

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SALEH BOUBNIDER CONSTANTINE 3



FACULTÉ DE GÉNIE DES PROCÉDÉS
DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHARMACEUTIQUE

N° d'ordre :.... ..

Série :.... ..

Mémoire de Master / Projet Start-Up dans le cadre de l'arrêté 1275

Filière : Génie de procédés

Spécialité : Génie pharmaceutique

Intitulé

**Formulation d'une crème solaire à base de nanoparticules d'oxyde
de zinc et d'extrait de *Mélisse***

Dirigé par

KHANFRI Nassima

Maitre assistante classe A

Présenté par

BOUADEME Amira

BOUZITOUNA Rim

BATTAZ Meriem

Année universitaire : 2023/2024

Session : Juin.

Remerciements

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de déterminer ce mémoire qui symbolise l'achèvement de nos études supérieures.

Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde gratitude envers notre encadrant Mme KHANFRI NASSIMA, pour son soutien constant, ses conseils judicieux et sa patience tout au long de la réalisation de ce mémoire. Sa présence et son expertise ont été essentielles à notre progression et à la réussite de ce travail.

Nous souhaitons également adresser nos remerciements à tous nos enseignants de la Faculté de Génie des procédés qui nous ont accompagnés tout au long de ce voyage académique.

Nos sincères remerciements vont également à nos familles, pour leur soutien inconditionnel, leur compréhension et leurs encouragements tout au long de ce parcours.

TABLE DE MATIERES

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

Chapitre I : Revue bibliographique

I.1. Nano monde	3
I.1.1. Nanosciences.....	3
I.1.2. Nanotechnologie	4
I.1.3. Nanomatériaux	4
I.2. Nanoparticules.....	4
I.2.1. Propriétés physico-chimiques de nanomatériaux et nanoparticules.....	5
I.2.2. Méthode de synthèse des nanoparticules et nanomatériaux	5
I.2.3. Caractérisation de nanoparticules	6
I.2.3.1. Diffraction des rayons X(DRX).....	6
I.2.3.2. Spectroscopie UV-Visible.....	7
I.2.3.3. Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (FT-IR)	7
I.2.4. Synthèse des nanoparticules par chimie verte (écologique).....	8
I.2.4.1. Basilic.....	8
I.2.4.2. Compositions chimiques d'Ocimum basilicum.....	8
I.2.4.3. Utilisation de Basilic.....	8
I.2.4.4. Définition de la synthèse verte.....	9

I.2.4.5. Mécanisme de biosynthèse.....	9
I.3. Oxyde de Zinc	9
I.3.1. Domaine d'application de l'oxyde de Zinc	10
I.3.2. Propriétés physico-chimiques de l'oxyde de Zinc	10
I.4. Description botanique	11
I.4.1. Dénomination	12
I.4.2. Origine et répartition géographique	12
I.4.3. Composition de la <i>Mélisse</i>	13
I.4.4. Utilisation de la <i>Mélisse</i>	13
I.4.5. Activité pharmacologique	14
I.5. Formulation d'une crème solaire.....	14
I.5.1. Préparation semi solide (émulsion)	15
I.5.2. Types d'émulsions	15
I.5.2.1. Emulsions simples	15
I.5.2.2. Emulsions multiples	17
I.5.3. Emulsifiants	17
I.5.3.1. Définition.....	17
I.5.3.2. Rôle de l'émulsifiant.....	17
I.5.3.3. Classement selon la balance HLB des émulsifiants.....	18
I.5.4. Formulation d'une émulsion	19
I.5.5. Contrôle de qualité des émulsions	21

Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1. Stratégie de travail	21
----------------------------------	----

II.1.1. Matériel.....	21
II.1 .2. Matière végétale.....	23
II.2 .Préparation de l'extrait de <i>Mélisse</i> par macération	24
II.3. Biosynthèse de nanoparticules	26
II.3.1. Préparation de l'extrait de <i>Basilic</i> par infusion.....	26
II.3.2. Biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc	29
II.4.Caractéristique de nanoparticules.....	31
II.4.1.Spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier	31
II.4.2.Diffraction des Rayon(DRX).....	31
II.4.3.Analyse par UV-Visible.....	31
II.5. Etude de l'effet antimicrobien.....	32
II.5.1. Préparation de milieu de culture	32
II.5.2. Préparation de l'inoculum.....	33
II.5.3. Préparation de l'extrait de la <i>Mélisse</i> et de nanoparticules D'oxyde de zinc a testé	33
II.5.4. Ensemencement.....	33
II.5.5. Méthode de diffusion des disques	33
II.6. Etude de l'effet antioxydant	34
II.7. Etude de l'effet photo protecteur	36
II.7.1. Protocole de la préparation de solution à mesurer	36
II.8. Formulation de la crème solaire à base de l'extrait de la <i>Mélisse</i> et les Nanoparticules d'oxyde de zinc	37
II.8.1. Composition de la crème solaire	38
II.8.2. Préparation de la crème	41
II.8.3. Analyse de contrôle de qualité de la crème	44

Chapitre III : résultats et discussion

III.1. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier.....	42
III.1.1. Nanoparticules d'ZnO et la combinaison ente les Nanoparticules de ZnO et l'extrait de <i>Mélisse</i>	42
III.1.2. Extrait des feuilles de <i>Mélisse</i>	42
III.1.3. Extrait des feuilles d' <i>Ocimum basilicum</i>	43
III.2. Analyse d'oxyde de Zinc par Diffraction des Rayons X.....	45
III.3. Analyse d'oxyde de Zinc par UV-Visible.....	46
III.4. Résultats du test antioxydant	47
III.4.1. Evaluation de l'activité antioxydant de l'extrait des feuilles de <i>Mélisse</i> et de nanoparticules d'oxyde de zinc.....	47
III.4.2. Test antioxydant d'extrait des feuilles de <i>Mélisse</i> et de Nanoparticules d'oxyde de zinc.....	48
III.5. Résultats de l'étude de l'activité antimicrobienne	51
III.6. Résultats de l'activité photo protectrice	55
III.7. Résultat de la mesure du PH	58
III.8. Résultat de la mesure de la viscosité.....	58
III.9. Formulation de la crème	59
III.10. Résultats de l'étude de stabilité	59
III.11. Résultats de la détermination du type de la crème.....	60
III.12. Résultats de caractère organoleptique.....	60
Conclusion.....	61
Références bibliographiques	
Résumé	

LISTE DES ABREVIATIONS

%	Pourcentage
°C	Degré Celsius
Å	Angstrom
Abs	Absorbance
C	Concentration
cm	centimètre
DPPH	2,2-diphényl-1- picrylhydrazyle
EMA	Agence européenne des médicaments
DRX	Diffraction des rayons X
FTIR	Spectre de transforme de Fourrier
g	gramme
Gram-	Bactérie gram négative
Gram+	Bactérie gram positive
h	Heure
H/E	Huile dans l'eau
HLB	Hydrophile lipophile balance
HLBr	Hydrophile lipophile balance requis
IR	Infrarouge
Kg	Kilogramme
L	litre

M	mètre
mg	milligramme
ml	millilitre
mm	millimètre
min	minute
NC's	Nano composites
nm	nanomètre
NM	Nanomatériaux
NP's	Nanoparticules
OMS	Organisation Mondiale de Sante
PH	Potentiel hydrogène
rpm	Rotation par minute
s	seconde
SPF	Facteur de protection solaire
UFC	Unité formant colonie
UV	Ultraviolet
UV-Vis	Ultraviolet visible
UVA	Ultraviolet A
UVB	Ultraviolet B
µl	Microlitre
V	Volume
V/V	Volume/Volume
Zn	Zinc
ZnO	Oxyde de zinc

LISTE DES FIGURES

Chapitre I : Revue bibliographique

Figure I-1 : Echelle du nano monde.....	3
Figure I-2 : Schéma des approches « Top down » et «Bottom-up» pour la formation de nanoparticules.....	5
Figure I-3 : Parties aériennes de la <i>Mélisse</i>	11
Figure I-4 Répartition géographique de la <i>Mélisse</i>	13
Figure I-5 : Diagramme de fabrication de la crème	20

Chapitre II : Matériel et méthodes

Figure II-1 : Equipements utilisés.....	23
Figure II-2 : Matières végétales utilisées.....	24
Figure II-3 : Guide détaillé pour réaliser une macération de <i>Mélisse</i>	25
Figure II-4 : Extrait de <i>Mélisse</i>	25
Figure II-5 : Procédure expérimentale pour la préparation de l'extrait de <i>Basilic</i>	27
Figure II-6 : Procédure expérimentale pour la production d'oxyde de zinc.....	30
Figure II-7 : Différentes souches utilisées.....	32
Figure II-8 : Préparation du milieu de culture.....	32
Figure II-9 : Différentes concentrations préparées d'extrait de <i>Mélisse</i>	35
Figure II.10 : Protocole de teste d'activité antioxydant d'extrait de <i>Mélisse</i>	33
Figure II.10 : Protocole de la préparation de la crème solaire.....	43

Chapitre III : Résultats et discussion

Figure III-1 : Spectre infrarouge a transformé de fourrier.....	43
Figure III-2 : Spectre de diffraction des rayons X des poudres de nanoparticules.....	46

Figure III-3 : Spectre d'absorbance par UV/V de Nanoparticules d'oxyde de zinc.....	47
Figure III-4: Spectre d'absorbance par UV/V de DPPH.....	48
Figure III-5 : Pouvoir antioxydant de l'extrait ethanoique ses feuilles de Mélisse et Nanoparticule d'oxyde de zinc.....	49
Figure III-6 : Pourcentage d'inhibition de DPPH par de Nanoparticules d'oxyde de zinc et l'extrait des feuilles de <i>Mélisse</i>	49
Figure III-7 : Courbe de régrétion de l'effet antioxydant de Nanoparticules d'oxyde de zinc et l'extrait des feuilles de <i>Mélisse</i>	50
Figure III--8 : Résultat de la méthode de diffusion des disques des différentes Concentrations de l'extrait de la <i>Mélisse</i> et de l'ZnO.....	51
Figure III-9: résultat de la détermination du PH de la crème.....	58
Figure III-10: Mesure de la viscosité des deux crèmes.....	58
Figure III-11 : Essais des crèmes de différentes textures.....	59
Figure III-12: Résultat de l'effet de centrifugation.....	60
Figure III-13 : Résultat de type de la crème.....	61

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I : Revue bibliographique

Tableau I-1 : Diverses appellations de la <i>Mélisse</i>	12
Tableau I-2 : Différents types d'émulsion simple.....	16
Tableau I-3 : Symboles utilisés pour désigner chacune des phases.....	16
Tableau I-4 : Taille moyenne des gouttelettes et leur désignation.....	17

Chapitre II : Matériel et méthodes

Tableau II-1 : informations détaillé sur les solvants, réactifs et produits chimiques Utilisés.....	23
Tableau II-2 : Normes utilisées pour la lecture des résultats du test d'antibiogramme.....	34
Tableau II-3 : Catégories de protection affichées sur les produits solaires en fonction des facteurs de protection mesurés, selon la recommandation de la commission Européenne2006.....	36
Tableau II-4 : Fonction normale de produit utilisée dans le calcul de l' SPF.....	38
Tableau II-5 Composition de la crème solaire.....	39

Chapitre III : Résultats et discussion

Tableau III-1 : Fréquences de vibration caractéristique en Infrarouge (FT-IR).....	44
Tableau III-2 : Absorbance et pourcentage d'inhibition d'extrait des feuilles de <i>Mélisse</i>	48
Tableau III-3 : Absorbance et pourcentage d'inhibition de Nanoparticules d'oxyde de zinc.	52
Tableau III-4 : Résultats de la mesure des diamètres des zones d'inhibition autour des disques de différentes concentrations de l'extrait de la <i>Mélisse</i> et de l'ZnO.....	53
Tableau III-5 : Résultats de la sensibilité des souches utilisés aux disques de différentes concentrations de l'extrait de la <i>Mélisse</i> et de l'ZnO.....	56

Tableau III-6: Valeurs de l'SPF mesurées pour l'oxyde de zinc.....	56
Tableau III-7 : Résultat des facteurs de protection solaire (SPF).....	57
Tableau III-8: Résultat du test de viscosité.....	58
Tableau III-9 : Résultat de l'effet de centrifugation.....	59.
Tableau III-10: Caractère organoleptique de la crème.....	61

Introduction générale

Introduction générale

Le soleil, s'il est nécessaire à toute vie, n'est pas sans danger pour l'homme. En effet, les rayons qu'il émet peuvent provoquer brûlures et cancers. Ces rayons sont classés selon trois catégories : les infrarouges (50 %), la lumière visible (40%) et les rayons ultraviolets (10%). Ces derniers, de plus grande énergie, sont les plus dangereux. Ils sont de trois sortes : (I) les UVC (200 à 290 nm), extrêmement dangereux mais qui n'atteignent pas la terre, (II) les UVB (290 à 320 nm), les plus dangereux de ceux qui arrivent jusqu'à nous et les plus connus et (III) les UVA (320 à 400 nm) qui sont de plus basse énergie mais pénètre plus profondément dans l'épiderme. En effet, plus la longueur d'onde du rayonnement augmente, moins il est dangereux en terme d'énergie mais plus il pénètre profondément dans la peau. Les UVA sont responsables à long terme, du vieillissement cutané et de carcinogénèse. Ils participent au déclenchement de certaines réactions photo allergiques[1].

L'utilisation des produits de soin bio est la chose la plus demandée de nos jours par les consommateurs en raison de ses nombreux avantages. Notamment pour se préserver d'un certain nombre de molécules dont l'innocuité est aujourd'hui remise en question; Chacun connaît la polémique qui fait actuellement rage autour des substances chimiques, omniprésentes dans notre environnement quotidien et suspectées d'être impliquées à terme dans un certain nombre de maladies (allergies, cancers...). Ce concept est représenté par la cosmétique biologique qui englobe la famille des produits un maximum de composants naturels, issus du règne végétal, comme l'huile d'olive d'amande et les extraits des plantes aromatiques [2].

En s'appuyant sur cette prémisse, nous avons choisi dans notre travail de faire quelque chose de nouveau et de sortir de l'ordinaire en suivant le chemin de la cosmétologie de la nouvelle génération basée sur les produits bio[2].

Nous avons choisi la *Mélisse* comme plante qui a un effet photo protecteur important et qui est disponible sur le territoire Algérien en combinaison avec les nano particules d' ZnO pour formuler une crème antisolaires efficace avec un taux d'SPF qui dépasse les 30.

L'objectif majeur de notre travail est de soutenir la production locale afin de minimiser le coût des importations et favoriser l'exploitation de la richesse de notre pays.

Le travail est basé sur les axes suivants:

Introduction générale

- Une partie bibliographique parle sur les Nanoparticules d'oxyde de zinc, leurs propriétés physico-chimiques, méthodes de synthèse et le domaine d'application. Ensuite nous décrirons des généralités sur la *Mélisse*, enfin nous citons les émulsions comprenant la technique de préparation et les tests de contrôle de qualité.
- Une partie expérimentale est dédiée à la biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc, la préparation de l'extrait de la *Mélisse* par macération et la formulation de la crème solaire.
- Une dernière partie, consacrée aux résultats obtenus des tests IR, DRX, UV-Visible, antioxydant, antimicrobien, photo protecteur et leur interprétation.

Finalement, Une conclusion comprend les résultats les plus importants de la crème solaire.

Chapitre I

Revue Bibliographique

I.1. Nano monde

Le terme "nano monde" désigne l'échelle nanométrique, caractérisée par des dimensions extrêmement petites, où les propriétés des matériaux et des structures sont influencées par des Phénomènes quantiques et des interactions de surface [3].

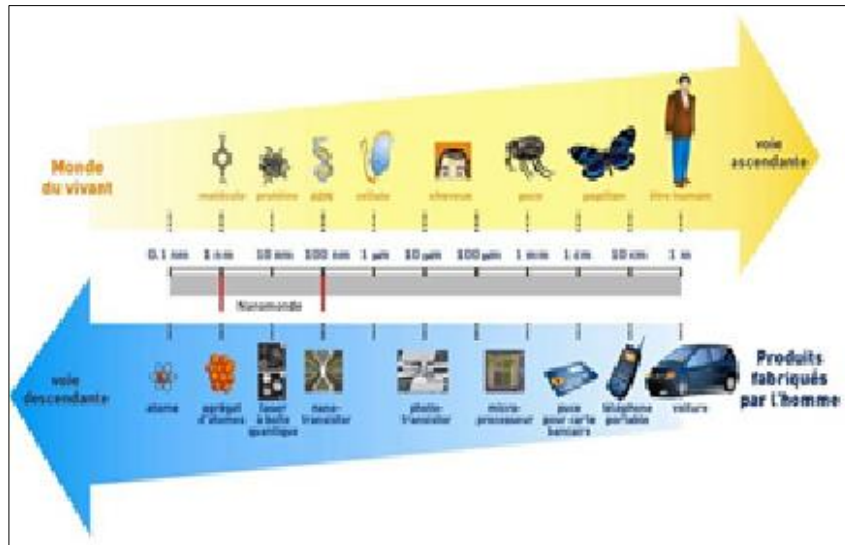


Figure I-1 : Echelle du nano monde [3].

I.1.1. Nanosciences

La « nanoscience » est la science émergente des objets qui sont de taille intermédiaire entre les plus grosses molécules et les plus petites structures pouvant être fabriquées par courant photolithographie; c'est-à-dire la science des objets dont les dimensions sont les plus petites, allant de quelques nanomètres à moins de 100 nanomètres. En chimie, cette gamme de tailles a été historiquement associée aux colloïdes, aux micelles, aux polymères, aux molécules et les régions séparées par phases dans les copolymères séquencés, et des structures similaires généralement de très grosses molécules, ou agrégats de nombreuses molécules [4].

I.1.2. Nanotechnologie

Les nanotechnologies sont aujourd'hui au cœur des débats sur l'orientation de la recherche scientifique et sur les retombées du progrès technologique au sein de nos sociétés. On désigne par nanotechnologies l'ensemble des travaux visant à caractériser, à manipuler et à comprendre le comportement des objets (atomes et molécules) à une échelle allant du nanomètre (un

milliardième de mètre) à quelques centaines de nanomètres. Cette définition d'un domaine scientifique en fonction d'un ordre de grandeur lui confère un caractère conventionnel (les nanosciences et les nanotechnologies ne sont pas définies en fonction de la nature de leur objet) et transversal vis-à-vis des disciplines déjà constituées (physique, chimie, biologie, etc.)[5].

