



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques

Domaine Sciences de l'Ingénieur - Sciences Agronomiques et Environnementales

Mention Industries Agricoles et Alimentaires

Parcours Génie des Procédés et Technologie de Transformation



MÉMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur Agronome de grade de Master

VALORISATION DU SESAME (*Sesamum indicum*) DE MANDRITSARA :
Etude de sa fraction lipidique pour une utilisation en cosmétique



Réalisé par
RASOLOFOMANANA Vonintsoa Malanto
Promotion VAHATRA



2011-2016

Date de soutenance : 16 Août 2016



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques

Domaine Sciences de l'Ingénieur - Sciences Agronomiques et Environnementales

Mention Industries Agricoles et Alimentaires

Parcours Génie des Procédés et Technologie de Transformation



MÉMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur Agronome de grade Master

VALORISATION DU SESAME (*Sesamum indicum*) DE MANDRITSARA:
Etude de sa fraction lipidique pour une utilisation en cosmétique



Réalisé par
RASOLOFOMANANA Vonintsoa Malanto
Promotion VAHATRA



2011-2016

Membres du jury :

- Président du jury : Mme Fanjaniaina FAWBUSH, Maître de conférences
- Examineur : Mme Helga RIM FARASOA, Maître de conférences
- Encadreur professionnel : Mme Felamboahangy RASOARAHONA
- Tuteur : Mme Béatrice RAONIZAFINIMANANA, Professeur Titulaire

Date de soutenance : 16 Août 2016

« ... par la grâce
de Dieu je suis
ce que je
suis... »

1 Corinthiens

15,10

DEDICACES

*Louange et Gloire à Dieu,
Tout Puissant, qui m'a
permis de mener à bien
ce modeste travail.*

*A mes chers parents, en
témoignage pour leur
patience, leur sacrifice et
leur soutien tout au long
de mes études. Que Dieu
leur prête santé.*

*A ma chère sœur et mon
cher frère, en
témoignage de mes
sentiments les meilleurs.
Que Dieu les protège.*

*A toute ma famille et mes
amis: toute ma gratitude.*



Remerciements

L'aboutissement de ce travail de mémoire est lié à des moments durant lesquels diverses contributions m'ont été bénéfiques. Avant d'entrer en matière, je ne saurais oublier les autres acteurs et auxiliaires de la présente œuvre.

Avant tout, je remercie **Dieu Tout Puissant** car « Tout vient de Lui, tout subsiste par Lui et pour Lui » Romains 11,36 bis.

Qu'il me soit permis de remercier plus particulièrement :

- **Docteur Fanjaniaina FAWBUSH**, Maître de Conférence et Responsable de la Mention Industries Agricoles et Alimentaires à l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, qui me fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire. Veuillez accepter le témoignage de mon profond respect.
- **Docteur Helga RIM FARASOA**, Maître de Conférence à la Faculté des Sciences de l'Université d'Antananarivo et Membre de la Comité Scientifique de la Société HOMEOPHARMA, d'avoir consacré du temps dans l'évaluation de ce travail. Vous me faites un grand honneur en acceptant de siéger dans ce jury malgré vos multiples occupations. Soyez assurée de ma grande estime et de ma parfaite reconnaissance.
- **Madame Felamboahangy RASOARAHONA**, Ingénieur de Recherche et Membre de la Comité Scientifique de la Société HOMEOPHARMA, qui a accepté de prendre en charge mon travail. Votre dévouement et votre constante disponibilité tout au long de l'élaboration de ce travail m'a profondément marqué. Soyez assurée de ma vive reconnaissance.
- **Professeur Béatrice RAONIZAFINIMANANA**, Professeur titulaire à l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, pour avoir accepté, malgré ses nombreuses occupations, d'assurer la direction scientifique des recherches pour la préparation de ce mémoire et pour avoir accepté de participer comme membre de jury et rapporteur à l'évaluation de ce travail. Veuillez accepter mes sincères remerciements.

Nous voudrions également remercier :

- **Docteur Jean-Claude RATSIMIVONY**, Président Directeur Général de la société HOMEOPHARMA, pour avoir autorisé mon recrutement au sein de son entreprise ;

- **Monsieur Lalao Roger RANAIVOSON**, Chef du département de Recherches Technologiques au FOFIFA, pour avoir mis à ma disposition les moyens du FOFIFA qui ont été nécessaires à la réalisation de ce travail ;
- **Monsieur Rivo RANDRIANASOLO**, Responsable du parcours chimie biologie du département Chimie Organique de la Faculté des Sciences de l'Université d'Antananarivo, pour son assistance et ses conseils lors de l'étude des activités antioxydantes par le test DPPH ;
- **Tout le personnel et l'équipe du département de recherche et développement de la société HOMEOPHARMA**, pour leur contribution et leurs assistances précieuses ;
- **Tout le personnel du laboratoire de l'ESSA-IAA et du laboratoire des pesticides à Nanisana** pour leur accueil chaleureux, leur aide et leurs précieux conseils ;
- **Tous ceux qui se sont proposés pour les analyses sensorielles ;**
- **Aux camarades étudiants stagiaires à l'HOMEOPHARMA**, pour les fructueux échanges d'idées qui ont contribué à améliorer ce travail ;
- Enfin, à **ma famille, mes parents, ma sœur, mon frère et tous mes amis** pour leur soutien moral.

Que tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce modeste travail, trouvent ici mes sentiments de profonde gratitude et de reconnaissance infinie.

Très cordialement.



Vonintsoa Malanto
RASOLOFOMANANA

SOMMAIRE

DEDICACES	i
REMERCIEMENTS	ii
SOMMAIRE	iv
LISTE DES TABLEAUX.....	v
LISTE DES FIGURES.....	vii
LISTE DES PARTIES EXPERIMENTALES.....	ix
LISTE DES ANNEXES.....	x
LEXIQUE DES ABREVIATIONS	xi
GLOSSAIRE.....	xii
 INTRODUCTION.....	 1
Partie I : CONTEXTE GENERAL DE L'ETUDE	2
1. Présentation de l'étude	2
2. Présentation de la plante <i>Sesamum indicum</i>	7
3. Généralités sur les produits cosmétiques	17
4. Antioxydants et oxydation des produits cosmétiques	20
CONCLUSION PARTIELLE I	24
Partie II : EXTRACTION DE L'HUILE DE SESAME	25
1. Matériels et méthodes	25
2. Résultats et discussions	32
CONCLUSION PARTIELLE II.....	37
Partie III : CARACTERISATION DE L'HUILE DE SESAME	38
1. Matériels et méthodes	38
2. Résultats et discussions	45
CONCLUSION PARTIELLE III.....	53
Partie IV : ESSAI DE VALORISATION DE L'HUILE EN COSMETIQUE.....	54
1. Matériels et méthodes	54
2. Résultats et discussions	64
CONCLUSION PARTIELLE IV.....	76
CONCLUSION GENERALE	77
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	78
PARTIES EXPERIMENTALES	92
ANNEXES	101

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Système de codification des échantillons.....	5
Tableau 2 : Classification systématique de la plante.....	7
Tableau 3 : Energie et principaux éléments minéraux apportés par 100g de graines de sésame sèches	13
Tableau 4 : Classification des produits cosmétiques.....	18
Tableau 5 : Caractéristiques des principaux agents antioxydants en cosmétologie.....	22
Tableau 6 : Teneur en eau des graines de sésame	32
Tableau 7 : Rendement de l'extraction à l'hexane des huiles de sésame.....	32
Tableau 8 : Comparaison de quelques teneurs en huiles de graines de sésame à Madagascar.....	34
Tableau 9 : Comparaison de quelques teneurs en huiles de sésame des graines de sésame dans le monde	35
Tableau 10 : Comparaison des deux procédés d'extraction utilisés.....	36
Tableau 11 : Les différents groupes d'huiles selon leur densité	38
Tableau 12 : Classification des huiles selon leur indice de réfraction	39
Tableau 13 : Conditions opératoires de l'analyse CPG.....	42
Tableau 14 : Propriétés organoleptiques de l'huile de sésame.....	45
Tableau 15 : Caractéristiques physico-chimiques des huiles issues des deux systèmes d'extraction.....	46
Tableau 16 : Composition relative en acides gras de l'huile de sésame	48
Tableau 17 : Teneur en composés polaires des deux échantillons d'huile de sésame	50
Tableau 18 : Résultats de l'étude de la stabilité de l'huile de sésame	51
Tableau 19 : Proportions des différentes notes de parfum	57
Tableau 20 : Caractéristiques physico-chimiques des laits à base d'huile de sésame	64
Tableau 21 : Les différentes compositions de base parfumante proposée	65
Tableau 22 : Résultats de l'épreuve de classement sur les 4 bases parfumantes proposées ...	66
Tableau 23 : Moyennes des notes données par les jurys pour les trois laits	66
Tableau 24 : Résultats des analyses microbiologiques des deux laits.....	68
Tableau 25 : Stabilité à l'oxydation des échantillons à température ambiante	68
Tableau 26 : Stabilité à l'oxydation des échantillons mise à l'étuve	69
Tableau 27 : Résultats du suivi de l'évolution des caractéristiques organoleptiques des deux produits.....	70
Tableau 28 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation et d'exportation de graines de sésame de 2010 à 2015.....	71
Tableau 29 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation de l'huile de sésame à Madagascar de 2010 à 2015	72
Tableau 30 : Coûts sommaires de production de 1 litre de HSp et HSs	74
Tableau 31 : Coût de matières premières et intrants pour la fabrication de 1kg de LHSp	75
Tableau 32 : Coût de matières premières et intrants pour la fabrication de 1kg de LHSs	75
Tableau 33 : Valeurs de F selon la température	95
Tableau 34 : Différentes appellations du sésame dans le monde	103
Tableau 35 : Différents types d'excipients selon leurs états physiques	105

Tableau 36 : Quelques exemples d'actifs cosmétiques	105
Tableau 37 : Additifs et adjuvants dans les produits cosmétiques	106
Tableau 38 : Teneurs en acides aminé essentiels, Ca, P et énergie métabolisable de quelques tourteaux.....	107
Tableau 39 : Acides gras	108
Tableau 40 : Concentrations en parfum selon le produit	112
Tableau 41 : Détails des épreuves de notation sur le lait LHSp.....	117
Tableau 42 : Détails des épreuves de notation sur le lait LHSs	117
Tableau 43 : Détails des épreuves de notation sur le lait témoin LHT	118
Tableau 44 : Evolution des caractéristiques organoleptiques de LHSp durant 6 semaines ...	121
Tableau 45 : Evolution des caractéristiques organoleptiques de LHSs durant 6 semaines....	122

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Les différents produits et services proposés par HOMEOPHARMA	3
Figure 2 : Flow-sheet de recherche	6
Figure 3 : Plants de sésame	8
Figure 4 : Caractéristiques morphologiques de la plante	9
Figure 5 : Evolution de la production mondiale de sésame	10
Figure 6 : Production de sésame par continent	11
Figure 7 : Composition de la graine de sésame	12
Figure 8 : Composition générale d'un produit cosmétique	19
Figure 9 : Mécanisme de réaction d'oxydation	23
Figure 10 : Graines de sésame bigarré	25
Figure 11 : Extracteur Soxhlet	27
Figure 12 : Chauffe-ballon + ballon	28
Figure 13 : Rotavapor	28
Figure 14 : Diagramme du procédé d'extraction par solvant	29
Figure 15 : Presse hydraulique CARVER	30
Figure 16 : Flux des opérations du processus d'obtention d'huile végétale vierge par pressage	31
Figure 17 : Différence de rendement selon le mode d'extraction	33
Figure 18 : Variation du rendement selon la qualité du broyage	33
Figure 19 : Evolution du rendement selon la durée de l'extraction	34
Figure 20 : Sous-produits des extractions	35
Figure 21 : Processus d'extraction liquide-liquide	43
Figure 22 : Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH	44
Figure 23 : HSp (à gauche) et HSs (à droite)	45
Figure 24 : Profil chromatographique des esters méthyliques du sésame pressé à froid	47
Figure 25 : Profil chromatographique des esters méthyliques du sésame extrait par solvant ..	48
Figure 26 : Comparaison du teneur en acides gras de l'huile de sésame à d'autres huiles	49
Figure 27 : Résultat du test antioxydant par le radical DPPH sur CCM	51
Figure 28 : Représentation schématique d'un émulsifiant et son mode d'action	56
Figure 29 : Les différentes notes d'un parfum	57
Figure 30 : Procédé de fabrication du lait corporel	58
Figure 31 : Mélangeur	59
Figure 32 : Mesure de la viscosité par un viscosimètre	60
Figure 33 : Les descripteurs utilisés	62
Figure 34 : Diagramme radar des profils sensoriels des trois types de laits	66
Figure 35 : Représentation graphique par l'ACP des caractéristiques des laits corporels	67
Figure 36 : Résultats des tests d'acceptabilité	67
Figure 37 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation et d'exportation de graines de sésame de 2010 à 2015	71
Figure 38 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation de l'huile de sésame de 2010 à 2015	72

Figure 39 : Evolution en quantité de l'importation des produits cosmétiques de 2010 à 2015	73
Figure 40 : Evolution en valeur de l'importation des produits cosmétiques de 2010 à 2015 ..	74
Figure 41 : Extraction par solvant	93
Figure 42 : Pycnomètre	94
Figure 43 : Appareil CPG utilisé.....	99
Figure 44 : Colonne chromatographique.....	99
Figure 45 : Montage de l'ampoule à décanter.....	100
Figure 46 : Tamisage et broyage	101
Figure 47 : Extraction par solvant et par pression.....	101
Figure 48 : Titration, Injection CPG, Extraction liquide-liquide, Solution de DPPH (de gauche à droite)	101
Figure 49 : Formulation : mise en bain marie + mélange	102
Figure 50 : LHT, LHSp, LHSs (de gauche à droite)	102
Figure 51 : Echantillon de produit formulé avec les témoins	102
Figure 52 : Les solutions	103
Figure 53 : Emulsion	104
Figure 54 : Les dispersions.....	104
Figure 55 : Extraction liquide-liquide	109
Figure 56 : Pyramide olfactive	111
Figure 57 : Exemple d'étiquetage de produits cosmétiques.....	114

LISTE DES PARTIES EXPERIMENTALES

Partie expérimentale 1 : Détermination de la teneur en eau et matières volatiles.....	92
Partie expérimentale 2 : Détermination de la teneur en huile	93
Partie expérimentale 3 : Mesure de la densité.....	94
Partie expérimentale 4: Détermination de l'indice de réfraction	95
Partie expérimentale 5 : Détermination de l'acidité et de l'indice d'acide	96
Partie expérimentale 6: Détermination de l'indice de saponification	97
Partie expérimentale 7: Préparation des esters méthyliques	98
Partie expérimentale 8 : Extraction liquide-liquide.....	100

LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 : Quelques illustrations de l'étude	101
Annexe 2 : Quelques appellations du sésame dans le monde	103
Annexe 3: Les différentes formes cosmétologiques	103
Annexe 4: Classification des excipients selon leurs états physiques	105
Annexe 5: Exemples d'actifs cosmétiques.....	105
Annexe 6: Les additifs et adjuvants dans les produits cosmétiques.....	106
Annexe 7 : Les colorants.....	107
Annexe 8 : Caractéristiques des tourteaux de sésame par rapport à d'autres tourteaux	107
Annexe 9 : Les acides gras.....	108
Annexe 10: Extraction liquide-liquide	109
Annexe 11: Formules de quelques antioxydants trouvés dans le sésame	109
Annexe 12: Les surfactifs.....	110
Annexe 13 : Base parfumante	110
Annexe 14: Conditionnement des produits cosmétiques	113
Annexe 15 : Questionnaires pour l'analyse sensorielle	114
Annexe 16: Détails des épreuves de notation	117
Annexe 17: Résultats des analyses microbiologiques.....	119
Annexe 18 : Détails des résultats de test de stabilité	121

LEXIQUE DES ABREVIATIONS

ACP :	Analyse en Composantes Principales
AFNOR :	Agence Française de NORmalisation
AFSSAPS :	Agence Française de Sécurité Sanitaire des Produits de Santé
AGI :	Acides Gras Insaturés
AGL :	Acides Gras Libres
AGMI :	Acides Gras Monoinsaturés
AGPI :	Acides Gras Polyinsaturés
AGS :	Acides Gras Saturés
BHT :	ButylHydroxyToluène
CAF :	Coût Assurances Frêt
CCM :	Chromatographie sur Couche Mince
CDIA :	Centre de Diffusion pour l'Intensification Agricole
CID:	Centre d'Information et de Documentation
CITE :	Centre d'Information Technique et Economique
CPG :	Chromatographie en Phase gazeuse
CTA :	Centre Technique de Coopération Agricole et Rurale
DPPH :	1, 1' - DiPhényl - 2 - PicrylHydrazyle
EMAG :	Ester Méthylique d'Acide Gras
ESSA :	Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques
FAO :	Food and Agriculture Organization
GTZ :	Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit (Ex GIZ)
HE :	Huile Essentielle
HSp :	Huile de Sésame extraite par pression
HSs :	Huile de Sésame extraite par solvant
HT :	Huile de Tournesol
IAA :	Industries Agricoles et Alimentaires
INSTAT :	Institut National de Statistique
LHSp :	Lait à base d'Huile de Sésame extraite par pression
LHSs :	Lait à base d'Huile de Sésame extraite par solvant
LHT :	Lait à base d'Huile de Tournesol
MetOH :	Méthanol
NF :	Normes Françaises
OMS :	Organisation Mondiale de la Santé
PROTA :	Plant Resources of Tropical Africa
PU :	Prix Unitaire
SPAAA :	Suivi des Politiques Agricoles et Alimentaires en Afrique
TAG :	TriAcylGlycérol
UI :	Unité International
USAID :	United States Agency for International Development
USDA :	United States Department of Agriculture
UV :	UltraViolet

GLOSSAIRE

Acceptabilité : Etat d'un produit reçu favorablement par un individu déterminé ou une population déterminée en fonction de ses propriétés organoleptiques, à un moment donné et dans un contexte déterminé.

Adjuvant: Composant constitué d'une substance destinée à améliorer, à renforcer ou à modifier certaines propriétés du produit auquel il a été incorporé.

Chelater : Provoquer l'apparition d'un chélate qui est une entité moléculaire comportant une chélation (formation ou présence de liaison ou autre force attractive entre un atome central unique et deux ou plusieurs sites liants distincts d'un même ligand).

Conservateurs : Toutes substances qui s'opposent à la dégradation chimique ou biologique d'un produit.

Descripteur : Terme renvoyant le sujet à un élément de la perception du produit. Le descripteur doit avoir des propriétés telles qu'il puisse en être fait une évaluation sur une échelle d'intensité.

Dysenterie : Maladie infectieuse provoquant de violentes coliques et entraînant une déshydratation.

Echantillon : Unité de produit préparée, présentée et évaluée au cours de l'essai.

Emollient : Propriété d'une substance qui relâche et amollit les tissus enflammés.

Emulsion : Mélange constitué par un liquide se trouvant dispersé sous forme de fines gouttelettes (phase dispersée) dans un autre liquide (milieu dispersant). Il existe deux types d'émulsion suivant la nature des phases (H/E = huile dans eau et E/H = eau dans huile).

Etude hédonique : Etude visant à mesurer le caractère plus ou moins plaisant d'un produit. Elle est centrée sur la réaction de type affectif (plaisir, déplaisir, préférence...) d'un groupe de consommateur vis-à-vis d'un ou plusieurs échantillons de produit.

Evaluation sensorielle : Mise en œuvre de techniques qui utilisent les sens humains (audition, goût, olfaction, vision, somesthésie) pour mesurer la qualité sensorielle ou la qualité hédonique d'un produit.

Excipient : Substance neutre représentant la base de toute formulation (gel, lotion, émulsion...), dans laquelle sont introduits les principes actifs pour les rendre plus facilement absorbables.

Formulation : Association d'un ou plusieurs principes actifs avec divers constituants en vue de mettre au point un nouveau produit ou modifier une formule préexistante.

Galénique : La forme galénique d'un produit cosmétique correspond à l'aspect physique final du produit tel qu'il sera présenté au consommateur lors de son utilisation. Il en existe de multiples parmi lesquelles : baume, crème, gel, pâte, poudre, lait, lotion, mousse, hydrolat, stick...

Gonorrhée : Maladie vénérienne infectieuse due au gonocoque.

Huile vierge : Huile végétale issue d'une seule et unique pression à froid, ne subissant aucun traitement et ne contenant pas d'additifs.

Huiles pressées à froid : Huiles obtenues, sans modification, exclusivement par des procédés mécaniques, sans utilisation de procédés thermiques.

Indigène : Originaire de la région où il se trouve.

Insaponifiables : Substances non volatiles, obtenues par extraction, avec un solvant organique, d'une solution de la substance à examiner après saponification d'une huile végétale ou animale.

Moyenne : Somme de tous les résultats divisée par le nombre de résultats.

Nouveau Monde : Locution qui désigne le continent américain, mais aussi une partie de l'Océanie. Il fut employé au XVI^e siècle après la découverte de ces nouvelles régions par les Européens. L'Ancien Monde se réfère à la partie du Monde connue par les Européens depuis l'Antiquité, avant les voyages de Christophe Colomb : l'Europe, l'Asie et l'Afrique.

Oléoprotéagineuse : Graine riche en huile et en protéine.

Laxatif : Qui a la propriété d'évacuer de l'intestin les matières fécales.

Organoleptique : Adjectif qualifiant toute propriété d'un produit perceptible par les organes des sens.

Otalgie : Douleur à l'oreille, généralement interne.

Phlegme : Humeur muqueuse que l'on rejette en crachant.

Produit de synthèse : Produit obtenu par réaction chimique de corps qui peuvent être eux-mêmes issus d'essences naturelles ou d'autres matières sans rapport apparent.

Produit naturel : Produit existant dans la nature, d'origine végétale ou animale.

Profil sensoriel : Description à l'aide de descripteurs des propriétés sensorielles d'un échantillon dans leur ordre de perception avec attribution d'une valeur d'intensité pour chaque propriété.

Qualité sensorielle ou organoleptique : Ensemble des propriétés d'un produit perçues par les organes des sens, liées à la fois au produit et à la perception sensorielle qu'en ont les sujets.

Radical libre : Molécule ou atome ayant un ou plusieurs électrons non appariés, ce qui le rend extrêmement réactif.

Référence : Substance différente du produit soumis à l'essai, utilisée pour définir une caractéristique ou un niveau spécifique d'une caractéristique donnée.

Stimulus : Agent physique ou chimique qui produit spécifiquement la réponse des récepteurs sensoriels externes ou internes.

Sujet expert : Sujet qualifié qui a une excellente acuité sensorielle, qui a été entraîné à l'utilisation des méthodes d'évaluation sensorielle et qui est capable d'effectuer de façon fiable tous les types d'essais.

Sujet naïf : Personne ne répondant à aucun critère particulier, synonyme de consommateur.

Sujet : Toute personne participant à l'épreuve sensorielle.

Synergie : Addition d'effet ou potentialisation de l'action d'une ou plusieurs substances chimiques ou médicamenteuses par association de différents principes actifs.

Tanala, Antaimoro, Antanosy, Antaifasy, Betsimisaraka, Antaimbahoaka, Antandroy : Noms de tribus malgaches.

Taux d'extraction en huile : Rapport de la quantité de l'huile collectée sur la quantité de l'huile disponible dans la matière.

Témoin : Echantillon du produit soumis à l'essai, choisi comme élément de référence, auquel les autres échantillons sont comparés.

Tensioactif : Substance qui stabilise les émulsions (liquides non miscibles entre eux, par exemple eau et huile) ou disperse les corps gras dans l'eau.

Test descriptif : Test dont la finalité est de qualifier ou quantifier une ou plusieurs caractéristiques perçues sur un ou plusieurs produits.

Texture : Ensemble des caractéristiques de l'état solide ou rhéologique d'un produit capable de stimuler les mécanorécepteurs.

Voie parentérale : Voie d'administration de médicament au moyen d'une injection.



Introduction

INTRODUCTION

L'accès à la beauté et au paraître est un élément clef de notre société actuelle. Les individus subissent une pression sociale qui implique de rester toujours en course en affichant un visage, un physique jeune et dynamique le plus longtemps possible. Les clefs d'entrée de ce mieux-être sont depuis peu l'alimentation et l'usage des produits de beauté et de bien-être. Ces derniers sont devenus des produits de consommation courante, utilisés chaque jour en grande quantité, tant par les femmes que par les hommes partout dans le monde.

De ce fait, face à une concurrence sévère, les marques de cosmétique sont toujours à la recherche du plus qui leur donnera la préférence du consommateur. L'industrie cosmétique ne cesse de créer des produits toujours plus performants et plus innovants répondant au mieux aux désirs des consommateurs, qui tendent aujourd'hui à un retour aux produits naturels. Car, force est de constater que depuis les problèmes constatés sur les conservateurs et antioxydants de synthèse et leur effets néfastes sur la santé, les cosmétiques naturels suscitent l'intérêt croissant des consommateurs. A cet effet, les recherches d'alternatives naturelles à ces composants de synthèse sont de plus en plus favorisées.

L'un des principales sources de ces composés naturels est le règne végétal, en particulier les végétaux supérieurs. Ces derniers constituent une richesse naturelle très importante dont la valorisation demande une parfaite connaissance des propriétés à mettre en valeur. C'est dans ce contexte et afin d'apporter notre humble contribution à la valorisation de l'espèce *Sesamum indicum* que nous nous sommes proposés d'étudier avec la société HOMEOPHARMA la problématique suivante : En quoi l'huile de sésame pourrait-elle apporter des innovations aux produits cosmétiques? Le sésame étant une ressource végétale connue principalement en alimentaire, mais dont l'huile est aussi réputée pour ses caractéristiques naturelles bénéfiques en cosmétique.

Dans ce cadre, notre travail s'intéresse principalement à l'étude des propriétés spécifiques naturelles de l'huile de sésame pour pouvoir l'utiliser en cosmétique. En ce sens, l'étude sera divisée en trois grandes parties. La première partie sera consacrée aux généralités sur le sésame et les produits cosmétiques. La seconde partie traitera l'extraction de l'huile. Dans la troisième partie sera explicitée les caractéristiques physico-chimiques de l'huile, sa composition en acide gras ainsi que ses propriétés antioxydantes. Les différentes études technico-économiques pour la valorisation de l'huile en produits cosmétiques seront développées dans la dernière partie.



PARTIE I :
Contexte général de
l'étude

Partie I : CONTEXTE GENERAL DE L'ETUDE

Ce chapitre constitue une synthèse bibliographique des différentes notions abordées tout au long de cette étude. Nous exposerons tout d'abord des généralités sur l'espèce *Sesamum indicum* et les différentes utilisations de ses graines. Ensuite, des généralités sur le domaine de la cosmétique seront décrites. Mais avant, une brève présentation de la société HOMEOPHARMA sera exposée, suivie de la problématique de l'étude, des hypothèses et des démarches de travail.

1. Présentation de l'étude

1.1. L'institut d'accueil : HOMEOPHARMA

1.1.1. Historique et présentation

Créé en 1992, HOMEOPHARMA est une société sise à Antananarivo œuvrant dans la production de produits de santé, de beauté et de bien-être.

La société est constituée d'une équipe pluridisciplinaire composée de pharmaciens, médecins phyto-aromathérapeutes, chimistes, médecins biologistes, ingénieurs agronomes, polytechniciens, psychologue, informaticiens, de masseuses et des centaines de saisonniers.

Elle dispose de centaines d'hectares de plantations et des unités de distillation ainsi qu'une usine de fabrication où se font respectivement la récolte des matières premières et leurs traitements [8].

1.1.2. Les garanties qualités de l'HOMEOHARMA

Chez HOMEOPHARMA, la qualité des produits est rigoureusement suivie depuis la plantation, la conception et la production jusqu'aux produits finis. Les plantes utilisées sont très minutieusement sélectionnées aussi bien sur le plan botanique que sur le plan physico-chimique. La fabrication industrielle de produits cosmétiques est très règlementée et suit des normes de qualité très strictes. Les membres du personnel sont qualifiés et respectent les procédures de réalisation ou de contrôle préétablies. Tout est mis en œuvre pour garantir la sécurité des consommateurs lors de l'utilisation du produit.

La société possède également des laboratoires pharmaceutiques, d'analyses biologiques et de diagnostic médical agréés par le ministère de la Santé. Et en plus d'être certifié BIO par ECOCERT INTERNATIONAL, elle a aussi une certification Label Natiora par RUTGERS UNIVERSITY de l'Etat de New Jersey [7].



1.1.3. Services et produits HOMEOPHARMA

En alliant la tradition et la science, HOMEOPHARMA fournit de nombreux produits, soins et remèdes, entièrement naturels, ainsi que diverses activités contribuant à la santé et au confort de la vie quotidienne de la population. La figure suivante résume ces différentes activités.



Figure 1 : Les différents produits et services proposés par HOMEOPHARMA



1.2. Problématique de l'étude

Par sa composition, les graines de sésame présentent d'innombrables vertus naturelles insoupçonnées. D'où la raison d'être de cette recherche qui consiste à les valoriser. L'huile de sésame étant spécialement réputée pour ses caractéristiques naturelles bénéfiques en cosmétique, c'est pourquoi en partenariat avec l'HOMEOPHARMA, nous nous sommes proposé à travers cette étude de répondre à la question suivante : En quoi l'huile de sésame pourrait-elle apporter des innovations aux produits cosmétiques de l'HOMEOPHARMA face aux problématiques des composants de synthèse de nos jours?

1.3. Hypothèses de travail

Afin d'élucider la problématique, les différentes parties adoptées durant l'étude sont à l'issue des réponses des questions suivantes :

- Comment obtenir l'huile de sésame ?
- Quelles sont les principales caractéristiques de cette huile ?
- Quels ingrédients l'huile de sésame peut-elle fournir aux produits cosmétiques ?
- Son utilisation est-elle rentable pour la formulation des produits cosmétiques?

1.4. Buts et objectifs

Le but principal du travail est de valoriser les graines de sésame en huile pour une fabrication de produits cosmétiques naturels répondant aux objectifs de la société HOMEOPHARMA. Pour atteindre cet objectif principal, les objectifs spécifiques suivants y ont été affiliés:

- Evaluer la situation actuelle de la filière sésame : sa production, la composition des graines et ses différentes utilisations,
- Mettre au point des procédés d'extraction de l'huile de sésame,
- Etudier les caractéristiques de l'huile,
- Mettre au point une technologie de fabrication de produit cosmétique à partir de l'huile de sésame,
- Evaluer les caractéristiques, la qualité et la stabilité des produits.

1.5. Démarche du travail

Pour mener à bien cette recherche, nous avons approfondi nos connaissances en se documentant sur le sujet. Cette étape consiste à consulter différents sites internet et centres de documentations (CID, Bibliothèque Universitaire, CITE Ambatonakanga, INSTAT) afin de



rassembler des données sur la disponibilité des matières premières, les technologies d'extraction de l'huile et de conception des produits cosmétiques.

En parallèle, diverses expérimentations ont été effectuées telle l'extraction et la caractérisation de l'huile au niveau du laboratoire de l'IAA à l'ESSA. La formulation des produits et les différentes analyses afin de garantir leurs qualités ont été effectuées au laboratoire de recherche et développement de la société HOMEOPHARMA.

Puis, les données ont été synthétisées en vue de rédiger le rapport final. Nous avons eu recours aux logiciels EXCEL et XLSTAT qui ont permis de regrouper et classer les données pour une meilleure compréhension et interprétation des résultats.

Tout au long de l'étude, des codes ont été attribués (Cf. Tableau 1) aux différents échantillons étudiés pour faciliter le traitement des résultats.

Tableau 1 : Système de codification des échantillons

Codes	Echantillons
HSs	Huile de sésame extraite par solvant
HSp	Huile de sésame extraite par pression
HT	Huile de tournesol
LHSs	Lait à base d'huile de sésame extraite par solvant
LHSp	Lait à base d'huile de sésame extraite par pression
LHT	Lait à base d'huile de tournesol

1.6. Diagramme de recherche

Afin de mener à bien cette recherche, le flow-sheet suivant a été adopté :



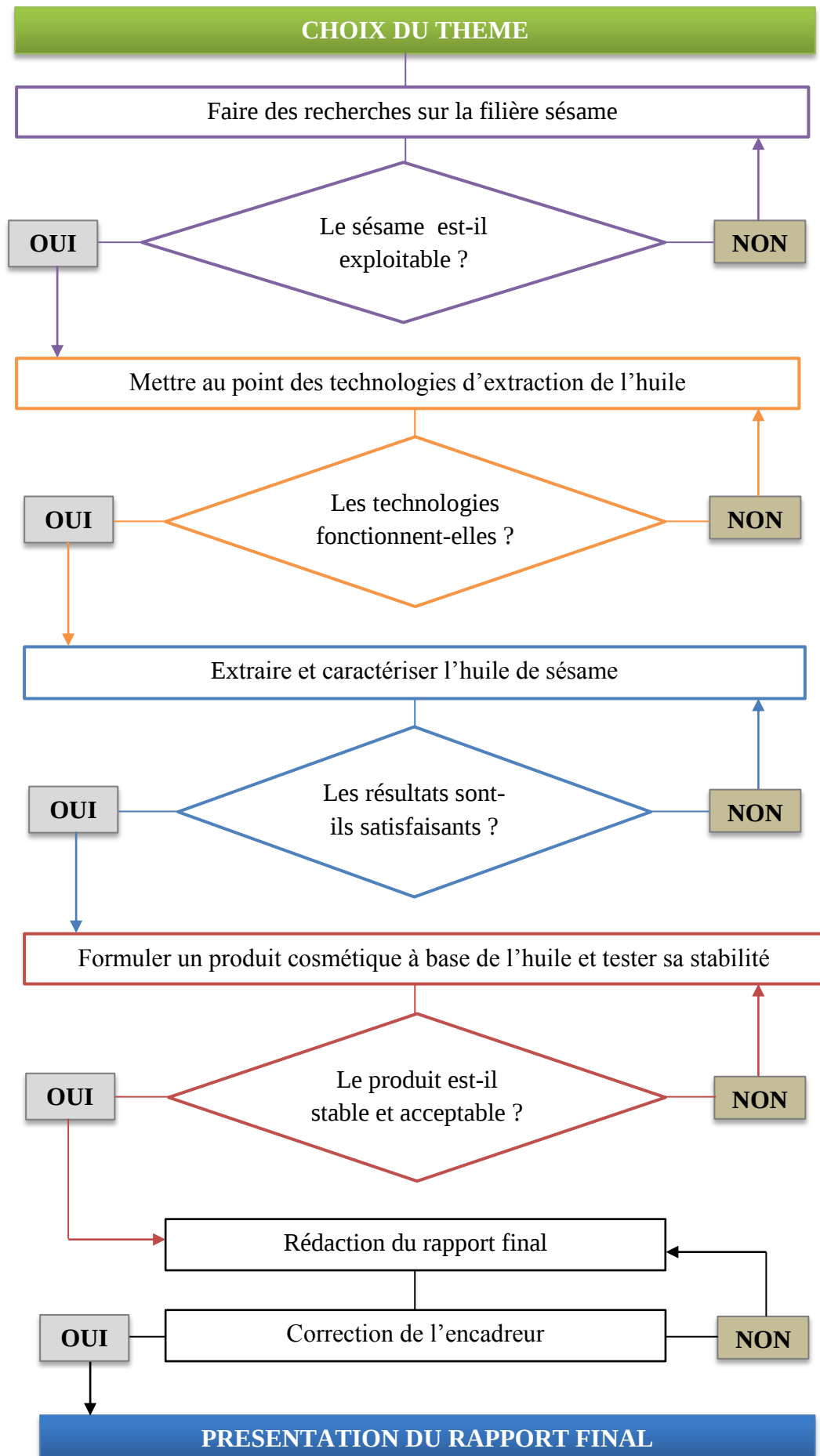


Figure 2 : Flow-sheet de recherche



2. Présentation de la plante *Sesamum indicum*

2.1. Généralités sur la plante

2.1.1. Historique et origine de la plante

Le sésame est parmi les espèces oléoprotéagineuses les plus anciennement connues et utilisées par l'homme [31]. Originaire d'Afrique, il a d'abord été domestiqué en Inde où il s'est différencié en un grand nombre de variétés.

Comme beaucoup d'autres plantes, le sésame a été introduit dans le Nouveau Monde au début du commerce des esclaves. Aujourd'hui, il est largement naturalisé dans les régions tropicales du monde entier. Il est cultivé dans les zones chaudes et moyennement humides du monde et est produite presque sur tous les continents [25].

2.1.2. Systématique

Le sésame appartient à la famille des Pédaliacées qui regroupe des plantes dicotylédones. La famille compte 16 genres et 60 espèces dont la plus connue est le *Sesamum indicum* [31]. Comme toutes plantes cultivées, il existe de très nombreuses variétés de sésame pouvant se différencier par leurs dimensions, leur forme, leur type de croissance, la couleur des fleurs, la grandeur, la couleur et la composition des graines [72]. Le tableau suivant enregistre la systématique du sésame.

Tableau 2 : Classification systématique de la plante [10]

Règne :	Végétal
Embranchement :	Spermaphytes
Division :	Magnoliophytes
Classe :	Dicotylédones
Sous-classe :	Astéridées
Ordre :	Scrophulariales
Famille :	Pédaliacées
Genre :	<i>Sesamum</i>
Espèce :	<i>Indicum</i>



2.1.3. Dénomination

Le mot sésame désigne généralement le nom commun du genre *Sesamum* de la famille des Pédaliacées mais il s'applique surtout principalement à l'espèce *Sesamum indicum*.

Les graines de sésame sont connues sous le nom de *simsim*, *benne*, *beniseed*, *gingelly*, *gingili* ou encore *til* dans d'autres pays [3] [49] [96] (Cf. Annexe 2). A Madagascar, il est connu sous plusieurs noms dont le:

- *voahazo* pour les *Tanala* et *Antaimoro*
- *voaho* pour les *Antainosy* et *Antaifasy*
- *voamaho* pour les *Betsimisaraka*, *Antambahoaka*, *Antandroy* [9]

2.1.4. Morphologie

Le *Sesamum indicum* est une petite plante annuelle de hauteur variée entre 60 et 200 cm selon les variétés [25]. Les figures suivantes montrent la plante du sésame.



