérisation des formulations

#### 5.1. Tests de contrôle des formulations obtenues

- **Examen macroscopique** : la formulation obtenue « gommage » possède un aspect homogène, une couleur marron, une consistance mielleuse et une odeur agréable.

Le sérum capillaire obtenu possède un aspect huileux, une couleur jaune et une odeur agréable.

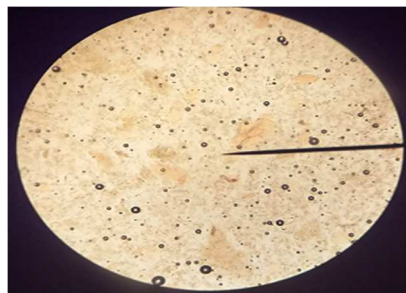


**Figure 29** : Gommage éclaircissant



**Figure 30** : Sérum capillaire

- **Examen microscopique** : l'outil microscope nous a permis d'observer la composition du gommage.



**Figure 31**: Observation microscopique du gommage

- **pH** : le pH du gommage est de l'ordre de 5,71 qui est compris dans l'intervalle 5-6 correspondant aux normes. Le pH du sérum est de 3.50, un pH acide idéal pour la brillance des cheveux.

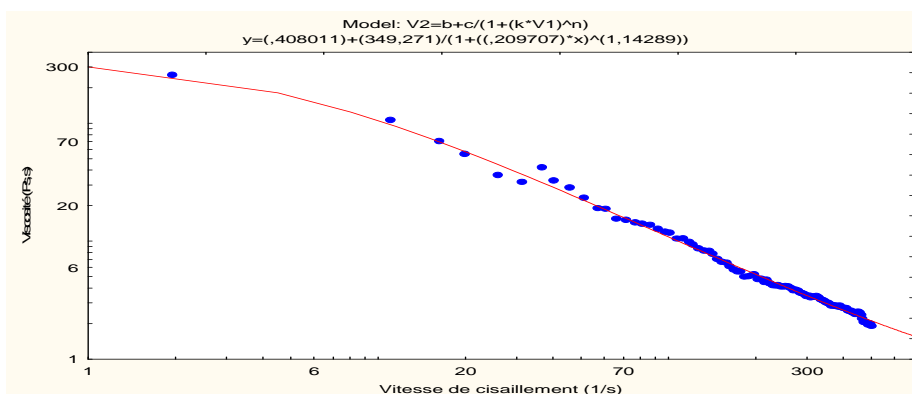
### Remarque :

Les résultats de l'étude de la formulation du sérum ainsi que la caractérisation par IR de la poudre des noyaux de datte ont aussi fait objet d'une autre communication poster au Premier congrès national sur la Valorisation des Substances et Matériaux Naturels ; 05 - 06 juin 2021 ; Tlemcen ; Algérie. (l'attestation est en Annexe N°3)

### 5.2. Etude du comportement rhéologique du gommage

Un modèle rhéologique est un outil utilisé pour modéliser le comportement d'un matériau, c'est-à-dire simuler sa réponse à une sollicitation mécanique. On se propose dans cette partie d'étudier le comportement rhéologique de notre exfoliant.

La figure 32 représente le rhéogramme de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement qui décrit le comportement rhéologique du gommage. La modélisation de la courbe est corrélée au modèle de Cross pour une valeur de coefficient de corrélation  $R^2=0,993$ .



**Figure32** : Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement du gommage

C'est un modèle rhéo-fluidifiant adéquat pour l'application cutanée, du fait que la viscosité à l'état initial est de 349.2714Pa.s assurant la stabilité du produit ainsi que l'adhésion avec la peau tandis que la viscosité à l'état infini est de 0.408011Pa.s qui est une viscosité très faible garantissant la libération du PA et la pénétration du produit.