I.1.3 Nanomatériaux

Les nanomatériaux manufacturés (NM) ont émergé les dernières deux décennies dans une multitude de secteurs d'activité (chimie, énergie, environnement, bâtiment et travaux publics, automobile, pharmaceutique, cosmétique, agroalimentaire.....) [1]. En effet, au vu des propriétés chimiques, mécaniques ou biologiques innovantes voire uniques conférées par l'échelle nanométrique, l'utilisation des NM se répand de plus en plus dans les procédés industriels. Ainsi, de plus en plus de travailleurs sont potentiellement exposés aux NM, dans la recherche, la production ou l'utilisation de NM et jusqu'à l'élimination des déchets [6].

I.2. Nanoparticules

Une nanoparticule est définie comme étant une particule dont au moins une direction de l'espace a une dimension inférieure à 100 nm. La particularité d'une nanoparticule réside dans le fait que la majorité des atomes qui la constitue se trouve en surface. Les nanoparticules présentent donc des surfaces d'échanges (surface spécifique) très importantes, de plusieurs centaines de mètres carrés par gramme de particule. Cela peut être favorable et être utilisé dans des approches thérapeutiques (transporteurs de médicaments pour leur capacité à franchir les barrières biologiques). Cela peut être au contraire défavorable et engendre une toxicité associée à leur capacité à générer un stress oxydant et à se disperser dans l'organisme [7].

I.2.1. Propriétés physico-chimiques de nanomatériaux et nanoparticules

Les propriétés physico-chimiques des nanomatériaux et des nanoparticules sont des caractéristiques fondamentales qui influencent leur comportement, leur réactivité et leur stabilité à l'échelle nanométrique. Parmi ces propriétés, on retrouve la taille, la forme, la surface, la structure cristalline....etc [3].

I.2.2. Méthode de synthèse des nanoparticules

Ils existent plusieurs voies de synthèses pour obtenir des nanoparticules, on a abordée selon deux principales méthodes : la méthode "top-down" et la méthode "bottom-up".

- a) **Top-Down** : La première approche est la « Top-Down " ou " voie descendante" de la production microélectronique. Elle transforme les matériaux massifs en petites particules de taille nanométrique. Nanoparticules, miniaturisation par broyage de métaux ou d'oxydes métalliques[8].
- b) **Bottom-up** : La deuxième approche est "Bottom-up " ou" voie ascendante ", issue du laboratoire des nanosciences. Elle utilise le processus technique physico-chimique à l'échelle atomique ou moléculaire pour obtenir des nanostructures simples ou élaborées en grande quantité **Figure I-2** [8].

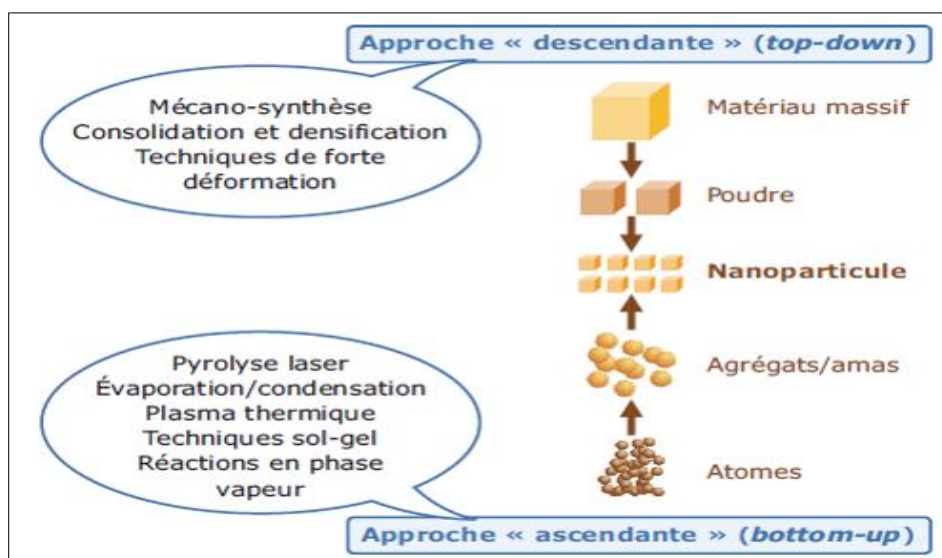


Figure I-2: Schéma des approches « Top down » et «Bottom-up» pour la formation de nanoparticules [8].

I.2.3. Caractérisation de nanoparticules

Beaucoup des techniques sont utilisées pour l'étude de la structure des nanoparticules. Parmi lesquelles, on retrouve la diffraction des rayons X, la spectroscopie UV-Vis, et la spectroscopie infrarouge qui sont les techniques utilisées pour caractérisé nos produit préparés.

I.2.3.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse permettant d'étudier des échantillons solides cristallisés telles que les nanoparticules. Cette technique est un outil essentiel d'une part pour étudier la structure cristalline des nanoparticules et d'autre part pour déterminer les paramètres et la géométrie de la maille, La diffraction des rayons X à comme avantage d'être non destructive et n'exige pas de préparation spécifique pour l'échantillon[9]. Les diagrammes de diffraction des rayons X sont obtenus en mesurant les angles auxquels un faisceau de rayons X est diffracté par les phases cristallines de l'échantillon et sont enregistrés sous forme d'un spectre. Ces derniers peuvent être obtenus à partir d'une petite quantité de poudre. La diffraction suit loi de Bragg exprimée sous la forme (I-1)[3].

$$2d_{h,k,l,s} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{I-1})$$

d : La distance entre deux plans cristallographiques.

θ : L'angle d'incidence des rayons **X** avec le plan atomique.

λ : Longueur d'onde des rayons.

n: Ordre de réflexion (nombre entier).

I.2.3.2. Spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie ultraviolet-visible est une technique de caractérisation spectrale quantitative, qualitative. Elle repose sur l'interaction de la matière et le rayonnement électromagnétique, utilisé pour quantifier la lumière absorbée et dispersée par un échantillon. Elle s'applique à des groupements d'atomes qui absorbent le rayonnement ultraviolets (200 – 400 nm) et le visible (400 – 800 nm) du spectre électromagnétique. Cette technique fournit des informations sur les propriétés optiques de l'échantillon à analyser : la transmission (*T*), l'absorption (*A*) et la réflexion (*R*) de la lumière. Le spectre d'absorption permet de caractériser une molécule, il est l'un des critères d'identification de la molécule. Lorsque le spectre d'une molécule ou d'un ion est connu, la spectrométrie UV-Visible est très utile pour faire l'analyse quantitative, en appliquant la loi de Berr Lambert donné par la relation suivante[10] :

$$A = \epsilon CL \quad (\text{I-2})$$

A: absorbance.

ϵ : le coefficient d'absorption molaire (constante).

L : la longueur du trajet parcouru par la lumière dans le milieu considéré.

I.2.3.3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) est une méthode de caractérisation largement utilisée pour analyser les produits liquides ou solides. Elle permet de mesurer la composition chimique des nanoparticules en détectant les vibrations des liaisons moléculaires. Cette technique peut être appliquée à des différents types des produits, de nature organique, inorganique. La spectroscopie FT-IR est souvent utilisée pour étudier les interactions entre les nanoparticules et les molécules environnementales telles que les protéines, les lipides et les acides nucléiques [3].

La mesure FT-IR est effectuée sur une plage spectrale allant de 3500 cm^{-1} à 500 cm^{-1} . Les valeurs de pic obtenues par FT-IR ont ensuite été comparées à une base de données standard pour interpréter la composition chimique et les groupes fonctionnels présents à la surface des nanoparticules [3].

I.2.4. Synthèse des nanoparticules par chimie verte (écologique)

Pour un meilleur développement de l'environnement, il est primordial d'exploiter les ressources naturelles pour la production de nanoparticules afin de minimiser l'utilisation des réactifs toxiques. Nous présentons dans ce travail une méthode de synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc en utilisant l'extrait aqueux des feuilles de *Basilic* [3].

I.2.4.1. Basilic

L'Ocimum basilicum a pour nom habituel « le Basilic », ce mot *Basilic* à l'origine vient de grec basilikom qui signifie plante royale. Les *Ocimum Basilicum* sont des plantes à croissance rapide. C'est une plante de la famille lamiacée largement utilisé comme plante condimentaire pour ces propriétés culinaires, par ailleurs cette plante est utilisée en médecine traditionnelle. C'est l'une des plantes médicinales importante [11].

I.2.4.2. Compositions chimiques d'*Ocimum Basilicum*

Les feuilles de *Basilic* contiennent également environ 5% de tanins, d'acide oléanolique (0,17%) et d'une petite quantité d'acide ursolique, protéines (14%), de glucides (61%), ainsi et des Concentrations relativement élevées de vitamine (A, B1, B2, C et E) et l'acide rosmarinique. En outre, elles renferment des flavonoïdes (0,6 à 1,1%) dont flavonoïdes aglycones [11].

I.2.4.3. Utilisation de *Basilic*

Comme étant une herbe aromatique fraîche les feuilles sèches de *Basilic* sont utilisées dans l'alimentation. Les feuilles et les jeunes tiges sont séchées, ou utilisées comme source d'huile essentielle pour les préparations de parfums. La plante fraîche distillée donne une essence contenant de l'eucalyptol.

Dans le domaine pharmaceutique, les parties utilisées du *Basilic* sont feuilles et sommités fleuries [11].

I.2.4.4. Définition de la synthèse verte

La synthèse verte des nanoparticules se réfère à une méthode de production de nanoparticules qui utilise des sources naturelles telles que des extraits de plantes, des microorganismes ou d'autres substances biologiques comme agents de réduction et de stabilisation[3].

I.2.4.5. Mécanisme de biosynthèse

La biosynthèse de l'oxyde de zinc est un processus naturel qui se produit dans divers organismes vivants, tels que les bactéries, les plantes et les animaux. Voici un aperçu général du mécanisme de biosynthèse de l'oxyde de zinc [3]:

- Précurseur organique : La biosynthèse de l'oxyde de zinc commence souvent par la production d'un précurseur organique contenant du zinc. Ce précurseur peut être un complexe de zinc ou un composé organique contenant du zinc.
- Transport et accumulation : Le précurseur organique contenant du zinc est transporté vers la zone de biosynthèse à l'intérieur des cellules de l'organisme. Il peut être accumulé dans des organites spécifiques tels que les vacuoles, les lysosomes ou les chloroplastes.
- Conversion en oxyde de zinc : Sous l'action d'enzymes spécifiques, le précurseur organique contenant du zinc subit une réaction chimique qui le transforme en oxyde de zinc. Cette réaction peut impliquer l'oxydation du zinc ou la décomposition thermique du précurseur, ce qui conduit à la formation de nanoparticules d'oxyde de zinc.

- Stabilisation et cristallisation : Les nanoparticules d'oxyde de zinc ainsi formées peuvent être stabilisées par des protéines, des lipides ou d'autres composés organiques présents dans l'organisme. Cela permet la cristallisation des nanoparticules, qui peuvent adopter différentes formes telles que des sphères, des fils ou des feuilles nanométriques.

I.3. Oxyde de zinc

L'oxyde de zinc (ZnO) est récemment apparu en tant que concurrent sérieux pour ses propriétés optiques et électriques intéressantes. C'est un matériau qui, pendant longtemps n'a été utilisé que pour des applications chimiques et pharmaceutiques. Nous présenterons dans ce qui suit, le matériau ZnO, ses domaines d'applications et ses propriétés physico-chimiques[12].

I.3.1. Domaine d'application de l'oxyde de zinc

la plus grande partie de la production mondiale de l'oxyde de zinc synthétisé en poudre nanométrique, est utilisée dans l'industrie du caoutchouc et du pneumatique (57 % du marché) comme catalyseur, dans les produits chimiques, dans les peintures pour sa protection contre les UV, dans l'agriculture, dans la céramique et dans les cellules solaires en tant que fenêtre optique (oxyde transparent conducteur :OTC)[13].

I.3.2. Propriétés physico-chimiques de l'oxyde de zinc

Les propriétés physico-chimiques de l'oxyde de zinc (ZnO) sont les suivantes [3]:

- a) **Apparence** : L'oxyde de zinc se présente sous forme de poudre blanche ou légèrement jaunâtre.
- b) **Solubilité** : Il est pratiquement insoluble dans l'eau, ce qui indique une faible capacité à se dissoudre dans ce solvant.
- c) **Point de fusion**: L'oxyde de zinc a un point de fusion élevé d'environ 1975 °C (3587 °F), ce qui indique qu'il fond à une température très élevée.
- d) **Conductivité électrique** : L'oxyde de zinc est un semi-conducteur, ce qui signifie qu'il présente une conductivité électrique modérée. Sa conductivité peut être modifiée par dopage avec d'autres éléments.
- e) **Conductivité thermique** : Il possède une conductivité thermique relativement élevée, ce qui lui permet de bien conduire la chaleur.

- f) **Structure cristalline:** L'oxyde de zinc cristallise généralement dans une structure hexagonale appelée wurtzite, bien qu'il peut également adopter une structure cubique appelée zinc blende.
- g) **Propriétés optiques :** Il est transparent dans le domaine du spectre ultraviolet (UV) et possède une large bande interdite, ce qui en fait un matériau utile dans les applications optiques telles que les diodes électroluminescentes (LED) et les revêtements antireflets.
- h) **Photoluminescence :** Lorsqu'il est excité par une source de lumière, l'oxyde de zinc émet de la luminescence, ce qui le rend utile dans les dispositifs optoélectroniques.
- i) **Réactivité chimique :** L'oxyde de zinc réagit avec les acides forts pour former des sels de zinc. Il peut également réagir avec certains agents réducteurs et oxydants.
- j) **Stabilité thermique :** Il est stable à des températures élevées et peut résister à des environnements thermiquement exigeants.

I.4. Description botanique de *Mélisse*

La *Mélisse* est une plante vivace herbacée à croissance rapide dans des conditions favorables, atteignant généralement une hauteur de 30 à 90 cm. Elle a une forme buissonnante avec des tiges dressées, légèrement carrées et souvent ramifiées et des feuilles vert vif d'odeur citronnée [21].

Elle est caractérisée par :

- **Fleurs :** sont petites blanches ou rosées simples, opposées ovales, brièvement pédonculées, les fleurs sont groupées par trois ou six en verticilles axillaires unilatéraux, espacés le long de la tige.
- **Fruits et graines :** sont des petites noix brunes contenues dans des calices persistants, tétrakène de 1.5 à 2 mm de large.
- **Racines :** le système racinaire de la mélisse est peu profond et fibreux, dures, cylindriques, s'étendant largement dans le sol.



Figure I-3 : Parties aériennes de la mélisse [39].

I.4.1. Dénomination

La *Mélisse* est connue sous différentes appellations présentées dans le tableau suivant :

Tableau I-1 : Diverses appellations de la mélisse [21].

Nom scientifique	<i>Melissa officinalis</i>
Nom commun	la <i>Mélisse</i>
Nom arabe	البلسان الليموني, الحبق الترنجاني, حشيشة النحل, بلسم الليمون
Nom latin	Meleia (meli, melitos)
Nom français	citronnelle, thé de France, poincirade, piment d'abeilles
Nom anglais	balm Mint , lemon blam , bee blam , common blam
Famille	Lamiacées

I.4.2. Origine et répartition géographique

La *Mélisse* était déjà connue par des Grecs et des Romains, qui l'employaient en médecine dans de nombreux cas. *Melissa officinalis* est une plante annuelle qui fait partie de la famille des Lamiacées. Le genre *Melissa* se divise en trois espèces dont deux se trouvent en Extrême-Orient, dans l'Himalaya (Asie) et jusqu'à Java (Indonésie). La *Mélisse officinale* est une plante méditerranéenne qui pousse au Proche-Orient, dans les régions entourant la Méditerranée, en

Europe centrale et occidentale et méridionale, et en Afrique du nord (Algérie, Maroc, Tunisie), en Asie occidentale (la Turquie), à l'Afghanistan et au Pakistan [21,16].

En Algérie, la mélisse officinale préfère le plein soleil ou la mi-ombre, et tolère les sols sableux calcaires graveleux, légèrement acides à neutres, avec un pH compris entre 6,0 et 7,0, aime les sols humides mais pas détrempés. Elle apprécie les sols riches en matière organique [15].

(Figure I-4)



Figure I-4 : Répartition géographique de la *Mélisse* [40].

I.4.3. Composition de la *Mélisse*

Les huiles essentielles de la *Mélisse* sont extraites des feuilles et des sommités fleuries, représentant 0.8% :

- Flavonoïdes et tanins :(cynaroside, isoquercitrine, Rhamnocitrine ...)
Ces composés confèrent à la *Mélisse* des propriétés antioxydants et anti-inflammatoires supplémentaires [19].
- Terpénoïde : composant principal des huiles essentielles (alcool, aldéhyde, citral, citronnellal, cétones, hydrocarbures) [17].
- Dérivés hydroxycinnamiques : comme l'acide rosmarinique[17].
- Composées polyphénoliques :(acidescaféique...etc)[17,19].

I.4.4. Utilisation de la *Mélisse*

L'Agence européenne des médicaments (EMA) reconnaît l'usage traditionnel de la *Mélisse* pour :

- Soulager les légères tensions nerveuses et aider à endormir. Elle traite les douleurs gastro-intestinales liées aux ballonnements [17].
- Troubles digestifs : Indigestion, maux d'estomac, nausées, vomissements, diarrhée [17].
- Troubles du sommeil : Insomnie [17].
- Troubles anxieux : stress, nervosité [17].
- Maux de tête : Migraines [17].
- Herpès : boutons de fièvre, zona [17].
- Douleurs articulaires et musculaires : Rhumatismes [17].
- Infections virales : rhume, grippe [17].

