

THÈSE
pour le
DIPLÔME D'ÉTAT
DE DOCTEUR EN PHARMACIE

par

Mathilde TERUIN

Présentée et soutenue publiquement le 07 novembre 2018

Qualité des huiles essentielles en fonction des réseaux
de distribution : focus sur la menthe poivrée et la
lavande fine

Président : Mme Christine HERRENKNECHT, Professeur des Universités de Chimie Analytique

Membres du jury : Mme Catherine ROULLIER, Maître de Conférences de Pharmacognosie et Phytothérapie
Mme Aurélie NOBLET, Pharmacien

Liste des abréviations

AFNOR	Association Française de Normalisation
AMM	Autorisation de Mise sur le Marché
ANSM	Agence Nationale de Sécurité du Médicament et des produits de santé
BA	Bulletin d'Analyse
BPF	Bonnes Pratiques de Fabrication
CCM	Chromatographie sur Couche Mince
CIHEF	Comité Interprofessionnel des Huiles Essentielles Françaises
CO2	Dioxyde de carbone
COMAC	Commissions Mixtes d'Agrément et de Contrôle
CSP	Code de la Santé Publique
CT	Chimiotype
DGCCRF	Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes
ECHA	Agence Européenne des Produits Chimiques
EFSA	Autorité Européenne de sécurité des Aliments
Ex	Exemple
GC-MS	Chromatographie en phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse
GC-FID	Chromatographie en phase Gazeuse couplée à un Détecteur à Ionisation de Flamme
GMS	Grande et Moyenne Surface
HE	Huile Essentielle
HEBBD	Huile Essentielle Botanique et Biochimiquement Définie
HECT	Huile Essentielle Chémotypée
ISO	Organisation Internationale de Normalisation
NF	Norme Française
NR	Non Renseigné
ORL	Oto-Rhino-Laryngée
PPAM	Plante à Parfum, Aromatique et Médicinale
REACH	Registration, Evaluation, Authorisation and restriction of Chemicals
SFME	Solvent-Free Microwave Extraction
SNC	Substance Naturelle Complexe
Substance UCVB	Substances of Unknown or Variable Composition complex reaction products or Biological materials
TR	Temps de Rétention
UE	Union Européenne
UV	UltraViolet
VPC	Vente Par Correspondance

Liste des figures

Figure 1 : Glandes sécrétrices d'huile essentielle de <i>Lavandula spp</i> par microscopie électronique [4]	13
Figure 2 : Glandes sécrétrices de <i>Mentha piperita</i> par microscopie électronique [5]	13
Figure 3: Structure de l'isoprène	18
Figure 4 : Exemples d'aldéhydes pouvant entraîner une irritation cutanée.....	23
Figure 5 : Exemples de phénols pouvant entraîner une dermocausticité	24
Figure 6 : Exemple de furanocoumarine pouvant entraîner une photosensibilisation.....	24
Figure 7 : Exemples de cétones pouvant entraîner une action neurotoxique et abortive	25
Figure 8 : Exemple de monoterpène pouvant entraîner une action néphrotoxique	25
Figure 9 : Exemple de phénol pouvant entraîner une hépatotoxicité.....	26
Figure 10 : Exemple de dénomination botanique de lavande fine	41
Figure 11 : Exemple de dénomination botanique de menthe poivrée.....	41
Figure 12 : Evolution des ventes d'huiles essentielles en officine (valeur en €) d'après France agrimer[69] ..	47
Figure 13 : Quantité d'huiles essentielles unitaires vendues en pharmacie (litres) d'après France agrimer[69]	48
Figure 14 : Estimation des volumes d'huile essentielle vendues en pharmacie en 2016 en France[69]	48
Figure 15 : Répartition des achats d'huile essentielle selon l'étude de B. Gaborieau (2015).....	49
Figure 16 : Températures de la GC-FID selon les pharmacopées européennes 9.0.....	62
Figure 17 : Résultat de la chromatographie sur couche mince des échantillons d'HE de menthe poivrée. Eluant : toluène/acétate d'éthyle (95:5, v/v).....	64