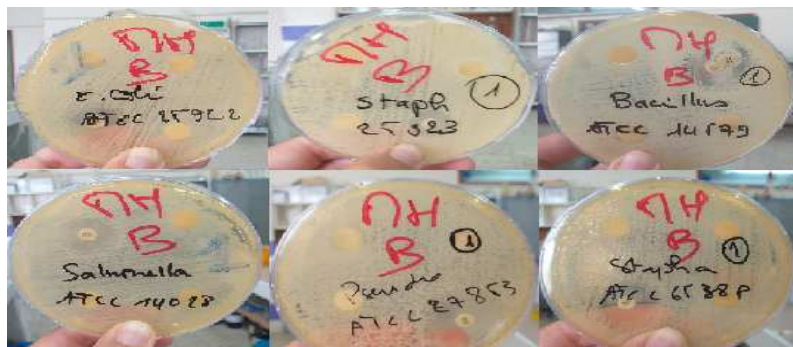
## 6. Etude Biologique

### 6.1. Etude microbiologique

#### 6.1.1. Activité bactériologique

L'activité antibactérienne de l'huile de noyaux de dattes a été estimée en termes de diamètre de la zone d'inhibition autour des disques contenant cet extrait, testé vis-à-vis de six souches bactériennes présentées dans la figure 33.

La Gentamicine qui a été utilisée comme témoin positif, diffuse indiquant un diamètre d'inhibition de 15mm donc l'inoculum et le milieu de culture ne pose pas problème. L'extrait huileux n'a donné aucune zone d'inhibition avec les souches testées.



**Figure33 :** Test antibactérien sur six souches bactériennes

D'après ces résultats l'activité antibactérienne a été prouvée pour la Gentamicine pour les six bactéries. Cette activité a été jugé absente pour l'huile de noyaux de dattes vis-à-vis des souches testées.

#### 6.1.2. Recherche de bactéries

La recherche de contamination de l'huile, du gommage et du sérum par les bactéries est représentée par les figures 34, 35 et 36.



**Figure34 :** Recherche de contamination dans le sérum



**Figure 35:** Recherche de contamination dans le gommage

## Résultats et discussion



**Figure36 :** Recherche de contamination dans l'huile de noyaux de dattes

D'après les résultats des figures l'huile de noyaux de dattes, le gommage et le sérum ne présentent aucune contamination.

### 6.2. Tests d'irritation cutanée

Les résultats des tests réalisés sur les lapins pour déterminer la toxicité cutanée du gommage et du sérum sont présentés dans le Tableau 16.

**Tableau 16:** résultats du test d'irritation cutanée pour le sérum et le gommage

Heure	N° du lapin	Flanc scarifié		Flanc non scarifié	
		E	CE	E	CE
24h	1	0	0	0	0
	2	0	0	0	0
	3	0	0	0	0
48h	1	0	0	0	0
	2	0	0	0	0
	3	0	0	0	0
72h	1	0	0	0	0
	2	0	0	0	0
	3	0	0	0	0









D'après les résultats obtenus dans le Tableau16, l'indice d'irritation primaire cutanée du gommage et du sérum est nul. Donc les deux formulations sont non-irritantes et non toxiques pour l'utilisation cutanée humaine.

### 6.3. Test sur la repousse de poils

Après plusieurs jours de traitement du lapin par le sérum, en l'appliquant que sur son flanc gauche et laissant le flanc droit comme témoin, l'évolution de la repousse de poils est présentée dans le tableau 17.

## Résultats et discussion

**Tableau17** : Résultats du test de la repousse de poils

Jours	Flanc Gauche	Flanc droit
Jour 1		
Jour 2		
Jour 24		
Jour 31		

D'après les résultats du tableau, au deuxième jour de l'application du sérum nous remarquons que la rougeur sur le flanc gauche ait diminué contrairement à celle du flanc droit donc le sérum est apaisant. Après 24 jours d'application nous remarquons une repousse de poils sur le flanc gauche contrairement au flanc droit, une légère repousse.

Enfin après 31 jours, la repousse est plus abondante sur le flanc gauche que sur le flanc droit. De ce fait, nous avons pu constater que le sérum contribue de manière significative à la repousse de poils.