I.4.5. Activité pharmacologique

- **Action anxiolytique et sédative** : La *Mélisse* possède des propriétés anxiolytiques et sédatives qui peuvent aider à réduire le stress et l'insomnie [19,20].
- **Action antispasmodique** : La *Mélisse* peut également aider à soulager les spasmes musculaires et digestifs [19].
- **Action anti-inflammatoire** : La *Mélisse* possède des propriétés anti-inflammatoires qui peuvent aider à réduire l'inflammation dans le corps [19].
- **Action antivirale** : La *Mélisse* a également montré une activité antivirale contre certains virus, comme le virus de l'herpès simplex et le virus de la grippe [19].
- **Action antioxydant** : Les polyphénols agissent comme des antioxydants, éliminant les radicaux libres et minimisant les effets nocifs des UV [19].
- **Action photo protectrice** : L'extraction de mélisse conduit à l'huile essentielle et à l'extrait polyphénolique de *Mélisse*, enrichi en dérivés phénylpropanoïdes et en flavonoïdes [20].

- Les polyphénols constituent un vaste groupe de micronutriments présents dans les plantes, les fruits, les légumes et les boissons. Ils sont connus par leurs propriétés antioxydants et anti-inflammatoires, qui contribuent à divers bienfaits pour la santé. En outre, ils peuvent potentiellement protéger indirectement la peau des dommages causés par les UV de plusieurs manières [20].

I.5. Formulation d'une crème solaire

I.5.1. Préparation semi solide (émulsion)

Le terme émulsion vient probablement du latin « emalgere » qui signifie traire. Ce terme désigne aujourd'hui un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. Une émulsion est souvent décrite comme une dispersion de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. On distingue donc :

Le liquide sous forme de gouttelettes est qualifié de phase dispersée, phase discontinue ou phase interne [14].

L'autre liquide est appelé phase dispersante, phase continue ou phase externe [14].

Pour qu'une émulsion soit durable (c'est-à-dire que l'état dispersé demeure lorsque l'agitation mécanique cesse), il est nécessaire d'utiliser un agent émulsionnant ou émulsifiant. Son rôle est de stabiliser le système dispersé en inhibant les phénomènes de dégradations [14].

I.5.2. Types d'émulsions

I.5.2.1. Émulsions simples

Elles sont composées d'une phase lipophile, d'une phase hydrophile et d'un émulsifiant. Suivant que la phase continue est lipophile ou hydrophile, on définit deux types d'émulsions. Les symboles utilisés désignent toujours la phase dispersée en premier [14].

Les émulsions de type huileux étant les moins courantes, elles sont parfois appelées émulsions inverses. En fonction de la taille moyenne des gouttelettes, on distingue des émulsions plutôt grossières, appelées émulsions ou macro émulsions et des émulsions plus fines, submicroniques, appelées mini ou nano émulsions (**tableau I-2**) [14].

Tableau I-2 : Différents types d'émulsion simple [14].

Sens de l'émulsion	Phase dispersée	Phase dispersante	Symbole
Emulsion Huile dans Eau = émulsion de type aqueuse	Lipophile	Hydrophile	H/E, L/H, O/W,
Emulsion Eau dans huile = émulsion de type huileuse	Hydrophile	Lipophile	E/H, H/L, W/O

Tableau I-3 : les symboles utilisés pour désigner chacune des phases[14].

Phase lipophile		Phase hydrophile	
symbole	Origine	symbole	Origine
L	Lipophile (Lipophilic)	H	Hydrophile (Hydrophilic)
H	Huile	E	Eau
O	Oil	W	Water

Tableau I-4: Taille moyenne des gouttelettes et leur désignation[14].

Taille (μm)	Désignation
1 à 10	Macro émulsions ou émulsions
0,1 à 1	Mini émulsions ou nano émulsions

I.5.2.2. Les émulsions multiples

Il s'agit de dispersion d'une émulsion dans une phase dispersante :

- la dispersion d'une émulsion H/L dans une phase aqueuse (H) donne une émulsion H/L/H (ou E/H/E ou W/O/W) [14].
- à l'inverse, la dispersion d'une émulsion L/H dans une phase huileuse (L) donne une émulsion L/H/L [15] .

I.5.3. émulsifiant

I.5.3.1. Définition

L'émulsifiant est une matière première largement utilisée dans les systèmes formulés de type émulsion. Grâce à sa structure chimique amphiphile, cette molécule diminue la tension interfaciale entre les deux liquides non miscibles qui composent une émulsion, ce qui augmente la stabilité du système dans le temps[16].

I.5.3.2. rôle de l'émulsifiant

D'un point de vue physico-chimique, les crèmes sont des dispersions composées d'une phase lipophile et d'une phase aqueuse immiscible, de fait, leurs mélanges présentent, pour la plupart des compositions, des propriétés mécaniques intéressantes et imprévisibles, du fait d'une morphologie souvent grossière et instable. Pour les améliorer, il faut comptabiliser le mélange en ajoutant ou en créant dans le système un agent comptabilisant qui se positionne à l'interface et joue le rôle d'émulsifiant [17] .

I.5.3.3. Classement selon la balance HLB des émulsifiants

Afin de connaître le caractère plutôt hydrophile ou lipophile d'un tensioactif, on peut se référer à la balance empirique hydro-lipophile HLB (Hydrophilic/Lipophilic Balance) mise au point par Griffin en 1949. Elle permet de classer les tensioactifs selon leur lipophile et leur hydrophile. Ainsi, on attribue à chaque tensioactif un indice HLB, compris entre 0 et 20, traduisant le caractère du tensioactif :

- Si l'indice HLB < 8, alors l'amphiphile est lipophile.
- Si l'indice HLB > 12 alors l'amphiphile est hydrophile. (Plus la valeur est proche de 20, plus la solubilité dans l'eau est grande)

-Si un mélange de tensioactifs est utilisé, l'HLB du mélange se calcule comme suit :

$$\text{HLB} = (m_1 / m_{\text{totale}}) \text{HLB}_1 + (m_2 / m_{\text{totale}}) \text{HLB}_2 \quad (\text{I-3})$$

Avec :

m_1 : masse du tensioactif 1.

m_2 : masse du tensioactif 2.

m_{totale} : masse de la somme des tensioactifs 1 et 2.

De plus, on utilisera un tensioactif pour une émulsion Huile dans l'eau si $\text{HLB} > 12$ et un tensioactif pour une émulsion Eau dans l'huile si $\text{HLB} < 8$ [18].

➤ **HLB critique**

Contrairement à la notion du HLB qui est une caractéristique des surfactifs, la notion du HLB critique est, elle, une caractéristique des phases lipophiles[14].

Le HLB critique d'une phase lipophile correspond au HLB du mélange d'émulsionnants qui, dans des conditions opératoires bien précises, permet d'obtenir avec cette phase et de l'eau, l'émulsion la plus stable. Le HLB critique est encore appelé HLB optimal ou HLB requis. Il existe également une valeur HLB requise (HLB_r) qui correspond à la valeur HLB associée à une huile. Ces différentes valeurs sont regroupées dans des tables issues de la littérature. Dans le cas de la formulation d'une émulsion, il faut toujours choisir un tensioactif ayant une valeur HLB proche de la valeur HLB_r de l'huile utilisée afin d'obtenir une émulsion la plus stable possible[18].

Cette balance permet ainsi de savoir pour application le tensioactif est le mieux adapté., pour savoir quel tensioactif utiliser pour formuler une émulsion, il faut obligatoirement déterminer la HLB de celui-ci afin d'assurer une stabilité optimale de l'émulsion [18].

I.5.4. Formulation d'une émulsion

Un cosmétique est constitué d'une base (supérieur à 80%), d'adjuvants et de principes actifs qui participent à la mise en œuvre de la préparation. La formulation recouvre l'ensemble des opérations nécessaires à la réalisation d'un produit par mélange de matières premières[19].

Dans une émulsion pharmaceutique, aux trois éléments de base (huile, eau et émulsifiant) viennent s'ajouter des constituants divers : principes actifs, épaississants, aromatisants, colorants, conservateurs... Dans chaque cas, les trois constituants de base doivent être choisis avec beaucoup de soin pour avoir une émulsion aux caractéristiques bien déterminées. La formulation d'une crème est la même qu'une émulsion[19].

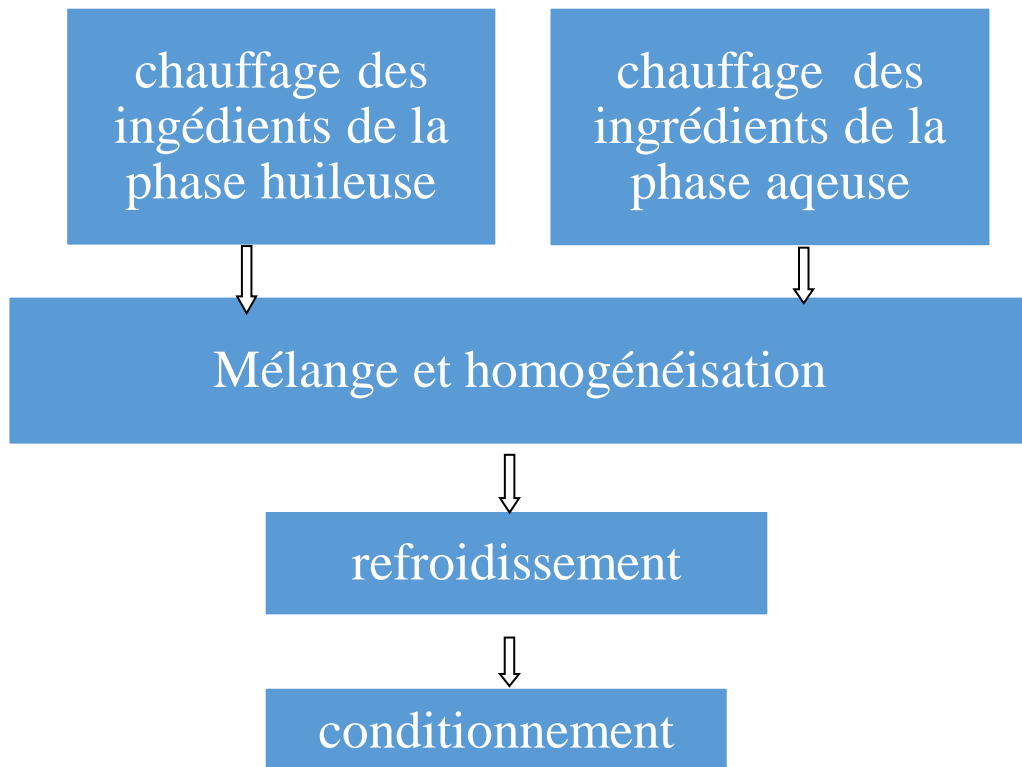


Figure I-5 : Diagramme de fabrication.

- **La phase lipophile**

La phase huileuse, appelée également phase grasse, phase lipophile ou phase organique, comporte des huiles, des cires et des graisses (respectivement liquides, solides ou semi-solides à température ambiante) d'origine végétale, animale ou minérale. La phase huileuse d'une émulsion est généralement composée d'un mélange d'ingrédients [19].

- **La phase hydrophile**

La phase aqueuse ou phase hydrophile contient l'eau et divers composants hydrosolubles. Les solutés de la phase aqueuse sont de nature diverse : ions minéraux, acides, bases, vitamines, glucides, protéines, etc. En fonction du type d'émulsion (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique) des substances peuvent être ajoutées à l'une ou l'autre phase pour conférer au produit diverses propriétés (augmentation de la durée de conservation, modification du goût, de la texture, de l'aspect, maintien de l'humidité, etc...). Parmi les solvants rencontrés dans la formulation des crèmes, l'eau est la plus utilisée à cause de ces propriétés de solvation, hydratantes et adoucissantes[18].

- **émulsionnants**

Les émulsions conventionnelles sont des systèmes thermodynamiquement instables qui se séparent, plus ou moins rapidement, en deux phases. En raison de cette instabilité les émulsions industrielles comportent toujours des émulsifiants, ou émulsionnants, formant un film interfacial ou membrane interfaciale, autour des globules de phase dispersée [28].

I.5.5. Contrôle de qualité des émulsions

- **Viscosité**

La viscosité est une propriété importante des fluides qui décrit une résistance des liquides à l'écoulement. Utile pour éviter :

La sédimentation : Lorsque le concentré d'émulsion reste au fond du récipient

Le Crémage : Lorsque le concentré d'émulsion surnage, c'est-à-dire que les globules flottent en surface [29].

- **Homogénéité** ce qui concerne :

Un mélange est dit homogène lorsque l'œil ne distingue pas les différents constituants.

Un mélange est dit hétérogène lorsque l'œil distingue au moins deux constituants [29].

- **Caractéristiques organoleptiques**

Il consiste à évaluer à l'œil nu la crème en terme de couleur, odeur et texture [29].

- **Type de l'émulsion**

Il se fait par la méthode de dilution qui porte sur l'ajout d'une phase aqueuse ou huileuse à la crème et à évaluer son homogénéité [29].

- **Détermination du PH**

Elle se fait par PH mètre ou papier PH [29].

➤ **Uniformité de masse**

Le teste consiste à peser individuellement le contenu de 20 pots prélevés au hasard et à tracer une carte de contrôle .le lot est conforme si pas plus de deux valeurs sont en dehors des limites [$m_{moy}-2X$, $m_{moy}+2x$] avec m_{moy} est la masse moyenne [29].

➤ **Uniformité de teneur**

Le teste est réalisé sur 10pots. Le lot est conforme si toutes les valeurs sont dans l'intervalle si une valeur est en dehors de cet intervalle mais aucune n'est en dehors de on doit refaire le teste sur 10pots ou aucune valeur ne doit dépasser l'intervalle [29].

Chapitre II :
Matériel et méthodes

II.1. Stratégie de travail

Ce travail de recherche vise à explorer les propriétés bénéfiques du *Melissa officinalis* et connaître la synthèse de Nanoparticules d'oxydes de zinc par l'extrait des feuilles d'*Ocimum Basilicum*, et formuler par la suite une crème à usage parapharmaceutique.

Cette section regroupe des parties essentielles, et en présentant l'ensemble de matériel et de produits utilisés ainsi que les techniques et les tests effectués.

La première partie traite l'extraction de deux plantes en utilisant différentes techniques (infusion et macération à froid) puis la biosynthèse de Nanoparticules d'ZnO, la deuxième partie consiste à étudier les caractéristiques de Nanoparticules d' ZnO et la *Mélisse*, l'étude des activités antibactériennes, antioxydants et photo protectrices de l' ZnO et l'extrait de *Mélisse*.

Enfin, la formulation d'une crème solaire à base de combinaison de Nanoparticules d'ZnO et l'extrait de la *Mélisse* suivi par les tests de qualité de la crème préparée.

II.1.1. Matériel

Afin de mener bien notre étude, nous avons utilisé plusieurs appareils, comme illustré dans la figure ci-dessous et produits chimiques présentés dans le **Tableau II-1**. Par ailleurs, d'autres matériels ont également été nécessaires, dont :

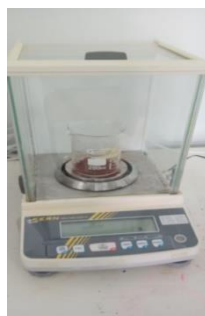
- Verrerie (entonnoir, erlenmeyers, béchers, éprouvettes, pipette gradué, tubes à essai, spatule...)
- Barrots magnétique
- Papier filtre
- Disques en papier wharman N°1 stériles
- Ecouvillons
- Boîte de pétrie
- Micropipette



Autoclave



Agitateur mécanique



Balance précise



Balance



Etuve



**Agitateur
Magnétique**



**Spectroscopie
infrarouge**



**Evaporateur
Rotatif**



Centrifugeuse



**Spectrophotomètre
UV VIS**



Papier-PH



Bec benzène

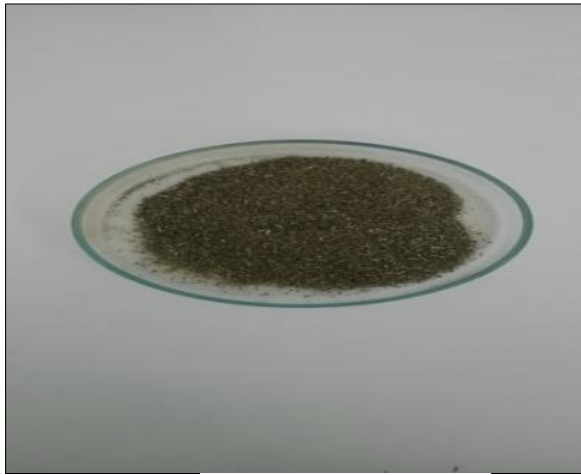
Figure II-1 : Equipement utilisés.

Tableau II-1 : informations détaillé sur les solvants, réactifs et produits chimiques utilisés [20-25]].

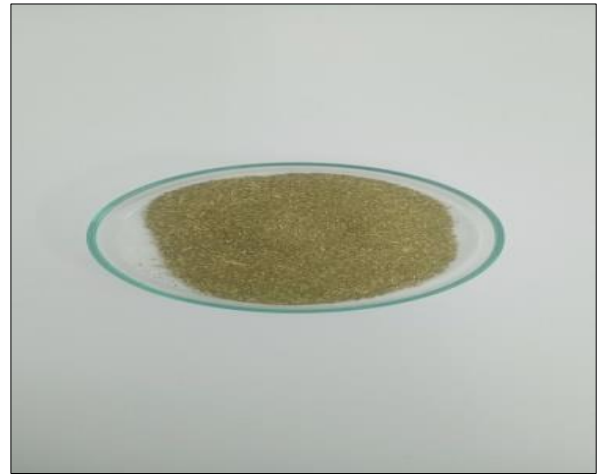
Solvants	Masse molaire	Pureté	Densité (kg/m)
éthanol	46.07	<95	789
Méthanol	32.04	99	792
Produits	Masse molaire	pureté	CAS
Acétate de zinc	183.84	99.999	5970-45-6
Acide stéarique	284.48	-	57-11-4
Span 80	428.48	-	1338-43-8
Tween 20	1227.54	-	9005-64-5
Glycérol	90.09382	99	56-81-5
Acide acétique	60.05	99.55	64-19-7
(DPPH) 2,2diphényl 1- picrylhydrazyle	394.32	/	1898-66-4

II.1.2. Matière végétale

En premier cadre de cette étude, les feuilles des deux plantes ont été préparées selon un protocole précis. Après leur acquisition, elles ont été minutieusement nettoyées afin d'enlever toute trace d'impureté. Puis, elles ont été broyées en une poudre fine grâce à un broyeur à hélice et tamisées. Enfin, cette poudre a été conservée dans des flacons.