Figure 3 : Plants de sésame [10] [84]

Les caractéristiques morphologiques de la plante sont résumées dans la figure 4 suivante.



	Graines couleur : blanc crème à presque noires , poids moyen de 100 graines: 2 à 4 g
	Fruits capsule allongée de 1 à 3cm, déhiscence à partir du sommet, constitué chacun de 2 à 4 lobes où les graines de sésame sont logées
	Fleurs en forme de cloche, de couleur blanche, jaune, rose, pourpre ou blanche violacée, se forment à l'aisselle des feuilles supérieures
	Feuilles simples et lancéolés (4 à 7cm) avec des pétioles courts au sommet, plus ou moins lobées et irrégulièrement dentelées (10-15cm) ailleurs , de formes variables d'une variété à l'autre
	Tige section carrée, longitudinalement cannelée, couleur verte (rarement pourpre), jusqu'à 2m de hauteur, diamètre basal de 1 à 3 cm, peut être glabre, veloutée ou poilue
	Racine type mixte : pivot à croissance initiale rapide (jusqu'à 90 cm) avec un réseau dense de racines superficielles peu développées

Figure 4 : Caractéristiques morphologiques de la plante

2.1.5. Exigences écologiques et climatiques

Le sésame est une culture des régions tropicales et subtropicales. De cycle végétatif court (75 à 135 jours) et résistante à la sécheresse, il peut croître dans des zones avec des pluviosités annuelles de 200 à 500 mm pendant sa période de croissance. La culture a par contre besoin de temps sec pendant la période de maturité [72].

Pour bien produire, il requiert 20°C de moyenne comme température optimale. Les températures basses (inférieures à 18°C) retardent sa croissance, entraînent l'abscission de ses fleurs et une stérilité de ses pollen tandis que les températures élevées (40°C) affectent la fécondation en réduisant le nombre de capsules.



En ce qui concerne les exigences édaphiques, la culture de sésame peut se pratiquer sur tous les sols en dehors des sols inondables [46]. Toutefois, il exprime bien ses potentialités sur des sols riches, légers, profonds, ou peu sableux [84].

2.2. Production

2.2.1. Production mondiale

Le sésame figure parmi les graines les plus anciennement cultivées dans le monde [66]. Passée de 3 469 093 de tonnes en 2004 à 5 469 024 en 2014, la production mondiale des graines a presque doublé en dix ans grâce à l'essor mondial de la demande en huile.

Toutefois, par rapport à d'autres plantes oléagineuses, la production du *Sesamum indicum* dans le monde reste encore très restreinte. Les pays asiatiques dont particulièrement le Myanmar, l'Inde et la Chine, ont été depuis toujours les plus gros producteurs mondiaux de graines de sésame. Mais depuis peu de temps, ils ont été devancés par les pays d'Afrique qui ont vu leur production augmenter en masse depuis l'année 2012. Plusieurs variétés sont produites : le sésame blanc (essentiellement destiné à l'exportation), le sésame bigarré et le sésame de couleur crème [46]. L'évolution de la production mondiale des graines de sésame est montrée par la courbe de la figure suivante.

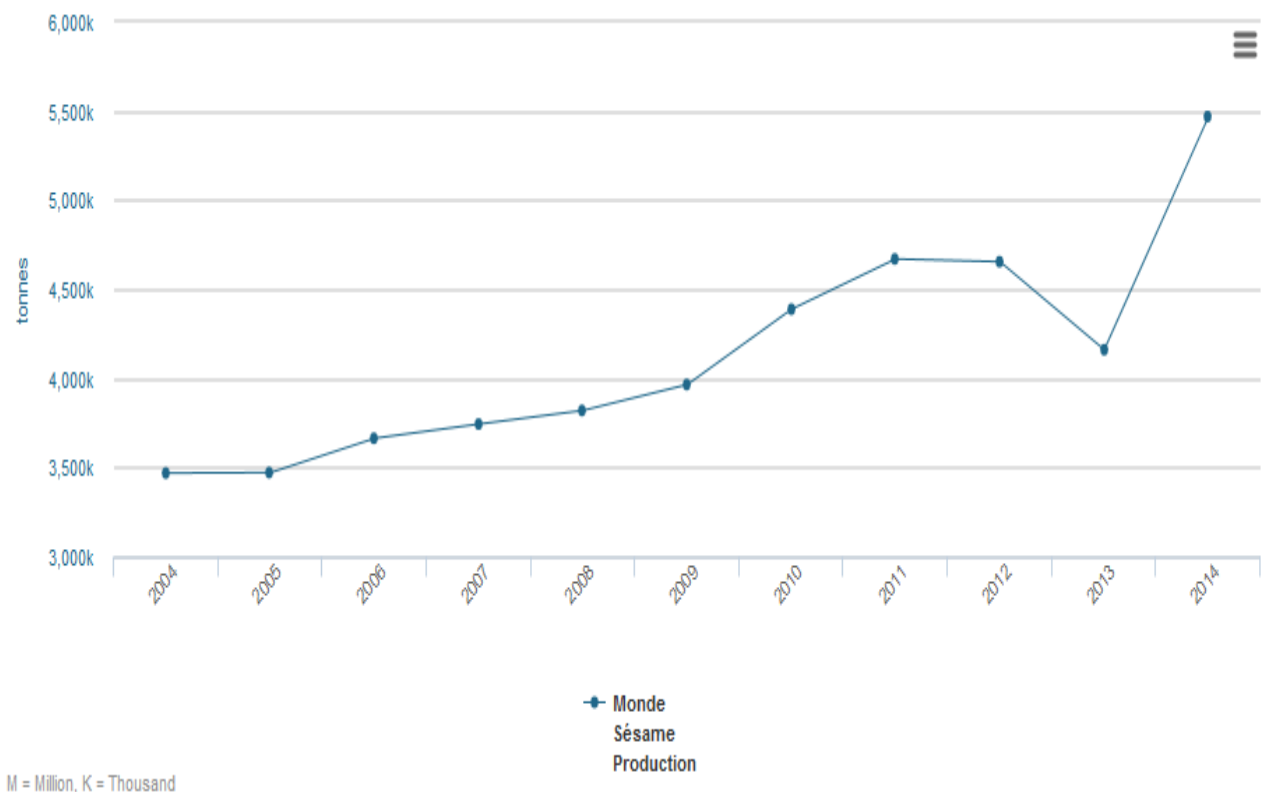


Figure 5 : Evolution de la production mondiale de sésame (FAOSTAT, 2016)



La production par continent est confirmée par l'histogramme de la figure suivante :

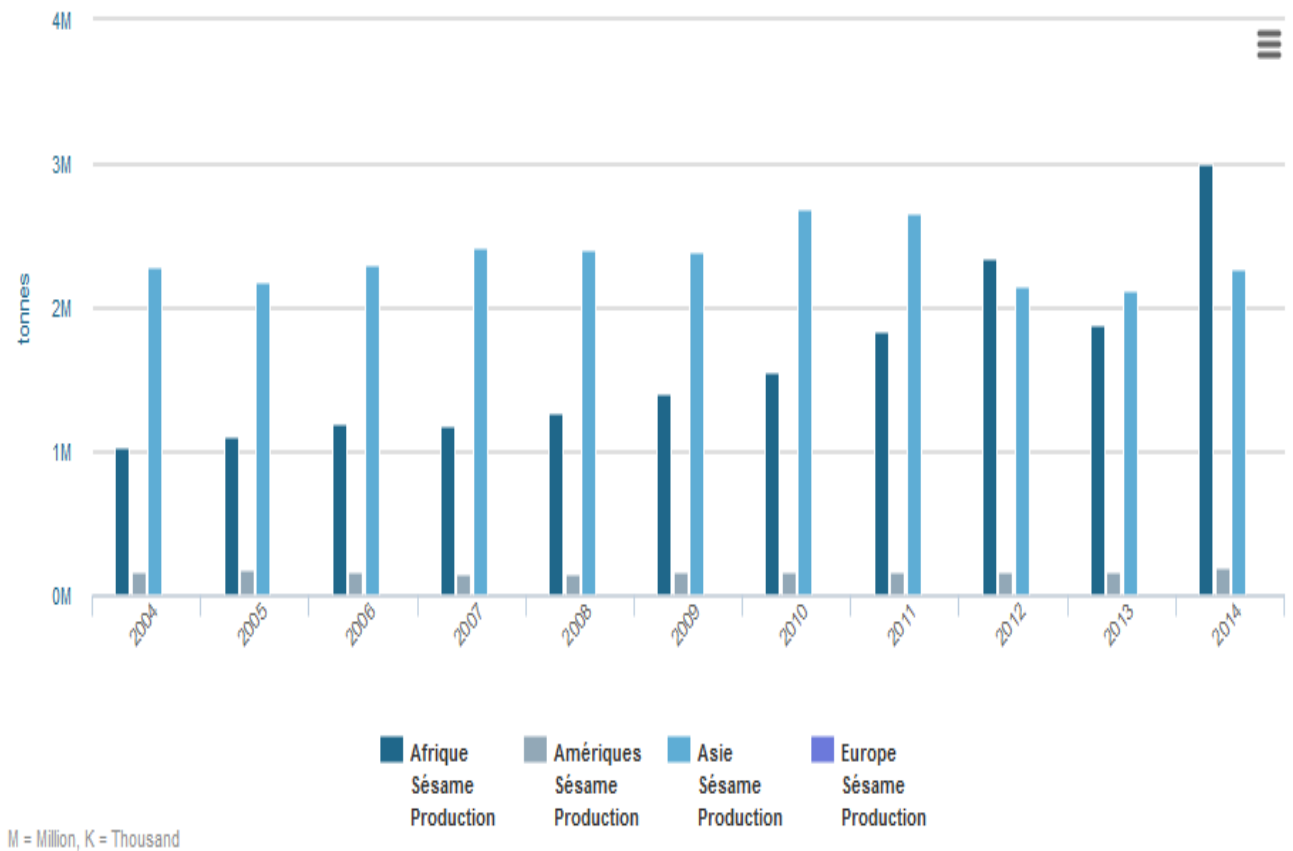


Figure 6 : Production de sésame par continent (FAOSTAT, 2016)

2.2.2. Répartition à Madagascar

Le sésame est une plante introduite à Madagascar. La production y est encore difficile à évaluer mais il est cultivé surtout dans les régions à précipitation importante:

- Dans la partie Est : Sainte Marie, Toamasina, Mananjary, Manakara, Farafangana,...
- Dans les Hautes Terres : Marojezy, Ivohibe...
- Dans le domaine de Sambirano : Nosy Be, Maromandia...
- Dans les régions de l'Ouest: Marovoay, Mandritsara... [10]

2.3. Utilisations du sésame

Le sésame est une oléoprotéagineuse cultivée surtout pour ses graines [25]. Il trouve une utilisation très variée allant de la consommation directe à la transformation en divers produits alimentaires et non-alimentaires. Cette utilisation varie en général en fonction de sa couleur. Le sésame bigarré est essentiellement utilisé par les industries pour l'extraction de



l'huile tandis que le sésame blanc ou blanc crème sert aussi bien pour l'extraction de l'huile que pour d'autres formes d'utilisation, notamment dans les pâtisseries, boulangerie confiserie sans nécessiter de décorticage préalable. Le sésame est aussi utilisé en cuisine pour sa douce saveur de noisettes une fois torréfié.

2.3.1. Caractéristiques de la graine

La graine de sésame est un aliment extrêmement nutritif. Elle est riche en huile, en protéines, en éléments minéraux et en vitamines [71]. Ses compositions, indiquées dans la figure suivante, peuvent varier selon les variétés et les conditions de culture.

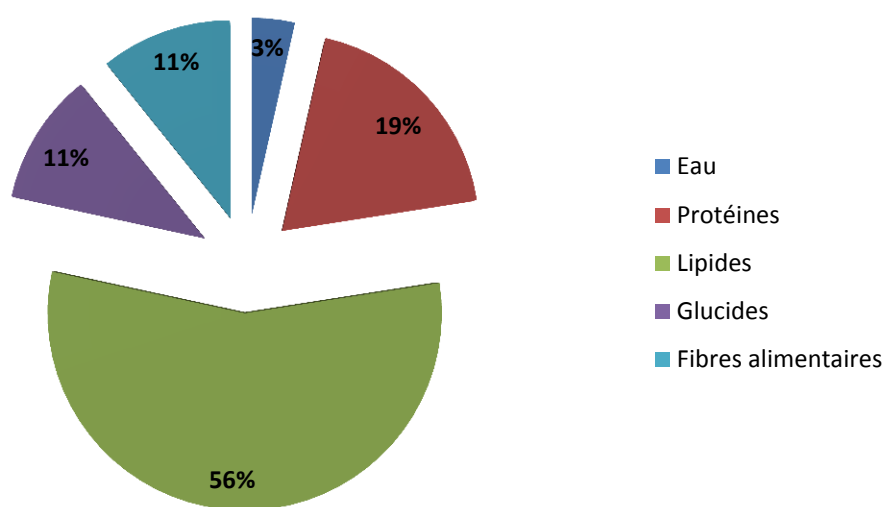


Figure 7 : Composition de la graine de sésame [3]

Les graines de sésame constituent d'excellentes sources de potassium, de calcium, de magnésium, de phosphore et de sodium [73]. Il contient également du fer, du zinc et de la vitamine B1 ainsi que des phyto-œstrogènes qui sont connus pour leurs propriétés antioxydantes et voire anti-cancéreuses [23] [42] [80] [95].

Toutefois, la graine est riche en acide phytique et acide oxalique, qui en se chélatant au calcium, lui donnent une légère amertume. La présence de l'acide oxalique peut ainsi nuire à l'assimilation des minéraux [49]. Le tableau suivant regroupe l'apport en énergie et les éléments minéraux constituant le sésame.



Tableau 3 : Energie et principaux éléments minéraux apportés par 100g de graines de sésame sèches [73]

Energie : 2640 KJ (631 KCal)	
Eléments minéraux (mg)	
Calcium, Ca	415,38
Phosphore, P	647,25
Magnésium, Mg	579,53
Potassium, K	851,35
Sodium, Na	122,50

Il est à noter que la consommation de produits à base de sésame peut provoquer une allergie alimentaire. Les principaux allergènes sont les protéines des graines. Elles font partie des allergènes les plus courants dont la mention est obligatoire sur les emballages. L'allergie se développe principalement durant l'adolescence ou chez l'adulte et est progressive [3].

2.3.2. Utilisation culinaire des graines

Le sésame est le composant indispensable de nombreux plats exquis, sous diverses formes et préparations, dans la cuisine traditionnelle de l'Extrême Orientale.

a) Graines en nature

Le sésame est utilisé en cuisine pour sa douce saveur de noisettes une fois torréfié. Les graines non décortiquées ou décortiquées sont consommées en nature ou salées, utilisées comme friandises ou condiments [3]. Dépelliculées, broyées et mélangées avec du miel ou du sucre et d'amande, elles constituent le *halva* (friandise proche du nougat) au Proche Orient. Les graines décortiquées peuvent être également mangées en purée ou comme épices. Elles améliorent la digestion, soulagent le phlegme et stimulent l'appétit et l'esprit.

b) Pâte de sésame

La pâte de sésame, de consistance plus ou moins liquide, est obtenue par broyage des graines. Lorsqu'elle est épaisse, on a le beurre de sésame qui se tartine comme le beurre d'arachide. Lorsqu'elle est coulante, c'est le *tahini* (ou tahin en Europe) qui sert à assaisonner des sauces, mets principaux et desserts. Le tahin est souvent additionné de jus de citron, de poivre, de sel et d'épices et sert de vinaigrette rehaussant le goût des légumes, salades et hors-d'œuvre [10].

c) Huile de sésame

L'huile de sésame est largement exploitée dans la cuisine orientale. Elle est utilisée pour les fritures car elle rancit peu. Au Liban, on l'utilise pour préparer le *hoummos* à base de



pois chiches. Au Japon, on en prépare le *gomasio*, le *schichimi togarashi* et le *zahtar* ou *dukka*, qui sont des condiments accompagnant les légumes et les viandes, parfumant les soupes et les nouilles [10].

d) Offrandes et rituels

Les graines de sésame font partie des cadeaux de mariage et des offrandes dans beaucoup de traditions asiatiques. En Inde, le sésame est spécialement utilisé dans les cérémonies funéraires et expiatoires. Il symbolise l'immortalité et représente le principe de vie. Au cours des cérémonies rituelles en Afrique, on en prépare des sauces pour accompagner le riz [3].

2.3.3. Utilisation des graines en industrie agroalimentaire

Les graines de sésame sont aussi des graines oléagineuses à utilisation industrielle. On les utilise pour extraire de l'huile et la farine est la forme préférée dans l'alimentation humaine car elle est plus digeste que la graine.

a) Industrie des corps gras

L'huile de sésame est parmi les huiles comestibles les plus chères et les plus convoitées au monde. Elle est réputée d'être d'une grande stabilité à l'oxydation par sa richesse en vitamine E et est aussi très utilisée en margarinerie [2]. L'extraction de l'huile peut se faire de manière artisanale ou industrielle. Toutefois, ses caractéristiques peuvent changer selon les technologies d'extraction.

b) Tourteau de sésame

Principal résidu de l'extraction, le tourteau est aussi un concentré de grande valeur nutritive et énergétique utilisé pour l'alimentation du bétail et de la volaille et comme engrais. Il peut aussi servir de matières premières à plusieurs denrées alimentaires [84].

c) Fabrication de farine

La farine de sésame est utilisée pour compléter le besoin en protéine infantile. 25g de sésame renferment une quantité protéique identique à celle d'un verre de lait de vache [10].

Elle est aussi fréquemment utilisée dans l'alimentation des porcs et de la volaille. Toutefois, son incorporation dans les rations doit se faire à des doses modérées pour éviter le ramollissement du tissu musculaire.



d) Pâtisserie et boulangerie

Les graines de sésame constituent l'objet de garnissage des pains, des gâteaux, et des friandises lorsqu'elles sont grillées. En Europe et en Amérique du Nord, ses utilisations les plus célèbres sont la garniture des hamburgers, les graines toastées (sucrées ou salées) et les barres sucrées. Elles sont aussi utilisées après dépelliculage pour la fabrication du pain et des croquants au sésame. La pâte obtenue après broyat des graines peut également servir dans la préparation des gâteaux et du chocolat [84].

2.3.4. Utilisations non-alimentaires des graines

En dehors de l'alimentation humaine, le sésame, notamment l'huile de sésame est aussi utilisée dans les industries pour la fabrication de divers produits (savon, peinture, insecticide, produits pharmaceutiques et cosmétiques...) [71].

a) Industrie cosmétique

L'utilisation du sésame est remarquée en cosmétologie grâce à la présence de nombreuses substances ayant une influence sur la peau et les cheveux. D'une part, il favorise la restructuration des tissus cutanés et son hydratation. D'autre part, il aurait aussi la propriété d'absorber les rayons ultraviolets et agit efficacement contre les irritations et le dessèchement [18]. Selon des scientifiques, la consommation d'huile de sésame empêche le vieillissement des cellules [10].

L'huile est également réputée pour calmer les douleurs articulaires. Elle très appréciée comme huile de massage. Elle peut être aussi utilisée en parfumerie comme huile d'enfleurage pour l'extraction de certains parfums. Il est à noter toutefois que l'huile de sésame peut entraîner des réactions allergiques et qu'elle est classée à ce titre comme excipient à effet notoire [96].

b) Vertus médicinales

Les graines de sésame sont très utilisées en médecine traditionnelle. Les Chinois, dès le VIIIème siècle avant Jésus Christ utilisaient les graines de sésame contre les piqures d'insectes et les brûlures mineures en les réduisant en poudre grossière [3].

Les graines renferment en abondance un composé phosphoré de haute valeur (la lécithine) dont dépend le fonctionnement du cerveau et du système nerveux, des glandes endocrines, la fonction sexuelle et le métabolisme des graisses dans l'organisme. C'est un reminéralisant de premier ordre. Le sésame contient également de nombreux antioxydants qui



sont bénéfiques pour la santé [76]. L'huile permet de soigner la toux et les otalgies. Les graines sont aussi appréciées pour leurs propriétés laxatives [18].

c) Utilisations en pharmacologie

L'huile de sésame est utilisée en industrie pharmaceutique pour la prévention des maladies cardiovasculaires, la réduction du cholestérol, mais aussi comme antidépresseur et pour la limitation de la dégradation des cellules [3].

Elle est aussi l'une des rares huiles qui ne présente aucune activité œstrogène lorsqu'elle est injectée par voie parentérale, ce qui fait d'elle un excellent véhicule pour certains tests pharmacologiques (essais de nouveaux médicaments) [10].

d) Phytopharmacologie

Dans le domaine de la phytopharmacologie, l'huile de sésame est synergiste des pyrèthrine qui sont des insecticides végétales. Les principes actifs de l'huile permettent une augmentation considérable de la toxicité des pyrèthrine vis-à-vis des mouches [5].

e) Savonnerie et industrie de peinture

Selon le type d'extraction, l'huile de sésame peut être aussi utilisée pour la confection de savon, et de peinture [2]. Ce sont surtout les huiles de moindre qualité qui sont employées en savonnerie, en peinture, dans la fabrication de lubrifiants et comme huiles lampantes [3].

2.3.5. Utilisations des autres parties de la plante

En Afrique Subsaharienne, les jeunes feuilles de la plante sont employées comme légumes pour la soupe [87]. En Afrique Australe, elles sont fumées en guise de tabac.

De nombreuses parties de la plante sont utilisées par la médecine indigène en Afrique et en Asie pour traiter toutes sortes de maux. Le mucilage ou le jus des feuilles permet de soigner la fièvre, la toux, les douleurs ophtalmiques et d'éliminer les poux de la tête. Le jus est administré pour faciliter l'accouchement, pour traiter la dysenterie et la gonorrhée et est utilisé dans les pansements après la circoncision. En Afrique orientale et australe, les feuilles jouent également un rôle dans le traitement des morsures de serpents et de la malaria, en Inde et en Chine dans celui des cancers.

La cendre de la tige remplace le sel et constitue une source appréciable de sels minéraux. Les tiges sèches servent de combustible et de matériau de construction pour les abris [3].



2.3.6. Utilisations à Madagascar

A Madagascar, la transformation du sésame est encore marginale et reste essentiellement artisanale et semi-artisanale et dans une moindre mesure industrielle. A par son utilisation comme garniture dans les produits de boulangerie, la forme artisanale est la plus connue à travers des produits tels les macarons et les friandises faites de mélange de graines de sésame.

3. Généralités sur les produits cosmétiques

3.1. Définitions

3.1.1. La cosmétologie

Venant du mot grec *kosmêticos* qui désigne la beauté, l'ornement, la parure, la belle apparence, la cosmétologie est la science et l'art d'améliorer les apparences. C'est l'étude de tout ce qui se rapporte aux produits cosmétiques et à leurs applications [30].

3.1.2. Les produits cosmétiques

On entend par produits cosmétiques : « Toute substance ou préparation destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain (épiderme, systèmes pileux et capillaires, ongles, lèvres, organes génitaux externes, dents) en vue de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de corriger les odeurs, de les protéger ou de les maintenir en bon état. » [24]

3.1.3. Les produits cosmétiques naturels

Un produit cosmétique naturel est un produit composé de substances naturelles et qui est produit dans des conditions bien définies. Généralement, il ne contient aucun produit de synthèse à l'exception des conservateurs, des parfums et des propulseurs [30].

3.1.4. Les produits cosmétiques biologiques

Les produits cosmétiques biologiques contiennent un maximum d'ingrédients naturels issus du règne végétal. Dans ce cas, les fabricants s'interdisent d'utiliser des substances indésirables comme les matières premières non biodégradables, les parfums, les colorants et pigments de synthèse, les conservateurs trop puissants, les matières premières non renouvelables, les ingrédients obtenus par des procédés de fabrication non respectueux de l'environnement, et les matières premières supposant la mort d'un animal. Il s'agit de produits qui s'entourent surtout de valeurs éthiques et écologiques telles que le commerce équitable ou encore la sauvegarde des écosystèmes [29].



3.2. Catégories de produits cosmétiques

Les produits cosmétiques recouvrent de très nombreux produits de la vie quotidienne répondant à de nombreuses attentes des consommateurs : hygiène, prévention, santé, apparence, bien être. On peut avoir différents formes (Cf. Annexe 3) et catégories de produits cosmétiques selon leurs utilisations (Cf. Tableau 4).

Tableau 4 : Classification des produits cosmétiques [48]

Types de produits cosmétiques	Exemples
Produits de soin du visage et du corps	Produits hydratants, antirides, anti-âges, anti-tâches, amincissants, raffermissants, masques, produits de gommage, produits de dépigmentation, ...
Produits de maquillages	Produits pour : - Les yeux : mascaras, eye-liner, FAP, anticernes,... - Le visage : poudres, blush, fond de teint,... - Les lèvres : rouges à lèvres, brillants à lèvres... - Les ongles : vernis à ongles,...
Produits solaires	Produits de protection solaire, autobronzants, après soleil...
Produits d'hygiène ou de toilette	Produits nettoyants et démaquillants, savons, déodorants, antiperspirants, bain, produits de rasage, lingettes, dentifrices, produits d'épilation,...
Produits capillaires	Shampooings, produits de coloration, produits pour mise en forme des cheveux (permanentes), laque, fixatifs, ...
Parfums	Extraits, eau de toilette, eau de parfums et dérivés,...

3.3. Constituants de base des produits cosmétiques

La formulation d'un cosmétique fait intervenir plusieurs composants selon le type et la fonction du produit ainsi que les contraintes liées à la formulation, à la stabilité et à la compatibilité des produits [21]. La figure suivante montre la composition générale d'un produit cosmétique.



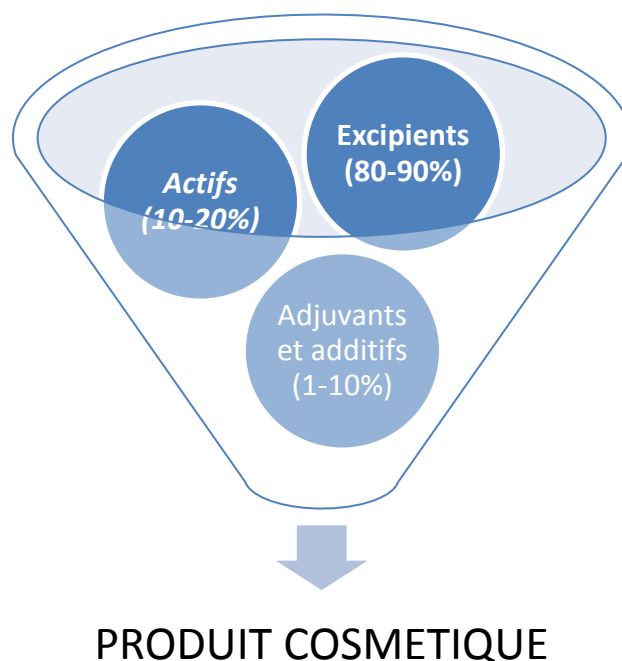


Figure 8 : Composition générale d'un produit cosmétique

3.3.1. Les actifs

Les actifs sont responsables de l'activité du produit. Ils leur confèrent leur spécificité et leur donnent des propriétés bien précises (hydratante, antiâge...). Leur présence va permettre l'efficacité des produits cosmétiques [54]. Ils peuvent être d'origine naturelle ou de synthèse et peuvent représenter jusqu'à 20% du produit. Les qualités d'un cosmétique résident dans la qualité initiale des ingrédients actifs et la quantité à laquelle ils sont incorporés.

3.3.2. Les excipients

Les excipients sont des substances destinées à la mise en forme galénique (gel, crème, ...) de l'actif. Ils constituent la plus grande partie du produit [29]. Ils sont destinés à diluer et à améliorer la biodisponibilité de l'actif, ainsi qu'à faciliter l'étalement du cosmétique sur la peau. Ils ne doivent être ni toxiques, ni allergisants, ni irritants pour la peau et doivent être inertes vis-à-vis des autres matières premières du mélange et du matériau de conditionnement [54]. Il peut être de nature hydrophobe (huiles, cires, acides et alcools gras), hydrophile (eau) (Cf. Annexe 4).

3.3.3. Les adjuvants et les additifs

Les adjuvants sont des substances qui vont améliorer le rôle de l'excipient en modifiant l'aspect, le toucher, et la viscosité du produit (humectant, épaississant...). On peut



y classer aussi dans cette catégorie les émulsifiants qui permettent la dispersion de la phase liquide et donc la stabilisation des émulsions [30].

Les additifs, quant à eux, regroupent l'ensemble des substances ajoutées à faible dose ($\leq 1\%$) dans le but d'améliorer la conservation, la présentation et les caractères organoleptiques du produit [56]. Il s'agit :

- des conservateurs qui protègent les produits de la contamination bactérienne,
- des antioxydants qui protègent contre l'oxydation,
- des parfums qui sont destinés à rendre agréable l'utilisation du produit ou à masquer l'odeur de certains ingrédients,
- des colorants qui confèrent au produit une couleur adaptée et un aspect plus attractif.

3.4. Qualité d'un produit cosmétique

Les produits cosmétiques doivent présenter un certain nombre de qualités. Ils doivent être neutres ou au voisinage de la neutralité. Leurs compositions doivent être proches des sécrétions normales de l'épiderme et de sa composition physiologique. Ne pas être trop hygroscopique et ne pas être imperméable, sont aussi des propriétés requises pour une cosmétique de bonne qualité. Enfin, le pouvoir de pénétration dans la peau constitue aussi un facteur considérable de leur qualité [8] [59].

Avant d'être mis sur le marché, les produits cosmétiques doivent subir différents tests afin de vérifier leur efficacité et leur innocuité pour la sécurité des consommateurs.

Leur fabrication doit être également irréprochable au niveau de la qualité. Les fabricants doivent se soumettre aux règles des bonnes pratiques de fabrication. Celles-ci définissent l'achat des matières premières, la production, le conditionnement, le stockage, la distribution du produit ainsi que tous les contrôles correspondants à ces diverses étapes. Afin d'avoir un système d'assurance qualité satisfaisant, le personnel doit être qualifié et en nombre suffisant pour exécuter l'ensemble des tâches qui lui incombent. Les locaux et le matériel doivent être conçus, adaptés et entretenus afin de pouvoir y effectuer sereinement les opérations convenues. Ils doivent être faciles d'entretien et d'utilisation afin d'éviter toute atteinte à la qualité du produit [56].

4. Antioxydants et oxydation des produits cosmétiques

4.1. Qu'est-ce qu'un antioxydant ?

Les antioxydants sont des molécules qui retardent ou préviennent de manière significative l'oxydation d'un substrat oxydable. Ils sont utilisés pour réduire l'oxydation des



produits auxquels ils sont mélangés. Selon leur nature, ils peuvent être classés en 3 catégories :

4.1.1. Les antioxydants de synthèse

Il s'agit d'antioxydants d'origine synthétique. Les plus connus sont le butylhydroxytoluène (BHT), le butylhydroxyanisole (BHA), et les gallates de propyle octyle et de dodécyle. Leur concentration d'utilisation est généralement dix fois plus faible que celle des conservateurs et se situe entre 0,02 à 0,05%. Ces antioxydants sont introduits dans toutes les formulations contenant des corps gras insaturés et parfois aussi dans des phases aqueuses où se trouvent des extraits végétaux riches en oxydases [50]. Utilisés depuis de nombreuses années, beaucoup d'études ont porté récemment sur leur toxicité élevée.

4.1.2. Les antioxydants naturels

Ce sont des antioxydants présents à l'état naturel dans les plantes. Ceux dont l'efficacité est la plus reconnue sont les tocophérols, les caroténoïdes et les polyphénols [82]. Il y a également d'autres classes de substances antioxydantes telles que les tanins, les xanthones, les coumarines, les carotènes, et les lignanes [50].

L'intérêt porté à ces antioxydants ne cesse de croître ces derniers temps. De plus en plus de publications sur des composés naturels aux propriétés antioxydantes sont trouvées dans la littérature scientifique.

4.1.3. Les substances synergistes

Les substances synergiques sont des molécules qui améliorent l'action de certains antioxydants, ce qui se traduit souvent par un accroissement de la période de protection. Parmi eux se trouvent : les acides lactiques, tartrique et orthophosphorique et leurs sels de sodium, potassium ou calcium [50].

4.2. Pourquoi utiliser des antioxydants ?

L'oxydation des lipides représente un problème important pour l'industrie cosmétique. En effet, elle est responsable de la baisse de qualité et de la diminution de la durée de conservation des produits cosmétiques. C'est pourquoi la présence des antioxydants est obligatoire dans les formulations contenant des corps gras insaturés qui, sous l'action de l'oxygène de l'air, s'oxydent et provoquent le rancissement et la dénaturation de la préparation.

Des études menées au niveau mondial montrent que l'utilisation des extraits riches en antioxydants permet aussi de combattre le vieillissement de la peau en éliminant les radicaux libres dont la formation est activée par les conditions environnementales de la vie moderne



(rayon UV, tabagisme, chauffage,...). Les antioxydants peuvent également alors constituer de principe actif pour le produit [41].

Dans le tableau suivant sont cités les principaux agents antioxydants rencontrés dans les préparations cosmétiques.

Tableau 5 : Caractéristiques des principaux agents antioxydants en cosmétologie [89]

Origine	Hydrophile		Lipophile	
	Agents	Concentrations usuelles (%)	Agents	Concentrations usuelles (%)
Naturelle	Acide ascorbique	0,1 - 0,5	Tocophérols	0,25 - 0,75
Synthétique	Métabisulfite ou bisulfite de sodium	0,1 - 1,5	BHT	0,05 - 0,2
	Propyl gallate	1	BHA	0,02 - 0,05
	Agents complexants : EDTA et ses sels	0,25 - 0,75	Gallate d'octyle ou de dodécyle	0,5 - 1

4.3. Oxydation et mode d'action des antioxydants

Au cours de l'oxydation, l'oxygène atmosphérique entraîne la formation de composés peroxydes qui par dégradation donnent des produits secondaires (aldéhydes, cétones, dérivés hydroxylés) responsables du rancissement et des modifications des caractères organoleptiques de l'huile [56].

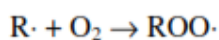
C'est une réaction radicalaire en chaîne dans laquelle les atomes d'hydrogène les plus labiles du substrat sont arrachés par des radicaux libres. Le mécanisme de la réaction est schématisé dans la figure suivante.



Amorçage : production de radicaux libres amorceurs $A\cdot$



Propagation : réactions en général très rapides car les radicaux libres sont très réactifs.



Terminaison : réactions entre deux radicaux qui conduisent à la formation de produits stables.

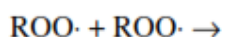
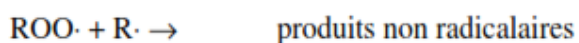
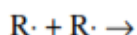


Figure 9 : Mécanisme de réaction d'oxydation [76]

Les chaînes grasses insaturées fixent l'oxygène de l'air en formant des peroxydes. Ces derniers, instables, évoluent en formant des produits d'oxydation, de dégradation et de polymérisation. Ils sont alors indésirables aussi bien en raison de leurs effets physiologiques néfastes qu'à cause des modifications de saveur et d'odeur des huiles qu'ils entraînent.

Certaines huiles très insaturées, sont riches en vitamine E de façon naturelle, elles sont donc protégées de l'oxydation.

4.4. Règlements sur les antioxydants

L'ajout d'antioxydants dans les produits cosmétiques doit pouvoir être contrôlé, même en l'absence de réglementation stricte. Ces antioxydants doivent répondre à des critères de choix sévères. Ils doivent protéger le produit de l'oxydation due à l'air et des dégradations photo-induites et en même temps ne doivent pas altérer l'aspect, l'odeur ou la couleur des produits. Ils ne doivent également être ni toxiques ni allergisants [56].



CONCLUSION PARTIELLE I

Conforté dans son projet de création de valeur durable, au profit de toutes ses parties prenantes, HOMEOPHARMA ne cesse d'innover pour le bien-être de ses consommateurs. Afin de contribuer à cette innovation, la problématique est la recherche de nouveaux constituants naturels pour les produits cosmétiques à partir du sésame.

Le sésame est une oléoprotéagineuse d'une grande importance et de haute valeur nutritive. Il trouve une utilisation variable de la consommation directe comme graines aux diverses transformations industrielles alimentaires et non-alimentaires. Les graines servent également pour l'extraction d'huile qui est réputée pour ses nombreuses propriétés lui permettant d'être largement valorisée dans divers domaines parmi lequel se trouve la cosmétologie.

Un cosmétique est une préparation principalement destinée à embellir. Sa forme finale résulte du mélange d'ingrédients judicieusement choisis et associés, appartenant à trois grandes familles de composés : le principe actif qui définit l'efficacité du produit cosmétique, l'excipient qui définit la forme finale du produit et vectorise les actifs, et les additifs, qui contribuent à l'amélioration des propriétés du produit fini. En cosmétique, les antioxydants sont principalement employés dans les formulations contenant des huiles végétales insaturées afin de prévenir l'oxydation des acides gras dans le produit et éviter ainsi le rancissement des corps gras.



PARTIE II :
Extraction de l'huile
de sésame

Partie II : EXTRACTION DE L'HUILE DE SESAME

Dans cette partie, nous allons nous intéresser uniquement à un produit issu de la graine de sésame : l'huile de sésame, dont nous aborderons les différentes technologies d'extraction. La trituration industrielle des graines oléagineuses est basée sur deux techniques majeures qui sont la pression et l'extraction au solvant. Afin de pouvoir comparer les résultats, les deux types de procédés ont été utilisés lors de l'étude.

1. Matériels et méthodes

1.1. Matériel végétal

1.1.1. Caractéristiques

Les matières premières utilisées pour l'extraction de l'huile viennent de Mandritsara. Il s'agit de variété de graine de sésames bigarrés constitués de graines de couleur noire et blanche crème. Les graines ont été conservées à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité.