CONCLUSIÓN  
GÉNÉRALE

## Conclusion Générale

L'objectif de ce travail s'est porté sur l'extraction au soxhlet, des huiles à partir des noyaux *Ghars* et *Guerbaï*, deux variétés de dattes d'espèces *Phoenix Dactylifera L.*, la formulation d'un exfoliant éclaircissant et d'un sérum capillaire à partir des composants de dattes a été réalisée. Les extraits et la formulation ont fait l'objet de différentes caractérisations physico-chimiques, ainsi leurs études biologiques.

Le screening phytochimique, a exhibé la richesse en substances de nos échantillons, par la présence des alcaloïdes, des tanins et des polyphénols dans les pulpes. Aussi, la présence des tanins, des polyphénols, des flavonoïdes, des tris-terpènes et des saponines, dans les poudres des noyaux. Enfin, l'existence des alcaloïdes, des flavonoïdes et des stéroïdes dans les huiles a été prouvé.

Le rendement d'extraction de l'huile de noyaux de dattes, est 6,65 % pour la variété *Ghars* et 5,83 % pour la variété *Guerbaï*. Donc relativement important, par rapport aux travaux précédents.

L'évaluation des différents indices physico-chimiques à mener à des résultats en accord avec les normes pour l'indice de réfraction de nos huiles, qui est 1,46 pour *Ghars* et 1,47 pour *Guerbaï*. La valeur d'indice d'acide est de 3.66 pour l'huile *Ghars*, donc elle présente une meilleure stabilité par rapport à l'huile *Guerbaï* qui affiche 68.42. D'autre part, l'indice de peroxyde est de 10 pour l'huile *Ghars* et 40 pour l'huile *Guerbaï*, cela explique que cette dernière soit plus oxydée. Par ailleurs, l'indice d'iode est de 6.48 pour l'huile *Ghars* et 51.87 pour l'huile *Guerbaï* qui possède un taux d'insaturation élevé, donc une huile sensible à l'oxygène, ce qui confirme le résultat précédent.

Les indices de saponification de nos huiles sont : 420.83 pour *Ghars* et 280.55 pour *Guerbaï*, ce qui explique la longueur des chaînes carbonées des acides constituant le corps gras. D'autre part, l'évaluation de l'indice d'ester est de 417.64 pour l'huile *Ghars* et 216.10 pour l'huile *Guerbaï*, ces derniers sont plus faibles que les indices de saponification, donc nos huiles contiennent une quantité appréciable d'acides gras libres. Par conséquent, des précautions de conditionnement doivent être prises, afin de limiter leurs dénaturations ultérieures, par la décoloration de l'huile.

L'analyse chromatographique des composés phénoliques par HPLC, a révélé la présence de l'acide cinnamique dans la poudre *Ghars*, et d'autres substances dans les deux poudres, que nous n'avons pas pu identifier, par manque d'étalons standards. Par ailleurs, l'analyse HPLC a révélé l'absence de l' $\alpha$ -tocophérol dans l'huile de noyaux de dattes. D'autre part, la Chromatographie en phase gazeuse (CPG), nous a permis de conclure que l'huile de noyaux de datte *Ghars* est une huile Oléique-laurique.

## Conclusion Générale

L'évaluation de l'activité antioxydante, par le biais du test de blanchissement du  $\beta$ -carotène pour l'huile de noyaux de datte Ghars, et par le test FRAP pour les poudres, a exhibé un fort pouvoir réducteur des polyphénols, ce qui leur confère ainsi une activité antioxydante importante. Par contre les tests anti bactériens ont révélé l'absence d'inhibition des extraits huileux, vis-à-vis de six souches. De plus, la teneur en caroténoïdes est de 34.40 mg/kg pour Ghars et 4.40mg/kg pour Guerbaï et la teneur en chlorophylles est de 24.63mg/kg pour Ghars et 3.05mg/kg pour Guerbaï, peut aussi expliquer la forte activité antioxydante, ainsi la couleur prononcée de l'huile Ghars .

D'après les divers tests réalisés sur l'huile de noyaux de dattes et les formulations obtenues, nous constatons qu'elles ne présentent aucune contamination vis-à-vis des milieux de culture testés, ainsi aucune irritation cutanée donc aucun effet indésirable.