Mélisse



Basilic

Figure II-2 : matières végétales utilisées.

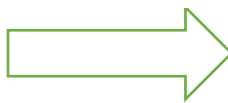
II.2. Préparation de l'extrait par macération

- ✓ Peser 50g de poudre de *Melissa officinalis* et mettre dans un erlenmeyer.
- ✓ avec 500ml d'un mélange de solvant organique : eau (400:100 V/V).
- ✓ laisser agiter le mélange pendant 24 h, à température ambiante et une vitesse de rotation égale à 500rpm.
- ✓ Filtrer le mélange à l'aide de papier filtre.



Macération (25°C, 500rpm)

Après 24 h



Filtration

Figure II-3 : Guide détaillé pour réaliser une macération de mélisse.

- ✓ Laisser sécher le filtrat dans l'étuve sous une température 40°C jusqu'à séchage complet puis récupérer l'extrait sec à l'aide d'une spatule.

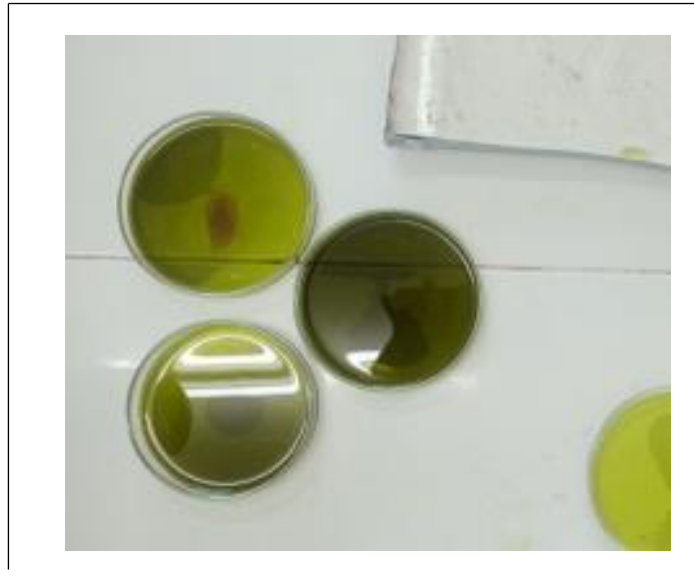


Figure II-4 : l'extrait de mélisse.

- ✓ Mettre l'extrait sec dans des flacons stériles bien fermés, étiqueter-les et les conserver au Frais (4-6°C)

II.3. Biosynthèse de Nanoparticules

II.3.1. Préparation de l'extrait par infusion

On a Pesé une quantité de poudre des feuilles d'*Ocimum basilicum* de 20g, et a été chauffé avec 200ml d'eau distillé jusqu'à 50°C sous agitation continue pendant 30min, ensuite l'extrait obtenu des feuilles de la plante a été filtré avec de papier filtre [3].

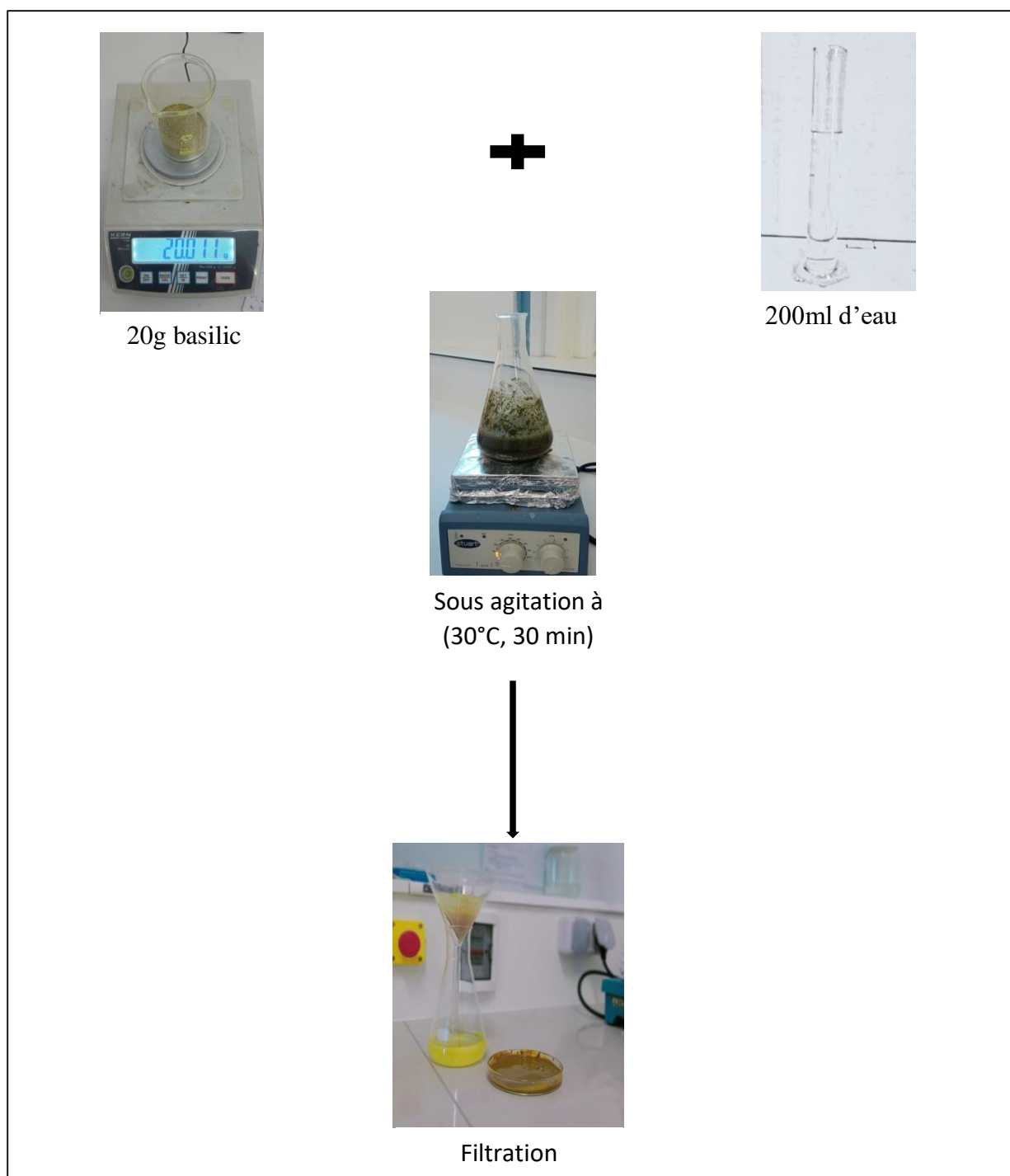


Figure II-5 : procédure expérimentale pour la préparation de l'extrait de *Basilic*.

II.3.2. Biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc

Les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO) ont été synthétisées par une méthode écologique appelée "synthèse verte". Pour ce faire, un extrait aqueux de feuilles de basilic (*Ocimum Basilicum*) a été utilisé comme agent réducteur. En suivant ce protocole détaillé :

- ✓ **Préparation de la solution réductrice** : 90ml d'extrait aqueux de basilic préparé au préalable ont été mis sous agitation pendant 30 minutes à température ambiante.
- ✓ **Ajout du précurseur de zinc** : Une solution de l'acétate de zinc a été ajoutée lentement à la solution réductrice en maintenant une agitation constante. Cette étape permet une dispersion homogène des ions zinc dans la solution.
- ✓ **Réaction de bio-réduction** : La formation de nanoparticules de ZnO s'est traduite par un changement de couleur du mélange et la formation d'un précipité. Ce processus confirme la réduction complète des ions Zn^{2+} en **ZnO**.
- ✓ **Récupération des nanoparticules** : Le mélange réactionnel a été filtré pour séparer les nanoparticules de ZnO du liquide. Ensuite, le filtrat a été séché dans une étuve à 110°C.
- ✓ **Purification** : Les nanoparticules séchées ont été soumises à plusieurs cycles de lavage avec un mélange eau/éthanol (rapport volumique 1:1) pour éliminer les impuretés.
- ✓ **Calcination** : Enfin, les nanoparticules purifiées ont été calcinées dans un four à moufle à 600°C pendant 4 heures. Cette étape permet d'éliminer toute trace de solvant et d'obtenir des nanoparticules de ZnO de couleur blanche pures, prêtes pour des études ultérieures. Tout le procédé de synthèse a été illustré suivant le schéma ci-dessous [3].

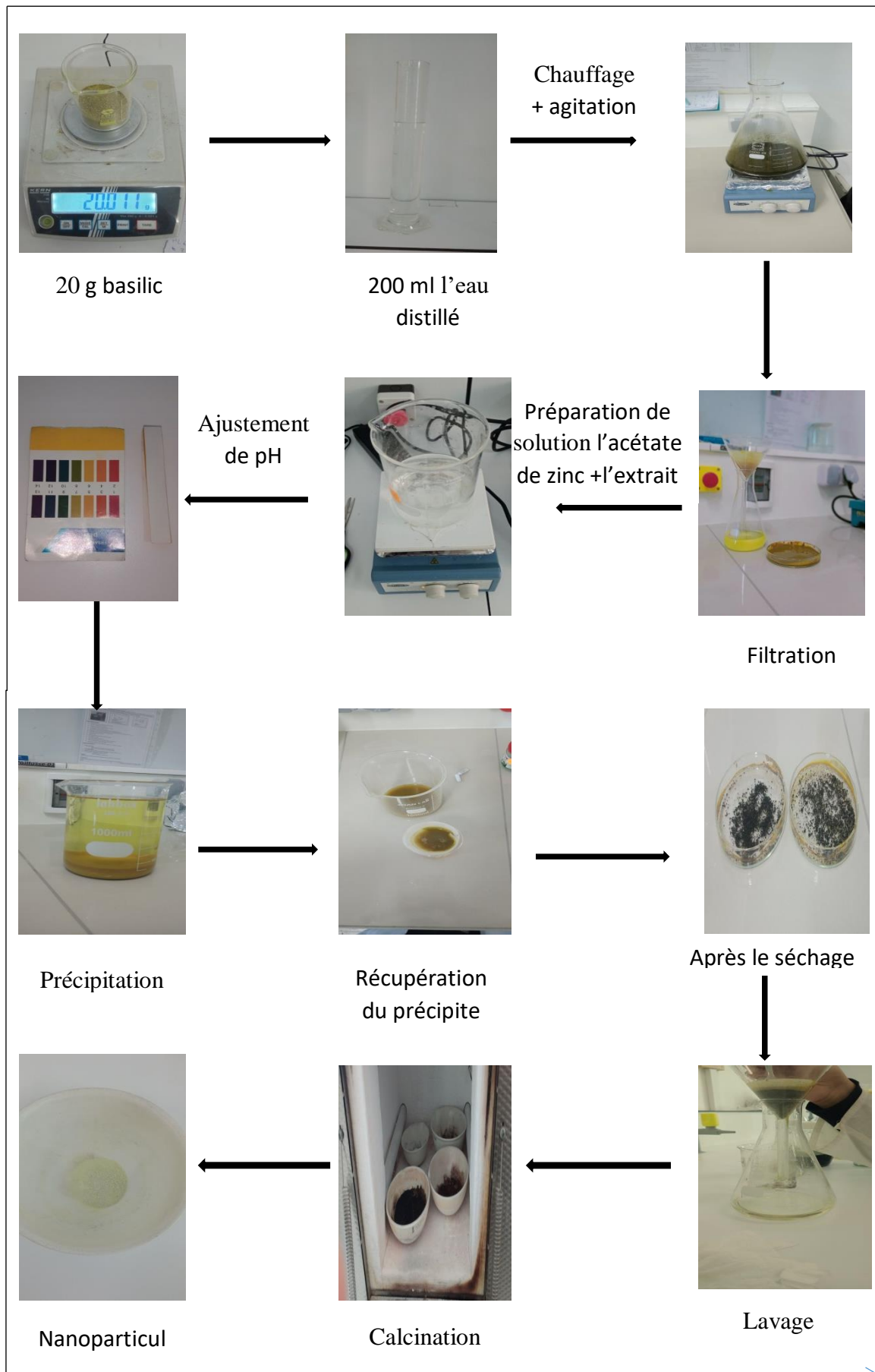


Figure II-6 : Procédure expérimentale pour la production d'oxyde de zinc [3].

II.4. Caractéristique de nanoparticules

Pour la spectroscopie FT-IR nous avons effectués notre analyse au niveau de laboratoire de recherche LIPE, Faculté de génie des procédés.

L'exploration de la structure des matériaux à l'échelle nanométrique, en particulier les semi-conducteurs, s'appuie sur un éventail de techniques sophistiquées. Parmi les plus employées figurent la diffraction des rayons X (DRX) et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Ces outils d'analyse précieux permettent de caractériser et de comprendre en détail les propriétés structurales de ces matériaux de taille minuscule.

II.4.1. Spectroscopie infrarouge à transformer de fourrier (FTIR)

Pour cette étude, un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) de modèle Jasco 4600 a été utilisé. Cet appareil est accessible au sein du Laboratoire de recherche LIPE de la faculté de génie de procédés. Les échantillons de nanoparticules sous forme de poudre et l'extrait aqueux de la plante ont été déposés entre deux plaques. Les spectres infrarouges de ces échantillons ont ensuite été enregistrés sur une large plage de nombres d'ondes, allant de 600 à 4000 cm^{-1} [3].

II.4.2. Diffraction des Rayons X (DRX)

On note que l'analyse par rayons X réaliser au niveau de plateforme-analyse des matériaux ENP-Constantine.

Les poudres obtenues de nanoparticules ont été déposées sur une lame en verre et Analysées par diffraction des rayons X (DRX). Cette analyse a été réalisée à l'aide d'un Diffractomètre de type Expert Prof Panalytical en utilisant un rayonnementka, avec un balayage Dans la plage de 25 à 70 degrés, un pas d'angle de 0.25 degré, un temps de rotation de 16 Secondes, un générateur de tension de 45 kV et un courant du tube de 40 mA [3].

II.4.3. Analyse par UV-Visible

10 mg de la poudre de ZnO NP's a été pesé, et transféré dans une fiole de 10 ml d'eau, en mis la solution dans un bain ultrasons pendant 40 minutes avec la puissance de 60 Watts et de température qui égale 35 °C. Le spectre de nanoparticules d'oxyde de zinc a été déterminer dans l'intervalle UV/V allons de 800 jusqu'à 290 nm[26].

II.5 Etude de l'effet antimicrobien

L'évaluation de l'activité antibactérienne de l'extrait du *Mélisse* et des Nano particules d'oxyde de zinc a été réalisée par la méthode de diffusion en gélose dite méthode de diffusion sur disques. Dans Cette étude on a utilisé 3 souches de référence de type « ATCC : American Type Culture Collection », notamment :

- Pseudomonas ATCC 27853 Gram (-).
- Escherichia coli ATCC 25922 Gram (-)
- Staphylococcus aureus ATCC 25923 Gram (+)[27].

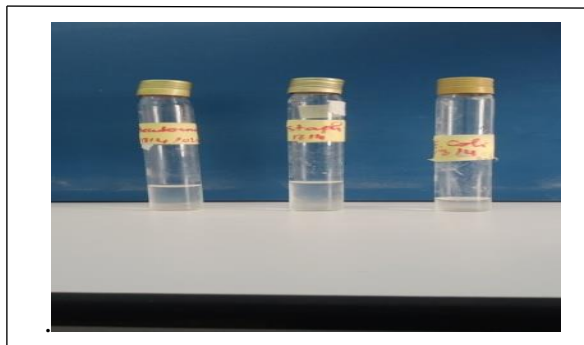


Figure II-7 : les différentes souches utilisées.

II.5.1. Préparation du milieu de culture

- La gélose Mueller Hinton a été stérilisé dans un autoclave, ensuite elle est coulé dans des boîtes de pétri stériles au tour d'un bec Benzène et laissée se solidifier.



Figure II-8 : Préparation du milieu de culture.

II.5.2. Préparation de l'inoculum

Chaque souche bactérienne est prélevée à l'aide d'un écouvillon stérile puis déchargées dans de l'eau salé et agitée pour avoir des suspensions homogène. la densité optique doit être entre 0.08 à 0.1, lue à une longueur d'onde de 625 nm correspondant à 10^9 UFC/ml.

II.5.3. Préparation de l'extrait de la *Mélisse* et des nanoparticules d'oxyde de zinc à tester

A partir d'une solution mère de l'extrait de la *Mélisse* de concentration 0.1mg /10 ml ,3 solutions d'extraits ont été préparé par dilution de l'extrait dans l'éthanol suivants les facteurs de dilutions suivants : 1/2, 1/5, 1/10.

A partir d'une solution mère des nanoparticules d'oxyde de zinc de concentration 0.1mg/10ml, 2 solutions ont été préparé par dilutions des nanoparticules dans l'éthanol suivants les facteurs de dilutions suivants : 1/2 , 1/5 [31].

II.5.4. Ensemencement

Les suspensions bactériennes ont été ensemencées à l'aide des écouvillons stériles sur les boites de pétri contenant la gélose Muller Hinton.

II.5.5. Méthode de diffusion des disques

Stérilisation dans l'autoclave des disques qui ont été préparé à partir d'un papier filtre WHATMAN N° 1 puis ont été déposé sur les boites de pétrie ensemencées (3 disques dans chaque boite de pétri, une pour le blanc qui est l'éthanol et les deux autres pour une même solution). les disques ont été imprégnés à l'aide d'une micropipette avec 10µl de solution .les boites de pétri ont été incubées dans une étuve à 30°C pendant 18h.

L'activité antimicrobienne a été déterminée en mesurant le diamètre de la zone d'inhibition autour de chaque disque selon le **Tableau II-2** [31].

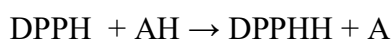
Tableau II-2 : Normes utilisées pour la lecture des résultats du test d'antibiogramme [32].