Figure 10 : Graines de sésame bigarré [84]

1.1.2. Détermination de la teneur en eau des graines

La teneur en eau est la perte de masse d'eau par évaporation de l'échantillon. Sa valeur est exprimée sous la forme d'une fraction, en pourcentage, de la masse de l'échantillon initial.

La teneur en eau a été déterminée par dessiccation des graines broyées à une température de 103°C dans une étuve isotherme à la pression atmosphérique jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante (Cf. Partie expérimentale 1).



1.2. Préparation des graines

L'extraction de l'huile exige une série d'opérations préliminaires sur les graines déjà récoltées. La phase de préparation consiste à nettoyer, broyer et peser les graines préalablement séchées avant l'extraction. Il est à noter que les essais d'extraction ont été réalisés avec des graines entières non-décortiquées.

1.2.1. Nettoyage

Le nettoyage s'opère par une séparation sure et simple fondée sur la différence de densité entre les graines et les impuretés. A cet effet, les graines de sésame seront tamisées afin de les débarrasser de leurs impuretés (poussières, cailloux...). Une opération de triage s'associe au nettoyage au cours de laquelle on enlève les matières premières défectueuses.

1.2.2. Broyage

Dans les amandes, les lipides sont renfermés sous forme de gouttelettes dans les cellules oléifères. Le rôle du broyage consiste à réduire les dimensions de la graine entière. La réduction de la granulométrie va permettre l'éclatement des cellules oléifères et facilite ainsi l'extraction de l'huile [17].

Le broyage a été effectué à partir d'un broyeur mécanique ou mixer. Facile à nettoyer, ce dernier permet le broyage des graines de sésame sans échauffement ni modification de leur teneur en huile. Afin d'évaluer l'effet de la qualité du broyage sur le rendement en huile de l'extraction, on a effectué plusieurs essais d'extraction sur des graines entières non-broyées, des graines moyennement broyées et des graines complètement broyées.

1.2.3. Pesage

Les pesées des échantillons de la matière première, de l'huile extraite et des sous-produits ont été effectuées au moyen d'une balance électronique de précision 0,01g.

1.3. Extraction par solvant

1.3.1. Matériels

a) *Extracteur soxhlet*

L'extracteur de Soxhlet (Cf. figure 11 p.27) est une pièce de verrerie permettant d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité. Il est constitué :

- d'un ballon monocol contenant une réserve de solvant,
- de l'extracteur proprement dit permettant le contact entre le solvant et le solide (dans une cartouche poreuse) et l'évacuation de la solution vers le ballon par un siphon,



- un réfrigérant à eau permettant de condenser les vapeurs de solvant dans la cartouche poreuse [102].

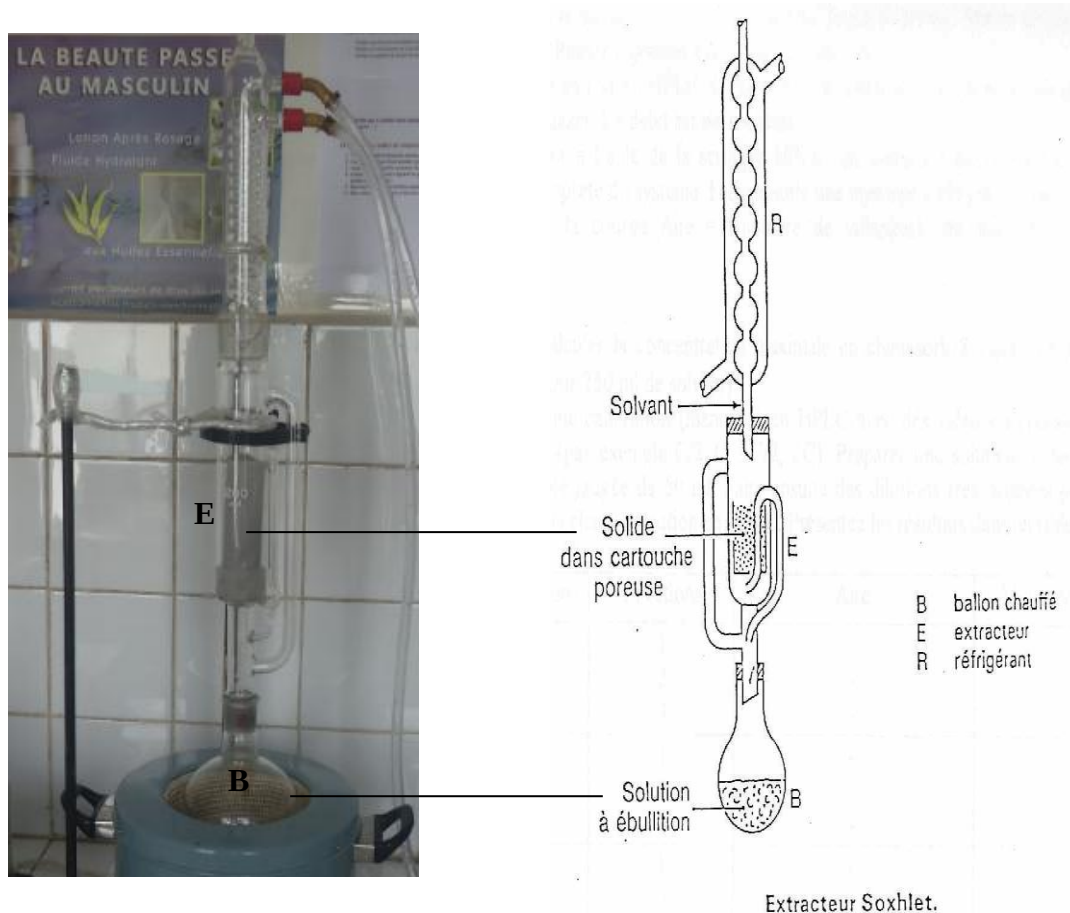


Figure 11 : Extracteur Soxhlet (Cliché AUTEUR, 2016)

b) Solvant

L'hexane qui est le solvant le plus largement utilisé pour l'extraction de graines oléagineuses a été sélectionné pour ses propriétés apolaires lui conférant une grande affinité pour les lipides [56]. De plus, le fait d'avoir une chaleur latente de vaporisation assez faible (330 kJ/kg) lui permet de s'évaporer facilement, de façon très poussée, et pour un coût énergétique limité [38].

c) Chauffe-ballon

Le chauffe-ballon (Cf. figure 12 p.28) est un appareil électrique qui permet de chauffer le ballon de l'extracteur soxhlet. Il se présente généralement sous la forme d'un cylindre sur la surface duquel est creusée une demi-sphère. Il est constitué d'un corps chauffant en soie de verre conçu pour résister à des températures élevées et qui est intégré dans un boîtier métallique. Le chauffage est électrique par transmission de la chaleur à partir d'une résistance chauffante au ballon [106].





Figure 12 : Chauffe-ballon + ballon (Cliché AUTEUR, 2016)

d) Rotavapor

Le rotavapor (Cf. figure 13) ou évaporateur rotatif est un système permettant d'évaporer le composé le plus volatil d'un mélange. Il est utilisé en particulier pour récupérer l'huile pure contenue dans le mélange d'huile et de solvant. Il est constitué de différentes parties :

- Un bain marie d'eau pour chauffer le mélange et permettre l'évaporation du solvant ;
- Un ballon contenant le mélange ;
- Un réfrigérant qui condense les vapeurs de solvants ;
- Un ballon réceptacle pour recueillir les vapeurs condensés ;
- Un dispositif qui fait tourner le ballon suivant son axe de symétrie afin de permettre une homogénéisation du milieu et une évaporation tranquille.



Figure 13 : Rotavapor (Cliché AUTEUR, 2016)



1.3.2. Processus d'extraction

L'extraction par solvant a été effectuée suivant le mode opératoire décrit par le protocole pour ce type d'extraction (Cf. Partie expérimentale 2). Le diagramme du procédé d'extraction à l'hexane est présenté par la figure suivante.

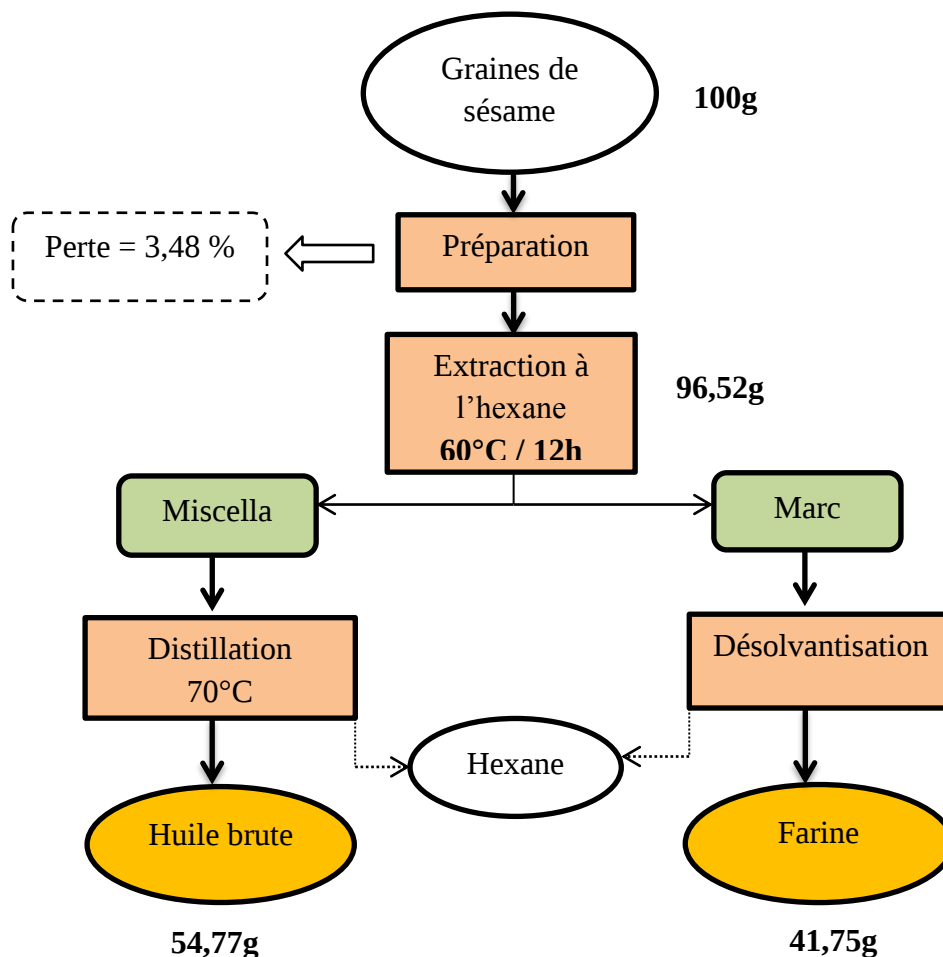


Figure 14 : Diagramme du procédé d'extraction par solvant

L'extraction par solvant comporte généralement une séquence de trois étapes:

- l'extraction de l'huile : faite par des contacts successifs entre le solvant et le solide ;
- la désolvantisation du tourteau : faite généralement par chauffage à la vapeur ;
- et finalement la récupération de l'huile de la miscella par distillation ou évaporation.

a) Extraction de l'huile

Avant l'extraction proprement dite, la matière à extraire qui est déjà broyée lors de la phase de préparation, est pesée et mise dans la cartouche du Soxhlet. Durant l'extraction, la percolation et la macération sont combinées [106]. Le solvant est introduit dans le ballon et est chauffé pour démarrer l'extraction. L'échantillon à extraire contenu dans la cartouche



filtrante est percolé par le solvant chaud et macéré dans l'accumulation du solvant. Les vapeurs émises par l'ébullition du ballon sont condensées dans le réfrigérant à reflux et retombent goutte à goutte sur le matériau contenu dans la cartouche (percolation). Puis la solution obtenue s'accumule dans l'extracteur jusqu'à ce que son niveau atteigne le sommet du siphon. Lorsque le solvant atteint le niveau supérieur du siphon, le mélange est renvoyé dans le ballon par différence de pression, où il est à nouveau évaporé. Plusieurs cycles d'extraction sont ainsi effectués jusqu'à épuisement total en soluté du substrat solide [77]. L'extraction dure au moins 12 heures pour le cas des graines de sésames [10].

b) Distillation

Par distillation, le contenu du ballon est traité à l'aide du Rotavapor pour éliminer le solvant et le résidu est pesé pour quantifier la masse d'huile obtenue [73].

c) Désolvantisation

La désolvantisation est effectuée pour éliminer les résidus d'hexane dans le tourteau par désorption et évaporation [38].

1.4. Extraction par pression

1.4.1. Matériel : presse hydraulique

Pour l'extraction à froid des graines, le dispositif de pressage est composé d'une presse hydraulique et d'un mécanisme de pressage fabriqué à cet effet. Il s'agit d'une presse de laboratoire CARVER C23100-110 (Cf. figure 15) de capacité de 10.9 metric tonne. Son fonctionnement repose sur le principe de Pascal qui démontre qu'un liquide permet de transmettre un effort démultiplié et un déplacement, servant à écraser, déformer un objet ou soulever une pièce lourde. Elle a été conçue afin d'éviter au maximum tout échauffement de l'huile.



Figure 15 : Presse hydraulique CARVER (Cliché AUTEUR, 2016)



1.4.2. Processus d'extraction

L'extraction par pression dont le processus est résumé par la figure suivante a été réalisée à froid.

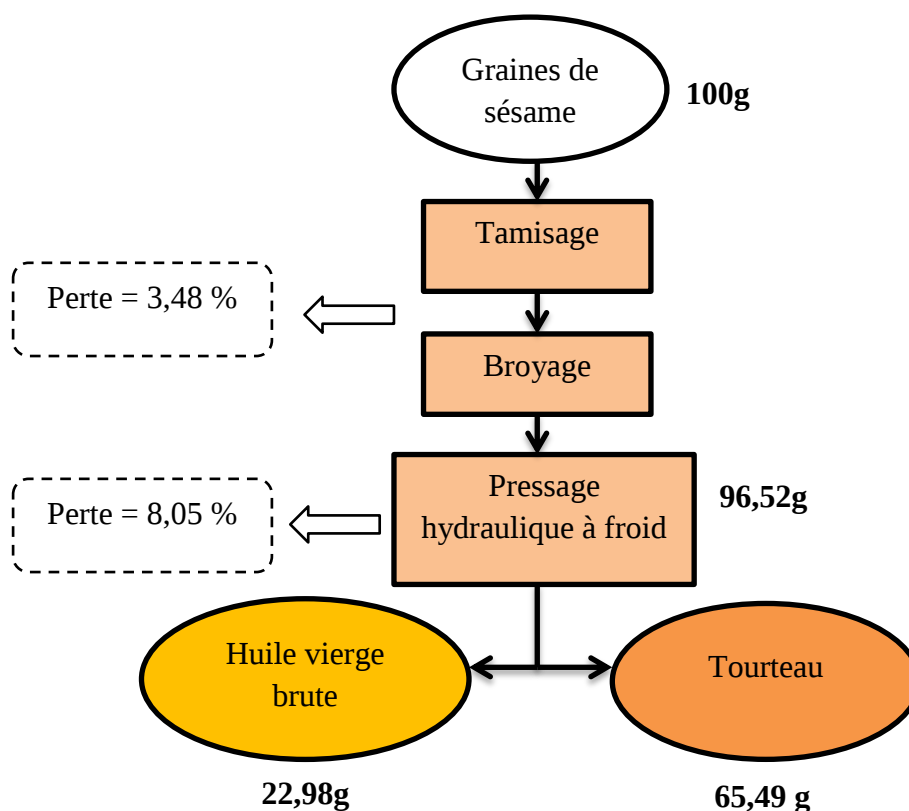


Figure 16 : Flux des opérations du processus d'obtention d'huile végétale vierge par pressage

Lors de la pression à froid, les graines sont mécaniquement triturées à la température ambiante dans la presse hydraulique. À partir d'un produit composé de solides et de liquides, le pressage permet de séparer les liquides en leur appliquant une pression extérieure. Le produit est supporté par une paroi ou une toile permettant le passage de l'état solide à l'état liquide. Il s'agit de faire sortir un liquide d'une masse poreuse sous l'effet d'une diminution de volume de l'ensemble.



2. Résultats et discussions

2.1. Teneur en eau des graines

Les résultats de la détermination de la teneur en eau des graines sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 6 : Teneur en eau des graines de sésame

	Notre étude	NZIKOU et al, 2015 [73]	MBAEBIE et al, 2010 [62]
Teneur en eau (%)	5,45*	5,7	6,60

*Moyenne de 3 essais

La teneur en eau des échantillons est très faible. Les valeurs trouvées sont proches de celles des littératures. Une aussi faible teneur en eau des graines indique une richesse en nutriments des graines. En effet, plus la teneur en eau est faible, plus la valeur nutritive et la valeur énergétique sont élevées. Cette faible teneur en eau facilite aussi le stockage des graines car les microorganismes susceptibles de se développer dans les graines ainsi que les réactions métaboliques qui peuvent s'y produire sont inhibées [10].

2.2. Teneur en huile de la graine de sésame

La teneur en huile d'une graine oléagineuse désigne la proportion des substances contenues dans la graine extraite en utilisant un solvant convenable dans des conditions opératoires définies. C'est la proportion de matière grasse présente dans la graine, elle est exprimée en pourcentage d'huile par rapport à la masse de la prise d'essai. Après avoir effectué le calcul, la teneur en huile de la graine de sésame est en moyenne de 56,75 % (Cf. Tableau 7). Ce résultat correspond aux fourchettes de valeurs trouvées dans la littérature. Il soutient l'utilité des graines de sésame comme étant une bonne source d'huiles [62].

Tableau 7 : Rendement de l'extraction à l'hexane des huiles de sésame

Graines oléagineuses	Notre étude	G HARBY et al, 2015 [42]	WARRA, 2011 [96]
Teneur en huile (%)	56,75*	52	40 - 60

*Moyenne de 4 essais

En comparaison avec d'autres oléagineux, la teneur en lipides des graines de sésame est supérieure à celles du palmier à huile et du tournesol qui sont respectivement de 40 à 55% et 22 à 50%. Par contre, cette teneur en matière grasse est inférieure à celle du coprah qui est de 60 à 70%.



2.3. Paramètres optimisant le rendement

2.3.1. Mode d'extraction

Le taux d'extraction d'huile avec la presse manuelle à froid a été de 24%, valeur qui n'est pas très loin de celle donnée par la littérature (25%) [35]. Toutefois, il est nettement inférieur à celui obtenu par extraction par solvant. Ce qui nous amène à conclure qu'il y a une variation considérable de rendement selon le mode d'extraction. La figure suivante confirme cette théorie.

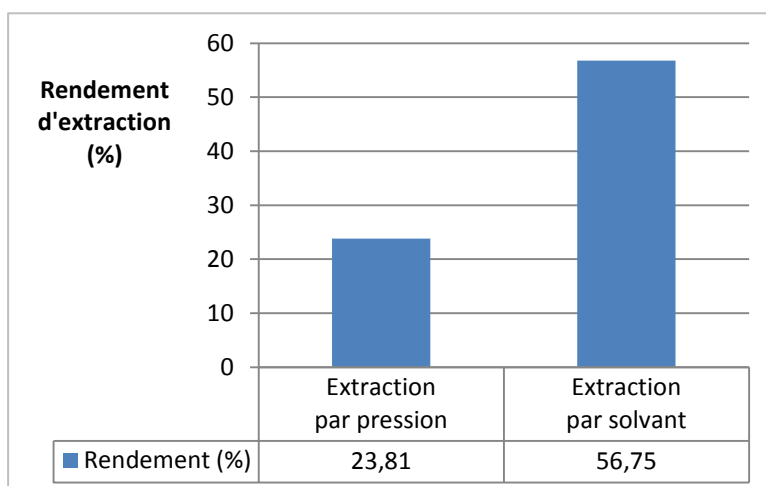


Figure 17 : Différence de rendement selon le mode d'extraction

2.3.2. Broyage

Selon la qualité de broyage, on a enregistré aussi une variation de rendement pour les cas de l'extraction par solvant. Les résultats des essais effectués avec les différents échantillons nous ont montré que plus la graine est broyée, plus on observe son rendement en huile augmenter (Cf. figure 18). En effet, le broyage permet de rompre la membrane cellulosique des cellules oléifères contenant la matière grasse. Il rend l'amande plus fine et augmente ainsi la surface des graines en contact avec le solvant.

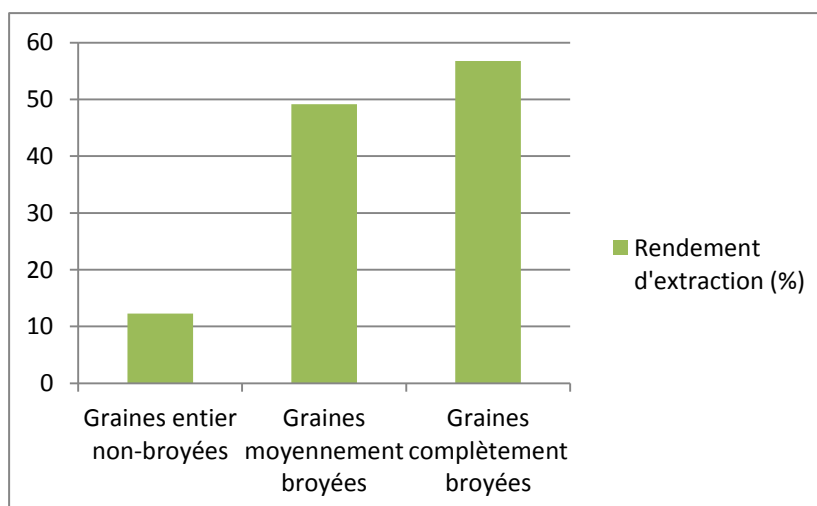


Figure 18 : Variation du rendement selon la qualité du broyage



2.3.3. Durée d'extraction

On a aussi constaté une évolution du rendement en fonction des durées d'extraction. Les résultats ont permis de constater que le rendement de l'extraction par solvant augmente aussi considérablement selon la durée d'extraction, ce qui est confirmé par le graphe suivant.

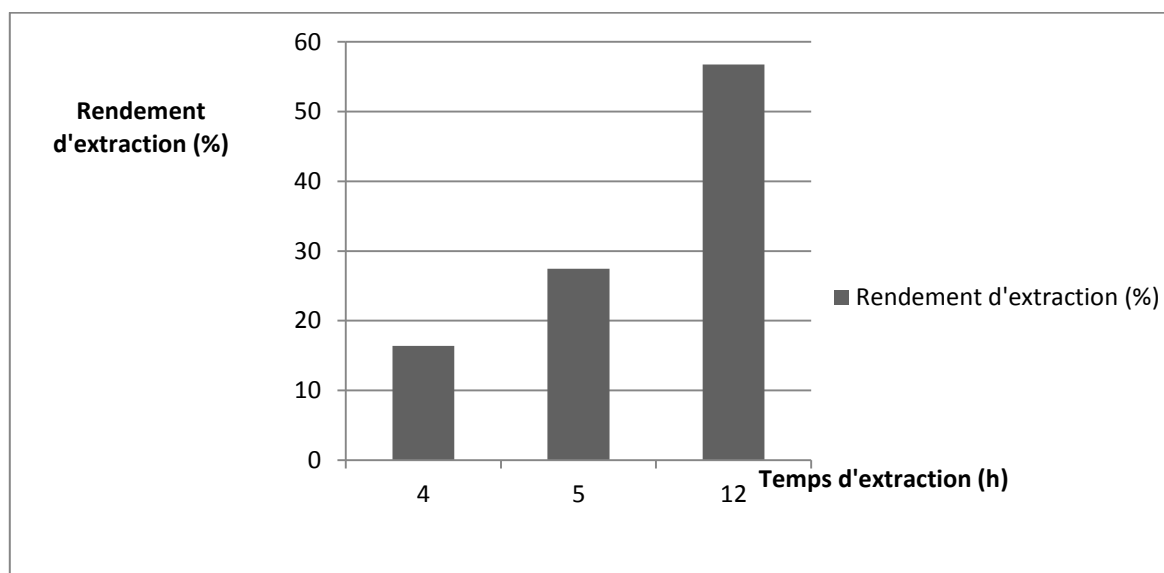


Figure 19 : Evolution du rendement selon la durée de l'extraction

2.3.4. Origine des graines

Comparée aux graines de sésame d'autres régions de Madagascar ayant fait l'objet d'étude par d'autres auteurs, les graines de sésame de Mandritsara présentent une teneur en huile différente. Cette teneur en huile est légèrement supérieure à celle des sésames de Manakara mais est par contre inférieure par rapport aux graines de sésame provenant de Tuléar. Ces différences peuvent provenir des conditions climatiques, de la diversité de variété et du caractère du sol. Le tableau suivant enregistre différents teneurs en huile des graines de sésame de Madagascar selon leur région de provenance.

Tableau 8 : Comparaison de quelques teneurs en huiles de graines de sésame à Madagascar [10]

Origine des graines de sésame	Mandritsara (notre étude)	Manakara	Toliary	Importé
Teneur en huile (%)	56,75	55,95	58,82	55,34



Cette différence se voit aussi si on analyse les différents teneurs en huile des graines de sésame des autres pays. On peut dire que nos graines sont relativement riches en huiles. Le tableau suivant regroupe les teneurs en huile des graines selon le pays d'origine.

Tableau 9 : Comparaison de quelques teneurs en huiles de sésame des graines de sésame dans le monde [42]

Origine des graines	Maroc	Soudan	Congo	Nigeria	Turquie	Egypte	Notre étude
Teneur en huile (%)	52	47	54	36	54	56 – 60	56

2.4. Sous-produits de l'extraction

Dans la production d'huile de sésame, des coproduits encore utilisables dans l'alimentation humaine et animale sont obtenus. Pour l'extraction par solvant, il s'agit de la farine. Pour l'extraction par pression, le sous-produit est appelé gâteau ou encore tourteau sésame.

Leurs compositions chimiques sont aussi variables selon le type de graine, la méthode d'extraction de l'huile et le dépelliculage ou le non-dépelliculage de la graine. La teneur protéique du tourteau varie entre 35% (extraction mécanique, graines non décortiquées) et 47% (extraction à l'hexane, graines décortiquées). Le tourteau est riche en calcium et en phosphate, mais pauvre en lysine. La teneur en fibres brutes du tourteau issu de graines non décortiquées est de 5-6%, contre seulement environ 3% pour un tourteau de graines décortiquées [3]. Les études montrent que, contrairement à la majeure partie des tourteaux qui sont plus riches en phosphore qu'en calcium, le sésame contient de plus fort pourcentage de calcium. Mise à part la lysine, il est aussi plus riche en acides aminés indispensables (Cf. Annexe 8).



(a) (b) Farines issues de l'extraction par solvant (a) : sésame moyennement broyé, (b) : sésame broyé, (c) Tourteaux issues de l'extraction par pression

Figure 20 : Sous-produits des extractions (Cliché AUTEUR, 2016)



Le tourteau de sésame apporte dans la ration des animaux une amélioration du rapport Ca/P qui se rapproche de l'optimum. D'excellents résultats ont été obtenus dans l'alimentation des vaches laitières et l'engraissement du bétail et des poulets de chair avec le tourteau de sésame. Cependant, les excès peuvent altérer la qualité de la viande et du lait [63]. Dans l'alimentation humaine, les études menées confirment l'amélioration de la valeur nutritionnelle des produits extrudés par ajout du gâteau de sésame [69].

2.5. Comparaison des deux types d'extraction

Le rendement en huile a été très variable selon les deux méthodes d'extraction utilisée. Le taux d'extraction a été plus élevé avec la méthode du solvant qu'avec la méthode par pression à froid. En effet, l'extraction par l'appareil Soxhlet permet l'épuisement complet du soluté dans la matière première, d'où vient son efficacité élevée [17].

Cependant, le Soxhlet possède quelques désavantages comme, par exemple, le temps d'extraction relativement long et la possibilité de dégradation des composés à cause d'une surchauffe locale [38]. Sur le plan de la qualité nutritionnelle et sanitaire de l'huile, le pressage à froid présente des avantages par rapport à la méthode d'extraction à l'hexane. En effet, elle permet la production d'huile de bonne qualité (sans résidus chimiques) et à moindre effort. Le tableau suivant compare les deux procédés d'extraction utilisés.

Tableau 10 : Comparaison des deux procédés d'extraction utilisés

	Extraction par solvant	Extraction par pression
Rendement de l'extraction (%)	56,75 (Elevé)	23,81 (Moyen)
Température d'extraction	Extraction à chaud : possibilité de dégradation des composés sensibles à la chaleur	Extraction à froid
Temps d'extraction	Relativement long : 12h	Court : quelques minutes
Matériels équipements	Utilisation de solvant qui est inflammable et aussi toxique pour la santé et l'environnement mais qui est économique	Demande beaucoup plus d'entretien (réparations, maintenance).
Sous-produits : tourteau	Moins riche	Plus riche



CONCLUSION PARTIELLE II

Les études sur l'extraction de l'huile de sésame nous ont confirmé la richesse des graines en lipides. En moyenne, les graines séchées qui ont fait l'objet de l'étude, ont une teneur en eau de 5,45%. Le meilleur rendement d'extraction a été obtenu avec l'extraction par solvant qui a été de 56% par rapport à 24% pour l'extraction par pression. Toutefois, pour ce dernier, l'huile et le tourteau obtenus sont de bonne qualité nutritionnelle même si le rendement d'huile est pratiquement faible. L'utilisation de l'hexane par contre présente de nombreux inconvénients, comme par exemple sa grande inflammabilité, sa dangerosité pour la santé et l'environnement et son origine non-renouvelable.

Divers facteurs peuvent influencer la teneur en huile tels que le mode d'extraction, les conditions de broyage, le temps d'extraction ainsi que la variété et l'origine des graines. Par rapport à d'autres pays, nos graines de sésame sont plus riches en matière grasse. Cette variation de la teneur en huile peut être en raison des différences dans la culture, le climat, le stade de maturation, et le temps de la récolte des graines.



PARTIE III :
Caractérisation de
l'huile de sésame

Partie III : CARACTERISATION DE L'HUILE DE SESAME

La caractérisation de la fraction lipidique est d'une grande importance car elle permet de juger les valeurs utilitaires de l'huile ainsi que ses qualités. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons principalement aux caractéristiques physico-chimiques, teneurs en acides gras et à l'activité antioxydant de l'huile de sésame. Afin de permettre la comparaison des résultats, nous avons effectué des analyses pour les deux types d'huile obtenues par extraction par presse à froid et par solvant.

1. Matériels et méthodes

1.1. Analyses physico-chimiques

1.1.1. Détermination des caractéristiques organoleptiques

Les différents paramètres organoleptiques (aspect, couleur, odeur) de l'huile de sésame ont été notés. Du fait de l'absence d'instruments spéciaux pour leur détermination, leur appréciation a été réalisée visuellement.

1.1.2. Détermination des caractéristiques physiques

a) Densité

La densité relative à 20°C d'une huile est la masse volumique de l'huile qui est le rapport de la masse d'un certain volume de l'huile à 20°C, à la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20°C. Elle renseigne sur le groupe auquel appartient une huile. En général, les huiles non siccatives présentent les plus faibles indices. Cet indice est plus élevé pour les huiles semi-siccatives. Les valeurs les plus fortes s'observent chez les huiles très siccatives [60]. Elle peut être fonction de l'insaturation et l'état d'oxydation ou de polymérisation de l'huile [1]. Le tableau suivant indique les différents groupes d'huile selon leur densité.

Tableau 11 : Les différents groupes d'huiles selon leur densité

Groupes	Valeur de la densité
Huiles non siccatives	$0,9130 < d < 0,9200$
Huiles semi-siccatives	$0,9200 < d < 0,9300$
Huiles siccatives	$0,9300$



La détermination de la densité a été faite à l'aide d'un pycnomètre avec lequel sont pesées successivement l'huile et l'eau à une température parfaitement déterminée (Cf. Partie expérimentale 3).

b) Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une grandeur évaluant le ralentissement de la lumière suite à l'interaction avec les électrons de la matière. Il désigne aussi le rapport entre les vitesses de la lumière dans le vide et dans la substance.

La présence d'acides gras libres abaisse fortement l'indice de réfraction, c'est pourquoi il est particulièrement utile pour renseigner sur l'état de dégradation d'une huile. Mais elle peut également donner une idée de la siccativité de l'huile et est influencé par divers facteurs comme l'insaturation, acidité libre, oxydation, polymérisation ainsi que l'existence de fraction secondaire sur les molécules [1]. Le tableau suivant enregistre les valeurs d'indice de réfraction en fonction du degré de siccativité de l'huile.

Tableau 12 : Classification des huiles selon leur indice de réfraction

Groupes d'huile	Indice de réfraction à 20°C
Huile non siccative	1,4680 - 1,4700
Huile semi-siccative	1,4700 - 1,4760
Huile est siccative	1,4800 - 1,5230

L'indice de réfraction peut aussi donner une idée sur la composition en acide gras des huiles. En effet, la réfraction dépend de la modification de la vitesse de propagation de la lumière qui est proportionnelle à la saturation des acides gras. D'où on a les valeurs d'indice suivantes :

- Pour les huiles riches en acide oléique : 1,4680 à 1,4720
- Pour les huiles riches en acide linoléique : 1,4710 à 1,4770
- Pour les huiles riches en acide linoléique: 1,4800 à 1,5230

Pour mesurer l'indice de réfraction des huiles, nous avons utilisé au cours de cette étude le réfractomètre d'ABBE de type à angle limite de réfraction (Cf. Partie expérimentale 4).



1.1.3. Détermination des caractéristiques chimiques

a) Indice d'acide

L'indice d'acide (I.A.) désigne la quantité de potasse KOH en milligrammes nécessaire pour saturer les acides gras libres contenus dans 1 g de corps gras (Protocole Cf. Partie expérimentale 5). Il permet d'estimer le taux d'acides gras libres exprimés en acide oléique contenus dans l'huile. Cette caractéristique rend alors compte de l'état de dégradation d'une huile dans la mesure où les acides gras libres sont des produits de dégradation et plus particulièrement d'hydrolyse des triglycérides, constituants majoritaires de l'huile.

Il est à noter que la teneur des matières grasses en acides gras libres est extrêmement variable ; elle est très fortement influencée par le mode d'obtention de la matière grasse, par son âge et par son mode de conservation [60].

b) Indice de saponification

L'indice de saponification exprime le nombre de mg de potasse KOH, nécessaires pour la saponification complète de 1g de la matière examinée suivant la réaction chimique suivante [102] (Cf. Partie expérimentale 6).



Il est inversement proportionnel au poids moléculaire des acides gras et donne ainsi une idée sur la longueur des chaînes de carbone des acides gras constituant l'huile. Sa valeur nous permet également de calculer les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides qui renferment l'huile [1].

Suivant leur indice de saponification, les graisses et huiles peuvent se diviser en trois classes :

- Graisses à bas indice de saponification : de 171 à 183, généralement voisin de 175 ;
- Graisses à indice moyen où se trouvent la grande majorité des graisses et huiles, dont l'indice de saponification est voisin de 193 ;
- Graisses et huiles à indice élevé, de 205 à 290, dû à la présence d'une quantité notable d'acides volatils ; c'est le cas du beurre, de certaines huiles de poissons, telles que celles de dauphin et de sardine, et des huiles du groupe de l'huile de coco [60].



1.1.4. Détermination de la teneur en matières insaponifiables

On entend par matières insaponifiables d'un corps gras, l'ensemble des constituants ne réagissant pas avec la soude ou la potasse pour donner des savons et qui après saponification restent solubles dans les solvants classiques des corps gras du fait de leur caractère de solubilité restreint [1]. Il s'agit des fractions de l'huile végétale que l'on ne peut transformer en savon. Cet ensemble est formé par des constituants naturels tels les stérols, les tocophérols, les alcools aliphatiques supérieurs, les pigments et les hydrocarbures naturels.

1.2. Analyse des acides gras

Les matières grasses végétales sont essentiellement constituées d'acides gras représentés par les triglycérides (Cf. Annexe 9). Par leur connaissance, on peut déterminer les caractéristiques d'identité des corps gras, selon la présence ou non de certains acides gras et les proportions des acides gras entre eux.

1.2.1. La chromatographie en phase gazeuse

La détermination des différents acides gras constitutifs de l'extrait lipidique est effectuée à partir de la chromatographie en phase gazeuse. Cette dernière permet la séparation des composants lipidiques à partir des esters méthyliques. Elle est basée sur le coefficient de partage d'un corps dans deux solvants non miscibles. Les molécules étudiées sont volatiles et doivent être analysées à température élevée. Elles sont dissoutes dans un solvant vaporisable n'ayant aucune affinité pour les matériaux de la colonne. Les acides gras sortent successivement de la colonne suivant l'ordre croissant de la chaîne équivalente [99].

Les triglycérides étant trop polaires pour être analysés directement en CPG, il est nécessaire de les transformer en esters méthyliques qui sont plus volatils. Ce sont ces esters méthyliques qui seront injectés dans le chromatographe et retenus par la phase stationnaire de la colonne selon les affinités différentes. Ils seront détectés à leur sortie de la colonne puis caractérisés selon leur temps de rétention.

1.2.2. Préparation des esters méthyliques

Le principe consiste en une extraction des triglycérides des huiles avec de l'hexane, puis une transformation des glycérides neutres en esters méthyliques. Les techniques de préparation des esters méthyliques sont relativement nombreuses. Pour notre étude, on a utilisé la méthode à la potasse éthanolique (Cf. Partie expérimentale 7).



1.2.3. Conditions opératoires de l'analyse

Les analyses en CPG ont été effectuées au laboratoire de contrôle des pesticides à Nanisana. Les acides gras ont été analysés à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse dont les constituants, les conditions opératoires de l'analyse sont rassemblées dans le tableau suivant.

Tableau 13 : Conditions opératoires de l'analyse CPG

Colonne	Colonne capillaire BP 20 (Polyéthylène-glycol) Longueur : 30m Diamètre interne : 0,25mm Epaisseur de film : 0,25µm
Four	190°C
Détecteur	Détecteur FID (Détecteur à Ionisation de Flamme) Température : 260°C
Injecteur	Température : 240°C Volume injecté : 1µl Mode Split Rapport de fuite : 1/50
Gaz vecteur	Azote U Débit : 3ml/mn
Calcul des teneurs	Proportionnellement aux surfaces respectives des constituants par rapport à la surface totale des composés

1.3. Etude de l'activité antioxydante de l'huile

Parmi les huiles extraites des plantes oléagineuses, l'huile de sésame a la réputation d'avoir la plus forte teneur en antioxydants, d'où l'intérêt de l'étude de sa propriété antioxydante.