Figure 18 : Chromatographies des échantillons d'HE de menthe poivrée obtenues en GC-MS.....	66
Figure 19 : Détermination des composés des échantillons d'après les chromatographies obtenues en GC-MS: focus sur I1, I3, NS1 et P1.....	70
Figure 20 : Comparaison des chromatogrammes obtenus en GC-FID des échantillons de menthe poivrée P1 et I1.....	71
Figure 21 : Détection de la présence d'huile grasse dans les échantillons d'HE de menthe poivrée.....	72
Figure 22 : Résultat de la chromatographie sur couche mince des échantillons d'HE de lavande fine Eluant : toluène/acétate d'éthyle (95:5, v/v)	73
Figure 23 : Détection de la présence d'huile grasse dans les échantillons d'HE de lavande fine	78
Figure 24 : Présentation de l'échantillon I3 sur le site internet revendeur	83
Figure 25: Comparaison du conditionnement primaire de deux huiles essentielles d'un même fournisseur : mise en avant d'une non-conformité	86
Figure 26 : Extrait de la notice des échantillons NS1 et NS2 présentant les conseils de prudence de la gamme d'HE pour inhalation proposée par ce fournisseur	90
Figure 27 : Prix des échantillons des huiles essentielles de menthe poivrée en fonction du lieu d'achat.....	91
Figure 28 : Prix des échantillons des huiles essentielles de lavande fine en fonction du lieu d'achat.....	92
Figure 29 : Comparaison des structures du 1,8 cinéole et des énantiomères (S)-(-)-Limonène et (R)-(+)-Limonène	98
Figure 30 : Comparaison de la composition moyenne des HE de nos échantillons de menthe poivrée à celle des HE correspondantes issue de la Pharmacopée	103
Figure 31 : Analyse par CPG chirale des énantiomères (R) et (S) de l'acétate de linalyle [81]	107
Figure 32: Conditionnement primaire de l'huile essentielle I4.....	111

Liste des tableaux

Tableau 1: Principales Familles des constituants des huiles essentielles : exemples de molécules	19
Tableau 2 : Récapitulatif de la réglementation des différents statuts accordés aux HE	40
Tableau 3 : Attribution des noms des échantillons selon leur nature et réseau d'origine et classification selon leur prix.....	57
Tableau 4 : Quantité des composants attendus obtenue par GC-SM pour les échantillons d'HE de menthe poivrée	67
Tableau 5 : Estimation des quantités relatives des molécules des HE de menthe poivrée analysées par GC-FID et comparaison des valeurs obtenues (en %) à celles de la Pharmacopée et des bulletins d'analyse des fournisseurs.....	68
Tableau 6 : Quantité des composants attendus obtenue par GC-SM pour les échantillons de lavande fine ..	75
Tableau 7 : Estimation des quantités relatives des molécules des HE de lavande fine analysées par GC-FID et comparaison des valeurs obtenues (en %) à celles de la Pharmacopée et des bulletins d'analyse des fournisseurs.....	76
Tableau 8 : Réponse des fournisseurs à la demande des bulletins d'analyse par mail	79
Tableau 9 : Données complémentaires obtenues par les bulletins d'analyses des fournisseurs	80
Tableau 10 : Critères d'étiquetage des échantillons de menthe poivrée selon la norme AFNOR NF T 75-002	83
Tableau 11 : Critères d'étiquetage des échantillons de lavande fine selon la norme AFNOR NF T 75-002	84
Tableau 12 : Détails des informations présentes sur le packaging des échantillons d'huiles essentielles de menthe poivrée et de lavande fine	88
Tableau 13 : Détails des informations présentes sur la notice des échantillons d'huiles essentielles de menthe poivrée et de lavande fine	89
Tableau 14 : Tableau récapitulatif de la conformité des échantillons d'HE de menthe poivrée (1/2).....	93
Tableau 15 : Tableau récapitulatif de la conformité des échantillons d'HE de menthe poivrée (2/2).....	94

Tableau 16 : Tableau récapitulatif de la conformité des échantillons d'HE de lavande fine (1/2)	95
Tableau 17 : Tableau récapitulatif de la conformité des échantillons d'HE de lavande fine (2/2)	96
Tableau 18 : Comparaison des taux de composants de l'échantillon I4 aux normes ISO des différentes Lavandula spp.....	106
Tableau 19 : Influence du statut sur la réglementation des échantillons d'HE sélectionnés	108
Tableau 20 : Interactions médicamenteuses avec les HE par voie orale (T. Poirot [94])	121

Liste des équations

Équation 1 : Choix de la méthode chromatographique : calcul de la résolution. t_r : temps de rétention, Ω : largeur de pic à la base 60

Liste des annexes

Annexe 1 : Chromatographie des échantillons de lavande fine en CG-FID131

Annexe 2: Chromatographie des échantillons de menthe poivrée en CG-FID137

Annexe 3: Chromatographie sur couche mince des échantillons de menthe poivrée.....143

Annexe 4: Chromatographie sur couche mince des échantillons de lavande fine.....144

Annexe 5: Mail envoyé aux fournisseurs144

Annexe 6: Monographie de la lavande fine selon la Pharmacopée européenne 9.5.....145