Degré de Sensibilité du germe	Zone d'inhibition
Insensible (-)	diamètre < 7mm
Sensible (+)	7mm ≤ diamètre < 8mm
Assez sensible (++)	8mm ≤ diamètre < 9mm
Très sensible (+++)	diamètre > 9 mm

II.6. Etude de l'effet antioxydant

- Les antioxydants sont capables de ralentir ou d'inhiber l'oxydation d'un substrat oxydable [41]. Alors l'effet antioxydant de l'extrait de la *Mélisse* est traité à l'aide d'une solution de DPPH.
- Test de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl)

L'activité anti-radicalaire libre du DPPH a été mesurée selon le protocole décrit par Blois, (1958). Le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est un radical libre stable de couleur violette. Lorsqu'il est réduit en 2,2-diphényl-1-picrylhydrazine il change de couleur pour devenir jaune, ce changement de couleur est mesuré par spectroscopie UV-Visible est proportionnel à la capacité antioxydant du composé testé et selon la réaction suivante :



Le DPPH non réduit absorbe à 517 nm, mais lors de la réduction par un antioxydant il ne peut plus absorber la lumière à cette longueur d'onde, ce qui entraîne une diminution de l'absorbance, cette diminution est mesurée et exprimée en pourcentage d'inhibition de la DPPH. Plus le pourcentage d'inhibition est élevé, plus l'activité antioxydant du composé testé est grande [41].

- Dans ce teste, la solution de DPPH est préparée par solubilisation de 0,004 g de DPPH dans 100ml du méthanol au jour de la manipulation .0 ,14ml des extraits à différents concentrations (80 ;100 ;300 ;500 ;700 ;800 ;900 ;1000 ;1200 ;1500(µg /ml) sont ajoutés à 3,5 ml de la solution méthanolique de DPPH. Le mélange réactionnel est laissé à l'obscurité pendant 30 min et l'absorbance est mesurée à 517 nm [33].



Figure II-9 : Les différentes concentrations préparées de l'extrait.

Le protocole est représenté dans le schéma suivant :

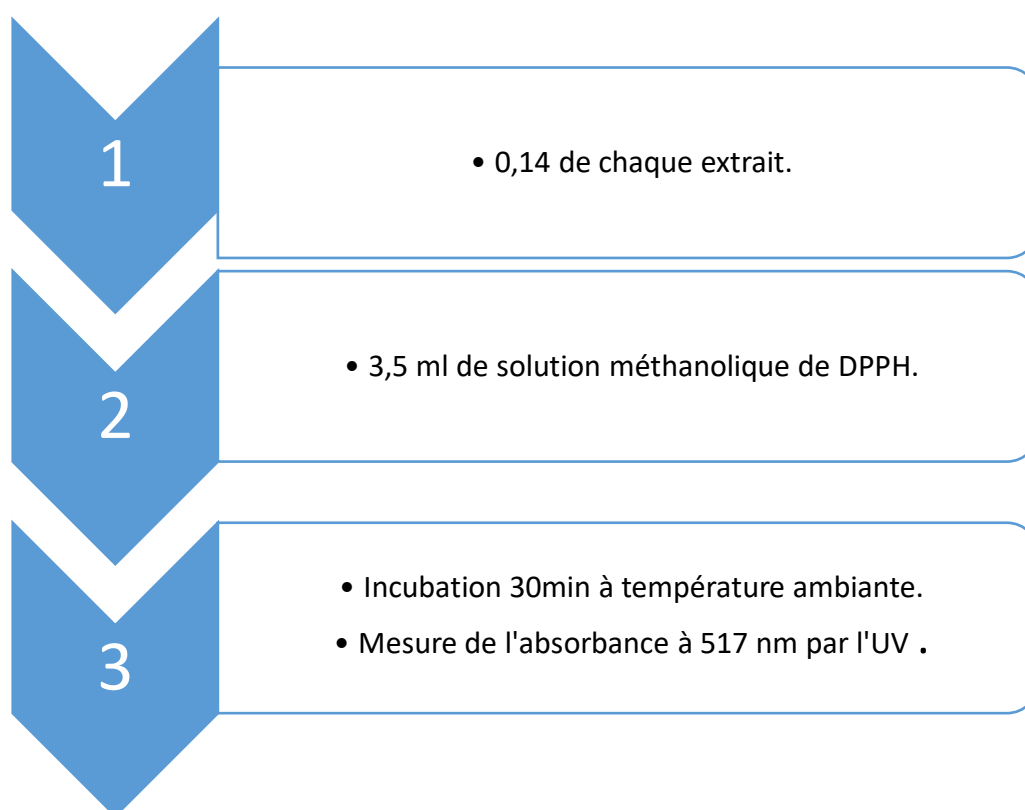


Figure II.10 : Protocole de teste d'activité antioxydant de l'extrait [33].

II.7. Etude de l'effet photo protecteur

Il s'agit de la détermination du pouvoir photo protecteur en déterminant leurs facteurs de protection solaire (SPF), ce dernier est un facteur indiquant la durée et le pourcentage pendant lesquels le produit antisolaires protège les cellules contre les effets nocifs des rayonnements UV. Plus le SPF est élevée, plus l'action de photo-protection est élevée, Comme illustré dans le **tableau II-3**[32].

Tableau II-3 : Catégories de protection affichées sur les produits solaires en fonction des facteurs de protection mesuré, selon la recommandation de la commission Européenne 2006. [32]

Catégorie indiquée	Facteur de protection indiqué	Facteur de protection solaire mesuré
Faible protection	6	6 – 9.9
	10	10 – 14.9
Protection moyenne	15	15 – 19.9
	20	20 – 24.9
	25	25 – 29.9
Haute protection	30	30 – 49.9
	50	50 – 59.9
Très haute protection	50+	≥ 60

II.7.1. Protocole de la préparation des solutions à mesuré

-De l'oxyde de zinc

- 10 mg de l'extrait mou a été pesé, et transféré dans une fiole de 10 ml d'eau, en mis la solution dans un bain ultrasons pendant 40 minutes avec la puissance de 60 Watts et de température qui égale 35 °C.

Les données d'absorption ont été obtenues dans la gamme de 290 nm à 320 nm, tous les 5 mn et 3 déterminations ont été faites à chaque point en utilisant l'éthanol comme un blanc.

-De l'extrait de la *Mélisse*

- la dissolution de 10mg de l'extrait dans 10ml d'éthanol.

-De la crème solaire

De la crème contenant les nanoparticules d'ZnO

- la dissolution de 0.1g de la crème dans 10ml d'éthanol, en mis la solution dans un bain. ultrasons pendant 40 minutes avec la puissance de 60 Watts et de température qui égale 35 °C. En utilisant l'éthanol comme un blanc.

De la crème contenant l'extrait de la *Mélisse*

- la dissolution de 0.1g de la crème dans 10 ml de l'éthanol, en mis la solution dans un bain. ultrasons pendant 15 minutes avec la puissance de 60 Watts et de température qui égale 35 °C. En utilisant l'éthanol comme un blanc.

De la crème contenant la combinaison de nanoparticules d'ZnO et l'extrait de la *Mélisse*

- la dissolution de 0.1g de la crème dans 10 ml de l'éthanol, en mis la solution dans un bain. ultrasons pendant 40 minutes avec la puissance de 60 Watts et de température qui égale 35 °C. En utilisant l'éthanol comme un blanc.

L'absorbance est mesuré après avoir préparé les solutions à tester dans l'intervalle entre 290 et 320 nm chaque 5min .la valeur de l'SPF est calculé à partir de l'équation suivante :

$$\text{SPF (spectrophotométrie)} = \text{CF} \cdot \sum \text{EE}(\lambda) \cdot \text{I}(\lambda) \cdot \text{Abs}(\lambda) \quad [\text{32}]. \quad (\text{II-3})$$

Avec :

CF : facteur de correction =10.

EE : spectre d'effet érythémal.

I : spectre d'intensité solaire.

Abs : absorption du produit de protection solaire.

Les valeurs de(EE.I) sont des constantes déterminées par Sayre et al dans le tableau suivant :

Tableau II-4 : Fonction normale de produit utilisée dans le calcul de l' SPF [32].

Longueur d'onde λ (nm)	$EE(\lambda).I(\lambda)$ (Normes)
290	0.0150
295	0.0817
300	0.2874
305	0.3278
310	0.1864
315	0.0837
320	0.0180
Total	1

II.8. Formulation de la crème solaire à base de l'extrait de la *Mélisse* et les nanoparticules d'oxyde de zinc

II.7.1. Composition de la crème solaire

On a préparés une crème solaire, à base d'une combinaison entre l'extrait de *Mélisse* et les nanoparticules d'oxyde de zinc. Cette crème est composée de deux phases : aqueuse et huileuse, stabilisées par les émulsifiants **span80** et **tween20**, La composition détaillée des deux phases est présentée dans le **Tableau II-5** :

Tableau II-5 : Composition de la crème solaire [3].

Phase	Excipient	Rôle	Quantité (g)
Phase huileuse	Huile d'amande	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Hydratation ✓ Apaisement ✓ Protection de la barrière cutanée ✓ HLB requis = 7 	0,4
	Glycérol	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Effet apaisant ✓ Amélioration de la texture ✓ HLB requis = 5,8 	0,6
	Acide stéarique	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Épaississant ✓ HLB requis = 15 	3
	Span 80	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Mono-oléate de sorbitane ✓ Emulsifiant lipophile ✓ HLB requis = 4,3 	0,32
Phase aqueuse	L'eau distillé	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Excipient de base de la phase aqueuse 	12
	Extrait (Mélisse)	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Protection contre les rayons UV 	0,5
	Oxyde de zinc	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Protection contre les rayons UV ✓ Action non pénétrante de la peau ✓ Activité antioxydante 	0,5
	La gomme arabic	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Agent de viscosité 	2
	Tween 20	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Polysorbate 20 ✓ Emulsifiant hydrophile ✓ HLB requis = 16,5 	0,68

Afin de déterminer les quantités appropriées d'émulsifiants, il faut connaître le **HLB** nécessaire pour la phase huileuse en appliquant l'équation (II-4)

$$\text{HLB requis} = \frac{m_1}{m_{\text{totale}}} \text{HLB}r_1 + \frac{m_2}{m_{\text{totale}}} \text{HLB}r_2 + \frac{m_3}{m_{\text{totale}}} \text{HLB}r_3 \quad (\text{II-4})$$

Avec :

m_1 : masse de l'huile d'amande

m_2 : masse de glycérol

m_3 : masse de l'acide stéarique

$$m_{\text{totale}} = m_1 + m_2 + m_3$$

HLB_{r1} = HLB requis de l'huile d'amande = 7

HLB_{r2} = HLB requis de glycérol = 5,8

HLB_{r3} = HLB requis de l'acide stéarique = 15

L'**HLB requis** sera donc égale à 12,82.

La masse de l'émulsifiante hydrophile « **tween 20** » est déterminée en appliquant l'équation (II-5).

$$m_{\text{tween}} = m_{\text{émulsifiante}} \frac{HLB_{\text{requis}} - HLB_{\text{span}}}{HLB_{\text{tween}} - HLB_{\text{span}}} \quad (\text{II-5})$$

Avec:

$HLB(\text{span } 80) = 4,3$; $HLB(\text{tween } 20) = 16,5$

Donc:

$$m_{\text{tween}} = 1 \times \frac{12,82 - 4,3}{16,5 - 4,3}$$

$$m_{\text{tween}} = 0,68\text{g}$$

La masse de l'émulsifiante lipophile « **span 80** » est déduite en appliquant l'équation (II-5).

$$m_{\text{span}} = m_{\text{émulsifiante}} - m_{\text{tween}} \quad (\text{II-6})$$

Donc :

$$m_{\text{span}} = 1 - 0,68 = 0,32\text{g}$$

$$m_{\text{span}} = 0,32\text{g}$$

II.8.2. Préparation de la crème

a) Préparation de la phase huileuse

La préparation se fait dans un bécher au bain marie comme suit :

- Mélanger à $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ l'huile d'amande, glycérol, l'acide stéarique et span 80 jusqu'à obtenir une phase homogène.

b) Préparation de la phase aqueuse

La préparation se fait comme suit :

- Dans un autre bécher on fait fondre du l'eau, la gomme arabique, tween 20 et l'extrait + oxyde de zinc au bain-marie.

c) Incorporation de la phase huileuse dans la phase aqueuse

Après dissolution complète des deux phases, la phase huileuse est incorporée à la phase aqueuse au même temps et à la même température pour éviter la séparation des deux phases.

Le mélange est maintenu sous agitation (1460rpm) pendant 15 min

La préparation est retirée du bain-marie et maintenue sous agitation (à une vitesse faible pour éviter la cassure de la crème et les inclusions d'aire). Le refroidissement progressif continue jusqu'à température ambiante.

d) Conditionnement

On a stocké la crème dans un endroit frais et dans une boîte stérile et étiquetez-les

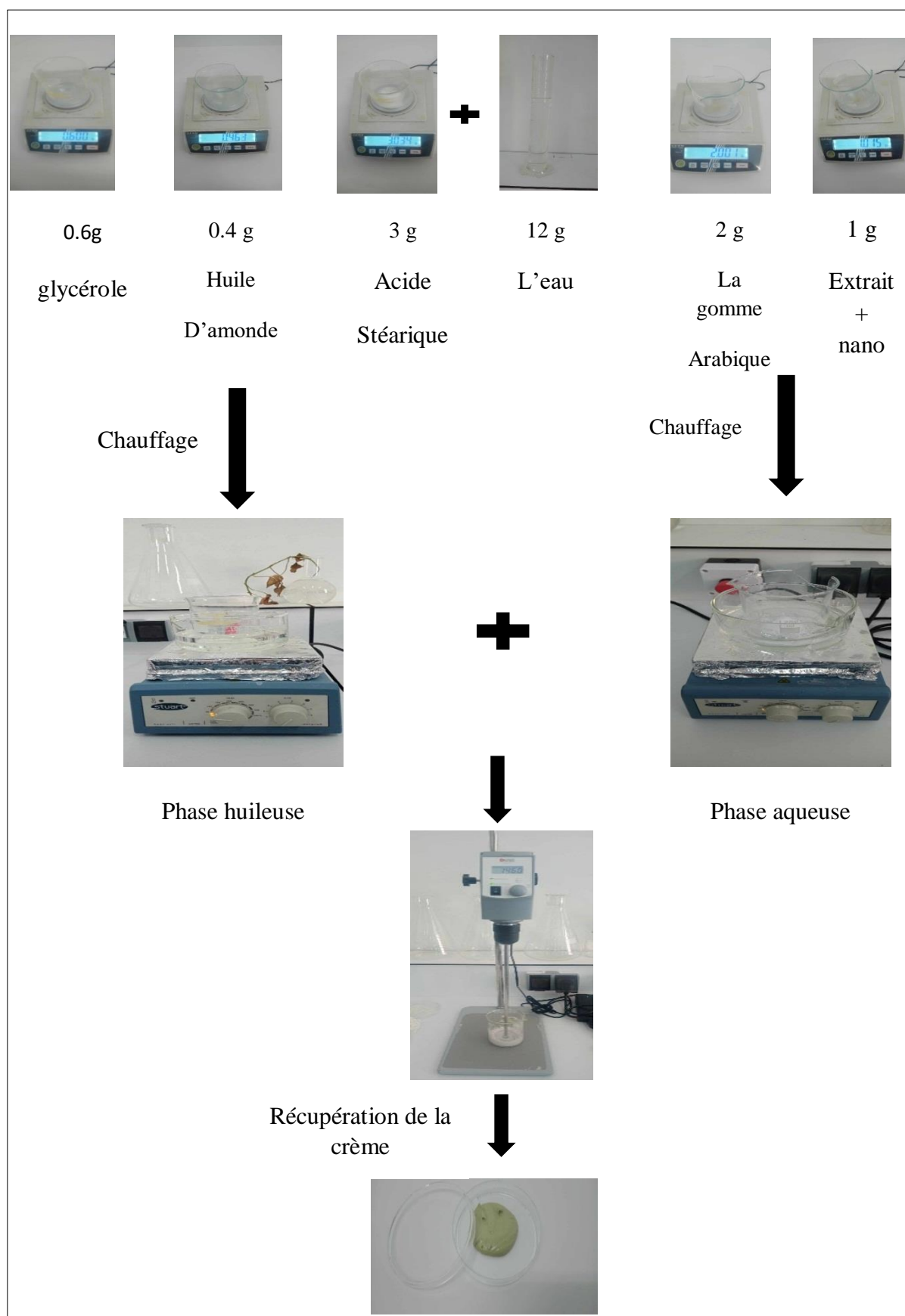


Figure II -11: protocole de la préparation de la crème solaire.

II.8.3. Analyse et contrôle de qualité de la crème

Différents essais sont réalisés afin d'évaluer la qualité de la crème obtenue, à savoir :

➤ **Caractéristique organoleptiques**

La crème a été évaluée en termes d'odeur, de couleur, de texture et d'aspect.

➤ **Mesure du PH**

La valeur du PH est souvent importante pour la conservation, et pour les incompatibilités. Le PH de la crème a été mesuré à température ambiante à l'aide de bandelettes de PH.

➤ **Type d'émulsion**

Il y a différents méthode pour le déterminer. Le contact avec l'émulsion se faisant par la phase externe. D'après l'HLB des émulsifiants, la crème obtenus est de type d'émulsion hydrophile. On a déterminé le type de l'émulsion par la méthode de dilution comme suit :

Mélanger 1g de la crème avec 1g de l'eau distillé, et laisser la préparation sous agitation. Après certain temps, si le mélange obtenu est homogène, la crème préparer est de type hydrophile (H/E), c'est l'inverse pour une émulsion (E/H).

➤ **Mesure de viscosité**

La consistance de la crème est évaluée grâce à viscosimètre. La mesure se fait à une température ambiante et une vitesse de 60 rpm

➤ **Etude de la stabilité de la crème**

Une étude de stabilité accélérée par la sédimentation forcée reprend le principe du teste de bottle mais en utilisant une centrifugeuse pour accélérer la sédimentation.

Les essais ont été faits dans des tubes à centrifuger de hauteur de 2cm à fond rond.

Les vitesses utilisées sont les suivantes :

- 2000rpm
- 4000rpm

Une étude de stabilité accélérée par la sédimentation forcée reprend le principe du teste de bottle mais en utilisant une centrifugeuse pour accélérer la sédimentation.

Le temps de centrifugation est de 5 min pour chaque vitesse.