1.3.1. Définition

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation [78]. Les recherches menées par Bopitiya et Madhujith [22], Hassan [49] et Warra [96] indiquent une excellente stabilité de l'huile de sésame en raison de la présence à des niveaux élevés d'antioxydants naturels. Cette activité antioxydante de l'huile est surtout attribuée à la présence des lignanes en particulier le sésamine, la sésamoline, le sésamol, le sésaminol,



sesangolin, 2-episalatin et conjointement avec d'autres composés phénoliques, les tocophérols ainsi que d'autres [3] (Formules Cf. Annexe 11).

Au cours de cette étude, notre objectif a été seulement de prouver la présence de cette activité antioxydante dans l'huile. En premier lieu, une extraction des composés polaires parmi lesquels se trouvent les composés phénoliques responsables de l'activité antioxydante est d'abord réalisée. Ensuite, le test DPPH est effectué pour vérifier la présence de la propriété antioxydante suivi d'une étude de la stabilité oxydative de l'huile.

1.3.2. Extraction des composés polaires

Afin d'extraire ces composés, l'extraction liquide-liquide a été adoptée. Elle consiste à transférer un composé d'une phase liquide à une autre, les deux liquides étant non-miscibles. Le principe est de mettre en contact intime le solvant et le liquide afin de transférer les composés phénoliques de ce dernier au solvant [22].

L'extraction a été effectuée dans une ampoule à décanter de capacité 500 ml. Une prise d'essai de 100 ml de l'huile est mélangée avec 100ml de solvant qui est le méthanol. Le mélange subit ensuite une agitation suivie d'une décantation pendant 10mn. La phase surnageant (méthanol) contenant les polyphénols est récupérée (Cf. figure 21). L'opération d'extraction est répétée quatre fois dans le but de récupérer le maximum de composés phénoliques. La phase organique riche en composés phénoliques subit une évaporation sous vide dans un évaporateur rotatif à 60°C (Cf. Partie expérimentale 8).

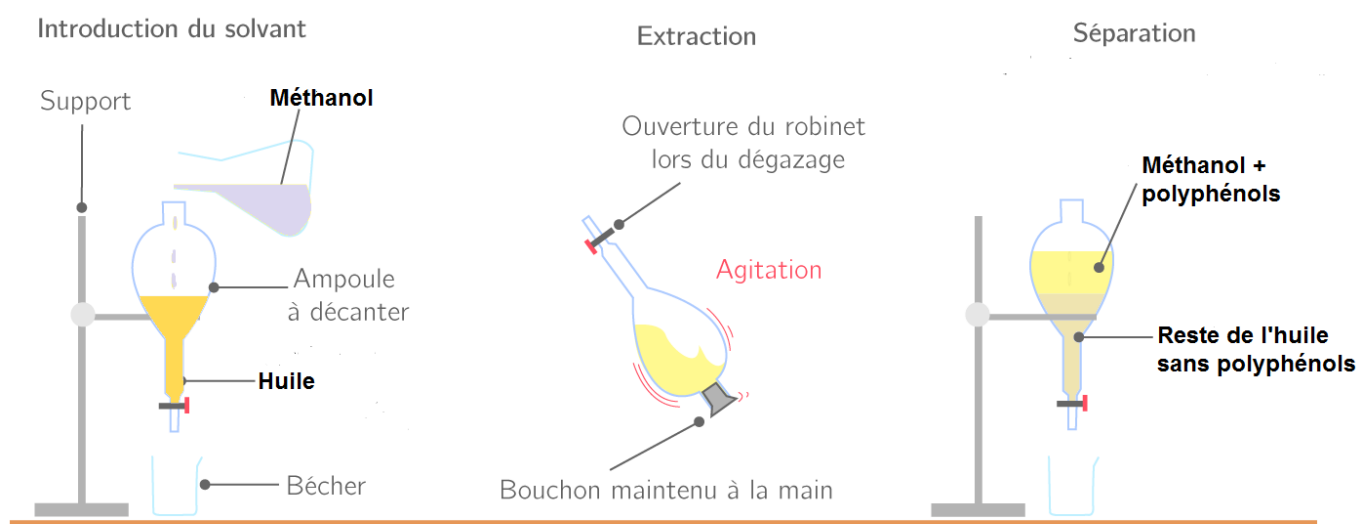


Figure 21 : Processus d'extraction liquide-liquide



1.3.3. Test DPPH

a) Principe du test

Le test chimique que nous avons utilisé pour déceler la présence de composés antioxydants dans les extraits de plante repose sur le principe de la réduction des radicaux libres fournis par le 1, 1' – diphényl – 2 – picrylhydrazyle (DPPH) sur CCM.

Cette méthode est basée sur la dégradation du radical DPPH. En effet, la réduction de ce radical par un donneur d'atome H venant de l'antioxydant à tester RH conduit à la formation de la 2,2-diphényl-1-picrylhydrazine DPPH-H et au radical R° (Cf. Figure 22) [78]. Le DPPH (1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl) est un radical libre stable de couleur violacée qui en présence de composés anti-radicalaires est réduit et change de couleur en virant au jaune [37].

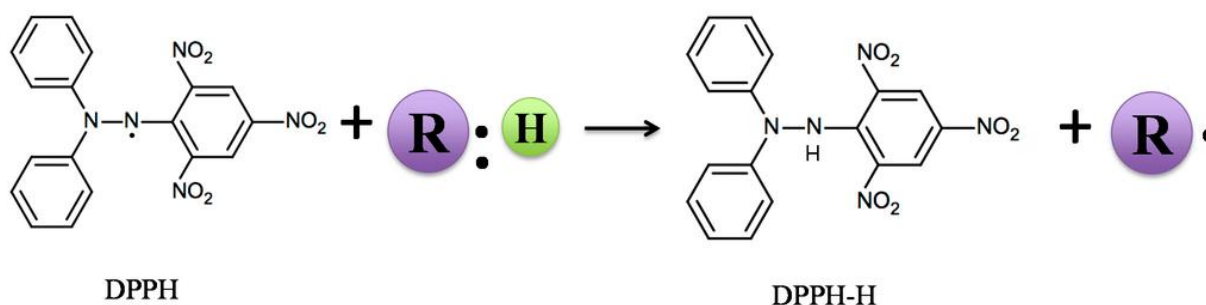


Figure 22 : Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH

b) Mise en oeuvre

Pour réaliser ce test, nous avons déposé une petite goutte de chaque extrait préalablement solubilisé dans le méthanol sur la plaque CCM avec des témoins : le BHT et le méthanol. Après séchage, le chromatogramme des extraits ont été révélés par la solution de DPPH à 2 mg/ml (M/V) dans de l'alcool méthylique. Sur les plaques CCM, si l'extrait contient de l'antioxydant, les zones d'activités antiradicalaires apparaîtront en jaune clair sur un fond violet après un temps optimal de 30 mn.

1.3.4. Test de vieillissement accéléré

Afin d'étudier la stabilité oxydative des huiles d'une façon rapide, un test de vieillissement accéléré de l'huile a aussi été effectué. Il consiste à vieillir prématurément les huiles par chauffage à l'étuve à 45°C afin de déterminer le temps qu'elles mettent pour rancir. Pour cela l'évolution de l'odeur de l'huile a été suivie pour une durée de 6 semaines.



L'évaluation de la stabilité a été faite par rapport à trois témoins :

- L'huile de tournesol (HT)
- L'huile de tournesol avec 0,05% de BHT (HT+BHT)
- L'huile de tournesol ajouté de 0,5% de vitamine E (HT+ vit E)

On a choisi comme antioxydants témoins le BHT (synthétique) et la vitamine E (naturel) qui sont les plus utilisés dans l'industrie (cosmétique ou agroalimentaire) pour leur pouvoir antioxydant important. Le but du test est de situer le potentiel antioxydant de l'huile par rapport aux témoins.

2. Résultats et discussions

2.1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile

2.1.1. Caractéristiques organoleptiques

L'huile de sésame est un liquide limpide huileux dont la couleur va du jaune foncé au jaune clair. Elle a une odeur qui est caractéristique de la graine. Comme on a pu effectuer deux extractions par deux procédés différents, on a comparé l'aspect des deux huiles qui sont à peu près identiques. Ces caractéristiques sont indiqués dans le tableau suivant.

Tableau 14 : Propriétés organoleptiques de l'huile de sésame

	Huile extraite par solvant	Huile extraite par pression	LARDEAU, 2011 [56]
Aspect/consistance	Liquide	Liquide	Liquide
Couleur	Jaune foncé	Jaune foncé	Jaune clair
Odeur	Odeur prononcée : Caractéristique de la graine et du solvant	Odeur moins prononcée : Caractéristique de la graine	Odeur de sésame

Ces propriétés sont illustrées par le schéma suivant.

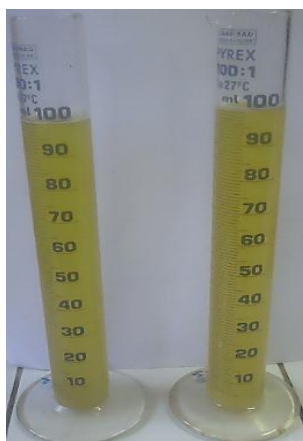


Figure 23 : HSp (à gauche) et HSs (à droite) (Cliché AUTEUR, 2016)



2.1.2. Caractéristiques physico-chimiques

Les résultats des caractéristiques physico-chimiques de l'huile ont été regroupés dans le tableau suivant.

Tableau 15 : Caractéristiques physico-chimiques des huiles issues des deux systèmes d'extraction

Caractéristiques	Huile extraite par solvant	Huile extraite par pression	CTA, 2007 [3] FAO, 1993 [36]
d^{20}	0,9070	0,9220	0,9150-0,9230
η^{20}	1,4740	1,4730	1,4720-1,4760
I.A	3,87	2,23	< 4
I.S	194	192	187-195
Insaponifiables (%)	1,50	1,87	1,2

d^{20} : densité ; η^{20} : indice de réfraction ; I.A : Indice d'acide ; I.S : Indice de saponification

Le tableau montre une légère différence sur la densité des deux huiles issues des deux types d'extraction. Toutefois, les valeurs correspondent aux normes. En général, la densité de l'huile de sésame est plus proche de celle de l'huile d'arachide (0,9180) mais est plus faible par rapport à celle de l'huile de neem (0,9390) [67]. Quant à l'indice de réfraction, les résultats sont proches des valeurs données par la littérature et sont à peu près identiques pour les deux huiles. Ces deux caractéristiques physiques de l'huile nous montrent que l'huile de sésame appartient au groupe des huiles semi-siccatives.

Les caractéristiques chimiques des huiles sont dues essentiellement à la fonction acide et à la chaîne carbonée. Pour les deux caractéristiques étudiées, les valeurs des indices rentrent dans l'intervalle des normes établies par le codex alimentarius [36]. Mais, on remarque que la valeur de l'indice d'acide de l'huile extraite par solvant est plus élevée que celle de l'huile extraite par pression. Les indices d'acide qui sont très faibles révèlent le parfait état des huiles extraites. La quantité d'acides gras libres est négligeable. Les valeurs d'indice de saponification trouvées sont dans la gamme de 187-195 mg de KOH/g, valeur décrite par le codex alimentarius [36]. L'indice de saponification faible laisse prédire que ces huiles contiennent plutôt des acides gras à longues chaînes. Une valeur d'indice de saponification de 200mg KOH/g indique une proportion élevée d'acide gras de faible densité moléculaire [67].



Les teneurs en insaponifiables qui sont de 1,87 pour l'huile extraite par pression et de 1,50 pour l'huile extraite par solvant correspondent à une huile relativement riche en insaponifiable. La différence sur les valeurs peut être fonction de l'origine et des traitements subis par le corps gras [73]. Ces insaponifiables confèrent souvent aux corps gras certaines propriétés pharmacologiques et cosmétologiques spécifiques et rentrent dans la composition de laits démaquillants, de soins restructurant et de crèmes nutritives contre le vieillissement.

2.2. Composition en acides gras

2.2.1. Résultats de l'analyse CPG

La chromatographie en phase gazeuse a permis l'établissement des profils chromatographiques (Cf. figures 24 et 25) des esters méthyliques des acides gras constitutifs des fractions lipidiques. A partir de ces profils, un tableau indiquant les proportions en acide gras des deux types huiles issus de l'extraction par pression et par solvant a été dressé (Cf. tableau 16 p.48). Les esters méthyliques des pics ont été identifiés par comparaison de leur temps de rétention avec ceux des normes. Les pourcentages d'acides gras ont été calculés à partir de la surface du pic de chaque acide gras [73].

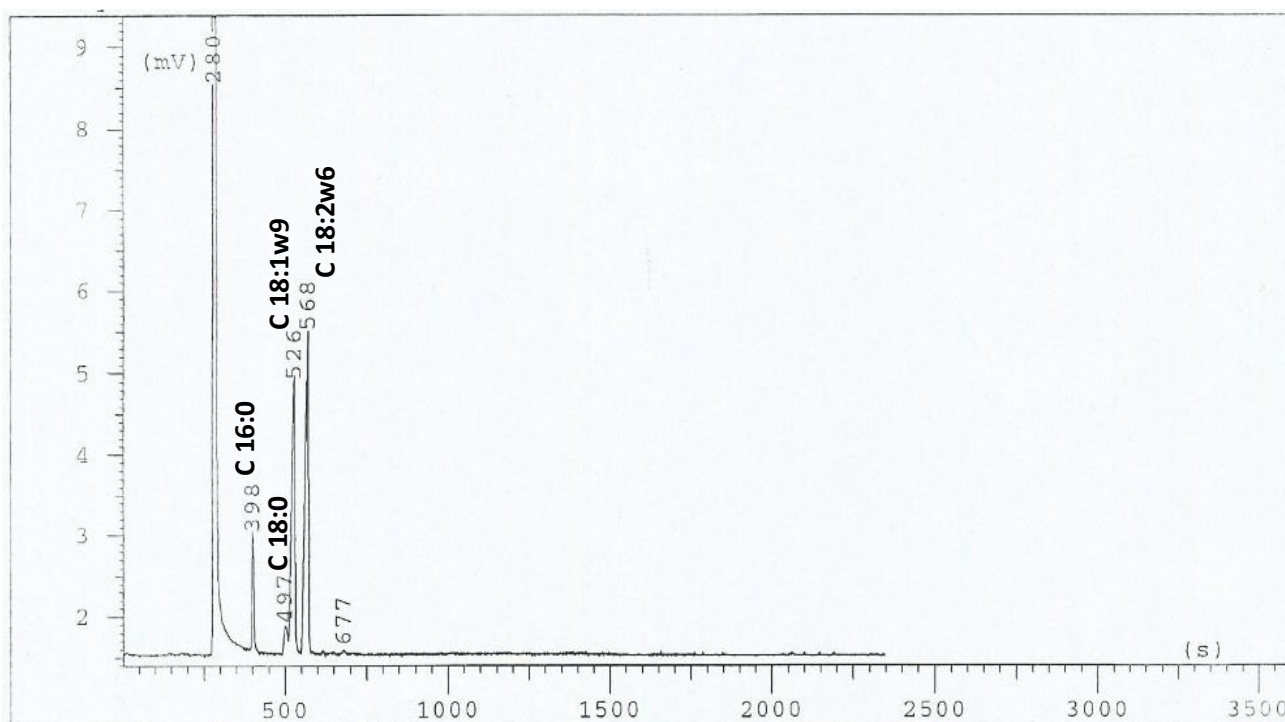


Figure 24 : Profil chromatographique des esters méthyliques du sésame pressé à froid



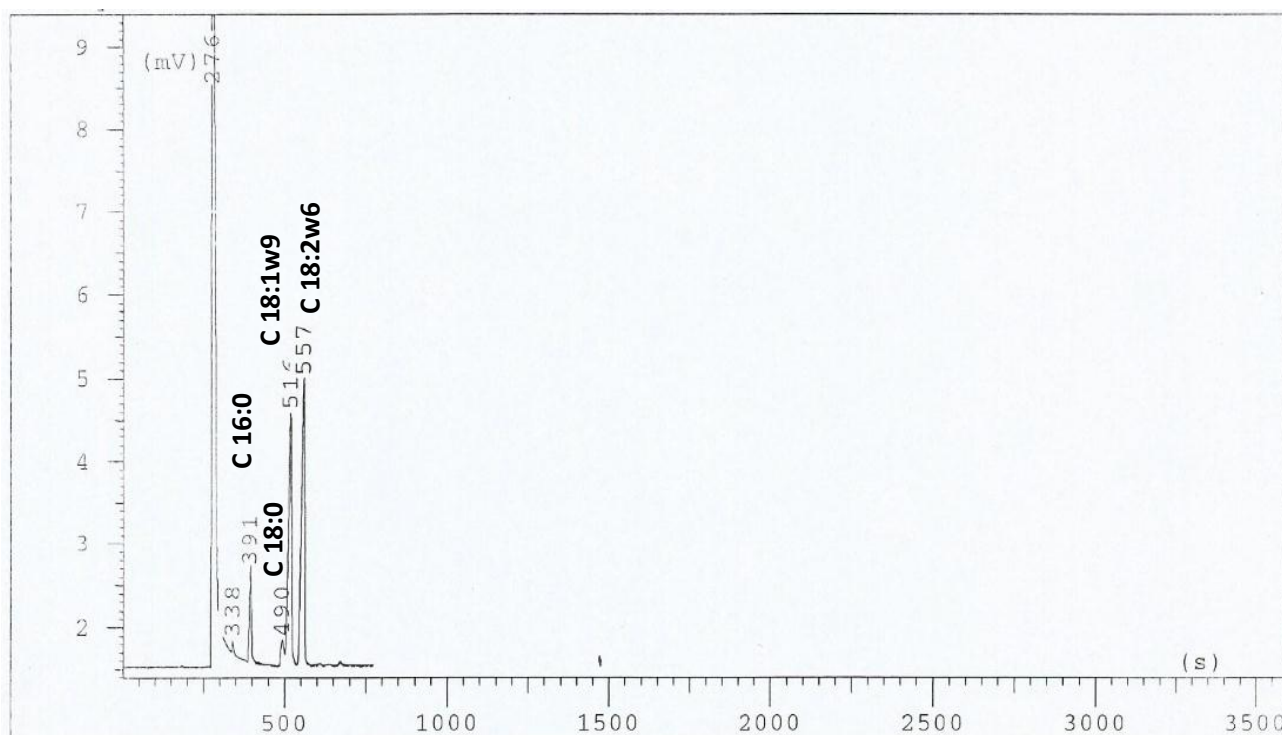


Figure 25 : Profil chromatographique des esters méthyliques du sésame extrait par solvant

Tableau 16 : Composition relative en acides gras de l'huile de sésame

Acides gras	Symbole	HSp	HSs	CTA, 2007 [3]	FAO, 1998 [36]
Acide myristique	14:0	-	-	≤ 0,1%	< 0,5
Acide palmitique	16:0	8,88	9,07	8-12	7-12
Acide stéarique	18:0	4,41	4,84	3,5-7	3,5-6,0
Acide oléique	18:1w9	40,27	39,83	36-54	35-50
Acide linoléique	18 :2w6	46,43	46,26	38-49	35-50

A partir de ces résultats, nous avons observé que les huiles de sésame que nous avons analysé contiennent quatre acides gras habituellement rencontrés dans les huiles végétales, en l'occurrence les acides : palmitique, stéarique, oléique, et linoléique. Il n'y a pas de différence significative dans les montants des principaux acides gras dans les deux échantillons d'huile. L'huile est principalement constituée d'acides oléique et linoléique. Avec un presque égal niveau de ces deux acides gras, elle peut être classée dans le groupe de l'acide oléique, linoléique [73].

D'une façon générale, les résultats sont conformes aux normes établies pour l'huile de sésame. Si on compare nos résultats avec celles trouvés dans les littératures, on ne remarque

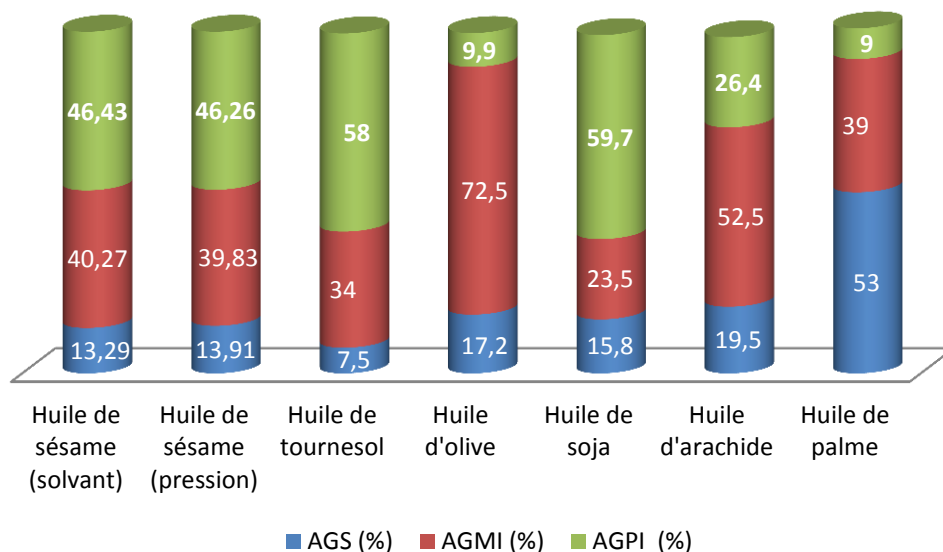


aucune différence importante aux teneurs sauf l'absence de certains acides gras qui peuvent être à l'état de trace dans nos deux échantillons. Cette différence peut-être due à l'origine des espèces étudiées ou aux conditions de climat d'une part ou bien aux conditions opératoires telles que le mode d'extraction, méthodes de préparation des esters méthyliques d'acide gras, de traitement de l'échantillon et leurs analyses [42].

Il ressort de ces données que l'huile de sésame est une huile riche en acide gras insaturés. Ce sont ces insaturés qui confèrent aux huiles les propriétés adoucissantes, anti-âge, protectrices ou encore nourrissantes. Les acides gras monoinsaturés représentent en moyenne 39 à 42% des acides gras totaux de l'huile tandis que les polyinsaturés sont de 43 à 46%. Les acides gras saturés ne constituent que 13 à 16% de l'huile.

2.2.2. Comparaison de la composition en acides gras de quelques huiles végétales et celle de l'huile de sésame

La figure suivante montre la comparaison des compositions en acides gras des huiles de sésame, huile de tournesol, huile de soja, huile d'arachide et de l'huile de palme.



AGS : Acides gras saturés, **AGMI** : Acides gras monoinsaturés, **AGPI** : Acides gras polyinsaturés

Figure 26 : Comparaison du teneur en acides gras de l'huile de sésame à d'autres huiles

Par comparaison avec les autres huiles, la teneur totale en acides gras insaturés est presque la même pour l'huile de sésame, l'huile de tournesol, l'huile d'olive, l'huile de soja et l'huile d'arachide dont la valeur est d'environ plus de 80%. Seul l'huile de palme présente la moindre teneur en AGI qui est de 47% contre une teneur de 53% en AGS. Toutefois, l'huile de sésame est nettement plus riche en AGPI que l'huile d'olive, l'huile d'arachide et l'huile



de palme qui présente par contre une teneur plus élevée en AGMI. Mais cette teneur en AGPI est plus faible par rapport à l'huile de tournesol et l'huile de soja [49].

Or, la stabilité oxydative des huiles dépend en particulier de leur teneur et de leur composition en acides gras insaturés (AGI). Les huiles les plus insaturées sont moins stables à l'oxydation, et ce d'autant plus que le nombre de doubles liaisons sur les acides gras est élevé. Ainsi, les huiles de tournesol, de sésame et de soja présentent plus de risque d'oxydation que l'huile d'arachide, l'huile de palme et l'huile d'olive. Cependant, l'huile de tournesol avec plus de 80% de AGI dont 60% d'AGPI, sera plus oxydable que l'huile de sésame ayant à peu près un même pourcentage avec seulement 46% d'AGPI. Toutefois, cette stabilité est également dépendante de la teneur en antioxydants naturels dans l'huile (dont vitamine E) qui sont susceptibles d'exercer une action protectrice antioxydante [28].

2.3. Activité antioxydante de l'huile de sésame

2.3.1. Résultats de l'extraction liquide-liquide

Les teneurs en extraits des deux échantillons d'huiles sont consignés dans le tableau suivant.

Tableau 17 : Teneur en composés polaires des deux échantillons d'huile de sésame

Matrice	Huile de sésame extraite par solvant	Huile de sésame extraite par pression
Teneur en composés polaires (%)	2,4	3,2

Pour les échantillons étudiés, les résultats montrent que l'huile de sésame extraite par pression présente une teneur plus importante en composés polaires par rapport à celle extraite par solvant. Ces composés polaires sont constitués des composés phénoliques qui contribuent à la saveur globale complexe de l'huile et lui fournissent des effets antioxydants et sont en grande partie responsables de sa durée de conservation.

La variation de la teneur en composé polaire des deux échantillons peut s'expliquer par la différence de technologie d'extraction utilisée. Selon la durée de broyage et le contact avec l'air, l'huile peut également se trouver aussi être appauvrie en polyphénols totaux responsables de l'activité antioxydante. Comparé à d'autres huiles végétales comme l'huile de tournesol, de maïs, de colza et l'huile de soja, des études indiquent que l'huile de sésame présente une teneur importante en composé phénolique [22].



2.3.2. Résultat du test DPPH

Après la révélation des extraits par la solution de DPPH sur la plaque CCM (Cf. figure 27), l'apparition de taches de couleur jaune-blanc sur le fond violet nous a permis de mettre en évidence la présence de substances à activité anti-radicalaire dans l'huile de sésame.

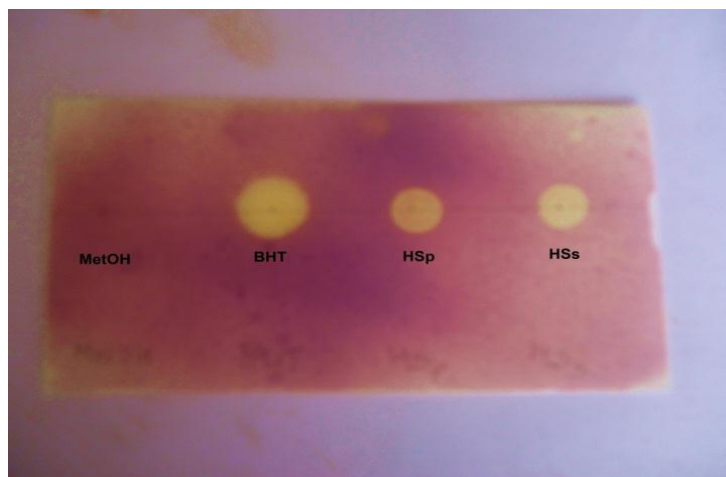


Figure 27 : Résultat du test antioxydant par le radical DPPH sur CCM
(Cliché AUTEUR, 2016)

Le résultat du test DPPH a confirmé la présence d'une propriété antioxydante dans l'huile de sésame. Il aurait été intéressant de doser qualitativement et quantitativement ces antioxydants afin d'évaluer entièrement leur efficacité. Mais ces dosages n'ont pu être effectués pour des raisons de contrainte de temps, de matériels et de matières lipidiques disponibles.

3.2.3.1. Stabilité oxydative de l'huile

Il a été possible de mesurer l'oxydabilité ou la résistance à l'oxydation de l'huile en mettant en œuvre des tests accélérés en étuve pendant six semaines. Les résultats ont été regroupés dans le tableau suivant.

Tableau 18 : Résultats de l'étude de la stabilité de l'huile de sésame

Echantillons	Semaine 1	Semaine 2	Semaine 3	Semaine 4	Semaine 5	Semaine 6
HSp	—	—	—	—	—	—
HSs	—	—	—	—	—	—
HT	—	—	—	+	+	+
HT + Vit E	—	—	—	—	+	+
HT + BHT	—	—	—	—	—	—

— Pas d'odeur de rance

+ Apparition d'odeur de rance



Au cours des six semaines, aucune odeur de rance n'a été décelée pour les échantillons d'huiles de sésames et l'huile de tournesol avec lequel on a ajouté 0,05% de BHT. Par contre, une apparition d'odeur de rance a été observée sur l'huile de tournesol à la quatrième semaine et celle dont on a ajouté 0,5% de vitamine E a ranci à la cinquième semaine.

Ces résultats nous confirment l'existence des conservateurs naturels dans l'huile de sésame qui lui confère une grande stabilité à l'oxydation. L'huile des graines de sésame peut être donc considérée comme une source précieuse d'antioxydants pour les nouveaux produits multi-usages industriels, cosmétiques et pharmaceutiques [42].



CONCLUSION PARTIELLE III

La caractérisation de la fraction lipidique du sésame est une étape préalable nécessaire afin de connaître la qualité de l'huile et la valeur que représente ce produit.

L'analyse des caractéristiques physico-chimiques de l'huile a permis de déterminer la qualité des huiles extraites par solvant et par pression. Il a été dégagé que l'huile de sésame est une huile semi-siccative. En effet, la densité moyenne et l'indice de réfraction de l'huile extraite par solvant et par pression sont respectivement de 0,9070 et 1,4740 ; 0,9220 et 1,4730. En outre, les analyses chimiques effectuées ont montré que l'indice de saponification est de 194 et 192 respectivement pour l'huile de sésame extraite par solvant et pressée à froid. L'indice d'acide est de 3,87% pour le premier et de 2,23% pour l'autre.

L'identification des acides gras par chromatographie en phase gazeuse des échantillons a révélé une composition en acides gras plus ou moins identiques des deux huiles. L'huile est composée en moyenne de 8,97 % d'acide palmitique, de 4,62% d'acide stéarique, de 40,05% d'acide oléique, et de 46,34% d'acide linoléique. De par sa composition en acides gras, l'huile de sésame faisant l'objet de cette étude se rapproche un peu l'huile de tournesol. L'huile est caractérisée par sa richesse en acides gras insaturés, essentiellement en mono et polyinsaturés.

Les résultats ont aussi montré que l'huile de sésame présente une teneur importante en composés phénoliques. Il a été indiqué à travers le test au DPPH que nos extraits issus des deux huiles présentent une activité antioxydante. L'évaluation au test de vieillissement à l'étuve des deux huiles a également confirmé leur grande résistance à l'oxydation.



PARTIE IV :
Essai de valorisation
de l'huile en
cosmétique

Partie IV : ESSAI DE VALORISATION DE L'HUILE EN COSMETIQUE

Bien qu'à première vue, la valorisation en cosmétologie de l'huile est possible en partant des quelques données trouvées précédemment, il est encore à prouver dans cette partie que techniquement, cette supposition est faisable.

Dans le cadre de cette étude, nous allons donc étudier la possibilité de valorisation de l'huile de sésame en produit cosmétique en effectuant des essais de formulation, des tests et d'études socio-économiques sur un produit: le lait corporel qui est une émulsion. L'effet de la présence des antioxydants naturels dans l'huile sur la prévention de l'oxydation du produit sera aussi explicité.

1. Matériels et méthodes

1.1. Formulation du lait à base d'huile de sésame

1.1.1. Définition du produit

En cosmétique, les laits sont des préparations dermatologiques multiphasiques conçues pour nettoyer, modifier l'aspect, améliorer la texture, hydrater mais aussi parfumer la peau [8]. Il s'agit d'émulsions, constituées par une partie aqueuse et par une partie huileuse dont le mélange homogène est obtenu par l'ajout de substances émulsionnantes. Leur consistance est plutôt liquide, ils coulent facilement entre les doigts [89].

1.1.2. Matières premières

a) Eau

L'eau est une matière première utilisée en très grande quantité dans une grande partie des produits cosmétiques. C'est le constituant le plus utilisé, pour sa compatibilité, son absence de toxicité, ses propriétés solvantes et diluantes. Sa dénomination dans la nomenclature internationale des ingrédients cosmétiques est le terme *Aqua* [7].

Etant le milieu de croissance des microorganismes, il est nécessaire de la traiter. Elle doit notamment, en plus d'être dénuée de germes et de bactéries, être inodore, ne pas contenir (ou le moins possible) de calcaire ou de métaux lourds (plomb, cuivre, fer...) ou de sels minéraux indésirables [54]. Avant d'être incorporée dans les produits, elle doit être distillée et désionisée, car certains ions peuvent causer des effets indésirables : rancissement des huiles



végétales et animales, déstabilisation des émulsions, colorations indésirables, développement de bactéries [65].

b) Glycérine

La glycérine est un composé hydratant, qui retient l'eau à la surface cutanée. Elle est parmi les humectants les plus anciennement utilisés pour éviter le dessèchement des préparations. C'est aussi un agent adoucissant, très apprécié pour les émulsions. Elle se présente sous forme d'un liquide sirupeux limpide et incolore.

Le glycérol joue un rôle dans l'extensibilité et la souplesse de la peau en s'accumulant au niveau du stratum corneum où il inhibe la transformation des cristaux liquides en cristaux au sein des espaces intercellulaires, augmentant ainsi la fluidité des bicouches et le piégeage de l'eau [56].

c) Huile de sésame

Les huiles végétales forment la majeure partie de la phase grasse des émulsions cosmétiques. Elles sont utilisées comme excipient dans les produits actifs. Elles peuvent contenir des principes actifs tels les acides gras insaturés qui confèrent aux huiles les propriétés adoucissantes, anti-âges, protectrices ou encore nourrissantes. On les utilise aussi pour transporter des substances liposolubles (parfums, pigments, etc...). Elles peuvent pénétrer les tissus et contiennent des vitamines, des stéroïdes, de la lécithine (lipoprotéine cellulaire naturelle) qui leur donnent des propriétés nutritives et émollientes intéressantes [65]. Afin de pouvoir comparer les caractéristiques des produits, les deux échantillons d'huiles de sésame étudiées (HSp et HSs) ont été utilisés. Deux types de laits ont été ainsi formulés: du lait à base de l'huile de sésame pressée à froid (LHSp) et du lait à base de l'huile extraite par solvant (LHSs).

d) Antioxydant

A cause de la présence des acides gras insaturés dans les huiles végétales, leurs utilisations dans les formulations requièrent l'addition d'un antioxydant. Toutefois, afin d'étudier si les antioxydants naturels propres aux huiles de sésame étaient suffisants, à eux seuls, et capables de protéger les préparations, aucun antioxydant n'a été ajouté lors de la formulation.

e) Emulsifiant

Les émulsifiants permettent la dispersion de la phase liquide et donc la stabilisation des émulsions. Ce sont des composés amphiphiles caractérisés par la présence dans leur



molécule de deux parties : l'une hydrophile et l'autre lipophile. En présence de deux phases liquides non miscibles, l'une aqueuse, l'autre huileuse, les émulsifiants se placent à l'interface, où ils s'orientent afin que la partie hydrophile se trouve dans l'eau et la partie lipophile dans l'huile (Cf. figure 28). Sans les émulsifiants, une émulsion risque de présenter rapidement une séparation de phases. Selon leur nature et leur quantité, ils peuvent faire varier la texture d'une préparation [56].

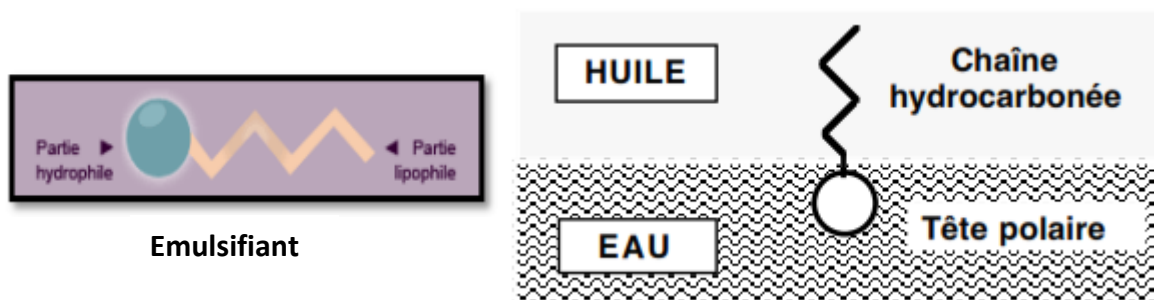


Figure 28 : Représentation schématique d'un émulsifiant et son mode d'action

f) Conservateur

Les agents conservateurs sont des substances qui sont destinées à empêcher le développement de micro-organismes dans les produits cosmétiques. Ils protègent ces derniers des contaminations pouvant être apportées lors de leur production par les matières premières, les articles de conditionnement, l'atmosphère des locaux et le personnel. Ils ont également un rôle de protection lors de l'utilisation du produit par le consommateur après l'ouverture du produit et les éventuelles pollutions lors du prélèvement [7] [54].

g) Base parfumante

A chaque formulation cosmétique est associée une odeur particulière attribuée à la présence d'une base parfumante. Le parfum est utilisé pour renforcer l'image du produit et attirer le consommateur. C'est un critère déterminant chez le consommateur pour l'achat et le renouvellement de l'achat d'un produit. En plus de rendre le produit agréable à l'emploi, il amplifie la perception d'efficacité et accentue la personnalité du produit. Certains constituants des huiles essentielles peuvent jouer de rôles bénéfiques pour le produit par le biais de leurs principes actifs [7].

Selon le support et la fonctionnalité du produit cosmétique, les concentrations en composition parfumante peuvent varier (Cf. Annexe 13).



La base parfumante est composée de trois notes principales qui en se volatilissant vont faire vivre la composition : la note de tête, la note de cœur et la note de fond (Cf. figure 29).