Annexe 7: Monographie de la menthe poivrée selon la Pharmacopée européenne 9.0.....147

Annexe 8: Calculs des résolutions selon la méthode 1 (R1) et la méthode 2 (R2)149

TABLE DES MATIERES

Introduction	11
Partie I Les huiles essentielles en 2018 : focus sur la réglementation et la qualité associée	12
I Généralités sur les HE	12
A. Définition	12
B. Mode d'obtention	13
B.1 Les distillations	14
B.2 L'expression à froid.....	14
B.3 Autres moyens.....	15
B.4 Modification post-production	17
C. Usage et toxicité.....	18
C.1 Usage	18
C.2 Toxicité	23
II Notions de qualité	26
A. Cadre juridique	26
A.1 Réglementation et exigences	26
A.2 Etiquetage	36
B. Qualité d'une huile essentielle.....	41
B.1 Qualité liée à l'exploitation.....	41
B.2 Qualité liée à la production	43
B.3 Qualité du produit final	44
III Distribution des HE	45
A. Les Marchés de l'aromathérapie	45
A.1 Marché mondial	45
A.2. Marché national	46
B. Les réseaux de distribution	49
Partie II Investigation de deux huiles essentielles selon leurs différents réseaux de distribution ...51	
I Choix des Echantillons	52
A. Choix des huiles essentielles	52
A.1 La lavande fine.....	52
A.2 La menthe poivrée.....	54
B. Choix des réseaux.....	56
II. Analyse qualitative et quantitative des HE	58
A. Matériels et Méthodes.....	58
A.1 Analyse Chromatographie sur Couche Mince (CCM)	58
A.2 Analyse chromatographique en GC-MS	60
A.3 Analyse chromatographique gazeuse couplée à un détecteur par ionisation de flamme (GC-FID).....	61
A.4 Détection d'huile grasse	62
B. Résultats des expériences	63
B.1 Menthe poivrée	63
B.2 Lavande fine	73

III. Analyse des informations et conseils recueillis	78
A. Les bulletins de contrôle	78
B. Analyse des conditionnements des huiles essentielles	81
B.1 Détermination des statuts	81
B.2 Conformité du packaging	82
C. Analyse des conseils disponibles	87
IV. Analyse du prix des échantillons	91
A. menthe poivrée	91
B. Lavande fine	92
<i>PARTIE III Discussion</i>	<i>97</i>
I. Analyse intrinsèque des huiles essentielles	97
A. Analyses qualitatives et quantitatives	97
A.1 Menthe poivrée	97
A.2 Lavande fine	100
B. Information incomplète, fraude et risque à la consommation	101
B.1 Menthe poivrée	101
B.2 Lavande fine	104
II. Analyse réglementaire	108
A. les difficultés rencontrées	108
A.1 Les statuts	108
A.2 Analyse du packaging	109
B. Vers une harmonisation réglementaire	112
B.1 Les groupes de travail	112
B.2 Inquiétude des contraintes liées au règlement REACH	112
B.3 Normes, label et autres mentions	113
III. Analyse réseau	119
A. Prix des échantillons	119
B. Motivation du choix : qualité du réseau	119
<i>Conclusion</i>	<i>122</i>

Remerciements

Aux membres du jury pour leur présence aujourd'hui. Mme Herrenknecht qui me fait l'honneur de présider cette thèse et Mlle Noblet pour son implication grandissante auprès des étudiants. Je tiens à remercier particulièrement Mme Roullier, pour m'avoir proposé ce sujet dans le domaine de l'aromathérapie que j'affectionne particulièrement. Merci pour votre accompagnement tout au long de ce travail et pour tout le temps que vous m'avez consacré.

Au personnel de chimie analytique de la faculté de Nantes, Mme Vony Rabesaotra et Abderrahmane Kamari, pour leur contribution lors de la partie technique de ce travail.

A toute l'équipe de la pharmacie Mongeais, en particulier M. Mongeais pour m'avoir encadré dans la quasi-totalité des stages de mes études, que j'ai réalisés à chaque fois avec un grand plaisir. Merci à Chantal, pour m'avoir enseigné les bases de la rigueur officinale, à Julie pour son extrême gentillesse, à Florence pour sa bonne humeur tellement motivante et surtout à Aurélie pour m'avoir fait découvrir l'aromathérapie. Merci à Pierre-Alexis et Jérôme pour avoir été les collègues étudiants les plus cools qui soient.

A M. Sicard, pour toutes ces précieuses informations que vous avez partagées.

A M. Dupire, pour notre entrevue et l'ouvrage que vous m'avez gracieusement offert.