Chapitre III
Résultat et discussion

III.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Le FTIR offre une fenêtre unique sur les vibrations moléculaires au sein d'un matériau, en permettant l'observation des pics d'absorption et de transmission spécifiques à chaque liaison atomique. La figure illustre cette analyse en présentant les spectres de transmission infrarouge de l'extrait de *Mélisse*, des nanoparticules de ZnO et la combinaison entre les Nanoparticules de ZnO et l'extrait de *Mélisse*, ainsi que des nanoparticules de ZnO synthétisées à partir de l'extrait de basilic, dans la région spectrale allant de 600 à 4000 cm^{-1}

III.1.1. Nanoparticules d'ZnO et la combinaison entre les Nanoparticules de ZnO et l'extrait de *Mélisse*

Les deux spectres FT-IR de Nanoparticules d' ZnO et de Nanoparticules d' ZnO avec *Mélisse* présentés dans la **Figure III-1**, Ces spectres montrent des bandes dans la gamme de 400 à 800 cm^{-1} sont dues à l'étirement de l'oxyde métallique. D'autres bandes sont également susmentionnées confirment la présence de substances phytochimiques phénoliques, flavonoïdes... etc. Prouve le rôle actif de l'extrait des feuilles comme effet de couverture et de stabilisation au cours de cette méthode de biosynthèse[28].

III.1.2. Extrait des feuilles de *Mélisse*

Le spectre FT-IR de l'extrait des feuilles de *Mélisse* est présenté à la **Figure III-1**. La bande large et forte à 3325 cm^{-1} est attribuée aux vibrations d'étirement du groupe -OH lié à l'hydrogène présent dans l'extrait alcoolique et phénolique. Pourcentage de transmittance des pics à 2927 et 2857 cm^{-1} sont dus à l'étirement dans le plan du groupe -CH (sp). de la liaison -CH (sp² et sp³). Alors que les pics de transmittance en pourcentage à 1721 et 1597 et 1515 cm^{-1} correspondent à des vibrations d'étirement du groupe -C=O dans les groupes aldéhydique et amide, respectivement. Le pic à 1453, 1371 cm^{-1} représente les vibrations de flexion du groupe C-H dans les alcanes. Les pics à 1264 cm^{-1} indiquent la vibration d'étirement -C-O de la structure d'aldéhydes, d'acides carboxyliques, d'esters et de lignine et les pics à 1036 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'étirement du groupe -C-O-C dans la structure de la cellulose[29, 30].

Donc, l'analyse par FT-IR de l'extrait aqueux de *Mélisse* a révélé la présence de composés d'alcools, d'aldéhydes, d'acides carboxyliques, d'esters, d'alcanes, d'alcools liés

à l'hydrogène, de phénols et de cellulose qui présentent les principaux composants que l'on peut trouver dans les extraits méthanoïque de *Mélisse*[29, 30].

III.1.3. Extrait des feuilles d'*Ocimum basilicum*

Le spectre FT-IR de l'extrait des feuilles d'*Ocimum basilicum* montre la bande large et forte à $3270,88\text{ cm}^{-1}$ est attribuée aux vibrations d'étirement du groupe -OH lié à l'hydrogène présent dans la fraction fonctionnelle alcoolique et phénolique. Le pic 1634 cm^{-1} indique une vibration d'étirement du groupe -C=O dans le groupe aldéhydique et le groupe amide[31].

La plante employée pour fabriquer les ZnO possède des similarités dans ses spectres d'absorption. La plupart des bandes FT-IR révèlent des groupes fonctionnels caractéristiques des amines, phénols, alcools, flavonoïdes et terpènes présents dans la partie aérienne de cette plante. Cette partie aérienne joue un rôle actif dans la bio-réduction des ZnO synthétisés (voir Tableau III-1).

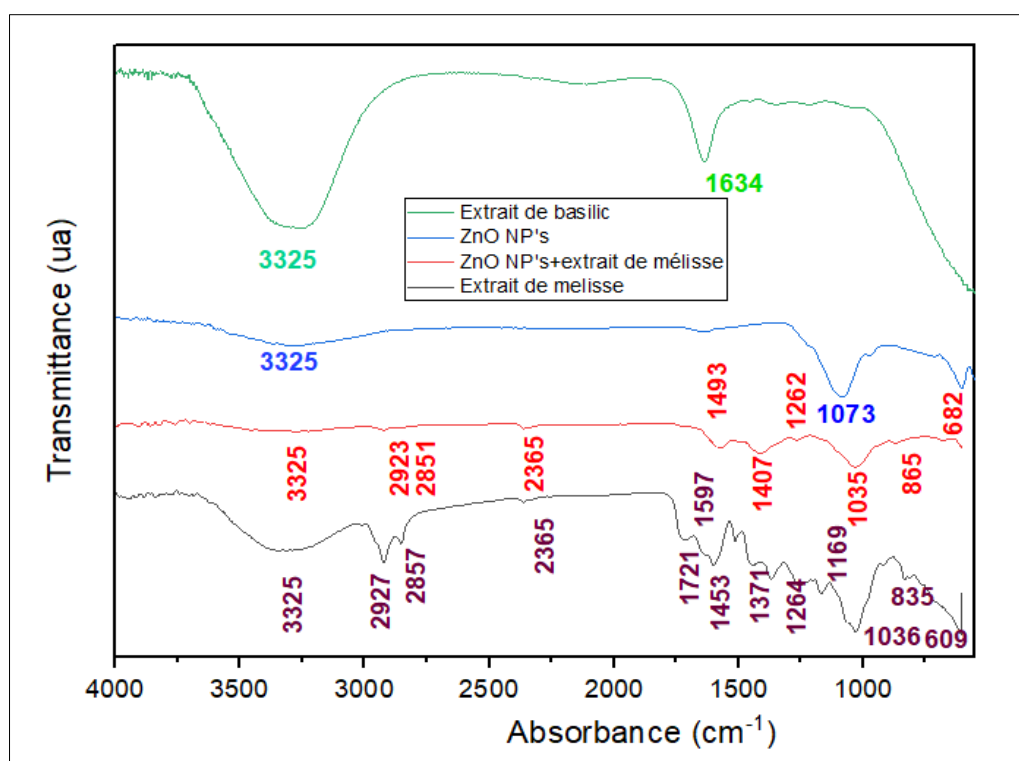


Figure III-1 : spectre infrarouge a transformé de fourrier.

Tableau III-1 : Fréquences de vibration caractéristique en IR.

Éléments	Bandes d'absorbances	Groupement
Oxyde de zinc	682	Zn=O
	865	-
	1035	C-O-C
	1262	C-H
	1407	C-H
	1493	C-H
	1573	-C=O
	2368	-
	2851	-CH
	2923	-CH
3325	-OH	
L'extrait de <i>Mélisse</i>	3320	O-H
	2924	C-H
	1599	C=C
	1372	C-H
	1025	C-N

Mélange ZnO-l'extrait	3277	O-H
	1573	C-C
	1415	C-C
	1026	C-N
L'extrait de <i>Basilic</i>	609	Inconnue
	835	Inconnue
	1036	-C-0-C
	1169	-C-H
	1264	-C-O
	1371	-C-H
	1453	-C-H
	1515	-C=O
	1597	-C=O
	1721	-C=O
	2365	-
	2857	-CH
	2927	-CH
	3315	-CH

III.2. Analyse d'oxyde de Zinc par Diffraction des Rayons X

Stérilisation dans l'autoclave des disques qui ont été préparé à partir d'un papier filtre WHATMAN N° 1 puis ont été déposés sur les boîtes de pétrie ensemencées (3 disques dans chaque boîte de pétri, une pour le blanc qui est l'éthanol et les deux autres pour une même solution). Les disques ont été imprégnés à l'aide d'une micropipette avec 10 µl de solution. Les boîtes de pétri ont été incubées dans une étuve à 30°C pendant 18h. L'activité antimicrobienne a été déterminée en mesurant le diamètre de la zone d'inhibition autour de chaque disque selon le Tableau II-2 [31].

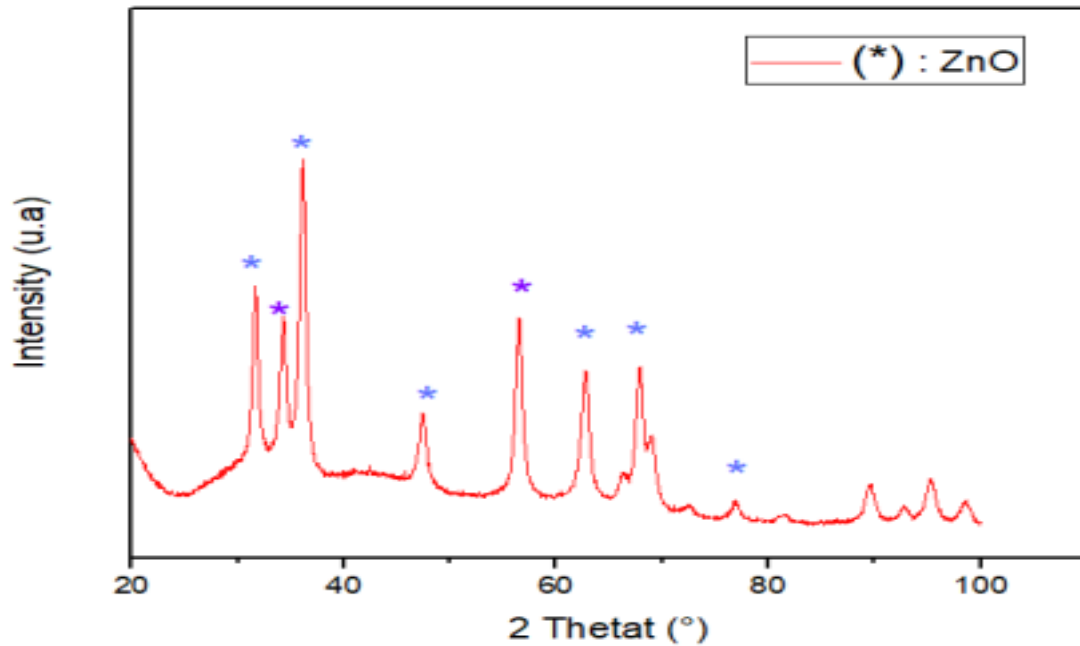
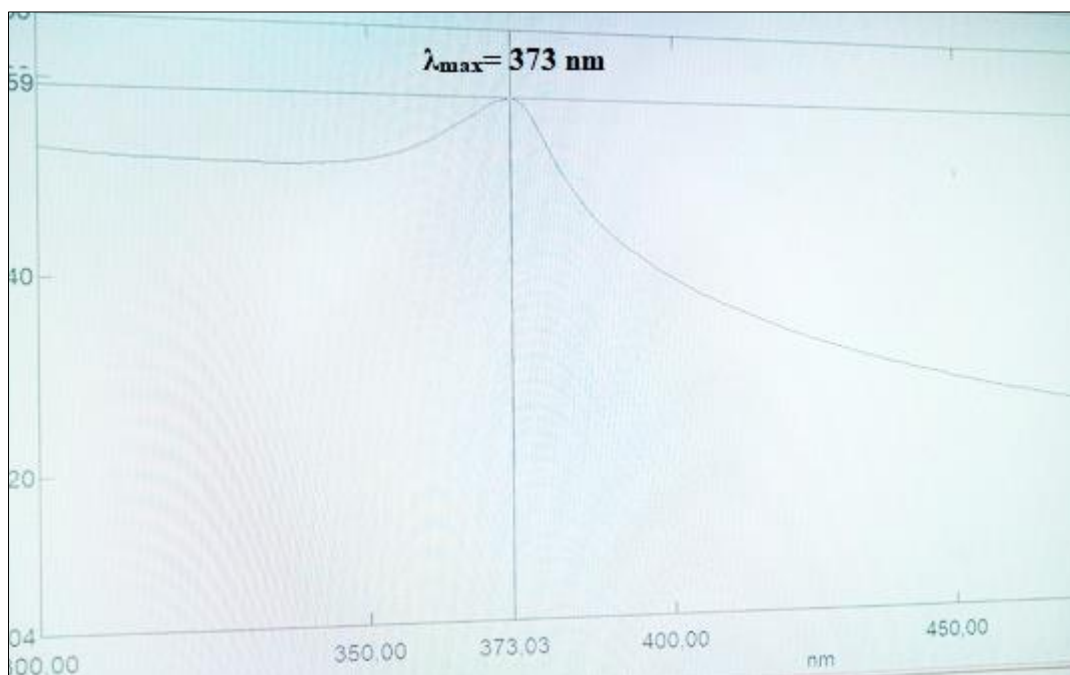


Figure III-2 : spectre de diffraction des rayons X des poudres des nanoparticules.

III.3. Analyse d'oxyde de Zinc par UV-Visible

L'analyse par UV/V se fait au laboratoire de recherche REMED. Faculté de génie des procédés. Le spectre d'absorbance UV-visible des nanoparticules de ZnO dispersées dans l'eau est illustré à la figure ci-dessous. Le spectre d'absorption a été enregistré pour l'échantillon dans la plage de 300 à 500 nm.



Figur III-3 : Spectre d'absorbance par UV/V de Nanoparticules d'oxyde de zinc

Le pic d'absorption centré à $\lambda=378$ nm est le pic caractéristique du Nanoparticule d'oxyde de zinc hexagonal wurtzite. Le pic d'absorption présente un décalage vers le rouge d'environ 8 nm par rapport à celui du ZnO en vrac (365 nm). Ce décalage vers le rouge peut être attribué au développement de niveaux peu profonds à l'intérieur de la bande interdite en raison de la présence d'atomes étrangers dans le réseau (les impuretés d'extrait de *Basilic*) [32, 33].

III.4. Résultats du test antioxydant

III.4.1. Evaluation de l'activité antioxydant de l'extrait des feuilles de *Mélisse* et de nanoparticules d'oxyde de zinc

L'effet antioxydant des extraits a également été étudié. Le pouvoir antioxydant d'un composé définit sa capacité à empêcher l'oxydation d'un autre. L'activité antioxydant de l'extrait des feuilles de *Mélisse* et de nanoparticules d'oxyde de zinc ont été mesurées par le test au DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl). Cette molécule possède un électron non apparié au niveau de son atome d'azote et reste stable sans former de dimère. Ce composé se caractérise par sa coloration bleue et absorbe à 517nm. La recombinaison de ce radical entraîne une décoloration du bleu vers la couleur jaune, donc une absence d'absorption à 517nm

Figure III-4.

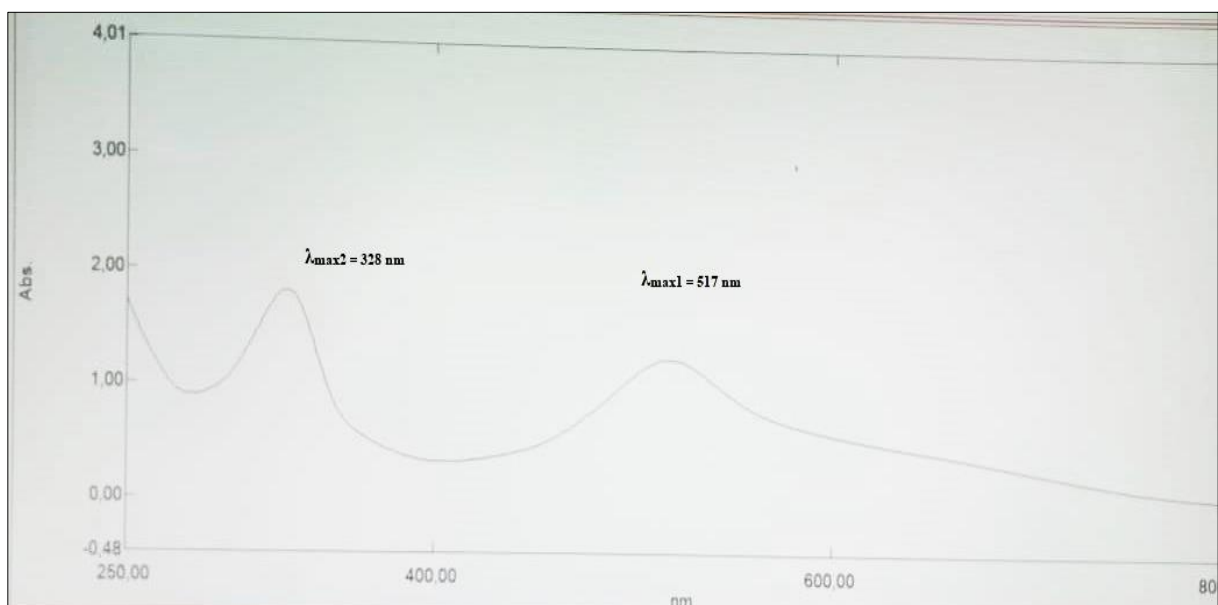


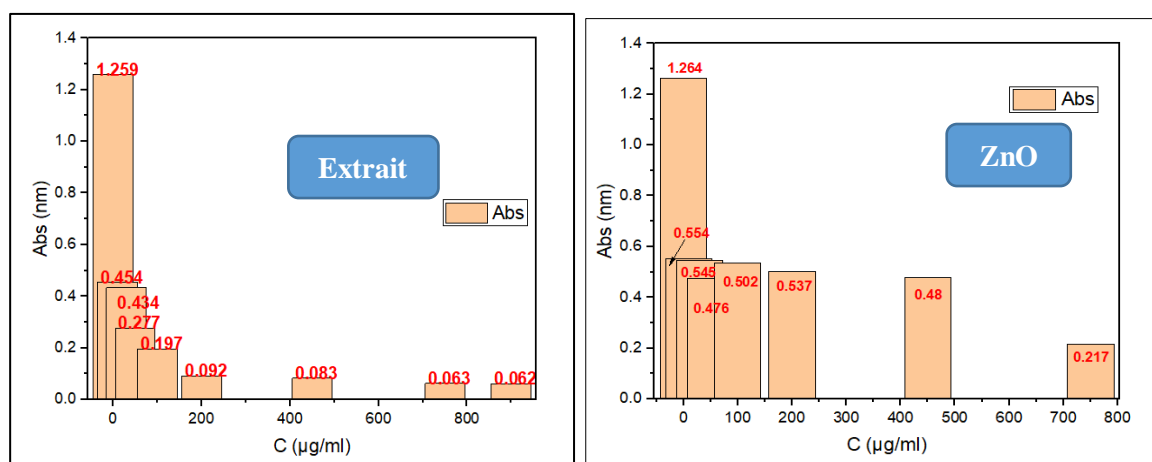
Figure III-4 : Spectre d'absorbance par UV/V de DPPH.