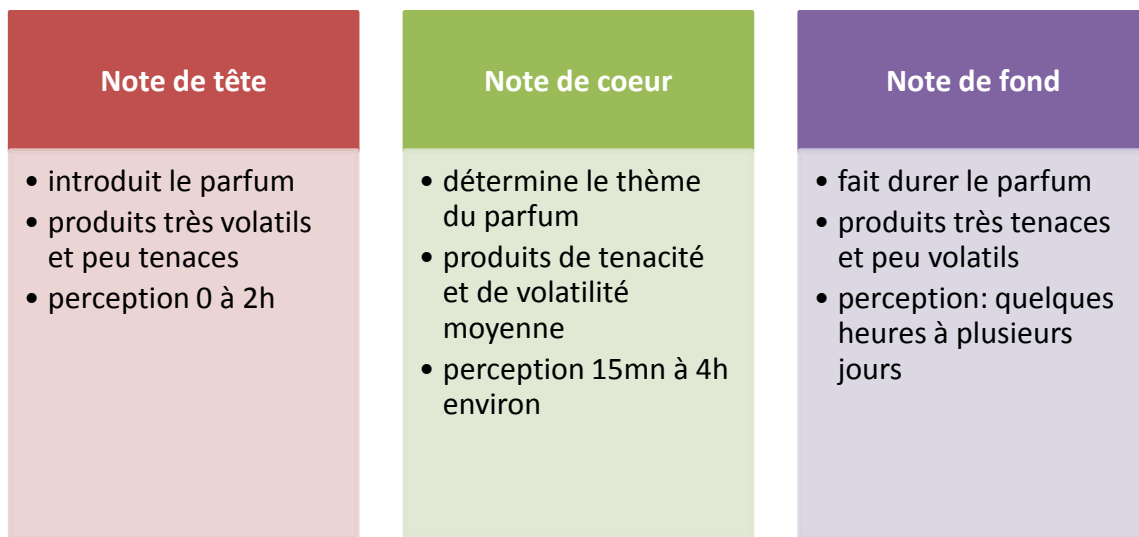


Figure 29 : Les différentes notes d'un parfum

Un équilibre est souhaitable entre ces 3 gammes de senteurs pour être agréable et durable. Les proportions (Cf. tableau 19) varient selon l'inspiration des parfumeurs.

Tableau 19 : Proportions des différentes notes de parfum

Notes	Proportions (%)	
	RASOARAHONA, 2009 [8]	GIRARD, 2013 [45]
Note de tête	57	15-25
Note de cœur	28	30-40
Note de fond	15	40-45

Notre formule s'est appuyée essentiellement sur celle dont la proportion en notes de cœur est très importante, de ce fait le parfum délivre immédiatement son odeur et reste stable dans le temps.

Toutefois, le parfumage d'un produit cosmétique doit tenir compte aussi de plusieurs facteurs incontournables dont le prix des matières premières, la performance olfactive, la stabilité physique et chimique du produit ainsi que la réactivité de ses ingrédients composants [48].



La composition de la base parfumante a été faite à l'aide de différentes pipettes pour chaque essence afin d'éviter toute pollution entre les différentes odeurs.

1.1.3. Mise au point du produit

Le procédé utilisé pour la fabrication du lait est l'émulsion directe. Le principe de fabrication se base sur la transformation de l'huile en émulsion résultant d'un mélange du corps gras avec une phase aqueuse [19]. Les quantités ont été exprimées en gramme afin de faciliter l'expression du bilan de matière lors du processus de fabrication dans la figure suivante.

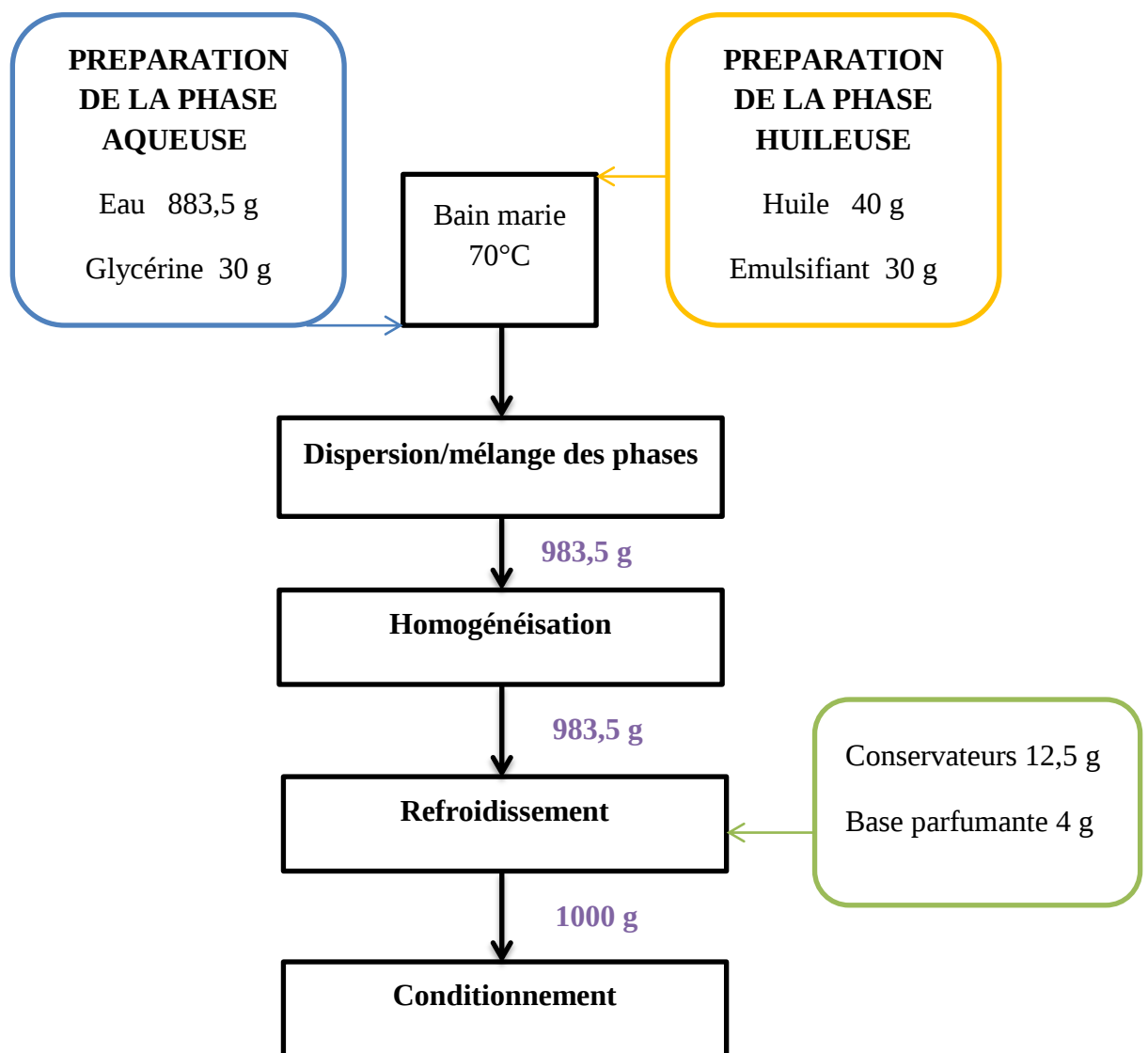


Figure 30 : Procédé de fabrication du lait corporel

a) Préparation des deux phases :

Les différents constituants de la formulation sont pesés à l'aide d'une balance appropriée, bien équilibrée et préalablement calibrée.



Les deux phases de l'émulsion sont ensuite constituées, suivant la solubilité des différents composants de la formulation:

- La phase huileuse comporte l'huile et les émulsifiants lipophiles ;
- La phase aqueuse contient l'eau purifiée et la glycérine.

Les deux phases sont chauffées chacune à une température de 60-80°C, sous une agitation lente afin de permettre la dissolution des différents constituants. L'augmentation de la température permet aussi de faciliter le travail d'émulsion et d'obtenir une émulsion plus fine.

b) Mélange des phases et homogénéisation

L'émulsion est réalisée lorsque les deux phases sont maintenues à la même température. Elle se fait par une addition lente de la phase aqueuse (phase interne) à la phase huileuse (phase dispersante), sous une agitation constante. Cela permet de réduire la phase interne en globules de petites tailles. L'homogénéisation est ensuite réalisée à l'aide d'un mélangeur (Cf. figure 31).



Figure 31 : Mélangeur (Cliché AUTEUR, 2016)

c) Refroidissement

A la fin de l'émulsion, le mélange est soumis à un refroidissement progressif et lent sous une agitation de plus en plus lente évitant les inclusions d'air. A 45°C, les conservateurs et la base parfumante sont ajoutés progressivement, sans cesser d'agiter entre chaque ajout.



d) Conditionnement

Enfin, lorsque tous les ingrédients ont été introduits, le lait est conditionné et est laissé au repos 24 heures. Le conditionnement est important puisqu'il contribue à la conservation du produit cosmétique depuis le laboratoire jusqu'au domicile du consommateur [56].

e) Les conditions d'hygiène

Avant la formulation du produit, les instruments de pesée, les bols de chauffage, spatules et tout le matériel utiles à la préparation, ainsi que le plan de travail sont soigneusement désinfectés à l'alcool 90°. Le manipulateur doit porter aussi une blouse et des gants, voire un masque et des lunettes de protection pour les poudres [30].

1.2. Evaluation physico-chimique

Afin d'apprécier la qualité du lait composé à partir de l'huile de sésame et pour pouvoir le comparer aux autres laits usuels, des analyses physico-chimiques ont été effectuées. Les caractéristiques étudiées sont :

- Le pH dont la détermination a été réalisée à l'aide d'un pH mètre. Les normes sur les produits cosmétiques montrent que le pH devrait se situer entre 6 et 7 [7].
- La densité qui a été déterminée à l'aide d'un pycnomètre (Cf. Partie expérimentale 3)
- La viscosité mesurée à partir d'un viscosimètre (Cf. figure 32).



Figure 32 : Mesure de la viscosité par un viscosimètre (Cliché AUTEUR, 2016)



1.3. Evaluation sensorielle

L'évaluation sensorielle va servir à caractériser les produits, définir leurs profils et les produits les plus appréciés.

1.3.1. Définition

L'analyse sensorielle représente l'ensemble des méthodes, des outils et des instruments qui permettent d'évaluer les qualités organoleptiques d'un produit, c'est-à-dire les caractéristiques faisant intervenir les organes des sens de l'être humain : le goût, l'odorat, la vue, le toucher et l'ouïe. L'objectif de l'étude sensorielle est de qualifier et de quantifier une ou plusieurs caractéristiques perçues sur les produits. Il s'agit de décrire et d'évaluer en intensité et en qualité un ensemble de caractéristiques sensorielles sur les produits testés [58]. Elle permet de ce fait d'évaluer les caractéristiques organoleptiques (odeur, texture et aspect) des produits.

1.3.2. Local et matériel de travail

Les évaluations sensorielles se sont déroulées au laboratoire de l'HOMEOPHARMA et à l'ESSA. Les locaux utilisés sont des salles spacieuses, dénuées d'odeur et de bruit avec une température et une humidité stable. Le but est d'obtenir de la part des sujets une réponse ne dépendant que du stimulus et qui est donc non biaisée par l'environnement. Afin de minimiser l'influence des facteurs extérieurs au produit sur les réponses des sujets, les échantillons codés sont présentés en même quantité dans des récipients neutres identiques.

1.3.3. Les juges

Pour la réalisation de l'évaluation sensorielle, on a fait appel à deux types de jury choisis en fonction du but de l'essai: des sujets naïfs pour les épreuves hédoniques et des sujets entraînés pour les épreuves descriptives et hédoniques. Leur nombre a été fixé en fonction du but recherché, du mode opératoire et de l'interprétation des résultats que l'on désire faire.

1.3.4. Les différentes épreuves utilisées

a) Tests analytiques

Les essais analytiques sont basés sur des tests discriminatifs ayant pour but de déterminer l'existence d'une différence organoleptique entre deux ou plusieurs produits et sur des tests descriptifs dont l'objectif est de caractériser des produits et de quantifier des différences.



Afin de caractériser et comparer nos produits par rapport au produit témoin, on a établi leur profil sensoriel. La méthode consiste à décrire le produit le plus complètement possible à l'aide de descripteurs (Cf. figure 33). Chaque descripteur représente une grandeur sensorielle simple. Une fois les descripteurs définis, ils sont accompagnés d'une échelle graduée qui permet d'exprimer leur intensité. Le profil permet donc de décrire les sensations apportées par un produit en qualité et en intensité [58].

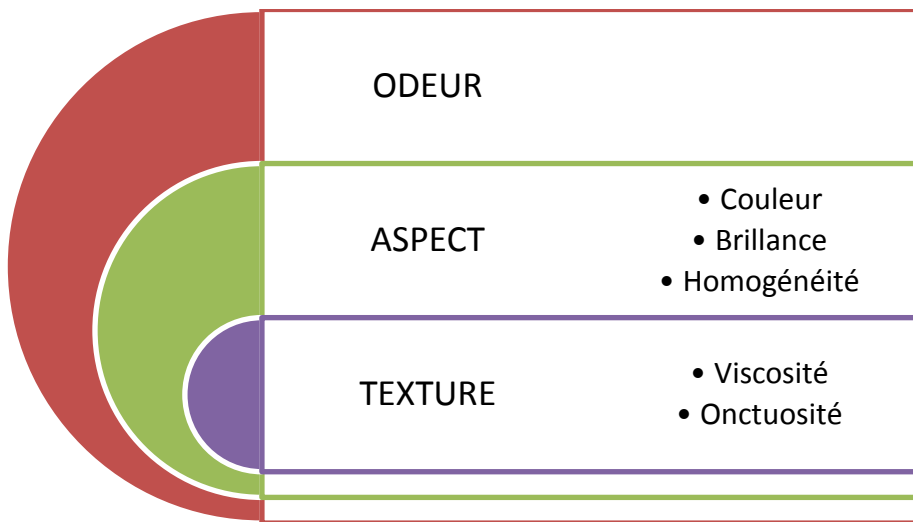


Figure 33 : Les descripteurs utilisés

b) Tests hédoniques

Les essais hédoniques visent à évaluer des préférences ou aversions sur le produit. Deux types d'analyses ont été effectués :

- L'épreuve de classement où la tâche des sujets est de classer les échantillons sur la base de leur caractère agréable en fonction de leur préférence
- L'évaluation hédonique où les échantillons sont présentés de façon individuelle et le sujet doit exprimer son avis concernant leur caractère agréable sur une échelle d'intervalle.

1.3.5. Traitement des résultats

Afin de faciliter l'interprétation des résultats des analyses sensorielles, des outils informatiques et statistiques ont été utilisés pour le traitement des données.

a) EXCEL:

Le logiciel EXCEL version 2010 nous a permis de regrouper les données et de construire des diagrammes en toile d'araignée pour illustrer les profils sensoriel. Il s'agit de



diagrammes de hauteur permettant de schématiser les comparaisons visuelles sur les modalités de caractère étudiées.

b) XLSTAT :

Le logiciel XLSTAT a été très utile pour effectuer l'analyse en composantes principales ou ACP. En effet, ce dernier permet d'expliquer les corrélations entre les variables descriptives. Il s'agit d'un outil pour évaluer et représenter la redondance entre plusieurs mesures ou variables. Elle sert à mettre en évidence des similarités ou des oppositions entre variables et à repérer les variables les plus corrélées entre elles. L'ACP consiste à remplacer une famille de variables par de nouvelles variables de variance maximale, non corrélées deux à deux et qui sont des combinaisons linéaires des variables d'origine. Ces nouvelles variables, appelées composantes principales, définissent des plans factoriels qui servent de base à une représentation graphique plane des variables initiales [100].

Grâce à cette méthode descriptive, les fichiers de données comprenant un grand nombre de variables (mesures) peuvent être analysés et résumés graphiquement avec la structure sous-jacente des données [43].

1.4. Etude de stabilité

La stabilité des produits cosmétiques est un des paramètres clé pour une garantie de qualité du produit et la satisfaction du consommateur. Afin de garantir dans le temps la sécurité des produits, des essais de stabilité sont mis en œuvre. Les études de stabilité consistent à suivre l'évolution dans le temps, d'un certain nombre de paramètres propres aux préparations. Celles-ci étaient en effet laissées au repos à la température du laboratoire et examinées durant 6 semaines de conservation.

Elles ont été réalisées à température ambiante et en conditions justifiées de vieillissement accéléré pour chaque produit [15]. Les variables ou paramètres examinés étaient notamment les caractères organoleptiques (consistance, couleur, odeur, aspect) de la préparation, l'apparition ou non des phénomènes de séparation de phases, l'homogénéité et enfin, la viscosité de la préparation [89]. La stabilité de laits à l'oxydation a été suivie de près par l'apparition l'odeur de rance [56].

1.5. Analyse microbiologique

Les produits cosmétiques étant destinés à être mis en contact avec les parties du corps humain, ils se doivent d'être sûrs d'un point de vue microbiologique. Ils ne doivent en aucun



cas contenir de microorganismes susceptibles de nuire à l'utilisateur, que ce soit par leur nature ou leur concentration.

La réglementation cosmétique définit la quantité maximale de microorganismes pouvant être présents dans les produits finis, ainsi que ceux qui ne doivent pas y être détectés. Cela permet d'assurer que le produit fini ne présente pas de risque microbiologique dû à une contamination lors de la fabrication [54].

L'analyse microbiologique consiste en une recherche et une numération des germes bactériens et fongiques éventuellement présents dans la préparation et en une recherche de germes pathogènes (*Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Candida albicans* et *Aspergillus niger*), qui ne doivent pas se retrouver dans les préparations dermatologiques [89]. L'analyse bactériologique des échantillons de laits et de la crème a été soumise au laboratoire microbiologique de l'HOMEOPHARMA.

1.6. Etudes socio-économiques

Pour pouvoir étudier le marché actuel des graines et l'huile de sésame ainsi que des produits cosmétiques, des études statistiques ont été réalisées auprès de l'INSTAT. Il s'agit de statistiques sur les importations et exportations des graines et huiles de sésame à Madagascar ainsi que les entreprises concernées. Des études statistiques ont été aussi réalisées concernant la quantité et la valeur des produits cosmétiques importés dans notre pays. Ces données permettront en partie d'évaluer les offres sur le marché.

Des enquêtes ont été aussi effectuées sur les huiles de sésame et les produits cosmétiques à base d'huile de sésame vendus aux marchés.

2. Résultats et discussions

2.1. Caractéristiques physico-chimiques

Les caractéristiques physico-chimiques des deux laits sont regroupées dans le tableau suivant.

Tableau 20 : Caractéristiques physico-chimiques des laits à base d'huile de sésame

	LHSp	LHSs
Ph	6,97	6,96
Densité	0,9920	0,9900
Viscosité (mPa.s)	4942	4927



La détermination du pH des produits a permis de montrer que le pH de nos préparations correspond à la norme de pH pour les produits cosmétiques qui se situe entre 6 et 7. Ces valeurs suggèrent que le pH des préparations à base d'huile de sésame obtenues est compatible avec l'usage cosmétique.

Les calculs de la densité des deux produits nous affirment que nos deux préparations ont une valeur de densité presque égale. Elles sont plus légères que l'eau car leurs densités sont inférieures à 1 mais elles sont nettement lourdes par rapport à d'autres laits dans des études antérieures dont les valeurs de densité sont de 0,9120 et 0,9160 [8].

Les résultats des études sur la viscosité ont permis de constater que les préparations réalisées à base d'huile de sésame présentent une viscosité assez élevée, ce qui implique une bonne structuration interne des produits. On sait en effet que dans les conditions identiques, la viscosité des laits, qui sont des phases multilamellaires, est plus importante lorsque la structuration interne est meilleure [89].

2.2. Résultats des analyses sensorielles

2.2.1. Base parfumante

La base parfumante utilisée pour les deux produits a été déterminée en effectuant des analyses hédoniques par classement sur plusieurs bases parfumantes (BP) proposées à des sujets naïfs. Les différentes compositions de base parfumante proposées sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 21 : Les différentes compositions de base parfumante proposée

Base parfumante	Note de tête	Note de cœur	Note de fond
BP1	Parfum litchis	HE ylang-ylang	Essence de vanille
BP2	Parfum lavande	HE ylang-ylang	Essence de vanille
BP3	Parfum abricot	HE ylang-ylang	Essence de vanille
BP4	Parfum pomme	HE ylang-ylang	Essence de vanille

Après l'évaluation sensorielle, une analyse de la somme des rangs attribués par les sujets a été faite. La base parfumante la plus préférée est celle qui obtiendra la note la moins élevée octroyée par les 102 sujets. Les résultats obtenus par l'épreuve de classement sur les quatre (4) bases parfumantes sont enregistrés dans le tableau suivant.



Tableau 22 : Résultats de l'épreuve de classement sur les 4 bases parfumantes proposées

	BP1	BP2	BP3	BP4
Somme des rangs	244	247	340	189
Moyenne des rangs	2,39	2,42	3,33	1,85

De ce tableau, il en résulte que la base parfumante BP4, composée de parfum pomme en note de tête, d'ylang-ylang en note de cœur et de vanille en note de fond est la plus appréciée par les consommateurs. Elle sera utilisée dans la composition de nos essais.

2.2.2. Profil sensoriel des produits

La détermination du profil sensoriel des produits a été réalisée par une analyse descriptive des deux laits fabriqués à partir de l'huile de sésame comparée à un lait à base d'huile de tournesol. L'épreuve qui a été effectuée par des sujets entraînés, consiste à avoir une description de chacun de ces produits par notation sur une échelle de 1 à 5 de chaque descripteur défini.

Sur les 6 caractéristiques sensorielles étudiées, les moyennes des notes octroyées par les jurys sur les trois produits sont indiqués dans le tableau suivant (Détails : Cf. Annexe 16).

Tableau 23 : Moyennes des notes données par les jurys pour les trois laits

	Odeur	TEXTURE		ASPECT		
		Viscosité	Onctuosité	Couleur	Brillance	Homogénéité
LHT	3,2	2,3	2,8	1,5	3	4,5
LHSs	3,3	3,4	3,4	2,6	3,3	4,4
LHSp	3,5	3,4	3,9	2,5	2,7	4,5

Ce tableau peut être confirmé par les figures suivantes :

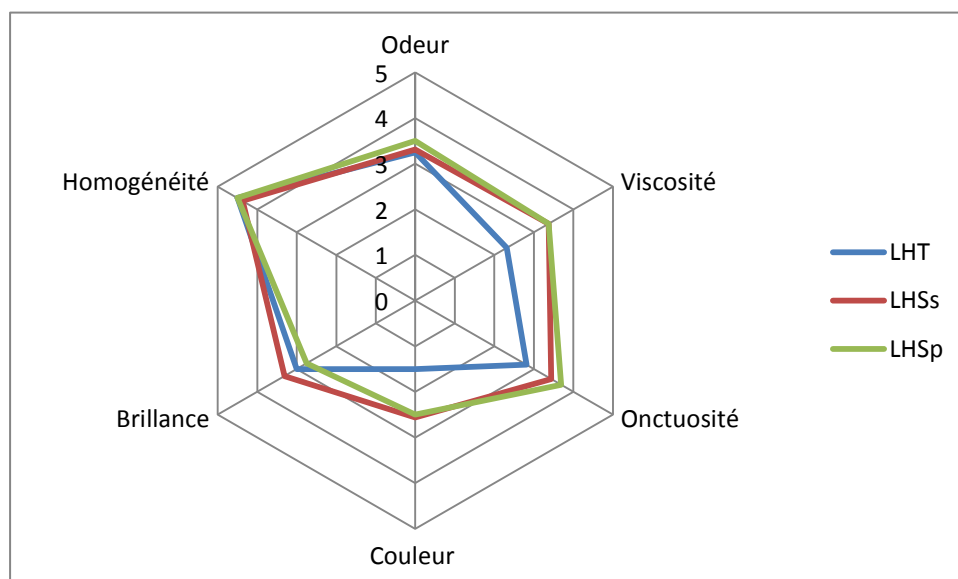


Figure 34 : Diagramme radar des profils sensoriels des trois types de laits



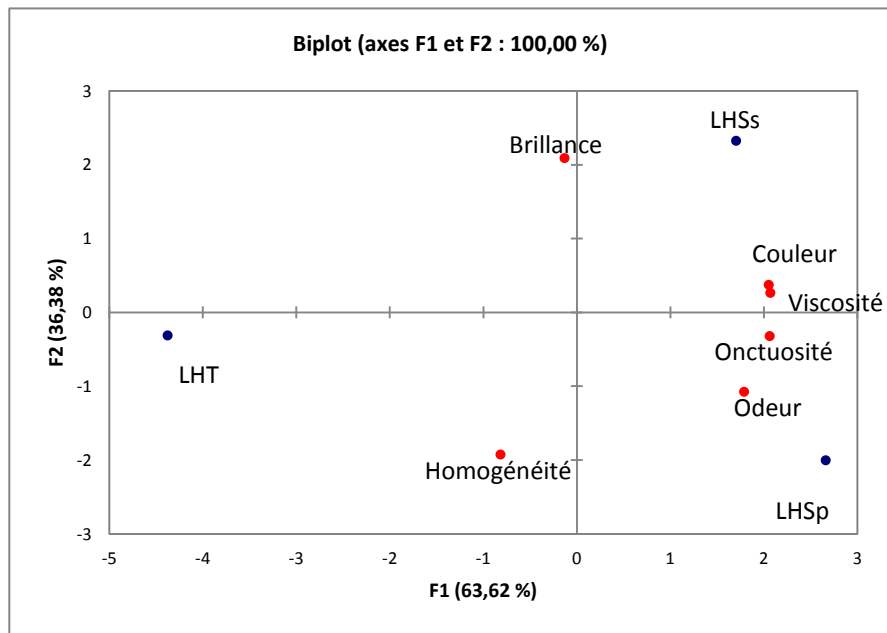


Figure 35 : Représentation graphique par l'ACP des caractéristiques des laits corporels

On peut déduire de ces deux figures que les deux laits fabriqués à partir de l'huile de sésame sont plus visqueux, plus onctueux et présentent une couleur plus foncée par rapport au lait à base d'huile de tournesol. Ils sont tous les trois très homogènes. La préparation à base d'huile de sésame extraite par pression est par contre légèrement plus brillante que les deux autres laits. Enfin, les trois produits présentent des odeurs presque identiques vu que les mêmes compositions et concentrations de base parfumante leurs ont été attribuées.

2.2.3. Résultat du test d'acceptabilité des produits

Des tests ont été aussi réalisés afin de déterminer les appréciations des consommateurs sur les laits fabriqués à partir de l'huile de sésame. Les résultats des analyses sont présentés dans les graphes suivants.

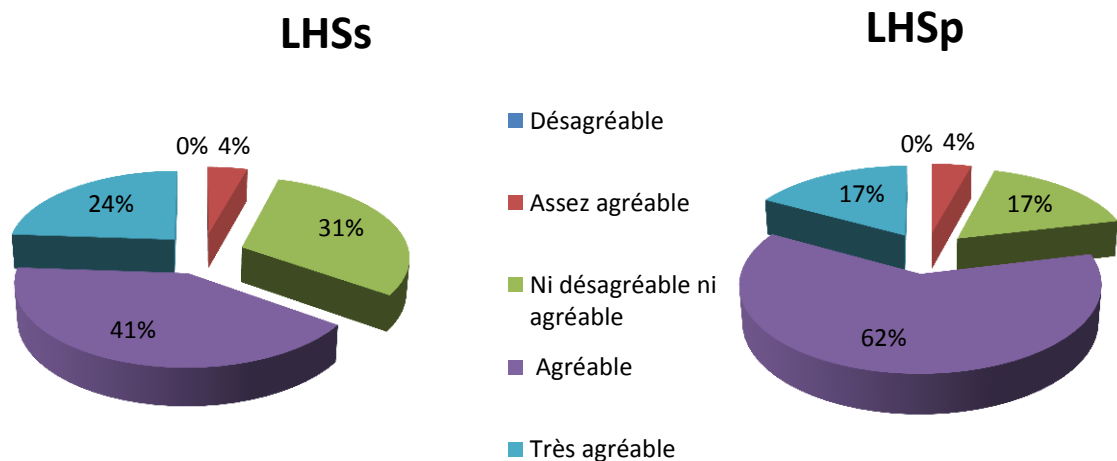


Figure 36 : Résultats des tests d'acceptabilité



D'après la figure, 79% des sujets évalués ont appréciés la préparation à base de d'huile de sésame extraite par pression et 65% des sujets ont appréciés celle préparée à partir d'huile extraite par solvant. Pour les deux produits, les valeurs de la note désagréable sont nulles et la somme des notes tendant vers agréable est largement supérieure à celle tendant vers désagréable. On peut alors dire que les laits corporels fabriqués à partir de l'huile de sésame ont été largement appréciés par les évaluateurs.

2.3. Caractéristiques microbiologiques

Les résultats des analyses microbiologiques sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 24 : Résultats des analyses microbiologiques des deux laits

Dénombrement	LHSp	LHSs	Normes
Staphylocoques Coagulase positif	Absence	Absence	Absence
Levures et moisissures	< 10 UFC/g	< 10 UFC/g	< 10 ² UFC/g
<i>Candida albicans</i>	Absence	Absence	Absence
<i>Aspergillus niger</i>	< 10 UFC/g	< 10 UFC/g	< 100 UFC/g
Microorganisme à 30°C	< 10 UFC/g	< 10 UFC/g	< 10 ³ UFC/g

Si l'on se réfère aux normes, les résultats sur les deux produits sont satisfaisants. On peut en conclure que les conditions d'hygiène ont été respectées lors de la fabrication et que les produits sont microbiologiquement sains.

2.4. Stabilité du produits

2.4.1. Stabilité à l'oxydation

Les tableaux 25 et 26 représentent les résultats du suivi de la stabilité à l'oxydation des deux produits ainsi que des deux échantillons témoins.

Tableau 25 : Stabilité à l'oxydation des échantillons à température ambiante

Echantillon	Jour	Odeur de rance
LHSs	42	—
LHSp	42	—
LHT + Vit E	42	—
LHT + BHT	42	—

+ : Apparition d'odeur de rance — : Aucune odeur de rance



Les résultats nous montrent qu'aucune des échantillons n'a présenté d'odeur de rance pour le test de stabilité effectué à température ambiante, ce qui implique une bonne stabilité des produits pour une conservation à température ambiante.

Tableau 26 : Stabilité à l'oxydation des échantillons mise à l'étuve

Echantillon	Jour	Odeur de rance
LHSs	4	+
LHSp	8	+
LHT + Vit E	8	+
LHT + BHT	42	–

+ : Apparition d'odeur de rance – : Aucune odeur de rance

Par le test de stabilité à l'étuve, on a observé un rancissement au bout de seulement 4 jours pour LHSs. Les deux produits LHSp et LHT+Vit E ont ranci au bout de 8 jours. LHT+BHT, par contre, n'a présenté aucun rancissement au cours de la période d'évaluation de la stabilité à l'étuve.

Ces résultats nous montrent d'une part que les antioxydants synthétiques ont une capacité antioxydante très élevée, et d'autre part que le lait fabriqué à partir de l'huile extrait par solvant est plus sujet au rancissement que celui fait avec l'huile extraite à froid.

Toutefois, malgré son pouvoir antioxydant inférieur à celui des antioxydants synthétiques, l'huile de sésame reste très avantageuse par sa capacité à empêcher l'oxydation qui est comparable à la vitamine E.

2.4.2. Evolution du pH

L'utilisation du papier pH ne nous a pas permis d'avoir de données précises sur le pH. Néanmoins, on a constaté qu'au bout des 6 semaines, malgré une légère diminution de pH pour les deux produits, les valeurs restent dans la norme pour les deux échantillons à température ambiante et mis à l'étuve.

2.4.3. Evolution des caractéristiques organoleptiques

Les résultats des observations de l'évolution des caractéristiques organoleptiques des deux produits ont été regroupés dans le tableau ci-dessous (Cf. tableau 24) (Détails Cf. Annexe 18). Les analyses ont été effectuées sur les échantillons mis en étuve et soumis à température ambiante.



Tableau 27 : Résultats du suivi de l'évolution des caractéristiques organoleptiques des deux produits

	LHSp			LHSs		
	<i>Caractéristiques initiales</i>	<i>Caractéristiques 6^{ème} semaine</i>		<i>Caractéristiques initiales</i>	<i>Caractéristiques 6^{ème} semaine</i>	
		25°C	45°C		25°C	45°C
Odeur	Florale d'intensité (3,5/5)	Id.	Id.	Florale d'intensité (3,3/5)	Id.	Id.
Onctuosité	Onctueux (3,4/5)	Id.	Id.	Onctueux (3,4/5)	Id.	Id.
Viscosité	Visqueux (3,6/5)	Id.	Id.	Visqueux (3,4/5)	Id.	Id.
Couleur	Jaune (2,5/5)	Id.	Id.	Jaune (2,5/5)	Id.	Id.
Brillance	Brillant (2,7/5)	Id.	Id.	Brillant (3,3/5)		
Homogénéité	Très homogène (4,5/5)	Id.	Id.	Très homogène (4,4/5)	Id.	Id.

Id. : Identique à l'originale

Aucune modification des caractéristiques n'a été observée au cours des 6 semaines. Aucun changement n'a été décelé que ce soit pour l'échantillon mis à l'étuve à 45°C ou pour l'échantillon mis à la température ambiante (25°C). C'est-à-dire que la température de l'étuve n'a aucune influence majeure sur le produit au cours des 6 semaines. Cette constance des caractéristiques traduit la bonne stabilité des produits.

2.5. Etude de marché et étude économique

2.5.1. Marché du sésame

Le sésame est une culture oléagineuse faisant actuellement l'objet d'un commerce international en plein essor. Au niveau national, la demande est encore faible mais elle pourrait être stimulée en mettant en avant la valeur nutritionnelle du sésame. La demande interne concerne surtout le sésame graine et accessoirement l'huile. La demande au niveau international est forte mais les normes de qualité sont nombreuses [46].

a) Marché des graines de sésame

Des études statistiques réalisées sur les valeurs des exportations et importations des graines de sésame à Madagascar ont révélé que le pays importe et exporte en même temps des graines de sésames. Une augmentation de la quantité exportée a été enregistrée ces trois dernières années. Le tableau suivant indique cette évolution aussi bien en importation qu'en exportation.



Tableau 28 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation et d'exportation de graines de sésame de 2010 à 2015

	2010		2011		2012		2013		2014		2015	
	Imp	Exp	Imp	Exp	Imp	Exp	Imp	Exp	Imp	Exp	Imp	Exp
Poids net (Kg)	2303	5140	1825	629	1605	264	917	18429	1312	13468	3441	8502
Valeur (CAF en Ariary)	12597647	13574275	6617799	2130893	5812130	235036	7316985	30072597	6834535	36114081	25116134	26488711

Source : INSTAT, 2016

Ces valeurs sont confirmées par les graphes suivants :

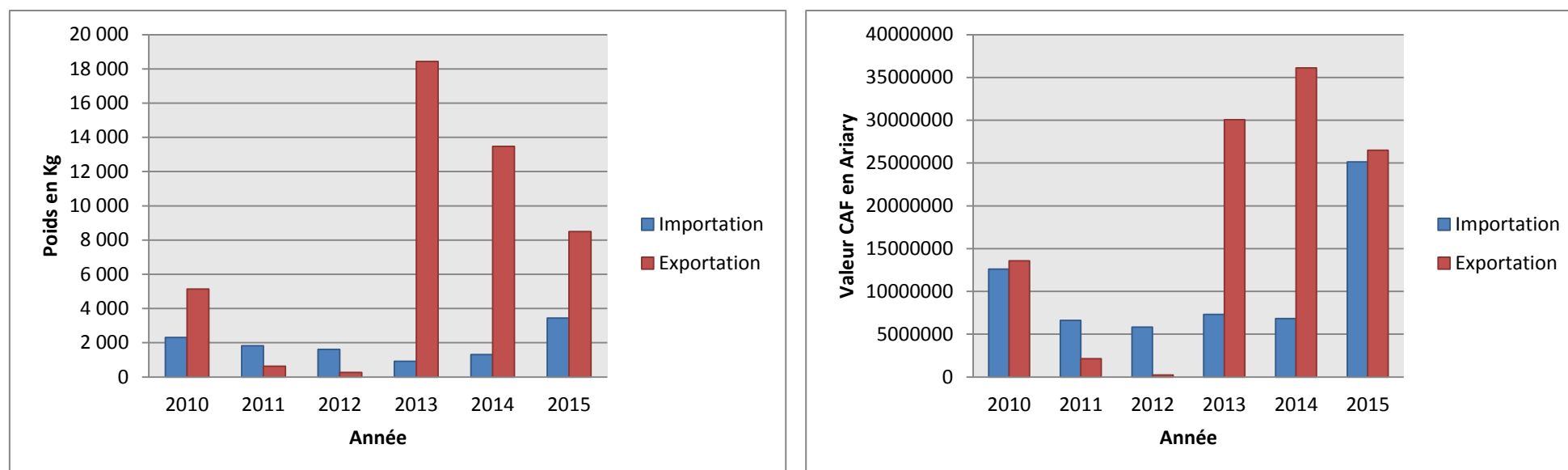


Figure 37 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation et d'exportation de graines de sésame de 2010 à 2015



b) Marché de l'huile

Les différentes enquêtes nous ont permis de constater que le marché de l'huile de sésame est dominé surtout par les huiles importées. La plus grande quantité d'importation enregistrée a été en 2011. Une diminution de cette quantité importée a été observée à partir 2012 mais elle tend à s'augmenter depuis 2014. On constate cependant que les valeurs de l'huile augmentent au fil des années.