A Aurélie et Matthieu Rousseau, Charlotte et Julie, pour votre accueil chaleureux au sein de votre équipe.

A Dominique, qui m'a permis de travailler dans des conditions informatiques optimales.

A toutes les personnes que j'ai rencontrées en pharmacie, qui ont fait de ces études de vrais moments de partage.

A mes amis, Agnès, Alexandre, Alexine, Alice, Anne, Aurélie, Bertan, Charles, Christopher, Jérôme, Marie et Olivier en particulier, pour tous ces moments qu'on a vécus et qu'on continue de vivre ensemble.

A ma famille et ma belle-famille, pour leur soutien, leur présence et leur patience. En particulier mes parents, pour m'avoir toujours donné les moyens de réussir tout au long de ces années.

A Antoine, pour tout.

A Tichat, qui a été présente à mes côtés de la 1^e à la dernière ligne de ce manuscrit.

INTRODUCTION

En dehors de leur utilisation déjà bien implantée dans l'industrie, les huiles essentielles (HE) sont de plus en plus utilisées par le grand public. Que ce soit à des fins olfactives en diffusion, thérapeutiques per os et par voie cutanée ou encore alimentaires, la consommation des HE unitaires n'a cessé de croître. En 2012, le volume de vente estimé était de 50 000 litres contre 70 000 litres en 2016, et ce uniquement dans les pharmacies françaises. De nouveaux réseaux ont alors exploité cette filière, dont les modalités de mise sur le marché peuvent être plus ou moins facilitées en fonction du statut attribué à l'HE. En regard de l'utilisation requise, les fabricants n'appliquent pas les mêmes exigences qualitatives, et l'on se retrouve parfois avec des HE de moindre qualité. Face à une demande parfois trop importante, certaines matières premières, comme le bois de santal indien (*Santalum album*) sont surexploitées au point de voir leurs ventes restreintes par décret [1]. De plus, le déséquilibre entre l'offre et la demande a entraîné l'introduction d'HE falsifiées sur le marché. Entre ces HE et l'émergence d'HE bas de gamme, certaines sont impropres à la thérapeutique et peuvent même être dangereuses pour la santé de l'utilisateur. Des règlements sont présents pour pouvoir garantir la sécurité des produits, en imposant aux fabricants et aux importateurs des contraintes permettant d'encadrer leur composition et leur utilisation. Un des premiers aspects qualitatifs d'une HE est déjà le respect de cette législation.

Ce travail vise à établir un aperçu de l'état des lieux actuel de la qualité, au sens large, des huiles essentielles accessibles aux consommateurs en France. En effet, l'étude comparative présentée dans le cadre de cette thèse s'est non seulement intéressée aux compositions qualitative et quantitative des HE, mais également à l'étiquetage et au « packaging¹ », à la transparence des fournisseurs et aux conseils associés à l'achat des HE selon les différents réseaux de distribution. Ces réseaux ont été choisis selon une étude de patients de 2015 déterminant les lieux d'achats privilégiés des particuliers [2]. L'étude s'est ainsi focalisée sur deux huiles essentielles très largement utilisées, à savoir celles de lavande et de menthe poivrée. Suite au recueil de divers échantillons, l'ensemble de ces paramètres a été étudié afin de discuter sur la qualité attendue des huiles essentielles pour pouvoir être utilisées en aromathérapie.

¹ Le conditionnement primaire, et secondaire lorsqu'il existe.

Dans un premier temps il sera abordé les généralités sur les huiles essentielles, ainsi que leurs particularités réglementaires et leurs aspects qualitatifs, puis leur distribution en France. On explicitera ensuite le choix des échantillons et des réseaux, puis l'on traitera les différents niveaux d'analyses.

PARTIE I LES HUILES ESSENTIELLES EN 2018 : FOCUS SUR LA REGLEMENTATION ET LA QUALITE ASSOCIEE

I GENERALITES SUR LES HE

A. DEFINITION

Selon la Pharmacopée Européenne 9^e édition, l'huile essentielle est un « Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. Une huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition ». On distinguera donc l'huile essentielle, qui n'est donc pas préformée dans la plante mais obtenue après extraction, de l'essence présente au sein de la plante. L'extraction permet en effet l'apparition de nouvelles molécules et la concentration des molécules volatiles déjà présentes, expliquant les différences de propriétés d'une même plante utilisée en phytothérapie et en aromathérapie.

Toutes les plantes ne sont pas à même d'être à l'origine de ces huiles essentielles. En effet, seules 10% des espèces végétales sur environ 800 000 recensées peuvent en permettre l'obtention. On parle alors de plantes aromatiques [3]. Les essences sont produites et concentrées dans 3 types de structures au sein de la plante : les poils glandulaires épidermiques, les poches et les canaux glandulaires (Figure 1 et Figure 2).