Le spectre du radical DPPH comporte deux bandes spectrales : à $\lambda_{\max}=325$ nm dans la région UV et à $\lambda_{\max}=516$ dans la région visible. Étant donné que presque tous les antioxydants ont des bandes d'absorption dans la région UV qui chevauchent celle du DPPH, c'est le pic visible qui est le plus important pour des raisons pratiques. Le spectre observé est en bon accord avec les données de la littérature[34].

III.4.2. Test antioxydant extrait des feuilles de *Mélisse* et de nanoparticules d'oxyde de zinc

Tableau III-2 : Absorbance et pourcentage d'inhibition d'extrait des feuilles de *Mélisse* et l'oxyde de Zinc.

	Extrait	De	Mélisse	Nanoparticules	d'oxyde	De zinc
N°	C (µg/ml)	Abs (nm)	% d'inhibition	C (µg/ml)	Abs (nm)	% d'inhibition
0	0	1.259	0	0	1.264	0
1	10	0.454	63.94	10	0.554	56.17
2	30	0.434	65.53	30	0.545	56.88
3	50	0.277	78	50	0.476	62.34
4	100	0.197	84.35	100	0.537	57.52
5	200	0.092	92.69	200	0.502	60.28
6	450	0.083	93.41	450	0.480	62.03
7	750	0.063	94.99	750	0.217	82.83



Figur III-5 : Pouvoir antioxydant de l'extrait ethanoique des feuilles de *Mélisse* et ZnO NP's.

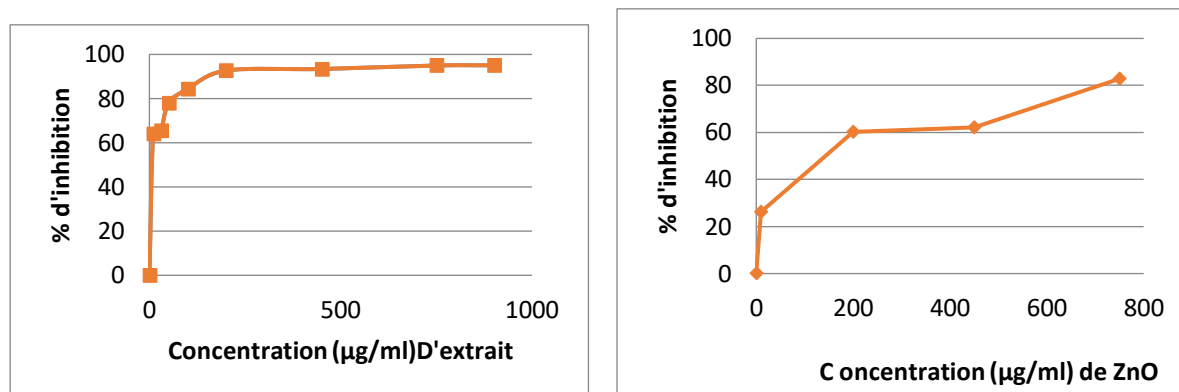


Figure III -6: Pourcentage d'inhibition de DPPH par l'extrait des feuilles de *Mélisse* et ZnO NP's.

D'après la figure III- ci-dessus, on remarquons que l'activité anti-radicalaire est dose-dépendante. En augmentant la concentration d'extrait et de ZnO, l'inhibition augmente.

Détermination des IC50 de l'extrait, ZnO NP's et du standard

L'IC50 est inversement lié à la capacité antioxydante d'un composé, il exprime la quantité d'antioxydant requise pour diminuer la concentration du radical libre de 50 %, plus la valeur d'IC50 est basse plus l'activité antioxydante d'un composé est grande. Nos résultats sont représentés dans la courbe de régression

On a :

$$\begin{cases} Y = 0.063X + 48.265 \\ Y = 0.0521X + 44.406 \end{cases}$$

on mis $Y = 50 = IC_{50}$

On trouve :

$$\begin{cases} IC_{50_{Mélisse}} = 0,0275 \left(\frac{mg}{ml} \right) = 27,539 \left(\frac{\mu g}{ml} \right) \\ IC_{50_{ZnO}} = 0,0107 \left(\frac{mg}{ml} \right) = 10,737 \left(\frac{\mu g}{ml} \right) \end{cases}$$

On comparant avec la valeur de IC50 de l'acide ascorbique qu'est égale à 0.011mg/ml de littérature, nous constatons que l'extrait éthanoïque et ZnO NP's présentent un effet antioxydant très fort vis-à-vis du radical DPPH. La mélisse et ZnO NP's pourraient être donc considérés comme des agents antioxydants dans la prévention de nombreuses maladies neurologiques liées à un stress oxydatif [35].

III.5. Résultats de l'étude de l'activité antimicrobienne

A la fin de l'opération de l'incubation des cultures microbiennes, les zones d'inhibition autour des disques de différentes concentrations de l'extrait de la *Mélisse* et de l'ZnO ont été mesurées et mentionnés dans le **Tableau III-3**.

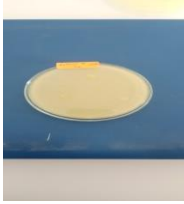




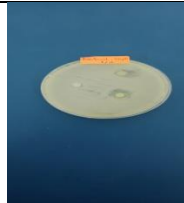
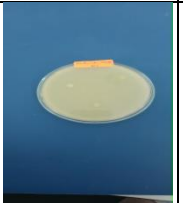
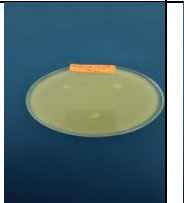
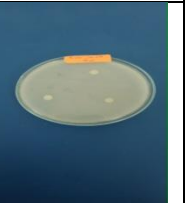
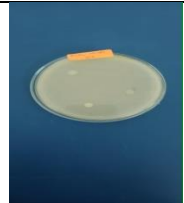

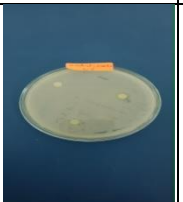
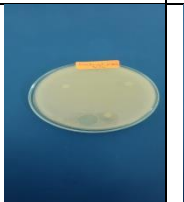


Souche /solution	Extrait 0.005g/ml	Extrait 0.002g/ml	Extrait 0.001g/ml	ZnO 0.005g/ml	ZnO 0.002g/ml
Escherichia coli					
staphylococcs					
pseudomonas					

Figure III-8 : Résultat de la méthode de diffusion des disques des différentes concentrations de l'extrait de la *Mélisse* et d'ZnO.

Tableau III-3 : Résultats de la mesure des diamètres des zones d'inhibition autour des disques de différentes concentrations de l'extrait de la mélisse et d'ZnO.

Les diamètres en (mm) des zones d'inhibition de différentes concentrations d'extrait de <i>Mélisse</i> et de l'ZnO.					
Souche /solution	Extrait 0.005g/ml	Extrait 0.002g/ml	Extrait 0.001g/ml	ZnO 0.005g/ml	ZnO 0.002g/ml
Escherichia coli	6	8	8	8	5
	7	7	8	7	5
staphylococcus	16	8	6	6	7
	15	7	7	6	7
pseudomonas	6	5	5	9	8
	6	6	5	8	8
Après calcul de la moyenne des diamètres					
Escherichia coli	6.5	7.5	8	7.5	5
staphylococcus	15.5	7.5	6.5	6	7
pseudomonas	6	5.5	5	8.5	8

Tableau III-4: Résultats de la sensibilité des souches utilisés aux disques de différentes concentrations de l'extrait de la *Mélisse* et de l'ZnO.

		Degré de sensibilité du germe.	Sensibilité du germe
Escherichia coli	Extrait 0.005g/ml	–	Insensible
	Extrait 0.002g/ml	+	Sensible
	Extrait 0.001g/ml	++	Assez sensible
	ZnO 0.005g/ml	+	Sensible
	ZnO 0.002g/ml	–	Insensible

Staphylococcus	Extrait 0.005g/ml	+++	Très sensible
	Extrait 0.002g/ml	+	Sensible
	Extrait 0.001g/ml	-	Insensible
	ZnO 0.005g/ml	-	Insensible
	ZnO 0.002g/ml	+	sensible
Pseudomonas	Extrait 0.005g/ml	-	Insensible
	Extrait 0.002g/ml	-	Insensible
	Extrait 0.001g/ml	-	Insensible
	ZnO 0.005g/ml	++	Assez sensible
	ZnO 0.002g/ml	++	Assez sensible

- D'après les tableaux III-4 et III-5 et la Figure III-11, L'extrait aqueux de feuilles de la *Mélisse* d'une concentration de 0.005 g/ml, présente une activité antibactérienne importante vis-à-vis la souche bactérienne *Staphylococcus aureus* à gram positif. La zone d'inhibition est de l'ordre de 15.5 mm.
- L'extrait aqueux de Nanoparticule ZnO d'une concentration de 0.005 et 0.002 g/ml, présente une activité antibactérienne importante vis-à-vis la souche bactérienne *Pseudomonas* à gram négatif. La zone d'inhibition est de l'ordre de 8.5 mm et 8 mm successivement.

- L'extrait aqueux de feuilles de la *Mélisse* d'une concentration de 0.001 g/ml, et l'extrait aqueux de Nanoparticule d'ZnO d'une concentration de 0.005 g/ml présentent une activité antibactérienne vis-à-vis la souche bactérienne *Escherichia coli* à gram négatif. La zone d'inhibition est de l'ordre de 7.5mm et 8 mm successivement.
- ❖ De nombreuses études in vitro menées sur le potentiel antibactérien des composés phénoliques les ont confirmés comme agents antimicrobiens contre un grand nombre de microorganismes pathogènes avec des spectres d'activités variables[36].

D'une façon générale, les caractéristiques et la teneur en polyphénols dans les extraits des végétaux dépendent de plusieurs paramètres, la saison de récolte des feuilles et le mode de séchage de ces derniers et la méthode d'extraction et aussi le solvant utiliser[36].

- Selon Cioroi et Dumitriu (2009), la variation de taux de polyphénols varie selon l'environnement de la culture ainsi le stress environnementale.
- Selon Benard (2009) les conditions de la lumière et la température étaient des facteurs déterminant des concentrations en polyphénols.
- Selon Gardeli et al. (2008) les caractéristiques structurelles et les quantités de constituants phénoliques présents dans la matière végétale en cours de récolte ont rapporté que la quantité de composés phénoliques est liée à l'ampleur de leur accumulation au cours de cycle végétatif. Suivant ces résultats, la plus haute accumulation de constituants phénoliques s'est produite au stade de la floraison[36].
- Selon Kouwelton et al. (2021) le mode de séchage influence le phénomène d'extraction des polyphénols, car la modélisation a montré qu'il est significatif au niveau du rendement solide-liquide et de la concentration en polyphénols. Il ressort de l'optimisation que le mode de séchage à l'air libre donne les meilleurs résultats pour le rendement solide liquide et la concentration en polyphénols[36].
- Selon Mahmoudi (2013), l'extraction des composés poly-phénoliques est une étape cruciale pour la valorisation de ces principes actifs, elle dépend de la méthode et du solvant approprié qui préservent leurs propriétés biologiques.

III.6. Résultats de l'activité photo protectrice

La mesure du SPF (Facteur de Protection Solaire) est une méthode utilisée pour déduire l'efficacité de l'extrait de *Mélisse* et les nanoparticules d'oxyde de zinc à absorber les rayonnements solaires (UV). Plus les SPF élevés, plus une protection contre les rayons UV est forte. Les résultats sont illustrés dans les tableaux suivants :

Tableau III-5: Les valeurs de SPF mesurées pour la *Mélisse*.

La <i>Mélisse</i>	Longueur d'onde	EE(λ) I(λ)	Abs	CF* (λ) \times I(λ) \times Abs(λ)
	290	0,015	3.913	0.58695
	295	0,0817	3.913	3.196921
	300	0,2874	3.913	11.245962
	305	0,3278	3.612	11.840136
	310	0,1864	3.913	7.293832
	315	0,0839	3.913	3.283007
	320	0,018	4	0.72
	$\Sigma=1,0002$		$\Sigma=38.166808$	

Tableau III-6: Les valeurs de SPF mesurées pour l'oxyde de zinc.

	Longueur d'onde	EE(λ) I(λ)	Abs	CF* (λ) \times I(λ) \times Abs(λ)
L'oxyde de zinc	290	0,015	0.514	0.0771
	295	0,0817	0.145	0.118465
	300	0,2874	0.503	1.445622
	305	0,3278	0.485	1.58983
	310	0,1864	0.471	0.877944
	315	0,0839	0.474	0.397686
	320	0,018	0.471	0.08478
		$\Sigma=1,0002$		$\Sigma=4.59$

Tableau III-7 : Résultat des facteurs de protection solaire (SPF).

Echantillon	SPF mesuré	SPF indiqué	Catégorie indiquée
Les nanoparticules d'oxyde de zinc	4.59	10	«Faible protection »
Extrait de <i>Melisse</i>	38.166808	30	« Haute protection »
La crème qui contient les nanoparticules d'oxyde de zinc	6.58	10	« Faible protection »
La crème qui contient l'extrait de <i>Mélisse</i>	40	30	« Haute protection »

<p>La crème qui contient les nanoparticules d'oxyde de zinc et l'extrait de <i>Méliste</i></p>	45	30	« Haute protection »
---	----	----	----------------------

On constate que les nanoparticules d'oxyde de zinc ont exercé une « faible protection ». Alors que l'extrait de mélisse permet d'absorber les rayonnements UVB qui est classé dans la catégorie « Haut protection ». On constate également que la crème qui contient juste les nanoparticules d'oxyde de zinc a exercé une faible protection, l'autre crème qui contient l'extrait de *Méliste* a exercé une haute protection. Aussi on remarque que la crème qui est à base de la combinaison entre les nanoparticules d'oxyde de zinc et l'extrait de *Méliste* a un SPF qui dépasse 30. Donc nos résultats obtenus après les calculs qu'on a menés nous donnent une crème solaire de haute protection.

III.7. Résultat de la mesure du PH

- La mesure a montré que le PH de la crème solaire est égal à 5.5 qui correspondent au PH idéal de la peau (visage et corps).

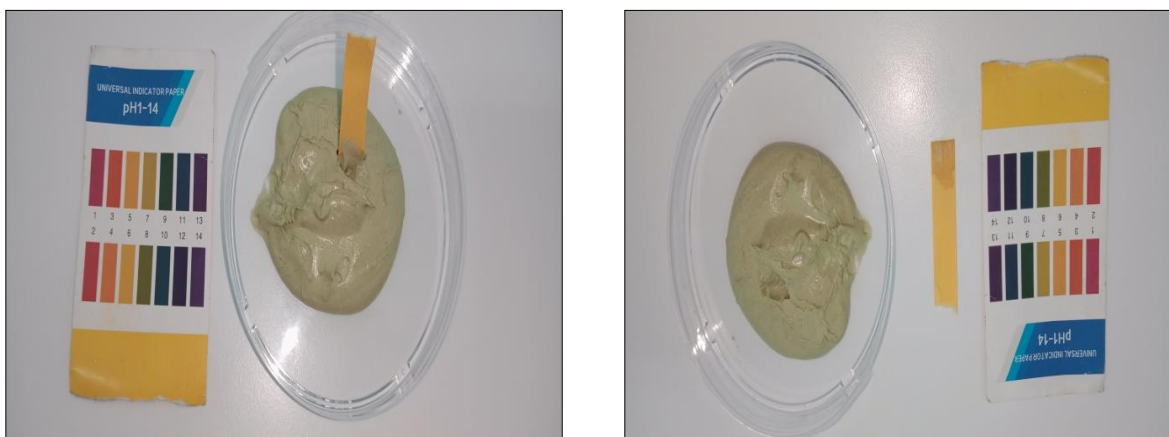


Figure III-9: résultat de la détermination du PH de la crème.

III.8. Résultat de la mesure de la viscosité

- La viscosité a été mesurée à l'aide d'un viscosimètre .les résultats sont mentionnés dans le **Tableau III-8**.

Tableau III-8: Résultats du test de viscosité.

Caractéristique de mesure	Crème1 contenant uniquement les Nanoparticules d'ZnO comme PA.	Crème 2 contenant la combinaison (extrait+Nanoparticules d'ZnO) comme PA.
Vitesse	60 rpm	60 rpm
Viscosité en Pa.s	1.385	97.6
Viscosité en CP	$1.385 \cdot 10^4$	$27 \cdot 10^4$

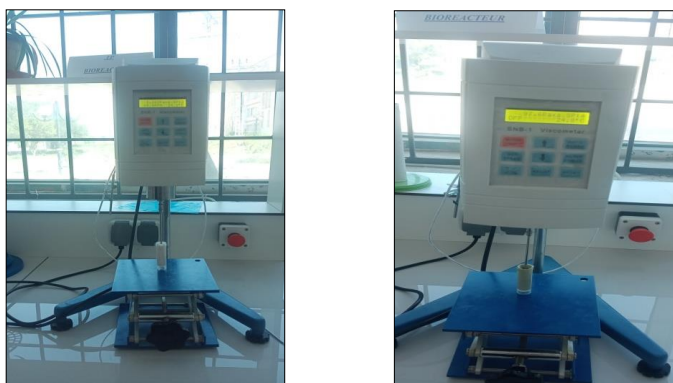


Figure III-10: la mesure de la viscosité de deux crèmes.

D'après une comparaison des résultats de la mesure de la viscosité avec les normes citées dans la littérature, la crème 1 est un peu légère et la crème 2 est un peu épaisse

III.9. Formulation de la crème

Les essais de texture analysent la sensation de la crème sur la peau, mesurant sa douceur, son étalement et son absorption (hydrophile ou lipophile). La stabilité pour vérifier sa résistance à la dégradation. L'efficacité de la crème est testée en mesurant sa capacité à répondre à son objectif principal, qu'il s'agisse d'hydrater, d'apaiser ou de protéger la peau. Enfin, les essais de sécurité garantissent que la crème est exempte d'irritants et d'allergènes potentiels, la rendant adaptée à tous les types de peau.

C'est pour cela en fait 8essais **Figure III-11**.