Tableau 29 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation de l'huile de sésame à Madagascar de 2010 à 2015

	2010	2011	2012	2013	2014	2015
Poids (Kg)	2 226	7 915	1 913	1 644	1 780	2 139
Valeur CAF (Ariary)	11 482 024	21 292 989	15 837 751	13 172 443	17 824 714	33 722 453

Source : INSTAT, 2016

Ces valeurs sont confirmées par les figures suivantes :

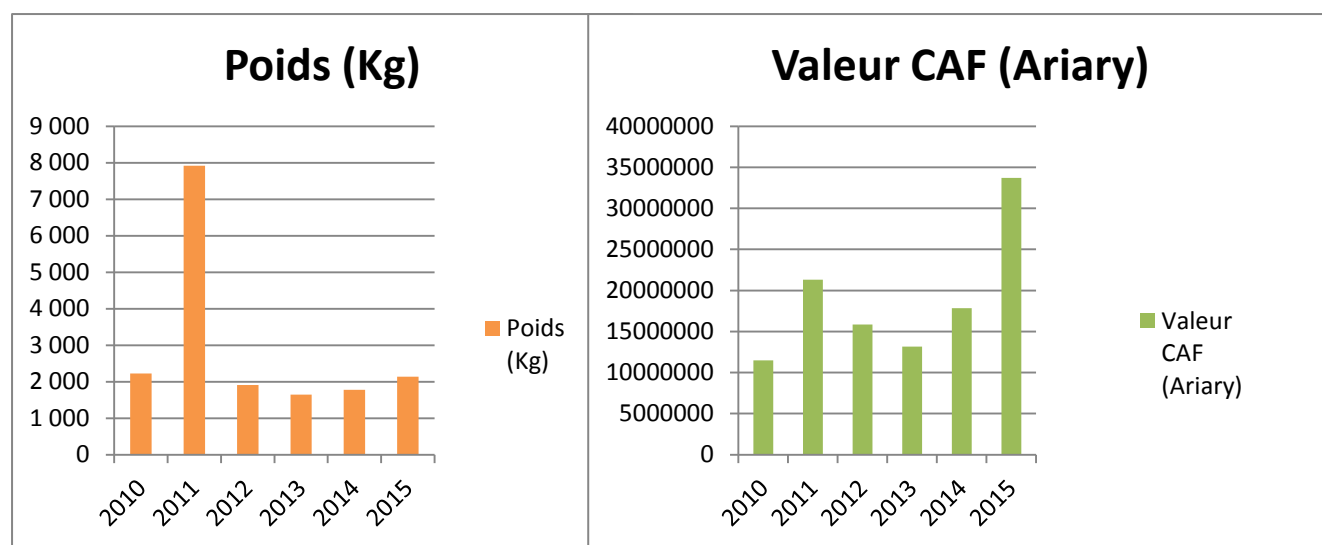


Figure 38 : Evolution en quantité et en valeur de l'importation de l'huile de sésame de 2010 à 2015

2.5.2. Marché des produits cosmétiques

a) Production locale

A Madagascar, le marché des produits cosmétiques, considérés autrefois comme des produits de luxe, est devenu relativement dynamique. En effet, le niveau d'instruction a évolué surtout dans les villes grâce aux sensibilisations et à la communication à travers les



médias. Les besoins évoluent qualitativement. Dans les petites villes, les besoins en produits d'hygiène corporelle ont augmenté (dentifrice, savons, shampoing). Dans les grandes villes, les besoins en produits cosmétiques et parfums deviennent significatifs (maquillage, parfum). Les femmes des villes dépensent jusqu'à 20% de leurs salaires pour les produits de beauté. La fabrication locale est essentiellement tournée vers les produits de grande consommation. Depuis quelques années, des dizaines d'entreprises parmi lesquels se trouve la société HOMEOPHARMA se concurrencent.

b) Importation

Madagascar importe chaque année une quantité assez considérable de produits cosmétiques. Les figures 39 et 40 nous permettent d'étudier l'évolution de l'importation de produits cosmétiques dans le pays de l'année 2010 à l'année 2015.

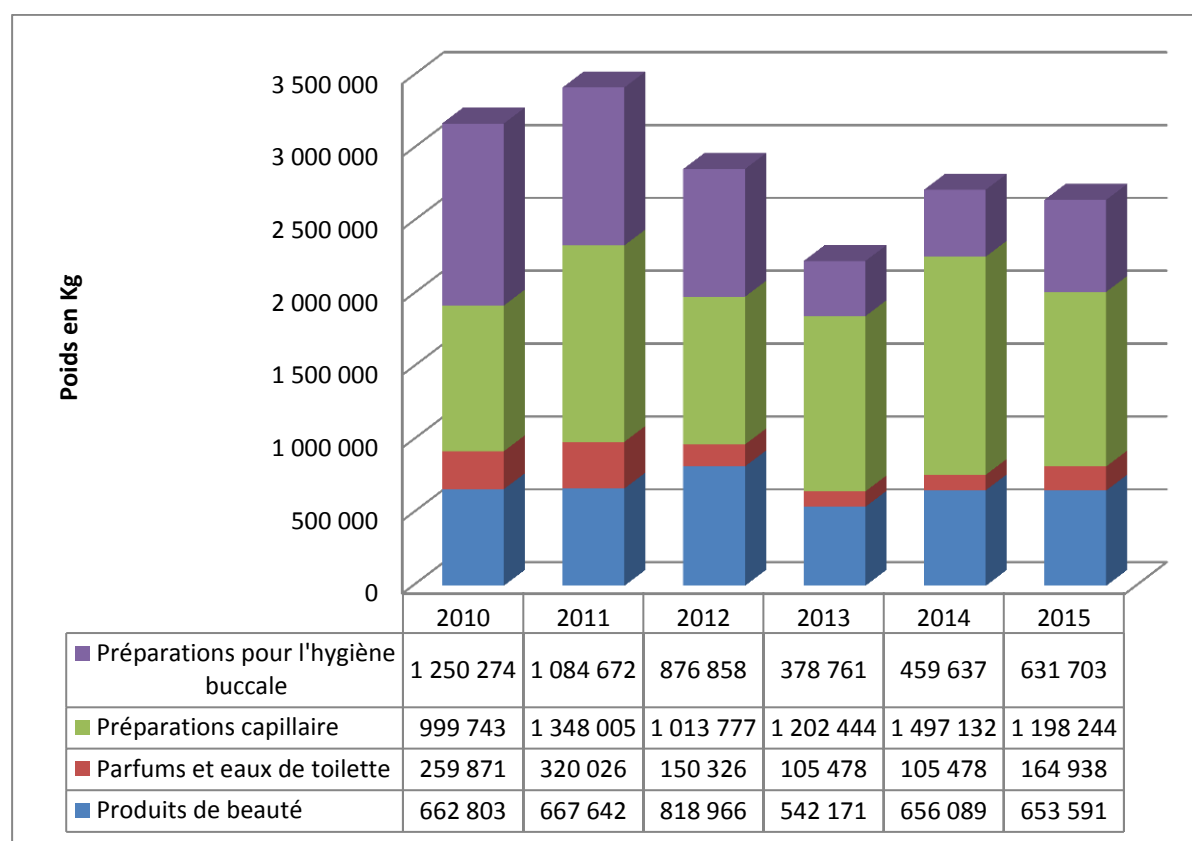


Figure 39 : Evolution en quantité de l'importation des produits cosmétiques de 2010 à 2015 (INSTAT, 2016)



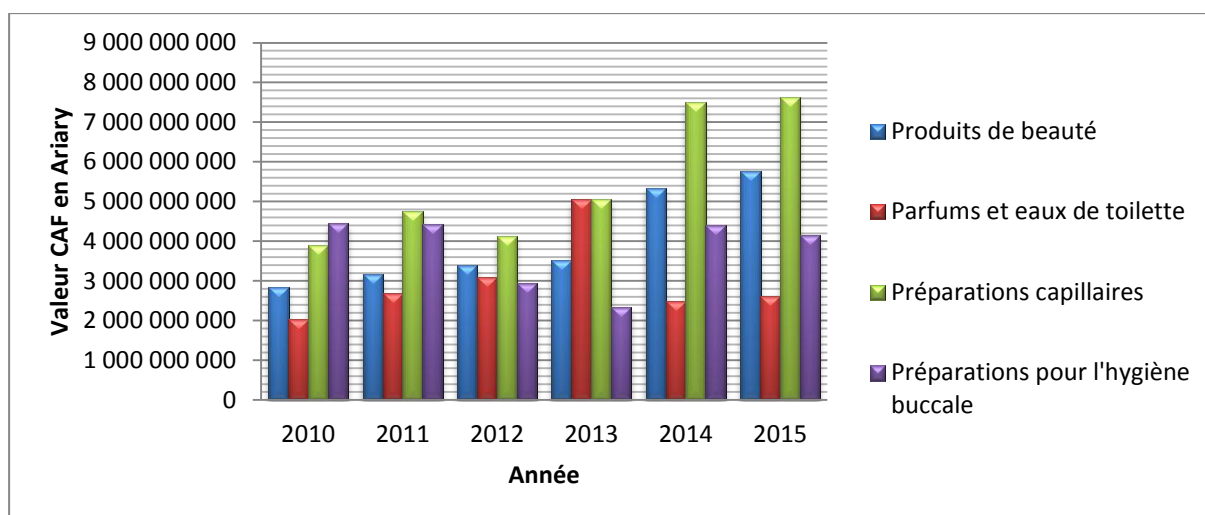


Figure 40 : Evolution en valeur de l'importation des produits cosmétiques de 2010 à 2015 (INSTAT, 2016)

D'un point de vue général, on observe une augmentation au fil des années de la quantité et la valeur d'importation des shampoings et produits capillaires qui occupent la plus grande part des produits cosmétiques importés. Les parfums et eaux de toilettes sont les moins représentés en quantité. Cela découle du fait que ces produits sont des produits de haute qualité et par conséquent d'un coût très élevé.

2.5.3. Coût sommaire de production

Faute de connaissance à priori de l'échelle de la production, la présente évaluation ne prendra en compte que les éléments de coût liés directement au produit dont les matières premières et les différents intrants. Les différentes charges liées à l'organisation de la production et aux appareillages utilisés (main-d'œuvre, énergie, charges liées à la maintenance et à l'amortissement des matériels, les charges générales de gestion) ne seront donc pas prises en compte.

a) Huile de sésame

Les coûts des matières premières et intrants pour l'extraction de l'huile de sésame sont résumés dans le tableau suivant.

Tableau 30 : Coûts sommaires de production de 1 litre de HSp et HSs

Matières premières	Produits	Quantité (Kg)	PU (Ariary)	Prix total (Ariary)
Graines de sésame	HSp	3,84	6 000	23 050
	HSs	1,62 kg	6 000	9 718



Le coût sommaire de fabrication de 1 litre de HSp non conditionné est d'Ariary 23 050 tandis que celui de HSs est d'Ariary 9 718. Le coût d'extraction de l'huile par solvant est donc moins cher dans le cas où les coûts du solvant et de l'énergie ne sont pas pris en compte. Dans le cas contraire, les coûts des deux extractions pourraient être à peu près égaux. Toutefois, par rapport au prix actuel des huiles vierges de sésame sur le marché dont le flacon de 60 ml est d'Ariary 9 800 donc le litre à Ariary 163 000, on voit nettement que le prix de notre huile peut être compétitif.

b) Laits corporels

Les coûts des matières premières et intrants entrant dans la composition d'un kg de LHSs et LHSp sont résumés dans les tableaux 31 et 32.

Tableau 31 : Coût de matières premières et intrants pour la fabrication de 1kg de LHSp

Matières premières	Quantité (kg)	PU (Ariary)	Prix total (Ariary)
HSp	0,04	25 000	1000
Eau distillée	0,8835	500	441,75
Glycérine	0,03	35 000	1050
Emulsifiant	0,03	9 000	270
Base parfumante	0,004	293 000	1172
Conservateur	0,0125	15 000	187,5
Total			4121,25

Tableau 32 : Coût de matières premières et intrants pour la fabrication de 1kg de LHSs

Matières premières	Quantité (kg)	PU (Ariary)	Prix (Ariary)
HSs	0,04	9 718	388,71
Glycérine	0,03	35 000	1050
Eau distillée	0,8835	500	441,75
Emulsifiant	0,03	9 000	270
Base parfumante	0,004	293 000	1172
Conservateur	0,0125	15 000	187,5
Total			3509,96

Le coût sommaire de fabrication de 1kg de LHSp non conditionné est d'Ariary 4121,25 tandis que celui de LHSs est d'Ariary 3509,96. Les prix de fabrication de 1 kg des deux produits présentent une différence d'environ Ariary 600. Le fait de ne pas utiliser d'antioxydants et d'agents texturants réduit considérablement le coût de la production.



CONCLUSION PARTIELLE IV

Afin d'évaluer la possibilité de valorisation de l'huile de sésame en cosmétique, notre essai a été porté sur la formulation de laits par émulsion. Les différentes phases, après avoir été pesées, mélangées, chauffées séparément sont dispersées l'une dans l'autre à l'aide d'un agitateur. Les conservateurs et les parfums sont ajoutés avant le conditionnement.

Les résultats physico-chimiques effectuées sur les produits finis ont été satisfaisants et traduisent une bonne aptitude de l'utilisation de l'huile de sésame en tant qu'ingrédient de base d'émulsions cosmétiques. Les résultats des analyses microbiologiques montrent que les produits ne présentent aucun risque pour l'utilisateur et correspondent aux critères appliqués aux produits cosmétiques.

Les évaluations sensorielles ont permis de déterminer la base parfumante, d'effectuer le profil sensoriel du produit et a démontré l'acceptation de leur caractéristique organoleptique par les consommateurs.

L'observation des caractéristiques organoleptiques sur les laits corporels mis en étuve et à température ambiante ont révélé que durant les six semaines, aucun changement n'est observé dans les deux cas considérés. Le produit est donc stable. L'efficacité de l'huile de sésame pour la réduction de la peroxydation des lipides et d'augmenter le statut antioxydant du produit a été remarquée aussi par le suivi de la stabilité à l'oxydation des échantillons. Incorporée dans les produits, l'huile extraite par pression a présenté une plus grande stabilité par rapport à l'huile extraite par solvant.

Enfin les résultats des analyses économiques nous ont permis d'évaluer le marché de l'huile de sésame et des produits cosmétiques ainsi que les coûts sommaires de production des produits.





Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Se dépasser chaque jour pour offrir à tous ce qu'il y a de meilleur dans la nature et améliorer la vie quotidienne de la population est un engagement qui est au cœur de la démarche de la société HOMEOPHARMA. En ce sens, notre recherche s'est portée sur l'étude de la possibilité de la valorisation du *Sesamum indicum* comme source de nouveaux ingrédients naturels en cosmétique.

Au terme de l'étude, il apparaît que le sésame est une source riche en nombreux éléments essentiels ayant des effets bénéfiques et très positifs sur la santé et bien-être humaine. Utilisé depuis longtemps dans de nombreuses applications culinaires, médicinales et industrielles, le sésame est un oléagineux à valeur agro-économique élevée et à usages multiples.

Les études sur la fraction lipidique des graines issues de la région de Mandritsara a révélé la possibilité d'exploiter ces graines dans le but d'en extraire une huile. Il nous a fallu procéder à deux types d'extraction pour pouvoir faire plus loin les comparaisons sur les résultats d'analyse de l'huile. Le meilleur rendement d'extraction a été obtenu avec l'extraction par solvant. Les conditions de broyage, la durée d'extraction, la variété et l'origine des graines influent largement ce taux d'extraction. Les tourteaux et farines, sous-produits issus des extractions se sont trouvés être aussi de bonne qualité nutritionnelle et peuvent être revalorisés en alimentation humaine et animale

Les travaux de caractérisation physico-chimiques effectués sur l'huile de sésame ont permis de définir certaines de ses propriétés. Il a été dégagé que l'huile était une huile semi-siccative. Les résultats des analyses chimiques correspondent aux normes établies dans le codex alimentarius [36]. En outre, l'huile de sésame est riche en acide gras insaturés à raison de 80%, constitués essentiellement par l'acide oléique et linoléique. Son pouvoir antioxydant a été mis en évidence par le test DPPH des extraits. L'évaluation au test de vieillissement à l'étuve des deux huiles a également confirmé leur grande résistance à l'oxydation.

Les expérimentations et analyses effectuées lors des essais de valorisation en cosmétique traduisent une bonne aptitude technique et économique de l'huile dans la constitution de la phase grasse d'une émulsion. Mais l'huile a été également appréciée en tant que source d'antioxydants naturels contribuant à la stabilité du produit.

L'étude de ces antioxydants est une perspective pour la découverte de nouvelles substances naturelles afin d'enrichir la variété des antioxydants naturels pour substituer les antioxydants synthétiques dont les effets indésirables sont très connues de nos jours.



Références bibliographiques



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

– BIBLIOGRAPHIE



- 1- **ANDRIAMAHAZO S.M.** ; 1988 ; Contribution à l'étude de la fraction lipidique des graines du *Podocarpus Gaussenii* : Essais de valorisation ; Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 89p.
- 2- **ANDRIAMAROSOA M.R.F.N.** ; 2001 ; Contribution à l'amélioration de la production de sésame comme lutte contre la malnutrition et alternative au tavy dans la partie Est : Cas des expérimentations menées au C.D.I.A. Marolafa ; Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département Agriculture ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 100 p.
- 3- **CTA** ; 2007 ; Ressources végétales de l'Afrique tropical 14 : Oléagineux ; Fondation PROTA ; Wageningen ; Pays-Bas ; 160 p.
- 4- **FAO** ; 1990 ; Utilisation des aliments tropicaux : graines oléagineuses tropicales ; Etude FAO Alimentation et Nutrition ; 92p.
- 5- **RAFIDISON H.V.** ; 1998 ; Perspectives de production du sésame biologique et de son utilisation dans l'alimentation humaine ; Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département Agriculture ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 100 p.
- 6- **RANDRIANARIVO M.** ; 2012 ; Etude des conservateurs naturels pour les produits cosmétiques : cas de l'huile essentielle de girofle clous (*Eugenia Caryophyllata*) et de Mandravasarotra (*Cinnamosma Fragrans*) ; Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 149p.
- 7- **RASOANANDRASANA F.H.**; 2015 ; Contribution à l'étude de la fraction lipidique du germe de blé (*Triticum sp.*) et essai de valorisation en cosmétique; Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département



- Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 94p.
- 8- **RASOARAHONA F.**; 2009 ; Mise au point d'une gamme de produits cosmétiques pour bébés et enfants ; Mémoire de fin d'études en vue l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 129p.
 - 9- **RAZAFINDRAMBOA M.A.**; 2010 ; Contribution à la caractérisation de la fraction lipidique des graines de Neem (*Azadirachta indica*) de Toliara et étude de faisabilité technico-économique d'une unité d'extraction d'huile; Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome; Département Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecoles Supérieures des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo ; 141p.
 - 10- **SAMOELA M. N. H.** ; 2007 ; Valeur nutritionnelle des graines de sésame *Sesamum indicum* : utilisation en alimentation infantile ; Mémoire en vue de l'obtention du diplôme d'études approfondies ; Option biochimie appliquée aux sciences de l'alimentation et à la nutrition ; Département de biochimie fondamentale et appliquée ; Faculté des Sciences ; Université d'Antananarivo ; 65p.
 - 11- **TURRILL W.B. ; MILNE-REDHEAD E.** ; 1953 ; Flora of tropical East Africa : *Pedaliaceae* ; Whitefriars press Ltd ; London ; 23 p.
 - 12- **UCCIANI E.** ; Nouveau dictionnaire des huiles végétales : compositions en acide gras ; Lavoisier Tec&Doc ; Paris; 644 p.
 - 13- **UNIFEM** ; 1989 ; Extraction des huiles ; Technologies du cycle alimentaire ; Manuel de référence ; 47p.
 - 14- **WIEMER H.J.;WILLEM F.**; 1993 ; Méthodes artisanales de transformation des oléagineux ; GATE ; GTZ GmbH ; 133p.



– WEBOGRAPHIE



- 15- **AFSSAPS** ; 2007 ; Annexe II : Produits de protection solaire : stabilité ; Proposition de conditions d'études ; Direction de l'évaluation de la publicité, des produits cosmétiques, et biocides ; Département d'évaluation des produits cosmétiques, biocides et de tatouage ; Consulté le 15 Mars 2016 sur <http://ansm.sante.fr>
- 16- **AFSSAPS** ; 2010 ; Ingrédients dans les produits cosmétiques incriminés par le Comité pour le développement durable en santé (C2DS) ; Analyse des données d'exposition recueillies auprès de l'Industrie et évaluation du risque pour les enfants de moins de trois ans ; Unité d'évaluation toxicologique et microbiologique ; Direction de l'évaluation de la publicité, des produits cosmétiques, et biocides ; 18 p. ; Consulté le 10 Février 2016 sur <http://dumas.ccsd.cnrs.fr>
- 17- **AMOUKOU I.A. ; BOUREIMA S. ; LAWALI S.** ; 2013; Caractérisation agromorphologique et étude comparative de deux méthodes d'extraction d'huile d'accessions de sésame (*Sesamum indicum L.*); Agronomie Africaine; Vol. 25 (1) : p. 71 - 82; Consulté le 29 Mars 2016 sur <http://www.ajol.info>
- 18- **ANILAKUMAR K.R. ; PAL A. ; KHANUM F. ; BAWA A.S.** ; 2010 ; Nutritional, medicinal and industrial uses of sesame (*Sesamum indicum L.*) seeds - An overview ; Agriculturae Conspectus Scientificus ; Vol.75 (4) ; p.159-168 ; Consulté le 20 Octobre 2015 sur <http://hrcak.srce.hr>
- 19- **AUBRY J.M. ; SEBAG H.** ; 2005 ; Formulation cosmétique : Matières premières, concepts et procédés innovants ; Les cahiers de formulation ; Vol.12 ; EDP Sciences ; Consulté le 07 Juin 2016 sur <http://chimie.saury.fr>
- 20- **BARBARROJA-ESCUADERO J. ; SANCHEZ-GONZALEZ M.J. ; ANTOLIN-AMERIGO D. ; RODRIGUEZ-RODRIGUEZ M. ; PINEDA F. ; ALVAREZ-MON M.** ; 2015 ; Diagnosis of IgE-mediated hypersensitivity to sesame seeds supplemented with lipid body ; Allergology International ; Vol. 64 ; p.396-398 ; Consulté le 14 Mars 2016 sur <http://www.sciencedirect.com>
- 21- **BAURES C. ; BEDDA S. ; GARDERES E. ; MOREAU L. ; RAULOT M.** ; 2009 ; Les cosmétiques biologiques à la loupe : « Entrez dans l'univers des controverses actuelles, des labels et de la réglementation » ; Mastère Management des Industries de Santé ; Ecole Supérieure de Commerce Toulouse ; 53p. ; Consulté le 29 Décembre 2015 sur <http://www.agrobiosciences.org>



- 22-BOPITIYA D ; MADHUJITH T. ;** 2013 ; Antioxydant activity and total phenolic content of sesame (*Sesamum indicum* L.) seed oil ; Tropical agricultural research ; Vol. 24 (3) ; p. 296-302 ; Consulté le 29 Mars 2016 sur <http://www.pgia.ac.lk>
- 23-BORCHANI C.; BESBES S.; BLECKER C.; ATTIA H.;** 2010; Chemical characteristics and oxidative stability of sesame seed, sesame paste, and olive oils; Journal of Agricultural Science and Technology ; Vol. 12; p.585-596 ; Consulté le 07 Avril 2016 sur <http://jast.modares.ac.ir>
- 24-BOUILLY-AUVRAY D. ;** 2012 ; Cosmétologie pour les nuls ; 51p. ; Consulté le 29 Décembre 2015 sur <http://www.printemps-medical-bourgogne.fr>
- 25-CENTRE DU COMMERCE INTERNATIONAL ;** 2011 ; Fiche Export sésame ; 33p. ; Consulté le 07 Octobre 2015 sur <http://www.intracen.org>
- 26-CLEMENT G.;** 1956; Dosage des lipides dans les produits alimentaires: considérations sur leur valeur nutritive; Annales de zootechnie; p.237-253; Consulté le 27 Mai 2016 sur <https://hal.archives-ouvertes.fr>
- 27-COSSUT J. ; HUMBERT S. ; DEFRENNE B. ; ROELSTRAETE L. ; DESMEDT C. ; VANUXEEM M. ; FERROUL S. ; VIDAL D. ; GARNET S. ;** 2002 ; Les Corps Gras : Entre tradition et modernité ; Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA ; Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires ; p.8-36 ; Consulté 12 Juin 2015 sur <http://pfeda.univ-lille1.fr>
- 28-CUVELIER M.E. ; MAILLARD M.N. ;** 2012 ; Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage ; Oléagineux Corps gras Lipides (OCL); Vol. 19 ; p.125-132 ; Consulté le 27 Mai 2016 sur <http://www.ocl-journal.org>
- 29-DEBORDE A.S. ;** 2013 ; Les cosmétiques bio : généralités, perception par l'équipe officinale et les professionnels du monde de l'esthétique ; Thèse pour le diplôme d'état de Docteur en Pharmacie ; Faculté de Pharmacie ; Université de Nantes ; 117p. ; Consulté le 10 Février 2016 sur <http://archive.bu.univ-nantes.fr>
- 30-DECLERQ M. ;** 2008 ; Introduction à la cosmétologie ; Présentation ITM ; 142 p. ; Consulté le 29 Décembre 2015 sur <http://www.ecoledemaquillageitm.com>
- 31-DEMOL J. ; BAUDOIN J.P. ; LOUANT B.P. ; MARECHAL R. ; MERGEAI G. ; OTOUL E. ;** 2002 ; Amélioration des plantes : Application aux principales espèces cultivées en régions tropicales ; Les Presses Agronomiques de Gembloux ; Belgique ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <https://books.google.mg>



- 32-DIOUF M.** ; 2002 ; Besoins en eau, croissance et productivité du sésame (*Sesamum indicum L.*) en zone semi-aride du Sénégal ; Mémoire de Titularisation ; Institut Sénégalais de Recherches Agricoles; 58p. ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <http://intranet.isra.sn>
- 33-DUVILLARD E.** ; 2013 ; Les parfums : utilisations thérapeutiques et reformulation ; Thèse pour le diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie ; Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques ; Faculté de Pharmacie; Université Claude Bernard - Lyon 1 ; 225p. ; Consulté le 29 Juin 2016 sur <http://bibnum.univ-lyon1.fr>
- 34-EDIM P.** ; 2013 ; Extraction and Characterization of Oil from Sesame Seed; Department of Chemical Engineering; Federal University of Technology; Nigeria; Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences; Vol. 4 (2); p.752-757; Consulté le 07 Avril 2016 sur <http://www.rjpbcs.com>
- 35-ELKHALEEFA A. ; SHIGIDI I.** ; 2015 ; Optimization of sesame oil extraction process conditions ; Advances in Chemical Engineering and Science ; Vol. 5 ; p.305-310 ; Consulté le 23 Février 2012 sur <http://www.scirp.org>
- 36-FAO** ; 1993 ; Codex alimentarius Vol. 8 : Graisses, huiles et produits dérivés ; Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires ; Commission du codex alimentarius ; Rome; 127p. ; Consulté le 30 juin 2014 sur <http://www.fao.org>
- 37-FARHOOSH R.; TAVASSOLI-KAFRANI M.H.; SHARIF A.**; 2013; Assaying antioxidant characteristics of sesame seed, rice bran, and bene hull oils and their Unsaponifiable matters by using DPPH Radical-Scavenging model system; Journal of Agricultural Science and Technology; Vol. 15; p.241-253; Consulté le 29 Mars 2016 sur <http://jast.modares.ac.ir>
- 38-FINE F. ; ABERT VIAN M. ; FABIANO TIXIER A.S. ; PAGES X. ; CHEMAT F. ; CARRE P.** ; 2013 ; Les agro-solvants pour l'extraction des huiles végétales issues de graines oléagineuses ; Oléagineux Corps gras Lipides (OCL) ; Vol. 20 (5) ; Consulté le 09 Mai 2016 sur <http://www.ocl-journal.org>
- 39-FORMULATION** ; 2009 ; Développement et contrôle de produits cosmétiques ; Note d'application TURBISCAN ; L'Union France ; 3p. ; Consulté le 17 décembre 2015 sur <http://www.formulation.com>
- 40-GARCIA J.** ; 2008 ; Huiles particulières (Carthame, Cynara, Ricin, Sésame) ; Fiche technique ; Filière oléo-protéagineux ; 6p. ; Consulté le 07 Mai 2016 sur <http://www.gard.chambagri.fr>



- 41- GEORGIEVA S. ; KARSHEVA M. ; ALEXANDROVA S. ;** 2010 ; Etude des émulsions cosmétiques aux extraits naturels par des méthodes rhéologiques (effet de la température) ; Revue de génie industriel ; Vol. 5 ; p.133-142; Consulté le 27 Mai 2016 sur <http://www.revue-genie-industriel.info>
- 42- GHARBY S. ; HARHAR H. ; BOUZOUBAA Z. ; ASDADI A. ; EL YADINJ A. ; CHARROUF Z. ;** 2015 ; Chemical characterization and oxidative stability of seeds and oil of sesame grown in Morocco ; Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences ; p.1-7 ; Consulté le 14 Mars 2016 sur <http://www.sciencedirect.com>
- 43- GILBERT L. ;** 2014 ; Caractérisation physico-chimique et sensorielle d'ingrédients cosmétiques: une approche méthodologique ; Thèse pour obtenir le grade de docteur; Unité de Recherche en Chimie Organique et Macromoléculaire (URCOM) ; Ecole Doctorale Normande de Chimie ; Université du Havre ; 283p. ; Consulté le 29 Juin 2016 sur <http://tel.archives-ouvertes.fr>
- 44- GILDEMACHER P. ; AUDET-BELANGER G. ; MANGNUS E. ; VAN DE POL F. ; TIOMBIANO D. ; SANOGO K. ;** 2015 ; Développement de la filière sésame : Capitalisation des acquis au Burkina Faso et au Mali ; 44p. ; Consulté le 20 Octobre 2015 sur <http://common-fund.org>
- 45- GIRARD C. ;** 2013 ; Les parfums dans les produits cosmétiques ; Thèse pour obtenir le diplôme d'Etat de docteur en pharmacie ; Faculté de pharmacie ; Université de Lorraine ; 94 p. ; Consulté le 11 Avril 2016 sur <http://docnum.univ-lorraine.fr>
- 46- GUISSOU R. ; ILBOUDO F. ; OULA D. ; DIENDERE A. ; MOROU D. ;** 2012 ; Analyse des incitations et pénalisations pour le sésame au Burkina Faso ; Série notes techniques ; SPAAA ; FAO ; Rome ; 32 p. ; Consulté le 07 Octobre 2015 sur <http://www.fao.org>
- 47- HABRANT D. ;** 2008 ; Synthèse et caractérisation de nouveaux antioxydants, dérivés mono-aromatiques d'acides pulviniques, pour des applications en dermo-cosmétiques ; Thèse pour l'obtention du grade de docteur en Sciences ; Université Louis Pasteur ; Strasbourg ; 323p. ; Consulté le 07 Juin 2016 sur <http://scd-theses.u-strasbg.fr>
- 48- HALUK J.P. ;** 2005 ; Les arbres à parfum ; Bulletin de l'Académie Lorraine des Sciences ; Laboratoire de Biochimie ; Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires; 32p. ; Consulté le 20 Avril 2016 sur <http://documents.irevues.inist.fr>



- 49- HASSAN M. A.M.** ; 2012 ; Studies on Egyptian Sesame Seeds (*Sesamum indicum* L.) and Its Products 1- Physicochemical Analysis and Phenolic Acids of Roasted Egyptian Sesame seeds (*Sesamum indicum* L.) ; World Journal of Dairy & Food Sciences ; Vol. 7 (2) ; Department of Food Science and Technology ; Faculty of Agriculture ; Assiut University ; Egypt ; p.195-201 ; Consulté le 18 Mai 2016 sur <http://www.idosi.org>
- 50- JUDDE A.** ; 2014 ; Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ? ; Oléagineux Corps Gras Lipides (OCL) ; Vol. 11 (6) ; p.414-418 ; consulté le 29 Décembre 2015 sur <http://www.ocl-journal.org>
- 51- KAJIHAUSA O.E. ; FASASI R.A. ; ATOLAGBE Y.M.** ; 2014 ; Effect of different soaking time and boiling on the proximate composition and functional properties of sprouted sesame seed flour ; Official Journal of Nigerian Institute of Food Science and Technology ; Vol. 32 (2) ; p.8-15 ; Consulté le 14 Mars 2016 sur <http://www.nifst.org>
- 52- KAMAL-ELDIN A. ; APPELQVIST L.** ; 1995 ; The effects of extraction methods on sesame oil stability ; Journal of the American Oil Chemists' Society ; Vol. 72 (8) ; p. 967-969 ; Consulté le 11 Janvier 2016 sur <https://www.researchgate.net>
- 53- KARLADEE D. ; BOONSIT P. ; SURIYONG S. ; SRINGARM K.** ; 2013 ; Antioxidant capacities of vitamin E (tocopherols) in purple rice (*Oryza sativa* L. indica), perilla (*Perilla frutescens* L.) and sesame (*Sesamum indicum*) ; Journal of Agricultural Technology Vol. 9(1) ; p.177-191 ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <http://www.ijat-aatsea.com>
- 54- KERDUDO A.** ; 2014 ; Optimisation de la conservation des cosmétiques : impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation ; Thèse pour obtenir le titre de docteur en Sciences ; Ecole Doctorale ; Sciences Fondamentales et Appliquées ; Institut de Chimie ; Université de Nice ; 249p. ; Consulté le 07 juin sur <http://www.theses.fr>
- 55- KONE S.** ; 2000 ; Produits cosmétiques à partir d'huiles végétales naturelles ; Technical Information F8f ; GTZ ; Germany ; 7p. ; Consulté le 29 décembre 2015 sur <http://www.gate-international.org>
- 56- LARDEAU L.** ; 2011 ; La cosmétique maison, nouvelle tendance entre écologie et loisir : le regard du pharmacien ; Thèse pour le diplôme d'Etat de Docteur en pharmacie ; Faculté de pharmacie Université de Limoges ; 145p. ; Consulté le 27 Mai 2016 sur <http://aurore.unilim.fr>



- 57-LE JOLIFF J.C.** ; 2013 ; Introduction à la Science Cosmétique ; Inn2C ; 76p. ; Consulté le 29 Décembre 2015 sur <http://www.aquitaine-developpement-innovation.com>
- 58-LEFEBVRE A. ; BASSEREAU J.F.** ; 2003 ; L'analyse sensorielle, une méthode de mesure au service des acteurs de la conception : ses avantages, ses limites, ses voies d'amélioration. Application aux emballages ; 10^{ème} séminaire CONFERE ; France ; p.3-11 ; Consulté le 13 Novembre 2014 sur <http://www.guillaumegronier.com>
- 59-MAHIEU V. ; MOUCHERON C.** ; 2003 ; La chimie des produits cosmétiques ; Centre Universitaire de Didactique pour l'Enseignement de la Chimie ; Atelier de chimie ; Les Cahiers du CeDoP ; Université Libre de Bruxelles ; 29p. ; Consulté le 07 juin 2016 sur <http://www.ulb.ac.b>
- 60-MARCUSSON J.** ; 1929 ; Manuel de Laboratoire pour l'Industrie des Huiles et Graisses ; Recherche sur les Matières Grasses ; Librairie polytechnique CH. BERANGER ; 168p. ; Consulté le 07 Mai 2016 sur <http://archimer.ifremer.fr>
- 61-MARSHA J. L.** ; 2012 ; Natural Product Screening: Anti-oxidant Screen for Extracts ; 3 p ; Consulté le 05 Janvier 2016 sur <https://courses.cns.utexas.edu>
- 62-MBAEBIE B. ; OMOSUN G. ; UTI A. ; OYEDEMI S.** ; 2010 ; Chemical composition of *Sesamum indicum* L. (Sesame) grown in Southeastern Nigeria and the physicochemical properties of the seed oil ; Seed Science and Biotechnology ; Global Science Books ; Vol. 4 (1) ; p.69-72 ; Consulté le 18 Mai 2016 sur <http://www.globalsciencebooks.info>
- 63-MBOW M.** ; 1996 ; Contribution à l'étude comparative de la valeur alimentaire du tourteau d'arachide (*Arachis hypogea*) et du tourteau de sésame (*Sesamum indicum*) dans la ration du poulet de chair en zone tropicale ; Thèse pour obtenir le grade de docteur vétérinaire ; Faculté de Médecine et de Pharmacie ; Ecole inter-Etats des sciences et médecine vétérinaires ; Université Cheikh Anta Diop de Dakar ; 55p. ; Consulté le 01 Mars 2016 sur <http://www.beep.ird.fr>
- 64-MEROUANE A. ; NOUI A. ; MEDJAHED H. ; NEDJARI BENHADJ ALI K. ; SAADI A.** ; 2014 ; Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle ; International Journal of Biological and Chemical Sciences ; Vol. 8 (4) ; Consulté le 05 Janvier sur <http://ajol.info>
- 65-MINANA-PEREZ M.** ; 1991 ; Cosmétiques des surfactifs ; Laboratoire de formulation, interfaces, rhéologie et procédés ; Cahier FIRP N°F372-A ; Venezuela ; Consulté le 17 Décembre 2015 sur <http://www.firp.ula.ve>