Enfin, L'exfoliant est rhéo-fluidifiant, ce qui justifie son utilisation dans le domaine cosmétique. De plus, le sérum capillaire a pu contribuer à la repousse de poils.

En termes de perspectives et dans le but de compléter ce travail à l'avenir, il serait intéressant :

- D'approfondir l'étude des effets pharmacologiques des huiles de noyaux de dattes, à savoir la repousse des poils.
- D'extraire l'huile de noyaux de dattes avec une presse mécanique à froid et comparer les composants, avec celle extraite à chaud.
- D'étudier en détails la composition des huiles avec la CGMS.
- D'étudier la toxicité aigüe afin de déterminer la dose létale 50.
- Dosage des alcaloïdes.

Références

## Références

- [1] M. Gros-Balthazard, C. Newton, S. Ivorra, Margareta Tengberg, J.-C. Pintaud, and J.-F. Terral, “Origines et domestication du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.),” *Rev. d’ethnoécologie*, no. 4, Jul. 2013, doi: 10.4000/ethnoecologie.1524.
- [2] S. Acourene, A. Allam, B. Taleb, and M. Tama, “Inventaire des différents cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) des régions de Oued-Righ et de Oued-Souf (Algérie),” *Sécheresse (Montrouge)*, vol. 18, no. 2, pp. 135–142, 2007, doi: 10.1684/sec.2007.0078.
- [3] F. Lecheb and Fatma, “Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes : essai d’incorporation dans une crème cosmétique de soin,” 2010, Accessed: Jun. 11, 2021. [Online]. Available: <http://192.168.100.2:8080/handle/123456789/809>.
- [4] M. Boujnah and H. Harrak, “Valorisation technologique des dattes au Maroc,” *INRA Ed.*, pp. 1–160, 2012, [Online]. Available: <http://www.inra.org.ma/publications/ouvrages/valorisdattes12.pdf>.
- [5] M. André, “Le « Bou-Faroua », Acarien nuisible au Dattier en Algérie.,” *Rev. Bot. appliquée d’agriculture Colon.*, vol. 12, no. 135, pp. 940–949, 1932, doi: 10.3406/jatba.1932.5174.
- [6] M. Khali, Z. Boussena, and L. Boutekrabt, “Effet de l’incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre,” *Nat. Technol.*, no. 12, p. 15, 2015.
- [7] Z. Boussena and M. Khali, “Composés bioactifs,” *Nutr.Santé*.vol. 05, pp. 100–106, 2016.
- [8] L. Boudechiche, A. Araba, A. Tahar, and R. Ouzrout, “Etude de la composition chimique des noyaux de dattes en vue d’une incorporation en alimentation animale,” *Livest. Res. Rural Dev.*, vol. 21, no. 5, 2009.
- [9] J.-M. Lecerf, “Les huiles végétales,” *Phytothérapie*, vol. 8, no. 2, pp. 75–76, 2010, doi: 10.1007/s10298-010-0542-4.
- [10] J. Fakhfakh, S. Ben-Youssef, M. Naushad, and N. Allouche, “Different Extraction Methods, Physical Properties and Chemical Composition of Date Seed Oil,” in *Sustainable Agriculture Reviews 34*, Springer, 2019, pp. 125–153.
- [11] A. : Detry, P. Promoteur, and M.-L. Fauconnier, “Etude biochimique des fractions lipidiques de graines de la famille des apiacées obtenues par différentes méthodes d’extraction.” Accessed: Jun. 12, 2021. [Online]. Available: <http://matheo.ulg.ac.be>.
- [12] O. Morin and X. Pagès-Xatart-Parès, “Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel,” *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, vol. 19, no. 2, pp. 63–75, 2012, doi: 10.1051/ocl.2012.0446.
- [13] I. Nehdi, S. Omri, M. I. Khalil, and S. I. Al-Resayes, “Characteristics and chemical composition of date palm (*Phoenix canariensis*) seeds and seed oil,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 32, no. 3, pp. 360–365, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.05.016>.
- [14] H. Keromnes, “Formulation d’une émulsion Eau dans Huile avec des ingrédients naturels.” Thèse pour le DIPLÔME D’ETAT DE DOCTEUR EN PHARMACIE France.présentée et soutenue 2008.