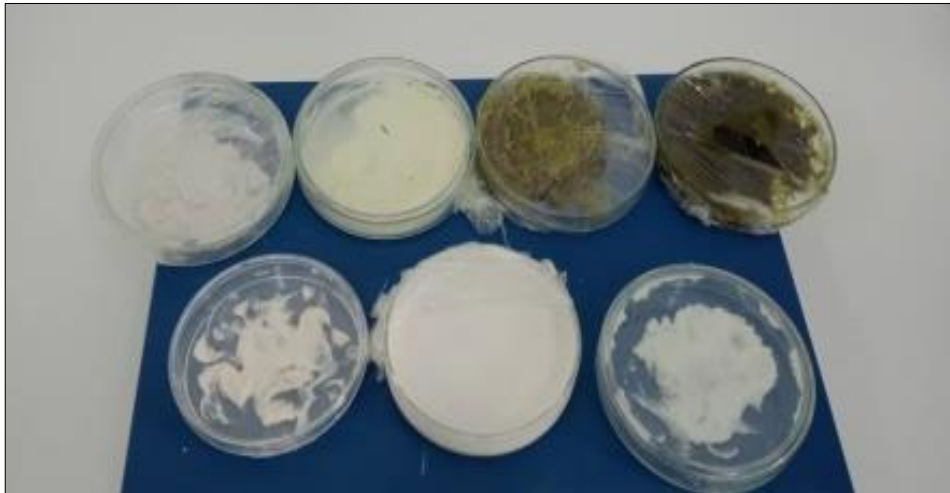


Figure III-11 : les essais des crèmes de différentes textures.

III.10. Résultats de l'étude de stabilité

Ce test consiste à mettre la crème sous l'effet d'une centrifugation. Les résultats sont Présentés dans le **Tableau III-10**.

Tableau III-9 : Résultats de l'effet de centrifugation.

Vitesse de rotation de la centrifugeuse	2000 tours/min t = 5min	4000 tours/min t = 5min
La crème	Stable	Stable

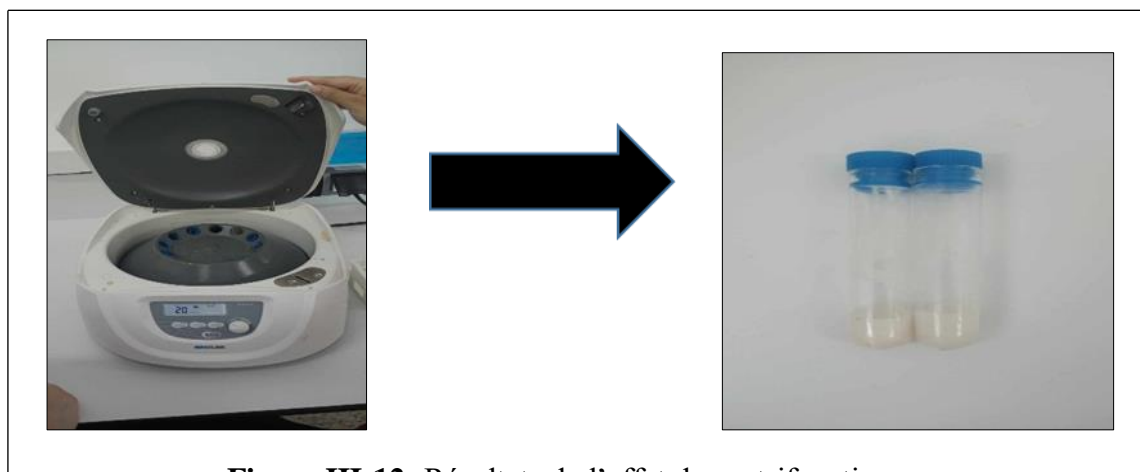


Figure III-12: Résultats de l'effet de centrifugation.

On remarque que ces résultats indiquent que la crème est stable à de vitesse de centrifugation de 2000 tours/min pendant 5 minutes, ce qui suggère une bonne résistance à la séparation et à la sédimentation des composants elle reste homogène .Cependant, à une vitesse de

centrifugation de 4000 tours/min pendant 5 minutes, la crème est pas stable, ce qui signifie qu'il n'y a une séparation des phases ou à la formation de sédiments.

III.11. Résultats de la détermination du type de la crème

Pour confirmer le type de la crème préparée, on a utilisé la méthode de dilution (**Figure -13**)

Après l'ajout de l'eau à la crème et après l'agitation, un mélange homogène a été obtenu

Ce qui indique.



Figure III-13 : Résultat de type de la crème.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

III.12. Résultats de caractère organoleptique

Tableau III-10 : Caractère organoleptique de la crème.

	La couleur	L'odeur	Aspect
La crème	Vert claire	Agréable	Brillant

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette recherche vise à développer une crème solaire à base d'ingrédients dont la majorité est naturels, destinée à une application parapharmaceutique. L'étude s'est concentrée sur l'exploration de la combinaison entre l'extrait de *Mélisse* et les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO). Pour ce faire, une méthode d'extraction conventionnelle, la macération, a été employée pour obtenir l'extrait de *Mélisse*. Les nanoparticules d'ZnO ont été bio synthétisées. Puis une Évaluation des propriétés est faite par étude de L'activité antioxydant des différents échantillons à l'aide de la méthode de DPPH. Leur capacité de protection contre les rayons UV a été déterminée par le test SPF (Sun Protection Factor), Enfin, La formulation de la crème solaire est réalisée à l'aide de la combinaison entre l'extrait de *Mélisse* et les Nanoparticules de ZnO.

Les nanoparticules d'oxyde de zinc et l'extrait de *Mélisse* présentes dans les crèmes solaires ont montré une efficacité antibactérienne notable contre les souches bactériennes testées. Il n'a été observé qu'une concentration plus élevée de nanoparticules conduit à une activité antibactérienne encore plus importante.

L'évaluation de l'activité photo protectrice a révélé que la combinaison entre les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO) et l'extrait de *Mélisse* offre une protection solaire élevée contre les rayons UVB (SPF +30).

Les crèmes solaires formulées respectent les normes requises en matière de pH, de type, d'homogénéité et de stabilité.

Cette recherche a abouti au développement d'une crème solaire à base d'ingrédients dont la majorité est naturels présentant un potentiel prometteur dans le domaine parapharmaceutique. En effet, cette crème offre une protection antioxydant et photo protectrice antibactérienne élevée.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] de Jouvencel, P., les crèmes solaires. *Le MidiFABs*, 2005.4 : p 65-75.
- [2] Sadika MOKRANE, D.Z, incorporation d'une crème biologique avec option de protection solaire à partir de la matière grasse du noyau des dattes.
- [3] Ghellab, A.H., et al., Optimisation des conditions opératoires de la synthèse verte des nanoparticules et nanocomposites de ZnO, CuO et ZnO-CuO. 2023.
- [4] Whitesides, G.M., Nanoscience, nanotechnology, and chemistry. *Small*, 2005. **1**(2): p. 172-179.
- [5] Bontems, V., L'imaginaire des nanotechnologies: nanomonde ou nanocosme? *Etudes*, 2008. **408**(4): p. 484-494.
- [6] Chami, K., et al., Les nanomatériaux manufacturés dans l'environnement professionnel : un aperçu de l'état de l'art. *Archives des Maladies Professionnelles et de l'Environnement*, 2021. **82**(1): p. 51-68.
- [7] Lanone, S. and J. Boczkowski, Les sources de nanoparticules. *Revue Française d'Allergologie*, 2010. **50**(3): p. 211-213.
- [8] Djamel, M.B. and M.A.M. Yacine, MEMOIRE DE FIN D'ETUDE MASTER ACADEMIQUE.
- [9] Rosset, A., Synthèse et caractérisation de nanoparticules catalytiques pour une application en photocatalyse solaire, 2017, Université de Perpignan.
- [10] KHEMISSAT, G. and M. ALLOUNE, Synthèse verte et caractérisation des nanoparticules à l'aide de d'extract de menthe, Université KASDI-MERBAH Ouargla.
- [11] Bouziane, O. and I. Khenfer, Valorisation de l'huiles essentielles de basilic comme bio insecticide, UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA.
- [12] Djafour, A., Mémoire de Fin d'Etudes de MASTER ACADEMIQUE.
- [13] ADDOU, A., et al., MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE.

Références bibliographiques

- [14] Bouhouche, I., N. Ayoun, and S. Abed, Pharmacologie expérimentale de l'activité Thyroïdienne Effet du pissenlit et de la mélisse sur les troubles thyroïdiens induits. 2017.
- [15] Boulfous, M., A. Heloulou, and I. Nàamene, Utilisation des plantes médicinales à activé anti-inflammatoire, 2012, Université de Jijel.
- [16] Rakotovao, L.H. and E. Randrianjohany, Origine et répartition bioécologique des plantes aromatiques de Madagascar. Biogéographie de Madagascar, 1996. **1996**: p. 187-194p.
- [17] ALLOUN, K., Composition Chimique et activités biologiques de métabolites secondaires de *Crithmum maritimum* L., de *Melissa officinalis* L. et de *Thymus pallezens* de Noé et effet de l'irradiation gamma sur les huiles essentielles du thym, 2019.
- [18] Feknous, S., F. Saidi, and R.M. Said, Extraction, caractérisation et identification de quelques métabolites secondaires actifs de la mélisse (*Melissa officinalis* L.). *Nature & Technology*, 2014(11): p. 7.
- [19] Jedidi, S., et al., Ethnopharmacological survey, phytochemical screening and study of antioxidant and antibacterial activities of *Melissa officinalis* L. from northwestern Tunisia. 2023.
- [20] Travel, A., et al., Méthodologies pour choisir et caractériser des extraits de plantes et évaluer leurs activités biologiques sur l'immunité des poulets. Numéro spécial, Rationaliser l'usage des médicaments en élevage. Baéza É., Bareille N., Ducrot C.(Éds). INRAE Prod. Anim, 2022. **35**: p. 369-390.
- [21] Boudiaf, S., et al., Formulation d'un lait a base d'extraits de plant pour des fins cosmetiques. 2023.
- [22] Slimani, S. and M. Ayad, Etude de la stabilité physique d'une emulsion à base d'huile de Soja, 2012, UMMTO.
- [23] Doumeix, O., Les émulsions. Opérations unitaires en génie biologique Scéren CNDPCRDP, 2001.

Références bibliographiques

- [24] Terescenco, D., Evaluation et compréhension de la structure de l'émulsifiant et son impact sur les propriétés physiques, physico-chimiques et sensorielles d'émulsions cosmétiques, 2018, Normandie Université.
- [25] Colbeaux, A., Compatibilisation de mélanges polypropylenes/polyéthylène par extrusion réactive, 2001, Lyon, INSA.
- [26] Bouregaa, Y., N. Hayaoui, and S. Chadli, Étude de stabilité d'émulsion huile/eau d'un beurre alimentaire contenant l'huile de fruit de Pistacia Lentiscus, 2021, UNIVERSITE AHMED DRAIA-ADRAR.
- [27] DERRAS, M.I. and M. BECHLAGHEM, Essais de mise au point de formulation d'une crème cosmétique hydratante anti âge, 2017.
- [28] DERRAS, M,I and M, BECHLAGHEM, Essais de mise au point de formulation d'une crème cosmétique hydratante anti age ,2017.
- [29]Ananna, O.C., K, Bekkouche, and N.Lammari, Formulation d'une crème à base de substances naturelle à des fins thérapeutiques.2023
- [30] Ghellab, A.H., et al., Optimisation des conditions opératoires de la synthèse verte des nanoparticules et nanocomposites de ZnO, CuO et ZnO-CuO. 2023.
- [31] Ladjel Ettoumi , S.and I.Semai, L'effet antimicrobien et antifongique Des extraits du romains 2022
- [32] Boudiaf, S., et al., Formulation d'un lait a base d'extraits de plant pour des fins cosmetiques. 2023
- [33] LAFHAL,samah,FADLOUN,nihel.Et Ude composition phénolique de deux plantes : Tisane et Thé. Mémoire de Master, Université Saleh Boubnider 3, Constantine, 2020.
- [34] Pudukudy, M. and Z.J.J.o.C.S. Yaakob, Facile synthesis of quasi spherical ZnO nanoparticles with excellent photocatalytic activity. Journal of Cluster Science 2015. **26**: p. 1187-1201.

Références bibliographiques

- [35] Yedurkar, S., et al., Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles using ixora coccinea leaf extract—a green approach. *J Open Journal of Synthesis Theory Applications* 2016. **5**(1): p. 1-14.
- [36] Rekaraska, B., et al., Preliminary study on the kinetics of the reaction between antioxidants and test radical—DPPH. *J MATHEMATICS NATURAL SCIENCE* 2013: p. 59.
- [37] <http://didaquest.org/wiki/nanomonde>
- [38] <http://www.nanosmile.org/index.php/fr/precautions/nano-materiaux/nano-/472-l-approche-top-down>
- [39] https://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9lisse_officinale
- [40] <https://i.pinimg.com/736x/97/64/1d/97641dc21de1a28508c29566277ad8da.jpg>
- [41] MAHLOUL, hichem, RAS EL , DJEBL , nour el islem, ZEGHAD, anis. Essais de formulation d'une crème bio , et l'étude de ses activités biologiques .Mémoire de Master, Université Saleh Boubnider 3, Constantine, 2023.
- [42] REMIKI, R., S. DJEBBAR, and R. KERASSA, Étude phytochimique et évaluation in vitro de l'activité antioxydant Evaluation de l'activité antimicrobienne de l'extrait méthanolique de Mélissa officinalis. 2022, Université Larbi Tébéssi-Tébessa. 2012. **18**(7): p. 109.
- [43] Chatterjee, A., et al., Improvement in the light conversion efficiency of silicon solar cell by spin coating of CuO, ZnO nanoparticles and CuO/ZnO mixed metal nanocomposite material. *Journal of the Indian Chemical Society*
- [44] Penchev, P.I., Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions. 2010, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT; Académie bulgare des
- [45] Raison-Peyron, N.J.P.e.d.-a.B., «TOXIDERMIES» CE N'EST PAS TOUJOURS UN MÉDICAMENT. *J Progrès en dermato-allergologie: Besançon*. 2022. **99**(9): p. 100653.

Références bibliographiques

- [46] Moeen, M., et al., Green synthesis, characterization and sorption efficiency of MnO₂ nanoparticles and MnO₂@ waste eggshell nanocomposite. Journal of Taibah University for Science, 2022. **16**(1): p. 1075-1095.



Résumé

Résumer

Les matériaux naturels respectueux de l'homme et de l'environnement ont suscité une grande attention dans le monde entier et sont largement utilisés dans le cadre médical et de cosmétologie. L'objectif de ce travail concerne de formulation d'une crème solaire a base de la combinaisons de synthèse verte des nanoparticules de ZnO ont réalisée par des méthodes écologiques, en utilisant l'extrait des feuille d'Ocimum basilicum comme agent réducteur et stabilisant non toxiques, ainsi que sur l'étude de leur caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) et spectroscopie infrarouge (IR) et l'extrait des feuilles de mélisse obtenus par macération caractérisée par spectroscopie infrarouge (IR). En outre, nous avons abordé

également suivi la crème préparer par différent tests de pH, de viscosité, de stabilité et de l'évaluation de l'activité antibactérienne et la détermination de grandeur SPF pour garantir leur efficacité. Par ailleurs, la combinaison entre les nanoparticules d'oxyde de zinc et l'extrait des feuilles de mélisse excercent un effet antioxydant et photoprotecteur très élevé confirmer par l'effet antibactérienne. Enfin, la crème solaire préparer c'est conforme aux normes.

Mots clés : Nanoparticules, oxyde de zinc, mélisse, macération, SPF, Diffraction des rayons X, Spectroscopie infrarouge, Crème solaire.

Abstrac

Natural materials that are friendly to humans and the environment have attracted great attention worldwide and are widely used in medicinal and cosmetology settings. The objective of this work concerns the formulation of a sunscreen based on the combination of green synthesis of ZnO nanoparticles carried out by ecological methods, using the extract of Ocimum basilicum leaves as a reducing and non-stabilizing agent. Toxic, as well as the study of their characterization by X-ray diffraction (XRD) and infrared spectroscopy (IR) and the extract of lemon balm leaves obtained by maceration characterized by infrared spectroscopy (IR). Furthermore, we discussed also followed the cream prepared by different tests of pH, viscosity, stability and the evaluation of the antibacterial activity and the determination of SPF magnitude to guarantee their effectiveness. Furthermore, the combination between zinc oxide nanoparticles and lemon balm leaf extract exerts a very high antioxidant and photoprotective effect confirm by the antibacterial effect. Finally, the sunscreen prepared complies with standards.

Keywords: Nanoparticles, zinc oxide, lemon balm, maceration, SPF, X-ray diffraction, Infrared spectroscopy, Sun cream.

ملخص

لقد جذبت المواد الطبيعية الصديقة للإنسان والبيئة اهتمامًا كبيرًا في جميع أنحاء العالم وتستخدم على نطاق واسع في المجالات الطبية والتجميلية. الهدف من هذا العمل يتعلق بتركيب واقى من الشمس يعتمد على مزيج من التوليف الأخضر لجسيمات أكسيد الزنك النانوية التي يتم تنفيذها بطرق بيئية، باستخدام مستخلص أوراق الريحان كعامل مختزل وغير سام، (IR) والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء (XRD) بالإضافة إلى الدراسة وتوصيفها بواسطة حيود الأشعة السينية ومستخلص أوراق بلسم الليمون التي تم الحصول عليها عن طريق النقع الذي يتميز بالتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء علاوة على ذلك، ناقشنا كما اتبع الكريم المحضر باختبارات مختلفة للأس الهيدروجيني واللزوجة والثبات وتقييم (IR). لضمان فعاليتها. علاوة على ذلك، فإن الجمع بين جزيئات أكسيد الزنك النانوية SPF النشاط المضاد للبكتيريا وتحديد حجم ومستخلص أوراق بلسم الليمون يوفر تأثيرًا عاليًا جدًا مضادًا للأكسدة وواقياً للضوء. عن طريق التأثير المضاد للبكتيريا. وأخيراً، فإن واقى الشمس المعد يتوافق مع المعايير.

، حيود الأشعة السينية، التحليل الطيفي SPF الكلمات المفتاحية: الجسيمات النانوية، أكسيد الزنك، بلسم الليمون، النقع، للأشعة تحت الحمراء، كريم الشمس