- 66-MOHAMED N.E. ; WAKWAK M. ;** 2014 ; Effect of sesame seeds or oil supplementation to the feed on some physiological parameters in Japanese Quail ; Journal of Radiation Research and Applied Sciences ; Vol. 7 ; p.101-109 ; Consulté le 14 Mars 2016 sur <http://www.sciencedirect.com>
- 67-MOHAMMED M. I.; HAMZA Z. U. ;** 2008 ; Physicochemical Properties of Oil Extracts from *Sesamum Indicum L.* seeds grown in Jigawa State – Nigeria ; Journal of Applied Sciences and Environmental Management; Vol. 12 (2) ; Department of Chemistry ; Bayero University ; Nigeria ; p.99-101 ; Consulté le 07 Juin 2016 sur <http://www.bioline.org.br>
- 68-MUANDA F.N. ;** 2010 ; Identification de polyphénols, évaluation de leur activité antioxydante et étude de leurs propriétés biologiques ; Thèse présentée en vue de l'obtention du grade de docteur ; Sciences fondamentales et appliqués ; Université Paul Verlaine-Metz ; Consulté le 05 Janvier 2016 sur <http://docnum.univ-lorraine.fr>
- 69-NASCIMENTO E.;CARVALHO C. ; TAKEITI C. ; FRETAS D.; ASCHERI J.;** 2011; Use of sesame oil cake (*Sesamum indicum L.*) on corn expanded extrudates ; Food Research International ; Vol. 45 ; p.433-443 ; Consulté le 14 Mars 2016 sur <http://www.sciencedirect.com>
- 70-NGASSAPA F.N. ; NYANDORO S.S. ; MWAISAKA T.R. ;** Effects of temperature on the physicochemical properties of traditionally processed vegetable oils and their blends ; Tanzania Journal of Science ; Vol 38 (3) ; p.166-176 ; Consulté le 07 Avril 2016 sur <http://www.ajol.info>
- 71-NONGANA A. ;** 1996 ; Contribution à l'étude de l'élaboration du rendement chez le sésame (*Sesamum indicum*) : Mise en place de la production pour différentes densités et dates de semis ; Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur du développement rural ; Université de Bobo ; Institut d'études et de recherches agricoles; Station de Recherches Agricoles de Kamboinsé ; 100p. ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <http://www.beep.ird.fr>
- 72-NYABYENDA P. ;** 2006 ; Les plantes cultivées en régions tropicales d'altitudes d'Afrique ; Chapitre 2 : Les cultures industrielles et d'exportation : Le sésame ; Centre Technique de coopération Agricole et rurale (CTA) ; Les Presses Agronomiques de Gembloux ; Belgique ; p. 106-110 ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <https://books.google.mg>
- 73-NZIKOU J.M.; MATOS L.; BOUANGA-KALOU G.; NDANGUI C.B.; PAMBOU-TOBI N.P.G.; KIMBONGUILA A.; SILOU T.; LINDER M.;**



- DESOBRY S.**; 2009; Chemical composition on the seeds and oil of sesame (*Sesamum indicum L.*) grown in Congo-Brazzaville; Advance Journal of Food Science and Technology; Maxwell Scientific Organization; p. 6-11; Consulté le 18 Mai 2016 sur <http://maxwellsci.com>
- 74- PICARD C.** ; 2013 ; Peut-on imaginer remplacer l'analyse sensorielle des produits cosmétiques par des instruments de laboratoire ? ; Académie nationale de Pharmacie ; Conférence HYGIA - Les rendez-vous de l'Académie de Pharmacie ; Université Le Havre ; Unité de Recherche en Chimie Organique et Macromoléculaire ; Région Haute Normandie ; 42p. ; Consulté le 29 décembre 2015 sur <http://www.acadpharm.org>
- 75- PISTOR** ; 2013 ; Huiles et graisses : La brochure complète ; Huile de sésame ; p.36-37; Consulté le 08 Octobre 2015 sur <http://www.pistor.ch>
- 76- POATY-POATY B.** ; 2009 ; Modification chimique d'antioxydants pour les rendre lipophiles : application aux tannins ; Thèse pour l'obtention de la grade de docteur ; Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés ; Département de Formation Doctorale Sciences du Bois et des Fibres ; Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie Ressources Procédés Produits Environnement ; Université Henri Poincaré Nancy ; 176 p. ; Consulté le 11 Janvier 2016 sur <http://tel.archives-ouvertes.fr>
- 77- POIROT R.** ; 2007 ; Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale ; Thèse pour obtenir le titre de Docteur de l'Institut National Polytechnique de Toulouse ; Ecole Doctorale : Mécanique, Energétique, Génie Civil, Procédés, Spécialité : Génie des procédés et Environnement ; Consulté 09 Mai 2016 sur <http://ethesis.inp-toulouse.fr>
- 78- POPOVICI C. ; SAYKOVA I. ; TYLKOWSKI B.** ; 2009 ; Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH ; Revue de génie industriel ; Vol. 4, p. 25-39 ; Consulté le 29 Décembre 2015 sur <http://www.revue-genie-industriel.info>
- 79- QIUHUI H. ; JUAN X. ; SHUBING C. ; FANGMEI Y.** ; 2004 ; Antioxidant activity of extracts of black sesame seed (*Sesamum indicum L.*) by supercritical carbon dioxide extraction ; Journal of agricultural and food chemistry ; Vol. 52 ; p.943 à 947 ; Consulté le 29 Mars 2106 sur <http://www.paper.edu.cn>
- 80- RIZKI H. ; KZAIBER F. ; ELHARFI M. ; NABLOUSI A ; ENNAHLI S. ; HANINE H.** ; 2015 ; Assessment of antioxidant capacity of 16 Cultivars of Sesame (*Sesamum indicum. L.*) from different areas ; International Journal of Innovation and



Scientific Research ; Vol. 18 (2) ; p. 379-385 ; Consulté le 29 Mars 2016 sur <http://www.ijisr.issr-journals.org>

- 81- **RIZKI H. ; KZAIBER F. ; ELHARFI M. ; NABLOUSI A. ; HANINE H. ; 2015 ;** Chemical composition and morphological markers of 35 cultivars of Sesame (*Sesamum Indicum L.*) from different areas in Morocco ; International Journal Of Technology Enhancements and Emerging Engineering Research ; Vol. 3 (1) ; p.50-55 ; Consulté le 18 Mai 2016 sur <http://www.ijteee.org>
- 82- **ROLLAND Y. ; 2004 ;** Antioxydants naturels végétaux ; OCL ; Vol 11(6) ; p.419-424 ; Consulté le 27 Mai 2016 sur <http://www.ocl-journal.org>
- 83- **ROMBAUT N. ; 2013 ;** Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin ; Thèse présentée pour l'obtention du grade de docteur ; Université de Technologie Compiègne ; 252 p. ; Consulté le 11 Janvier 2016 sur <http://www.tai-team.fr>
- 84- **RONGEAD ; 2013 ;** Le sésame au Burkina Faso état des lieux 2013 : généralités sur le sésame au Burkina Faso ; Livret 1 ; 8p. ; Consulté le 07 Octobre 2015 sur <http://www.rongead.org>
- 85- **RONGEAD ; 2013 ;** Le sésame au Burkina Faso état des lieux 2013 : Fiches techniques de production du sésame ; Livret 3 ; 16p. ; Consulté le 07 Octobre 2015 sur <http://www.rongead.org>
- 86- **RONGEAD ; 2013 ;** Le sésame au Burkina Faso état des lieux 2013 : La transformation du sésame au Burkina Faso ; Livret 4 ; 8p. ; Consulté le 07 Octobre 2015 sur <http://www.rongead.org>
- 87- **ROULON-DOKO P. ; 2002 ;** Le sésame en pays gbaya ; Colloque Méga-Tchad – Nanterre ; 12p. ; Consulté le 08 Octobre 2015 sur <https://hal.archives-ouvertes.fr>
- 88- **SIDIBE F. ; 2011 ;** Saisir les opportunités du marché du sésame : Cas de l'union des producteurs de sésame de Banamba (UPSB) ; Programme de développement économique rural de la région de Koulikoro (DERK) ; 48p ; Consulté 08 Octobre 2015 sur <http://www.snvworld.org>
- 89- **TOE S. ; 2004 ;** Essais de mise au point de formulation des crèmes et laits corporels à base du beurre de karité du Burkina Faso ; Thèse pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie ; 77 p. ; Consulté le 17 Décembre 2015 sur <http://www.beep.ird.fr>



- 90- TRAORE F. ;** 2012 ; Rapport de pré-diagnostic des filières Bétail – Viande et sésame ; African Agribusiness and Agro-Industries Development Initiative (3ADI) ; République du Burkina Faso ; 60p. ; Consulté le 25 Juillet 2016 ; <http://www.3adi.org>
- 91- TRAORE T. ; SON B. ;** 2009 ; Plan stratégique filière sésame ; Rapport final ; Tome 1 ; Ministère de l'Agriculture, de l'Hydraulique et des Ressources Halieutiques ; Burkina Faso ; 56p. ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <http://www.standardsfacility.org>
- 92- TUNDE-AKINTUNDE T.Y. ; OKE M.O. ; AKINTUNDE B.O. ;** 2012 ; Sesame seed ; in AKPAN U.G. ; Oilseeds ; p.81-98 ; Consulté le 23 Février 2016 sur <http://www.intechopen.com>
- 93- UNITED STATES PHARMACOPEIAL CONVENTION ;** 2015 ; Sesame oil; Interim Revision Announcement; le 07 Avril 2016 sur <http://www.usp.org>
- 94- USAID ;** 2008 ; Chaîne de valeur sésame - Sénégal : Analyse et cadre stratégique d'initiatives pour la croissance de la filière ; SUPPORT FOR ACCELERATED GROWTH AND INCREASED COMPETITIVENESS ; 69 p. ; consulté le 07 Octobre 2015 sur <http://www.value-chains.org>
- 95- VISHWANATH H.S. ; ANILAKUMAR K.R. ; HARSHA S.N. ; KHANUM F. ; BAWA A.S. ;** 2012 ; In vitro antioxidant activity of *Sesamum Indicum* seeds ; Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research ; Vol. 5(1) ; p.56-60 ; Consulté le 26 Avril 2016 sur <http://www.ajpcr.com>
- 96- WARRA A.A. ;** 2011 ; Sesame (*Sesamum Indicum L.*) seed oil methods of extraction and its prospects in cosmetic industry: A review ; Bayero Journal of Pure and Applied Sciences, Vol. 4 (2) ; Department of Biochemistry ; Kebbi State University of Science & Technology; Nigeria ; p.164-168 ; Consulté le 23 Février 2016 sur <http://dx.doi.org>
- 97- WKUS W. ; BOPITIYA D. ; SIVAKANTHAN S. ; NWIA J. ; MADHUJITH T. ;** 2015 ; Comparison of oxidative stability of sesame (*Sesamum indicum*), soybean (*Glycine max*) and mahua (mee) (*Madhuca longifolia*) oils against photo-oxidation and autoxidation ; Procedia Food Science 6 ; p.204-207; Consulté 07 Mai 2016 sur <http://www.sciencedirect.com>
- 98- YAMASHITA K. ; NOHARA Y. ; KATAYAMA K. ; NAMIKI M. ;** 1992 ; Sesame seed lignans and γ -Tocopherol act synergistically to produce vitamin E activity in rats ; The journal of nutrition ; American Institute of Nutrition ; p.2440-2446 ; Consulté le 23 Février 2016 sur <http://jn.nutrition.org>



– SUPPORTS DE COURS



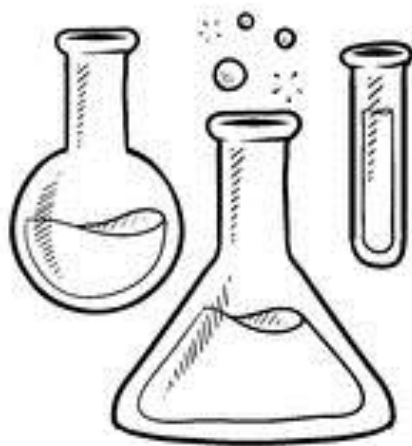
- 99- RAMANOELINA P.** ; 2015; Méthode d'analyse et de contrôle II; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Evaluation de la qualité I; Master I; Semestre 8; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Université d'Antananarivo.
- 100- RANDRIAMAHOLISOA C.**; 2014 ; Traitement des données expérimentales ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Evaluation de la qualité I; Master I ; Semestre 8 ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 101- RANDRIATIANA R.** ; 2014 ; Analyse sensorielle ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Evaluation de la qualité I; Master I ; Semestre 8 ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 102- RAONIZAFINIMANANA B.** ; 2015 ; Méthode d'analyse et de contrôle ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Evaluation de la qualité I; Master I ; Semestre 8; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 103- RAONIZAFINIMANA B.**; 2015 ; Synthèse Bibliographique ; 2015 ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Méthodologie de Recherche I; Master I; Semestre 7; Mention Industries Agricoles et Alimentaires; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 104- RAONIZAFINIMANANA B.** ; 2015 ; Industries des corps gras ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Biotechnologie et Technologie par filière; Master II ; Semestre 9 ; Parcours Génie des Procédés et technologies de transformation ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 105- RAONIZAFINIMANANA B.** ; 2015 ; Rédaction Scientifique ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Méthodologie de Recherche II ; Master II ; Semestre 9 ; Parcours Génie des Procédés et technologies de transformation ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.



- 106- RAONIZAFINIMANANA B.;** 2014 ; Introduction aux techniques de contrôles ; Licence III ; Semestre 6 ; Parcours Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 107- RASOARAHONA F. ;** 2015 ; Les additifs alimentaires ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Science des aliments II ; Master II ; Semestre 9 ; Parcours Génie des Procédés et technologies de transformation ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 108- RASOARAHONA J. ;** 2015 ; Génie Industriel Alimentaire III : Opérations unitaires ; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Science de l'Ingénieur IAA II ; Master I ; Semestre 8 ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Université d'Antananarivo.
- 109- RASOARAHONA J. ;** 2015 ; Gestion de la qualité; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Evaluation de la qualité II; Master II; Semestre 9; Parcours Génie des Procédés et technologies de transformation; Mention Industries Agricoles et Alimentaires; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.
- 110- RAZAFINDRAJAONA J.M.;** 2015; Elaboration de plan de recherche ; 2015; Elément constitutif de l'Unité d'Enseignement Méthodologie de Recherche 1 ; Master I ; Semestre 7 ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antananarivo.



Parties expérimentales



PARTIES EXPERIMENTALES

Partie expérimentale 1 : Détermination de la teneur en eau et matières volatiles : NF ISO 665 (1989)

1) *Appareillage*

- Balance analytique ;
- Capsule en verre avec couvercle ;
- Etuve isotherme réglée à 103±2°C ;
- Dessiccateur avec un déshydratant.

2) *Mode opératoire*

- Peser dans la capsule avec son couvercle, préalablement séchée à l'étuve à 103°C.
- Après une heure de séjour, placer la capsule, maintenue fermée, dans un dessiccateur.
- Dès que la capsule, couvercle enlevé à l'étuve, pendant 1h et opérer comme précédemment.
- Si la différence entre 2 pesées consécutives est inférieure à 5mg pour une prise d'essai de 5g,
- considérer l'opération comme terminée sinon effectuer des séjours successifs à l'étuve de 1h.

3) *Expression des résultats*

La teneur en eau et en matières volatiles est exprimée en pourcent en masse. Elle se traduit par la formule :

$$H\% = (m_2 - m_3) \times \frac{100}{m_3 - m_1}$$

Avec :

m_1 : masse, en gramme, de la capsule vide ;

m_2 : masse en gramme de la capsule avec la prise d'essai avant étuvage ;

m_3 : masse, en gramme, de la capsule avec la prise d'essai après étuvage.



Partie expérimentale 2 : Détermination de la teneur en huile :

NF ISO 659 (1989)

1) Appareillage

- Ballon de récupération avec billes de verre ;
- Chauffe-ballon ;
- Soxhlet muni de réfrigérant à reflux ;
- Evaporateur rotatif ;
- Dessiccateur avec déshydratant ;
- Cartouche ;
- Etuve isotherme à circulation d'air ;
- Balance analytique.

2) Mode opératoire

- On pèse 10g de mouture à 0,01g près.
- On place l'échantillon dans le récipient de distillation après l'avoir mis dans une cartouche.
- On verse par l'embout supérieur de l'extracteur de l'hexane en quantité suffisante.
- On fait circuler l'eau dans le réfrigérant.
- On chauffe doucement (rhéostat) pour distiller l'hexane pendant 12h, en surveillant le ballon. Ce dernier doit toujours contenir un peu d'hexane, même quand le corps du Soxhlet est plein.
- Au bout de 12h, tous les lipides sont considérés comme extraits.
- On évapore l'hexane contenu dans le ballon de récupération.
- On met à l'étuve ce dernier pendant 1h pour éliminer le solvant résiduel.
- A la sortie de l'étuve, on place immédiatement le ballon dans le dessiccateur pendant 3h pour
- équilibrer la température.
- On pèse le ballon avec la balance analytique.
- On récupère l'huile en vue de l'analyser ultérieurement.



Figure 41 : Extraction par solvant
(Cliché AUTEUR, 2016)



Partie expérimentale 3 : Mesure de la densité

1) Matériels

- Pycnomètre
- Etuve
- Balance analytique

2) Mode opératoire

- Nettoyer avec soin puis rincer le pycnomètre

(avec l'alcool) et sécher à l'étuve

- Refroidir
- Lorsque l'équilibre avec la salle de balance est réalisé, peser le pycnomètre vide à 1 mg près
- Remplir le pycnomètre à l'eau distillée
- Laisser reposer
- Ajuster, si nécessaire, le niveau d'eau au trait de repère. Si nécessaire, essuyer l'extérieur
- Lorsque l'équilibre avec la salle de balance est atteint de nouveau, peser le pycnomètre plein à 1 mg près
- Effectuer les mêmes manipulations en remplaçant l'eau par l'échantillon



Figure 42 : Pycnomètre
(Cliché AUTEUR, 2016)

3) Expression des résultats

La densité relative d^{20} est donnée par la formule :

$$d^{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

Or, la température de la salle est différente de 20°C, le mode de calcul sera :

$$d = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times \Delta + 0,0012 \times \left(1 - \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times \Delta\right)$$

Avec : m_0 : masse du pycnomètre vide

m_1 : masse du pycnomètre rempli d'eau

m_2 : masse du pycnomètre rempli d'huile

Δ : densité de l'eau à la température de mesure



Partie expérimentale 4: Détermination de l'indice de réfraction :

NF T 60-212

1) Réactif

Hexane pour le nettoyage du prisme du réfractomètre

2) Matériel

Réfractomètre type ABBE

3) Mode opératoire

- Préparer l'échantillon pour l'essai.
- Régler l'appareil.
- Essuyer la surface du prisme avec un tampon ouate mouillé de solvant.
- Mesurer l'indice de réfraction de l'échantillon aux températures suivant :
 - à 20°C pour les corps gras complètement liquide à cette température ;
 - à 40°C pour les corps gras complètement liquide à cette température.
- Lire l'indice de réfraction à 0,0002 près et noter la température du prisme de l'appareil.
- Immédiatement après mesurage, essuyer la surface du prisme avec un chiffon doux, puis avec un tampon d'ouate mouillé par quelques gouttes de solvant.
- Mesurer deux autres fois l'indice de réfraction et calculer la moyenne arithmétique des trois mesurages.

4) Mode de calcul

Soient t_1 la température de mesurage et t la température de référence

$$\text{Si } t_1 > t : n_D^t = n_D^{t_1} + (t_1 - t)F$$

$$\text{Si } t_1 < t : n_D^t = n_D^{t_1} - (t_1 - t)F$$

Tableau 33 : Valeurs de F selon la température

Température (°C)	F
20	0,00035
40	0,000356



Partie expérimentale 5 : Détermination de l'acidité et de l'indice d'acide : NF T60-204 (1985)

1) Réactifs

- Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0,5N ou 0,1N de normalité connue. Cette solution est décantée après repos dans un flacon en verre brun ou jaune muni d'un bouchon en caoutchouc. La solution doit être incolore ou jaune paille. On peut préparer une solution qui se maintienne incolore de la manière suivante : chauffer à reflux 1heure 1litre d'éthanol avec 8g d'hydroxyde de potassium et 6g de bromure d'aluminium et distiller immédiatement.
- Dissoudre par agitation dans l'alcool distillé la quantité requise de KOH. Laisser reposer la solution pendant quelques jours. Le carbonate de potassium se dépose ; cette solution prête à l'emploi ne se colore pratiquement plus en jaune.
- Solution à 1% p/v de phénolphthaléine dans l'éthanol à 95% v/v
- Mélange 1 : 1/v d'oxyde d'éthyle et d'éthanol à 95% v/v contenant, pour 100ml, 5 gouttes de solution de phénolphthaléine, neutraliser exactement au moment de l'emploi à l'aide de la solution éthanolique de KOH 0,1N.

2) Mode opératoire

- Peser à 0,001 g près dans un erlenmeyer de 250ml environ, 5à 10g de matière grasse.
- Dissoudre dans 50 à 150ml du mélange d'éthanol et d'oxyde d'éthyle.
- Titrer, en agitant, avec la solution éthanolique éthanol de KOH 0,5N (ou 0,1N pour les acidités inférieurs à 2) jusqu'au virage de l'indicateur.

3) Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé par la relation suivante :

$$\text{Indice d'acide (I.A.)} = \frac{V \cdot N \cdot 56,1}{m}$$

N : normalité de la solution éthanolique de KOH

V : volume de la solution éthanolique de KOH exprimé en ml

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

56,1 : masse molaire de KOH



Partie expérimentale 6: Détermination de l'indice de saponification :

NF ISO 3657 (1988)

1) Matériel

Ballon en verre de 200ml environ, pouvant être au réfrigérant à reflux.

2) Réactifs

- Solution de phénolphthaléine à 1% dans l'alcool à 95% ;
- Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium environ 0,5N ;
- Solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0,5N.

3) Mode opératoire

Un mélange de prise d'essai de matière grasse (2g) et de 25ml de potasse éthanolique environ 0,5N est porté à ébullition pendant 60mn, puis titré avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5N en présence de phénolphthaléine. On réalise aussi un essai à blanc avec uniquement 25ml de la solution éthanolique de potasse.

4) Calcul

$$\text{Indice de saponification (I.S.)} = \frac{N \cdot (V_0 - V_1) \cdot 56,1}{m}$$

V_0 : Volume de HCl en ml dans le test à blanc en ml

V : Volume de HCl en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse

m : masse d'huile prise en gramme

N : normalité de la solution potassique

56,1 : masse molaire de KOH



Partie expérimentale 7: Préparation des esters méthyliques

Méthode à la potasse éthanolique : NF ISO 3961 (1996)

1) Réactifs

- Potasse éthanolique 2N (dissoudre les pastilles dans l'éthanol à 96° en volume),
- Hexane
- Acide chlorhydrique 5N
- Méthanol chlorhydrique 2N
- Sulfate de sodium anhydre

2) Matériels

- Balance analytique
- Etuve isotherme à chauffage électrique
- Bain-marie

3) Mode opératoire

Phase de saponification :

Elle a pour but de libérer les acides gras engagés dans les glycérides.

- Peser 0,1g d'échantillon à 0,001 près dans un petit flacon
- Ajouter 2ml de solution éthanolique
- Introduire dans l'étuve à 80°C pendant 30min puis refroidir
- Ajouter 2ml l'eau distillée
- Extraire deux fois avec 2ml d'hexane
- Soutirer les phases supérieures contenant les matières insaponifiables
- Ajouter 2ml d'acide chlorhydrique à la phase inférieure, on obtient une solution trouble
- Extraire deux fois avec 2ml d'hexane
- Soutirer les phases supérieures contenant les acides gras dans un flacon préalablement taré
- Evaporer puis peser le contenu.

Phase de méthylation :

- Ajouter 2ml de méthanol chlorhydrique
- Porter à ébullition dans l'étuve ou sur bain-marie pendant 20min
- Ajouter 4ml d'eau distillée



- Ajouter 4ml d'hexane
- Soutirer la phase supérieure contenant les esters méthyliques
- Sécher sur sulfate de sodium anhydre pendant une nuit
- Filtrer sur papier filtre

Injecter dans l'appareil chromatographique 1 μ l de cette préparation.



Figure 43 : Appareil CPG utilisé (Cliché AUTEUR, 2016)



Figure 44 : Colonne chromatographique (Cliché AUTEUR, 2016)



Partie expérimentale 8 : Extraction liquide-liquide

1) Matériels

- Ampoule à décanter
- Rotavapor

2) Réactifs

Solvant : méthanol

3) Mode opératoire

❖ Montage de l'ampoule à décanter :

L'ampoule est posée sur un anneau métallique fermement fixé à un support. On place l'ampoule suffisamment haute pour permettre de placer des récipients pour récupérer les solvants. Le robinet de l'ampoule devra être graissé si celui-ci est en verre. On ne mettra que la quantité minimale de graisse de façon à minimiser la contamination de l'échantillon. De plus, en cas d'excès de graisse et si l'on extrait une solution fortement basique, il peut se former des émulsions difficiles à éliminer qui résultent de la formation de savon par saponification de la graisse par le milieu basique. L'ampoule ne doit pas être remplie au-delà de deux tiers de son volume pour permettre une bonne agitation et diminuer le risque de surpression.

❖ Extraction liquide-liquide

On verse la solution à extraire dans l'ampoule à décanter à l'aide d'un entonnoir. On ajoute ensuite le solvant d'extraction de la même façon. On bouche l'ampoule et on la sort de son support. On place alors la paume d'une main sur le bouchon, les doigts enserrant le goulot de l'ampoule. L'autre maintient l'allonge de l'ampoule, près du robinet de façon à pouvoir ouvrir celui-ci rapidement en cas de surpression. On ouvre le robinet en pointant l'ampoule vers une partie dégagée de la pièce, c'est le premier dégazage effectué. On agite ensuite vigoureusement l'ampoule pendant une vingtaine de seconde. On procède alors à un nouveau dégazage. On répète ce cycle agitation/dégazage jusqu'à ce qu'à ce que plus aucune surpression ne se manifeste à l'ouverture du robinet. On replace l'ampoule sur son support, on ôte le bouchon et on laisse la décantation s'effectuer. On sépare les deux phases, dans des béchers de taille convenable et marqués. On peut alors recommencer l'extraction de la même façon, autant de fois que nécessaire.

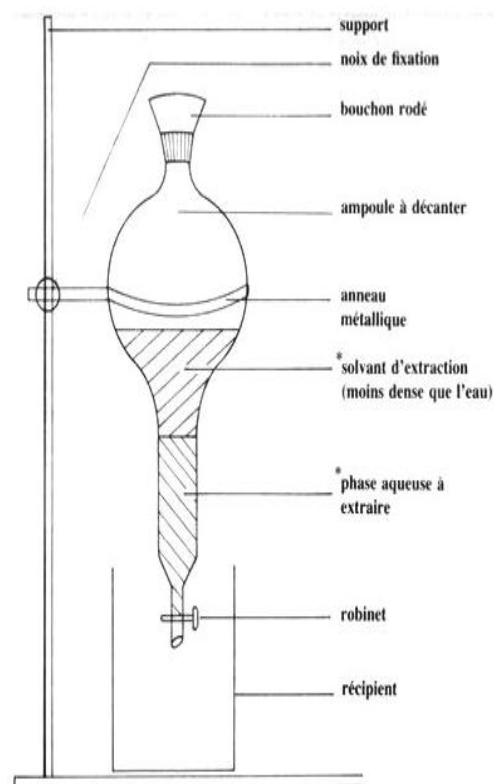


Figure 45 : Montage de l'ampoule à décanter



Annexes



ANNEXES

Annexe 1 : Quelques illustrations de l'étude

❖ Préparation des graines avant extraction



Figure 46 : Tamisage et broyage (Cliché AUTEUR, 2016)

❖ Extraction de l'huile de sésame



Figure 47 : Extraction par solvant et par pression (Clichés AUTEUR, 2016)

❖ Caractérisation de l'huile de sésame



Figure 48 : Titrage, Injection CPG, Extraction liquide-liquide, Solution de DPPH (de gauche à droite) (Clichés AUTEUR, 2016)



❖ Essais de valorisation de l'huile en cosmétique



Figure 49 : Formulation : mise en bain marie + mélange (Clichés AUTEUR, 2016)



Figure 50 : LHT, LHSp, LHSs (de gauche à droite) (Cliché AUTEUR, 2016)



Figure 51 : Echantillon de produit formulé avec les témoins (Cliché AUTEUR)



Annexe 2 : Quelques appellations du sésame dans le monde

Tableau 34 : Différentes appellations du sésame dans le monde [49] [96]

Pays	Appellations
Afrique de l'Ouest	<i>benniseed</i>
Afrique de l'Est	<i>simsim</i>
Inde	<i>Till, gingelly</i>
Nigéria	<i>ridi, igogo, ocha, ishwa, ekuku, eeku</i>
Etats-Unis	<i>benne</i>
Brésil	<i>gengelin</i>

Annexe 3: Les différentes formes cosmétologiques [24] [57] [87]

Tout produit cosmétique est un mélange composé de plusieurs constituants. On peut différencier plusieurs types de mélanges en fonction de la taille des particules qui le constituent.

❖ Les solutions

Une solution est un mélange homogène d'au moins 2 substances de même nature, miscibles entre elles (soluté et solvant) qui sont soit uniquement aqueuses, soit uniquement huileuses :

- Le solvant est la substance qui permet de dissoudre l'autre corps, il est généralement sous forme liquide et est présent en plus grande quantité.
- Le soluté désigne corps qui a été dissout, par le solvant. Ce corps peut être solide, liquide ou gazeux.

On peut distinguer les solutions vraies et les solutions colloïdales. Les solutions ne possèdent qu'une seule phase.

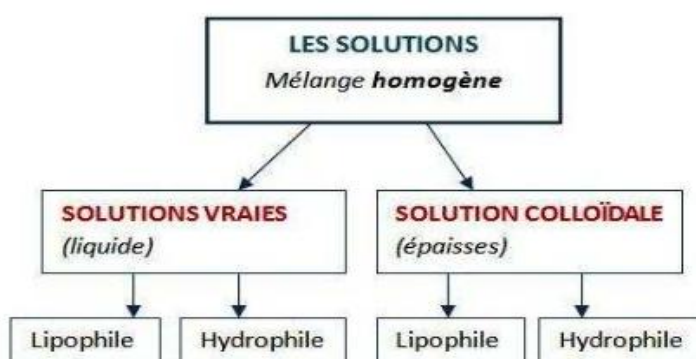


Figure 52 : Les solutions



❖ Les dispersions

La dispersion désigne un mélange non homogène d'au moins 2 substances à l'état solide, liquide ou gazeux, de nature différente et non miscibles entre elles. Le mélange comprend généralement deux phases :

- **une phase dispersante** qui est une phase continue formant la phase la plus externe et,
- **une phase dispersée** qui est une phase discontinue située dans la phase dispersante.

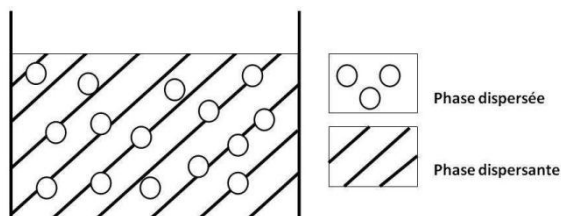


Figure 53 : Emulsion

Un émulsifiant est nécessaire afin de réaliser le mélange. On distingue les émulsions, les suspensions, les aérosols, les mousses, et les poudres.

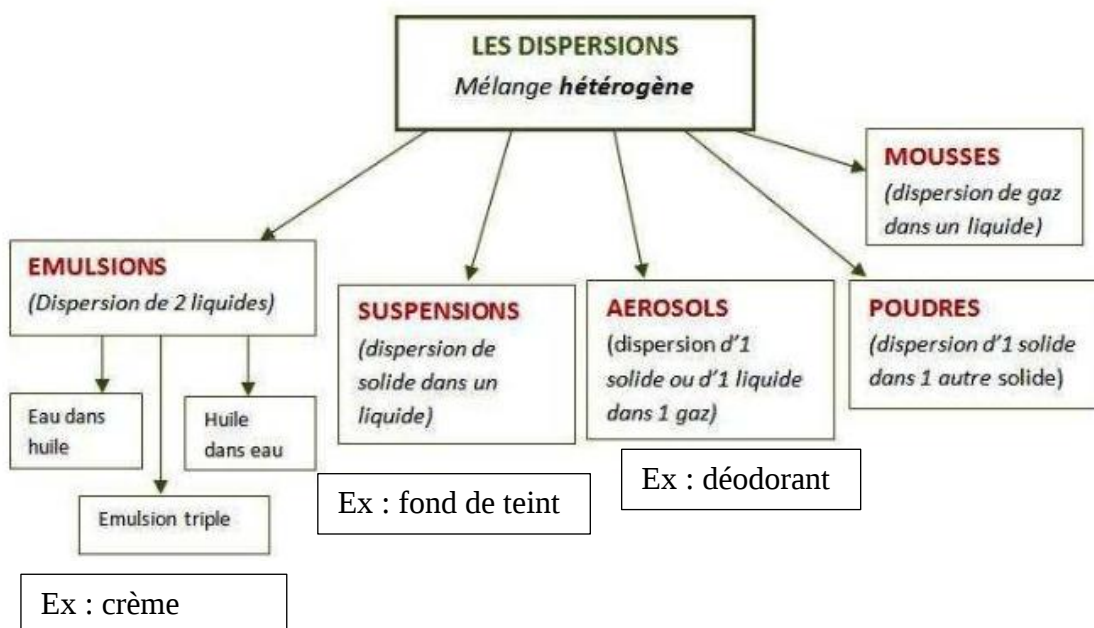


Figure 54 : Les dispersions



Annexe 4: Classification des excipients selon leurs états physiques

Les excipients peuvent être classés selon leur état physique à température ambiante.

Tableau 35 : Différents types d'excipients selon leurs états physiques

Etat physique	Exemples
Liquides	Eau, alcool (éthanol,...), huile végétal, synthétique ou artificielles (paraffine, vaseline, silicone, ...)
Pâteux	Beurre d'origine végétale (karité, cacao) et d'origine animal (lanoline), excipient issus du raffinage du pétrole brut (vaseline)
Solide	Cires d'origine végétale (carnauba, candelilla) et d'origine animale : (cire d'abeille), poudre (talc, kaolin)
Gazeux	N ₂ , CO ₂

Annexe 5: Exemples d'actifs cosmétiques

Tableau 36 : Quelques exemples d'actifs cosmétiques

Destination	Actions revendiqués	Exemples
Peau	Hydratante	acide hyaluronique, glycérine végétale...
	Anti-âge	Antioxydants : vitamine A, C et E Oligoéléments : zinc Polyphénols d'origine végétale : extraits d'algue, thé vert, pépin de raisin
	Apaisante	allantoïne, bisabolol, huile essentielle de camomille...
	Circulatoire	huile végétale de Callophylle, hydrolat de Cyprès...
	Nutritive et revitalisante	gelée royale, miel, lait de jument...
	Matifiante	talc, sève de bambou...
	Raffermissante	Hydrolat, huile essentielle de Ciste, macérât de bellis...
	antibactérienne	propolis, tea tree, Barbe de Jupiter
	réparatrice	huile essentielle de lavande, provitamine B5...
Cheveux	démêlante, lissante	protéines de soie, huile végétale de brocoli, silicone végétal...
	fortifiante et protectrice	protéines de riz, céramides végétales, provitamine B5...
	réparatrice et apaisante	phytokératine, provitamine B5, bisabolol...
	nourrissante	huiles végétales
	anti-chute	huiles essentielles de Cade et Bay St Thomas...



Annexe 6: Les additifs et adjuvants dans les produits cosmétiques

Tableau 37 : Additifs et adjuvants dans les produits cosmétiques

Adjuvants	Types et rôles	Exemples
Conservateurs	Antimicrobiens : augmente la qualité microbiologique afin d'avoir une stabilité	acide sorbique et ses sels, phenoxyéthanol, acide borique, alcool benzylique
	Antioxydants : protège le produit de l'oxydation de l'air et des dégradations photo-induites, freine le rancissement des corps gras, ralentit l'oxydation des substances oxydables	-synthétiques : BHA, BHT... -naturelle : acide ascorbique, vitamine E...
Colorants	Donne une couleur agréable au produit, règlementé selon le produit (Cf annexe)	Identifiable par le préfixe CI (Colour index) CI13015 ou « Acid Yellow 9 » : coloration jaune
Parfums	Améliore l'odeur du produit : pour masquer une odeur désagréable due à la présence de l'un des composants ou tout simplement pour donner au produit une odeur particulière	Divers huiles essentielles...
Agent texturant	Favorise une bonne texture du produit : gélifiant, épaississant	Chlorure de sodium ; Dérivés cellulose, Gomme xanthane, polymère de l'acide acrylique
Humectant	Retiennent l'eau et maintiennent l'hydratation	Glycérol
Ajusteur de pH	Corrige le pH du produit	Acide lactique, acide phosphorique, acide tartrique, acide citrique, acide malique, acide sorbique
Stabilisateur de mousse		Lécithine, diéthanolamine
Séquestrant	Evite la précipitation des savons en complexant le Ca et le Mg	EDTA
Abrasifs	Pour les peelings et dentifrices	Carbonates



Annexe 7 : Les colorants

Il existe une liste des colorants autorisés. Ils peuvent être classés en 4 catégories:

- Colorants utilisables dans tous les produits cosmétiques;
- Colorants autorisés dans tous les produits cosmétiques à l'exception de ceux utilisés à proximité des yeux;
- Colorants autorisés seulement dans les cosmétiques qui ne sont pas en contact avec les muqueuses et les yeux;
- Colorants utilisés seulement dans les cosmétiques destinés à n'entrer qu'en bref contact avec la peau Ces colorants sont désignés par leur numéro de Colour Index (CI). Ex: CI13015 autrement appelé: Acid Yellow 9, donne une coloration jaune et est admis dans tous les cosmétiques.

Annexe 8 : Caractéristiques des tourteaux de sésame par rapport à d'autres tourteaux [63]

Le tableau suivant présente une comparaison des acides aminés essentiels, Ca, et énergie métabolisable de 3 différents tourteaux :

Tableau 38 : Teneurs en acides aminés essentiels, Ca, P et énergie métabolisable de quelques tourteaux

% produit brute	Tourteau d'arachide	Tourteau de coton	Tourteau de sésame
Lysine	1,7	1,68	1,22
Méthionine	0,5	0,61	1,2
Méthionine+cystine	1,14	1,26	2,1
Thréonine	1,29	1,31	1,49
Tryptophane	0,5	0,5	0,6
Ca	0,15	0,15	2
P	0,6	1	1,2
E.M (Kcal/kg)	2530	1810	1940



Annexe 9 : Les acides gras

Les huiles végétales sont essentiellement formées de triglycérides (triacylglycerols ou TAG). , c'est-à-dire de triesters du glycérol et d'acides gras. Ces derniers peuvent être c'est à dire sans aucune double liaison, mono-insaturés (AGMI) ou polyinsaturés (AGPI) selon le nombre de doubles liaisons. Les huiles végétales se caractérisent par leur composition en ces différents acides gras. La chaîne carbonée des acides gras peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone et dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Elle peut également contenir une ou plusieurs doubles liaisons et nous parlerons alors respectivement des acides gras mono insaturés (AGMI) ou polyinsaturés (AGPI). Pour ces derniers il existe 2 grandes familles: la série en n-6 (ou oméga 6) et la série en n-3 (ou oméga 3).