## Références

- [15] Y.-A. Bekro, J. Mamyrbekova, B. Boua, F. Tra Bi, and E. Ehile, “Étude ethnobotanique et screening phytochimique de *Caesalpinia benthamiana* (Baill.) Herend. et Zarucchi (Caesalpinaceae),” *Sci. Nat.*, vol. 4, no. 2, pp. 217–225, Sep. 2008, doi: 10.4314/scinat.v4i2.42146.
- [16] S. Boulfane, N. Maata, and A. A. S. Hilali, “Caractérisation physicochimique des huiles d’olive,” pp. 8022–8029, 2015.
- [17] S. Selka, A. K. Tchouar, and S. M. Amrani, “Contribution to the Physicochemical and Organoleptic Study of Two Olive Oils of Traditional and Industrial Extraction of the Wilaya of Tlemcen,” *J. Agric. Chem. Environ.*, vol. 08, no. 02, pp. 107–114, 2019, doi: 10.4236/jacen.2019.82009.
- [18] M. A. Siraj *et al.*, “Anti-inflammatory and antioxidant activity of *Acalypha hispida* leaf and analysis of its major bioactive polyphenols by HPLC,” *Adv. Pharm. Bull.*, vol. 6, no. 2, p. 275, 2016.
- [19] A. Merouane, A. Noui, H. Medjahed, K. Nedjari Benhadj Ali, and A. Saadi, “Activité antioxydante des composés phénoliques d’huile d’olive extraite par méthode traditionnelle,” *Int. J. Biol. Chem. Sci.*, vol. 8, no. 4, p. 1865, 2015, doi: 10.4314/ijbcs.v8i4.45.
- [20] R. E. K. Dibacto *et al.*, “Total Polyphenol and Flavonoid Content and Antioxidant Capacity of Some Varieties of *Persea americana* Peels Consumed in Cameroon,” *Sci. World J.*, vol. 2021, 2021, doi: 10.1155/2021/8882594.
- [21] M. Isabel Minguez Mosquera, L. Rejano Navarro, B. Gandul Rojas, A. H. SanchezGomez, and J. Garrido Fernandez, “Color pigment correlation in virgin olive oil,” *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 68, no. 5, pp. 332–336, 1991.
- [22] M. Lee, J.-H. Hwang, and K.-M. Lim, “Alternatives to in vivo draize rabbit eye and skin irritation tests with a focus on 3D reconstructed human cornea-like epithelium and epidermis models,” *Toxicol. Res.*, vol. 33, no. 3, pp. 191–203, 2017.
- [23] Z. Hamza, Y. Tarbagou, “L’étude phytochimique qualitative des extraits de quelques variétés de datte locales (Sebseb), Mémoire de fin d’étude, Algérie, 2020.
- [24] K. M. Novidzro *et al.*, “Étude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l’huile de graines de *Griffonia simplicifolia*,” *Int. J. Biol. Chem. Sci.*, vol. 13, no. 4, p. 2360, 2019, doi: 10.4314/ijbcs.v13i4.38.
- [25] D. E. S. Fraudes, “MÉTHODES OFFICIELLES D’ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES RELATIVES AUX CORPS GRAS D’ORIGINE ANIMALES Sommaire.”
- [26] S. Besbes, C. Blecker, C. Deroanne, G. Lognay, N. E. Drira, and H. Attia, “Heating effects on some quality characteristics of date seed oil,” *Food Chem.*, vol. 91, no. 3, pp. 469–476, 2005, doi: 10.1016/j.foodchem.2004.04.037.

Annexes

## **Annexe 1 : Définition et principe des indices physico-chimiques**

### **a) Indice d'acide**

#### **Définition**

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras.[17]

#### **Principe**

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titré.

### **b) Indice d'iode**

#### **Définition**

Cet indice mesure globalement le degré d'insaturation d'une matière grasse en déterminant le nombre de grammes d'iode se fixant sur les doubles liaisons présentes dans 100g de lipide.[17]

### **c) Indice de saponification**

#### **Définition**

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Cette valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de faible poids moléculaire .[17]

#### **Principe**

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, on régénère suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on donne naissance à l'ester.

### **d) Indice de peroxyde**

#### **Définition**

L'indice de peroxyde est recherché pour évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage. En effet les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (UV, eau, enzyme...)[17]

#### **Principe**

Il est basé sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).

**e) Indice d'ester**

Rappelons que l'indice d'ester d'un corps gras est la quantité de potasse exprimé en milligramme, nécessaire pour saponifier les acides gras combinés présents dans 1g de corps gras. [17]

**f) Indice de réfraction**

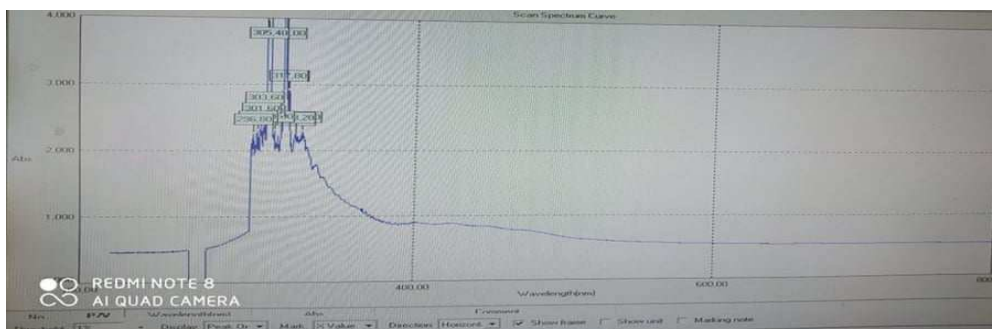
**Définition**

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile maintenue à température constante. [17]






**Principe**

Suivant le réfractomètre utilisé, soit mesurer directement l'angle de réfraction, soit observer la limite de réflexion totale, l'huile étant maintenue dans les conditions d'iso tropisme et de transparence.

## Annexe 2 : Spectres UV-Visible des huiles



**Annexe 3 : Attestations**



## Attestation de Communication

Le président du premier congrès national sur

### Valorisation des Substances et Matériaux Naturels


organisé par l'équipe MeTox-Toxicomed, Université de Tlemcen du 05 au 06 juin 2021, atteste que :

**BOUAZIZ Yasmine**

A présenté une Communication Affichée intitulée: **Formulation d'un sirop et d'un sérum à partir de variétés de dattes locales de moindre qualité**

**Co-auteurs:** CHALAL Dyhia, TOUZOURT Saida, RAHAL Foudil, DIDI Khaled


**Le Président**



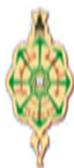
SELKA Mohammed Adli  
Maître de Conférences A  
En Pharmacie

1<sup>er</sup> congrès national du  
Laboratoire de Recherche  
Toxicomed équipe MeTox

Délivrée le : 06/06/2021



Adresse du laboratoire : BP N°333 K •12 Rue Hamri Ahmed, Tlemcen 13000- metox.univ.tlemcen@gmail.com



## Attestation de Communication

Le président du premier congrès national sur

### Valorisation des Substances et Matériaux Naturels

organisé par l'équipe MeTox-Toxicomed, Université de Tlemcen du 05 au 06 juin 2021, atteste que :

**CHALAL Dyhia**

A présenté une Communication Affichée intitulée: **Etude comparative de rendement et de la composition de l'huile végétale extraite des noyaux de deux variétés de Datte**

Co-auteurs: BOUAZIZ Yasmine, TOUZOUIRT Saida, RAHAL Foudil, DIDI Khaled

Le Président

  
SELKA Mohammed Adil  
Maitre de Conférences A  
En Pharmacognosie

1<sup>er</sup> congrès national du  
Laboratoire de Recherche  
Toxicomed équipe MeTox

Délivrée le : 06/06/2021