Tableau 39 : Acides gras

NOMBRE D'ATOMES DE CARBONE	NOMBRE DE DOUBLE LIAISON	DENOMINATIONS COMMUNES	DENOMINATIONS CHIMIQUES (*)	FORMULES SIMPLIFIEES (b)
4	0	Butyrique	Butanoïque	4 : 0
6	0	Caproïque	Hexanoïque	6 : 0
8	0	Caprylique	Octanoïque	8 : 0
10	0	Caprique	Décanoïque	10 : 0
12	0	Laurique	Dodécanoïque	12 : 0
14	0	Myristique	Tétradécanoïque	14 : 0
16	0	Palmitique	Hexadécanoïque	16 : 0
16	1	Palmitoléique	9-Hexadécaénoïque	16 : 1 (n-7)
18	0	Stéarique	Octadécanoïque	18 : 0
18	1	Oléique	9-Octadécaénoïque	18 : 1 (n-7)
18	2	Linoléique	9-12 Octadécadiénoïque	18 : 2 (n-6)
18	3	γ -Linolénique	6-9-12 Octadécatriénoïque	18 : 3 (n-6)
18	3	α -Linolénique	9-12-15 Octadécatriénoïque	18 : 3 (n-3)
20	0	Arachidique	Eicosanoïque	20 : 0
20	4	Arachidonique	5,8,11,14 Eicosatétraénoïque	20 : 4
22	0	Béhénique	Docosanoïque	22 : 0
22	1	Erucique	13-Docosénoïque	22 : 1



Annexe 12: Les surfactifs

Les surfactifs sont des composés sont capables de disperser les corps gras dans l'eau (pouvoir détergent), de former des mousses, de stabiliser des émulsions ou encore de favoriser le mouillage des surfaces.

Ils sont choisis selon :

- la possibilité ou non que la préparation soit chauffée : certains actifs pouvant être dénaturés par la chaleur, il sera alors préférable d'utiliser un émulsionnant à froid
- le pouvoir pénétrant, c'est-à-dire, la capacité de l'émulsifiant à former des émulsions très fines et légères
- la capacité à hydrater la peau, en permettant par exemple la réalisation de crèmes très riches en eau
- la texture attendue : douceur, onctuosité, glissant

Annexe 13 : Base parfumante

❖ Les différentes notes d'une base parfumante

- Note de tête :

Elle a pour but d'introduire le parfum. C'est la toute première odeur que l'on ressent du parfum. Elle donne au parfum sa fraîcheur et sa pétillance. C'est la note qui suscitera l'intérêt et provoquera le choix et l'achat de l'utilisateur.

Les composants généralement utilisés sont très volatils. Parmi les essences reconnues comme ayant une puissante note de tête, on retrouve la bergamote, le citron, la mandarine, l'ananas, le melon, la violette, le patchouli, la sauge, la menthe, le basilic, la lavande, la pomme, le romarin, le cyprès, le cèdre, le pin et également des aldéhydes. Cette première phase n'est jamais la note caractéristique du parfum. C'est une note qui doit être originale, inattendue ou piquante. Ils sont perceptibles immédiatement après s'être parfumé et durent environ une à deux heures mais qui ne permet pas de déceler le caractère principal du parfum.

- Note de cœur :

On la nomme encore bouquet ou note centrale. Elle se développe dès que le parfum est en contact avec la peau. La note de cœur détermine le thème du parfum. Dans l'évolution



d'un parfum, cette phase se développe 10 minutes après que la note de tête se soit atténuée et avant la note de fond. C'est le développement du parfum après la disparition de la note de tête. Elle représente les 2 à 5 heures suivantes d'évaporation du parfum. Elle donne au parfum son caractère palpitant et sa personnalité. Elle développe le sillage au fil des heures. La principale fonction du cœur est d'épanouir son image ; c'est lui qui recèle les secrets de la composition. Appelé aussi modificateur, le cœur doit être exprimé clairement par des tonalités nettes et des touches précises, c'est-à-dire des substances moins volatiles, plus puissantes et plus consistantes que les notes de tête. On retrouve ainsi en note de cœur des senteurs florales comme la rose, le jasmin, le muguet, le géranium, le lilas, la tubéreuse, l'iris, l'ylang-ylang, la violette, des senteurs fruitées comme la pêche et des substances synthétiques comme le géraniol, l'eugénol et le terpinéol.

- Note de fond :

Dans la pyramide olfactive, le fond représente les 5 à 6 dernières heures d'évaporation d'un parfum. Il lui confère sa ténacité et sa profondeur. Les notes de fond sont les plus lentes à s'évaporer et donc les plus persistantes. Elles participent à la trace ou au sillage d'une composition. On y retrouve des éléments qui agissent comme des fixateurs et permettent au parfum de tenir toute une journée sur la peau. Elle soutient la note de cœur, c'est pourquoi elle est persistante et doit durer plus d'un jour. Les notes de fond sont lourdes, chaudes, boisées ou animales telles que la fève tonka, le musc, le patchouli, le benjoin, la vanille, le vétiver, le santal, la civette, l'ambre gris, le castoréum ... C'est le sillage, la phase finale et ce qui reste d'un parfum sur un vêtement oublié.

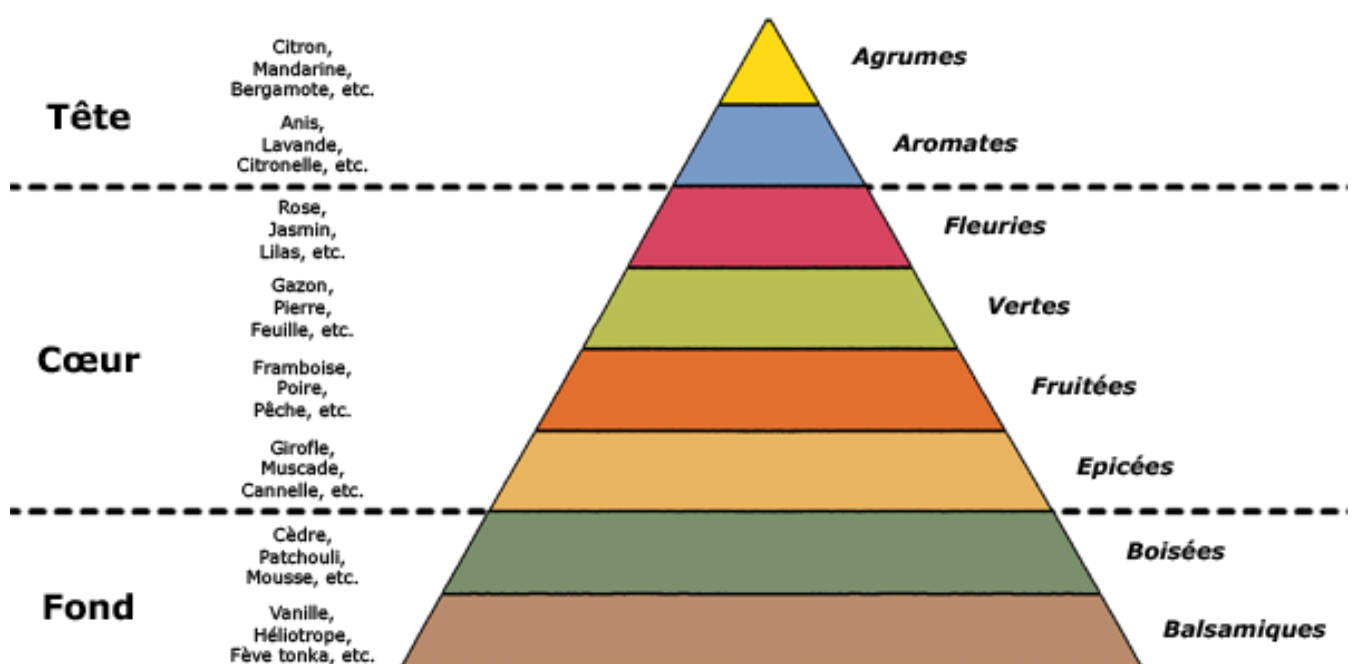


Figure 56 : Pyramide olfactive



❖ Parfumage des produits cosmétiques

De nombreuses formulations cosmétiques contiennent des compositions parfumantes. Le parfumage des produits dermato-cosmétiques tels que les produits solaires, les produits capillaires, les produits de soins et d'hygiène, doit tenir compte de la réactivité des ingrédients composant le produit mis sur le marché. Le parfum, contrairement aux matières premières traditionnelles, est un produit qui est différent dans chaque application et dont le développement demande un sens artistique. Le consommateur achète généralement à partir de l'odeur. Aussi la fragrance d'un produit de beauté est de la plus haute importance.

Selon les revendications marketing et techniques attachées à l'usage d'une composition parfumante, le produit fini préparé aura une fonctionnalité de produit parfumant ou de produit parfumé. La distinction se fait selon la fonction et la concentration en parfum. Un produit parfumant est fortement à moyennement concentré en composition de parfum tandis qu'un produit parfumé est très faiblement à moyennement concentré en composition de parfum. Ainsi, selon le support et la fonctionnalité du produit cosmétique, les concentrations en composition parfumante ne seront pas les mêmes. Elles sont détaillées dans le tableau ci-après.

Tableau 40 : Concentrations en parfum selon le produit [45]

Applications	% moyen dans les produits parfumés	% moyen dans les produits parfumants
Antiperspirants	0,5 à 1	1 à 3
Après rasage	1 à 3	2 à 4
Bains moussants	1 à 2	2 à 5
Crèmes et émulsions fluides : mains	0,1 à 1	
Crèmes et émulsions fluides : corps	0,1 à 1	1 à 5
Crèmes et émulsions fluides : rasage	0,1 à 1	1 à 2
Déodorants (aérosol,stick,squeeze,crème)	0,5 à 1,5	1 à 3
Dépilatoires (crèmes et mousses)	0,5 à 1	
Gels douche	1	1 à 4
Huile pour bain dispersible		3 à 10
Huiles pour bain flottante		10 à 20
Huiles corporelles	0,5 à 1	1 à 6



Laits démaquillants	0,1 à 0,4	
Laques	0,1 à 0,3	
Lotions capillaires	0,2 à 0,5	0,5 à 2
Lotions toniques pour le visage	0,05 à 0,2	
Maquillage : fond de teint	0,3 à 1	
Maquillage : poudre	0,8 à 1	
Maquillage : rouge à lèvres	0,2 à 1	
Maquillage : yeux	0 à 0,1	
Masques	0,3 à 0,5	
Permanententes	0,3 à 1	
Savons	0,5 à 1,5	1 à 5
Savons liquides	0,5 à 2	
Shampooings	0,5 à 1	1 à 3
Sels de bain	0,1 à 0,4	1 à 3
Talc	0,5 à 1,5	1 à 4

Annexe 14: Conditionnement des produits cosmétiques

L'utilisation de matériaux comme le verre ou le plastique assure l'étanchéité et sont parmi les plus inertes vis-à-vis du contenu ainsi que l'innocuité et la sécurité pour l'utilisateur.

Les produits effectivement mis sur le marché doivent comporter les indications suivantes (sur le conditionnement secondaire ou primaire) :

- dénomination et désignation du produit
- nom et adresse du fabricant ou du responsable de mise sur le marché
- poids ou volume exprimé en unités de mesures légales
- la date jusqu'à laquelle le produit conservera sa fonction initiale sans nuire à la santé de l'utilisateur (pour les produits dont la durabilité est inférieure à 30 mois)
- le numéro de lot de fabrication
- la liste qualitative et quantitative des substances présentes dans le produit
- les précautions particulières d'emploi

Les produits dont la durabilité est supérieure à 30 mois présentent sur le conditionnement un logo symbolisant un pot ouvert indiquant la Période Après Ouverture (PAO).





Figure 57 : Exemple d'étiquetage de produits cosmétiques

Annexe 15 : Questionnaires pour l'analyse sensorielle

- ❖ Epreuve de classement sur des bases parfumantes entrant dans la composition de produits cosmétiques :

ANALYSE HEDONIQUE

Prénom :

Date :

Vous disposez de quatre échantillons de base parfumante, classez les suivant votre préférence :

1 (celui que vous préférez le plus)	
2	
3	
4 (celui que vous préférez le moins)	



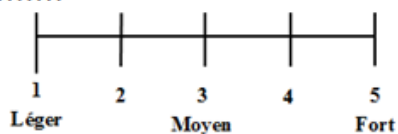
❖ Détermination des profils sensoriels des produits

EPREUVES DE NOTATION

Vous disposez de trois échantillons. Notez ces échantillons suivants les descripteurs donnés :

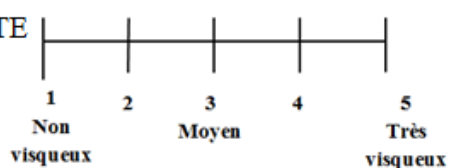
● Echantillon N°.....

ODEUR :

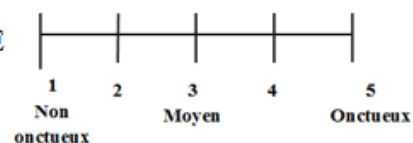


TEXTURE :

VISCOSITE

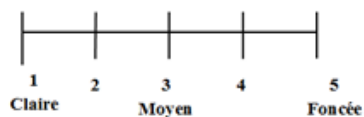


ONCTUOSITE

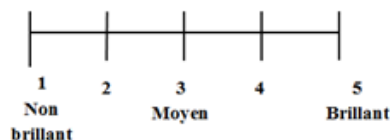


ASPECT :

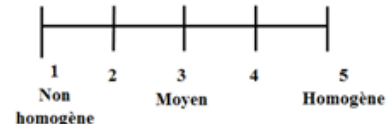
COULEUR



BRILLANCE

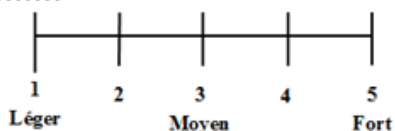


HOMOGENEITE



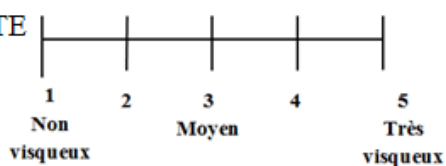
● Echantillon N°.....

ODEUR :

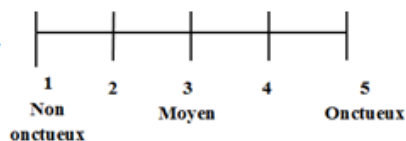


TEXTURE :

VISCOSITE

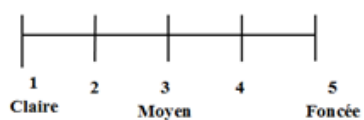


ONCTUOSITE

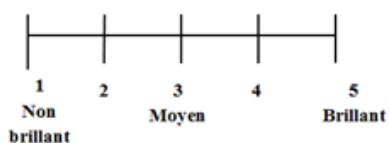


ASPECT :

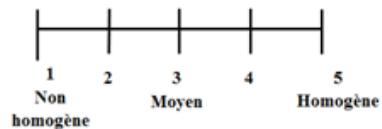
COULEUR



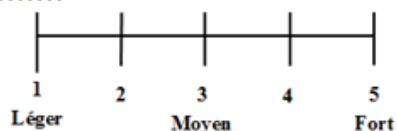
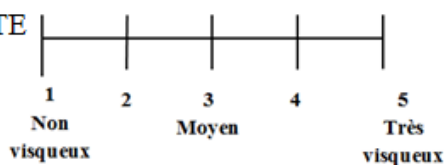
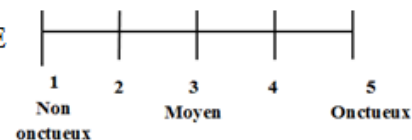
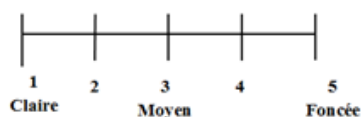
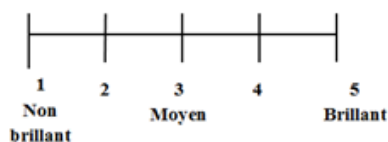
BRILLANCE



HOMOGENEITE



● Echantillon N°.....

ODEUR :**TEXTURE :****VISCOSITE****ONCTUOSITE****ASPECT :****COULEUR****BRILLANCE****HOMOGENEITE**

❖ Test d'appréciation des produits

TEST D'ACCEPTABILITE

Vous avez 2 échantillons devant vous, cochez le numéro correspondant à votre impression:

N°.....

1

2

3

4

5

Désagréable	Assez désagréable	Ni désagréable ni agréable	Assez agréable	Agréable

N°.....

1

2

3

4

5

Désagréable	Assez désagréable	Ni désagréable ni agréable	Assez agréable	Agréable



Annexe 16: Détails des épreuves de notation

Tableau 41 : Détails des épreuves de notation sur le lait LHSp

Jury	Odeur	TEXTURE		ASPECT		
		Viscosité	Onctuosité	Couleur	Brillance	Homogénéité
Jury 1	3	3	4	2	3	5
Jury 2	3	3	5	4	4	4
Jury 3	4	5	4	2	3	5
Jury 4	3	3	1	3	1	5
Jury 5	4	4	4	4	3	5
Jury 6	3	4	4	3	2	5
Jury 7	4	3	3	3	3	4
Jury 8	4	3	3	2	4	5
Jury 9	3	2	2	2	3	5
Jury 10	4	4	4	2	3	5
Jury 11	3	3	4	3	3	4
Jury 12	4	3	5	1	2	3
Jury 13	4	3	5	2	1	5
Jury 14	3	3	2	2	3	3
Jury 15	4	5	5	3	3	4
Jury 16	3	3	4	2	3	5
Somme	56	54	59	40	44	72
Moyenne	3,5	3,375	3,6875	2,5	2,75	4,5

Tableau 42 : Détails des épreuves de notation sur le lait LHSs

Jury	Odeur	TEXTURE		ASPECT		
		Viscosité	Onctuosité	Couleur	Brillance	Homogénéité
Jury 1	3	3	4	2	3	5
Jury 2	5	4	5	5	4	5
Jury 3	3	5	4	2	5	5
Jury 4	3	5	3	3	3	3
Jury 5	3	4	4	4	3	5
Jury 6	4	4	3	3	2	5
Jury 7	3	2	3	3	4	4
Jury 8	5	3	3	3	4	5
Jury 9	4	2	2	3	3	5
Jury 10	3	2	1	2	4	5
Jury 11	3	3	4	2	3	3
Jury 12	2	4	4	1	2	4
Jury 13	4	3	4	1	3	4
Jury 14	3	3	3	3	3	3
Jury 15	2	4	4	2	3	4
Jury 16	3	3	4	2	4	5
Somme	53	54	55	41	53	70
Moyenne	3,3125	3,375	3,4375	2,5625	3,3125	4,375



Tableau 43 : Détails des épreuves de notation sur le lait témoin LHT

Jury	Odeur	TEXTURE		ASPECT		
		Viscosité	Onctuosité	Couleur	Brillance	Homogénéité
Jury 1	4	2	5	1	2	5
Jury 2	3	3	2	1	3	5
Jury 3	3	4	3	2	4	5
Jury 4	3	1	3	1	3	3
Jury 5	3	3	4	2	3	5
Jury 6	3	2	2	1	2	5
Jury 7	4	2	3	2	3	4
Jury 8	4	1	1	1	4	5
Jury 9	4	2	2	2	3	5
Jury 10	3	2	1	1	4	5
Jury 11	3	2	3	2	2	4
Jury 12	3	3	3	1	1	3
Jury 13	3	2	4	1	3	5
Jury 14	3	2	2	2	3	3
Jury 15	3	4	4	3	4	5
Jury 16	3	2	3	1	4	5
Somme	52	37	45	24	48	72
Moyenne	3,25	2,3125	2,8125	1,5	3	4,5



Annexe 17: Résultats des analyses microbiologiques


HOMEOPHARMA
 Direction Scientifique

 Laboratoire de Contrôle Qualité

N°: 207/CM-LCQM/ Avril 2016

Antananarivo, 09/04/2016

R A P P O R T D ' E S S A I

Examen demandé par Service Recherche et développement Désignation du produit : Lait 100% HSP Lot :	Commémoratifs : Code Labo : 0404207-SRD Prélèvement effectué(e) par : Contrôleur 01 Date du prélèvement : Lieu de prélèvement : Usine Manakambahiny Conditionnement : Flacon Nombre d'échantillon : 01 Date de réception au laboratoire : 04/04/16 Température à la réception : Température ambiante Date des manipulations : 04/04/16 Manipulateur : CM 02
--	--

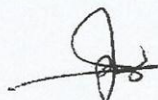
	Résultat	Critères	Signification	Etape d'application du critère	Action si résultat insatisfaisant	Référence
Staphylocoques Coagulase positif	ABS	ABS	Santé 2	Etape finale avant libération de lot		AFNOR V08057/1
Levures et moisissures	<10 UFC/g	<10 ² UFC/g	Alteration			
Candida albicans	ABS	ABS	Santé 2			-
Aspergillus niger	<10 UFC/g	<100 UFC/g	BPH			-
Microorganisme à 30°C	<10 UFC/g	<10 ³ UFC/g	BPH			AFNOR V08051

ABS : Absence de colonie
 Inc. : Colonies indénombrables,
 P : Présence de colonies caractéristiques

Conclusion :

La qualité de l'échantillon analysé est satisfaisante selon les critères donnés.

Directeur scientifique,



Dr RAKOTOMALALA ANDRIANANJA Max Olivier

Responsable Technique,



Dr RABE Odilon





Direction Scientifique
Laboratoire de Contrôle Qualité

N°: 206/CM-LCQM/ Avril 2016

Antananarivo, 09/04/2016

R A P P O R T D ' E S S A I

Examen demandé par
Service Recherche et développement

Commémoratifs :
Code Labo : 0404206-SRD

Désignation du produit :
Lait 100% HSS
Lot :

Prélèvement effectué(e) par : Contrôleur 01
Date du prélèvement :
Lieu de prélèvement : Usine Manakambahiny
Conditionnement : Flacon
Nombre d'échantillon : 01
Date de réception au laboratoire : 04/04/16
Température à la réception : Température ambiante
Date des manipulations : 04/04/16
Manipulateur : CM 02

	Résultat	Critères	Signification	Etape d'application du critère	Action si résultat insatisfaisant	Référence
Staphylocoques Coagulase positif	ABS	ABS	Santé 2	Etape finale avant libération de lot		AFNOR V08057/1
Levures et moisissures	<10 UFC/g	<10 ² UFC/g	Alteration			
Candida albicans	ABS	ABS	Santé 2			-
Aspergillus niger	<10 UFC/g	<100 UFC/g	BPH			-
Microorganisme à 30°C	<10 UFC/g	<10 ³ UFC/g	BPH			AFNOR V08051

ABS : Absence de colonie
Inc. : Colonies Indénombrables,
P : Présence de colonies caractéristiques

Conclusion :

La qualité de l'échantillon analysé est satisfaisante selon les critères donnés.

Directeur scientifique,

Dr RAKOTOMALALA ANDRIANANJA Max Olivier

Responsable Technique,

Dr RABE Odilon



Annexe 18 : Détails des résultats de test de stabilité

Tableau 44 : Evolution des caractéristiques organoleptiques de LHSp durant 6 semaines

	Odeur	Onctuosité	Viscosité	Couleur	Brillance	Homogénéité
<i>ECHANTILLON MIS EN ETUVE</i>						
1 ^{ère} semaine	Florale d'intensité (3,5/5)	Onctueux (3,4/5)	Visqueux (3,6/5)	Jaune (2,5/5)	Brillant (2,7/5)	Très homogène (4,5/5)
2 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
3 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
4 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
5 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
<i>ECHANTILLON MIS A TEMPERATURE AMBIANTE</i>						
1 ^{ère} semaine	Florale d'intensité (3,5/5)	Onctueux (3,4/5)	Visqueux (3,6/5)	Jaune (2,5/5)	Brillant (2,7/5)	Très homogène (4,5/5)
2 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
3 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
4 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
5 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
6 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original



Tableau 45 : Evolution des caractéristiques organoleptiques de LHSs durant 6 semaines

	Odeur	Onctuosité	Viscosité	Couleur	Brillance	Homogénéité
<i>ECHANTILLON MIS EN ETUVE</i>						
1 ^{ère} semaine	Florale d'intensité (3,3/5)	Onctueux (3,4/5)	Visqueux (3,4/5)	Jaune (2,5/5)	Brillant (3,3/5)	Très homogène (4,4/5)
2 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
3 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
4 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
5 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
<i>ECHANTILLON MIS A TEMPERATURE AMBIANTE</i>						
1 ^{ère} semaine	Florale d'intensité (3,3/5)	Onctueux (3,4/5)	Visqueux (3,4/5)	Jaune (2,5/5)	Brillant (3,3/5)	Homogène (4,4/5)
2 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
3 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
4 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
5 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original
6 ^{ème} semaine	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original	Identique à l'original



TABLE DES MATIERES

DEDICACES	i
REMERCIEMENTS	ii
SOMMAIRE	iv
LISTE DES TABLEAUX.....	v
LISTE DES FIGURES.....	vii
LISTE DES PARTIES EXPERIMENTALES.....	ix
LISTE DES ANNEXES.....	x
LEXIQUE DES ABREVIATIONS	xi
GLOSSAIRE	xii
INTRODUCTION.....	1
Partie I : CONTEXTE GENERAL DE L'ETUDE	2
1. Présentation de l'étude	2
1.1. L'institut d'accueil : HOMEOPHARMA	2
1.1.1. Historique et présentation.....	2
1.1.2. Les garanties qualités de l'HOMOPHARMA.....	2
1.1.3. Services et produits HOMEOPHARMA.....	3
1.2. Problématique de l'étude.....	4
1.3. Hypothèses de travail	4
1.4. Buts et objectifs	4
1.5. Démarche du travail	4
1.6. Diagramme de recherche.....	5
2. Présentation de la plante <i>Sesamum indicum</i>	7
2.1. Généralités sur la plante	7
2.1.1. Historique et origine de la plante.....	7
2.1.2. Systématique.....	7
2.1.3. Dénomination	8
2.1.4. Morphologie	8
2.1.5. Exigences écologiques et climatiques	9
2.2. Production	10
2.2.1. Production mondiale.....	10
2.2.2. Répartition à Madagascar	11

2.3.	Utilisations du sésame	11
2.3.1.	Caractéristiques de la graine	12
2.3.2.	Utilisation culinaire des graines	13
a)	Graines en nature	13
b)	Pâte de sésame	13
c)	Huile de sésame	13
d)	Offrandes et rituels	14
2.3.3.	Utilisation des graines en industrie agroalimentaire.....	14
a)	Industrie des corps gras	14
b)	Tourteau de sésame	14
c)	Fabrication de farine	14
d)	Pâtisserie et boulangerie	15
2.3.4.	Utilisations non-alimentaires des graines	15
a)	Industrie cosmétique.....	15
b)	Vertus médicinales	15
c)	Utilisations en pharmacologie	16
d)	Phytopharmacologie	16
e)	Savonnerie et industrie de peinture	16
2.3.5.	Utilisations des autres parties de la plante.....	16
2.3.6.	Utilisations à Madagascar.....	17
3.	Généralités sur les produits cosmétiques	17
3.1.	Définitions	17
3.1.1.	La cosmétologie.....	17
3.1.2.	Les produits cosmétiques.....	17
3.1.3.	Les produits cosmétiques naturels.....	17
3.1.4.	Les produits cosmétiques biologiques	17
3.2.	Catégories de produits cosmétiques	18
3.3.	Constituants de base des produits cosmétiques.....	18
3.3.1.	Les actifs.....	19
3.3.2.	Les excipients	19
3.3.3.	Les adjuvants et les additifs.....	19
3.4.	Qualité d'un produit cosmétique	20
4.	Antioxydants et oxydation des produits cosmétiques	20

4.1.	Qu'est-ce qu'un antioxydant ?	20
4.1.1.	Les antioxydants de synthèse	21
4.1.2.	Les antioxydants naturels	21
4.1.3.	Les substances synergistes.....	21
4.2.	Pourquoi utiliser des antioxydants ?.....	21
4.3.	Oxydation et mode d'action des antioxydants	22
4.4.	Règlementation sur les antioxydants.....	23
CONCLUSION PARTIELLE I		24
Partie II : EXTRACTION DE L'HUILE DE SESAME		25
1.	Matériels et méthodes	25
1.1.	Matériel végétal.....	25
1.1.1.	Caractéristiques	25
1.1.2.	Détermination de la teneur en eau des graines	25
1.2.	Préparation des graines.....	26
1.2.1.	Nettoyage.....	26
1.2.2.	Broyage.....	26
1.2.3.	Pesage	26
1.3.	Extraction par solvant.....	26
1.3.1.	Matériels	26
a)	Extracteur soxhlet	26
b)	Solvant.....	27
c)	Chauffe-ballon	27
d)	Rotavapor.....	28
1.3.2.	Processus d'extraction	29
a)	Extraction de l'huile	29
b)	Distillation	30
c)	Désolvantisation	30
1.4.	Extraction par pression.....	30
1.4.1.	Matériel : presse hydraulique	30
1.4.2.	Processus d'extraction	31
2.	Résultats et discussions	32
2.1.	Teneur en eau des graines	32
2.2.	Teneur en huile de la graine de sésame.....	32

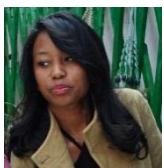
2.3.	Paramètres optimisant le rendement	33
2.3.1.	Mode d'extraction.....	33
2.3.2.	Broyage.....	33
2.3.3.	Durée d'extraction	34
2.3.4.	Origine des graines	34
2.4.	Sous-produits de l'extraction	35
2.5.	Comparaison des deux types d'extraction.....	36
CONCLUSION PARTIELLE II		37
Partie III : CARACTERISATION DE L'HUILE DE SESAME		38
1.	Matériels et méthodes	38
1.1.	Analyses physico-chimiques	38
1.1.1.	Détermination des caractéristiques organoleptiques	38
1.1.2.	Détermination des caractéristiques physiques	38
a)	Densité	38
b)	Indice de réfraction	39
1.1.3.	Détermination des caractéristiques chimiques	40
a)	Indice d'acide	40
b)	Indice de saponification.....	40
1.1.4.	Détermination de la teneur en matières insaponifiables.....	41
1.2.	Analyse des acides gras.....	41
1.2.1.	La chromatographie en phase gazeuse	41
1.2.2.	Préparation des esters méthyliques.....	41
1.2.3.	Conditions opératoires de l'analyse.....	42
1.3.	Etude de l'activité antioxydante de l'huile.....	42
1.3.1.	Définition.....	42
1.3.2.	Extraction des composés polaires	43
1.3.3.	Test DPPH	44
a)	Principe du test	44
b)	Mise en oeuvre.....	44
1.3.4.	Test de vieillissement accéléré	44
2.	Résultats et discussions	45
2.1.	Caractéristiques physico-chimiques de l'huile.....	45
2.1.1.	Caractéristiques organoleptiques.....	45

2.1.2.	Caractéristiques physico-chimiques	46
2.2.	Composition en acides gras	47
2.2.1.	Résultats de l'analyse CPG	47
2.2.2.	Comparaison de la composition en acides gras de quelques huiles végétales et celle de l'huile de sésame	49
2.3.	Activité antioxydante de l'huile de sésame	50
2.3.1.	Résultats de l'extraction liquide-liquide	50
2.3.2.	Résultat du test DPPH	51
3.2.3.1.	Stabilité oxydative de l'huile	51
CONCLUSION PARTIELLE III		53
Partie IV : ESSAI DE VALORISATION DE L'HUILE EN COSMETIQUE		54
1.	Matériels et méthodes	54
1.1.	Formulation du lait à base d'huile de sésame	54
1.1.1.	Définition du produit	54
1.1.2.	Matières premières	54
a)	Eau	54
b)	Glycérine	55
c)	Huile de sésame	55
d)	Antioxydant	55
e)	Emulsifiant	55
f)	Conservateur	56
g)	Base parfumante	56
1.1.3.	Mise au point du produit	58
a)	Préparation des deux phases :	58
b)	Mélange des phases et homogénéisation	59
c)	Refroidissement	59
d)	Conditionnement	60
e)	Les conditions d'hygiène	60
1.2.	Evaluation physico-chimique	60
1.3.	Evaluation sensorielle	61
1.3.1.	Définition	61
1.3.2.	Local et matériel de travail	61
1.3.3.	Les juges	61
1.3.4.	Les différentes épreuves utilisées	61

a) Tests analytiques.....	61
b) Tests hédoniques.....	62
1.3.5. Traitement des résultats	62
a) EXCEL:	62
b) XLSTAT :	63
1.4. Etude de stabilité	63
1.5. Analyse microbiologique	63
1.6. Etudes socio-économiques	64
2. Résultats et discussions	64
2.1. Caractéristiques physico-chimiques	64
2.2. Résultats des analyses sensorielles.....	65
2.2.1. Base parfumante	65
2.2.2. Profil sensoriel des produits	66
2.2.3. Résultat du test d'acceptabilité des produits.....	67
2.3. Caractéristiques microbiologiques	68
2.4. Stabilité du produits	68
2.4.1. Stabilité à l'oxydation.....	68
2.4.2. Evolution du pH.....	69
2.4.3. Evolution des caractéristiques organoleptiques.....	69
2.5. Etude de marché et étude économique	70
2.5.1. Marché du sésame	70
a) Marché des graines de sésame.....	70
b) Marché de l'huile.....	72
2.5.2. Marché des produits cosmétiques.....	72
a) Production locale	72
b) Importation	73
2.5.3. Coût sommaire de production.....	74
a) Huile de sésame	74
b) Laits corporels	75
CONCLUSION PARTIELLE IV.....	76
CONCLUSION GENERALE	77
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	78
– BIBLIOGRAPHIE	78



– WEBOGRAPHIE.....	80
– SUPPORTS DE COURS	90
PARTIES EXPERIMENTALES	92
ANNEXES	101

UNIVERSITE D'ANTANANARIVO ECOLE SUPERIEURE DES SCIENCES AGRONOMIQUES MENTION INDUSTRIES AGRICOLES ET ALIMENTAIRES		
	Vonintsoa Malanto RASOLOFOMANANA Lot III A 144 bis Tanjombato Antananarivo 102 vonintsmalanto@gmail.com	Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur Agronome de grade de Master
		Valorisation du sésame « <i>Sesamum indicum</i> » de Mandritsara: Etude de sa fraction lipidique pour une utilisation en cosmétique

FAMINTINANA

Ny voamaho (*Sesamum indicum*) dia zavamaniry izay sady be proteina no be menaka ary ahitana otrikaina maro samihafa nefa tsy dia mbola ampiasaina eto Madagasikara. Ny asa rehetra natao tamin'ity fikarohana ity dia nifantoka tamin'ny menaka izay azo avy aminy mba ahafahana mampiasa azy amin'ny fanamboarana kosmetika. Ny vokatry ny fikarohana dia nahitana fa tena ahazoana menaka betsaka tokoa ny voamaho. Ny vokatry azo tamin'ny alalan'ny solvant izay nahatratra 56% dia ambony mihoatra noho ny azo tamin'ny presse izay 24% monja raha oharina amin'ny lanjany. Izany rehetra izany miampy ny vokatry mahafa-po izay azo tamin'ny fanadihadiana ara-pizika sy simika dia mampiseho fa afaka trandrahana tsara ny menaka voamaho. Hahitana asidra matavy tsara ihany koa ao anatiny, indrindra ireo asidra matavy insaturé toy ny asidra linoleika sy oleika. Ny test DPPH dia nampiseho fa manana hery antioxydant matanjaka ihany koa izy noho ireo singa voajanahary maro izay misy ao aminy. Ireo andrana fanamboarana ronono kosmetika tamin'ny alalan'ny menaka dia nahitana taratra fa tena afaka anamboarana vokatry kosmetika tsara izy sady mitondra singa voajanahary maro manatsara ny vokatry.

Teny mivohitra: menaka voamaho, fitrandrahana, CPG, DPPH, kosmetika, HOMEOPHARMA

RESUME

Le sésame (*Sesamum indicum*) est une plante oléoprotéagineuse de haute valeur nutritive qui reste encore sous-exploitée à Madagascar. L'étude réalisée dans ce mémoire a permis de caractériser l'huile de sésame afin d'estimer sa qualité comme ingrédients cosmétiques. Les résultats des essais d'extraction de l'huile nous ont confirmés la richesse des graines en huile. Le meilleur rendement d'extraction a été obtenu avec l'extraction par solvant qui a été de 56% par rapport à 24% pour l'extraction par pression. Le pourcentage élevé de teneur en huile des graines, ainsi que ses bonnes propriétés physico-chimiques le rend viable pour une extraction commerciale. Les analyses des acides gras de l'huile ont révélé un degré élevé d'insaturation dont les principaux acides gras présents sont l'acide linoléique et l'acide oléique. Le test DPPH a mis en évidence que l'huile de sésame est également dotée de pouvoirs antioxydants attribués aux nombreux antioxydants naturels qui y sont présents. Les essais de valorisation de l'huile portée sur la fabrication du lait traduisent la bonne aptitude de l'huile à la constitution d'une émulsion et à la contribution à son stabilité oxydative.

Mots clés : huile de sésame, extraction, CPG, DPPH, cosmétique, HOMEOPHARMA

ABSTRACT

Sesame (*Sesamum indicum*) is a plant with high nutritional value which still under-exploited in Madagascar. The study conducted in this paper allowed us to characterize sesame oil to estimate their quality as cosmetic ingredients. The results of oil extraction tests have confirmed us the wealth of oil seeds. Best extraction efficiency was obtained with the extraction solvent, it was 56% compared to 24% for extraction pressure. The high percentage of oil content of seeds, as well as its good physical-chemical properties makes them viable for commercial extraction. The fatty acid analyzes of the oil showed a high degree of unsaturation which the principal fatty acids present are linoleic acid and oleic acid. By DPPH test, Sesame seed oil has also been found to have antioxidant powers attributed to many natural antioxidants that are present. The oil recovery testing range on the production of milk reflects the good ability of the oil to the formation of an emulsion and contribution to its oxidative stability.

Keywords: sesame oil, extraction, CPG, DPPH, cosmetic, HOMEOPHARMA