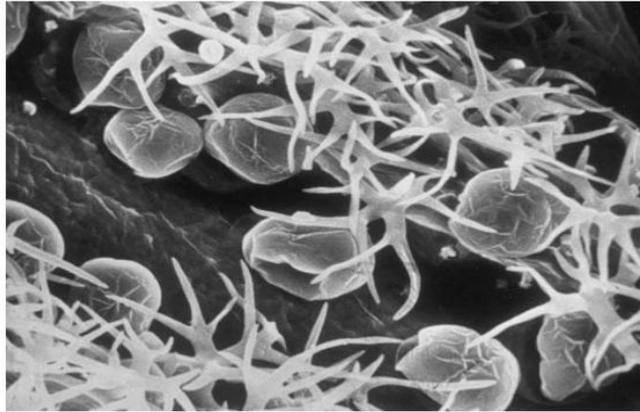


FIGURE 1 : GLANDES SECRETRICES D'HUILE ESSENTIELLE DE *LAVANDULA SPP* PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE [4]

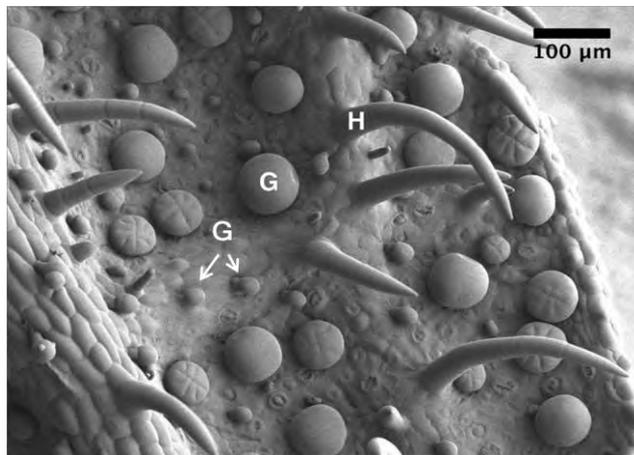


FIGURE 2 : GLANDES SECRETRICES DE *MENTHA PIPERITA* PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE [5]
G: GLANDES SECRETRICES, H: POIL TECTEUR

On peut trouver ces structures sur toutes les parties d'une plante, comme la feuille (menthe, eucalyptus), le bois (santal, hôte), l'écorce (cannelier de Ceylan), la fleur (ylang ylang, la rose), la racine (gingembre), la sommité fleurie (lavande, thym), la graine (aneth, coriandre)... [6]

B. MODE D'OBTENTION

Selon la norme ISO² 9235, seules trois méthodes sont validées pour la production des HE. En effet, l'HE est un « produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques : soit par **entraînement à la vapeur d'eau**, soit par des **procédés mécaniques** à partir de l'épicarpe des *Citrus*, soit par **distillation sèche** ». Ces méthodes sont en accord avec celles de la Pharmacopée européenne citée ci-dessus.

² Organisation internationale de normalisation

B.1 LES DISTILLATIONS

- **L'hydrodistillation**

La matière première végétale est plongée dans de l'eau portée à ébullition, à pression atmosphérique. Les composés vont diffuser à travers la paroi végétale et être entraînés par la vapeur d'eau. Puis un système réfrigérant permet au mélange de se condenser dans un vase florentin. On obtient alors deux phases : une phase aqueuse (l'eau aromatique ou hydrolat) et une phase organique (l'huile essentielle) que l'on sépare par décantation. On note que la durée de distillation a une influence sur la composition ainsi que le rendement de l'HE obtenue [7].

- **La distillation à la vapeur d'eau**

Lorsque les HE sont riches en esters, le contact direct avec l'eau entraîne une hydrolyse des composés. Afin d'éviter cette réaction chimique, on sépare la matière première de l'eau via une grille ou via un récipient différent. Seule la vapeur d'eau sera en contact avec la matière première et entrainera la volatilisation de l'huile. La vapeur d'eau peut suivre un flux ascendant (entraînement à la vapeur d'eau) ou un flux descendant (hydrodiffusion ou percolation) [8][9]. C'est la technique de l'entraînement à la vapeur qui est utilisée pour la menthe poivrée et la lavande fine notamment.

- **La distillation sèche**

Cette méthode est préconisée pour les HE issues des bois, écorces, racines, ou encore des végétaux délicats comme les pétales de rose. Cette distillation s'effectue sans addition d'eau, de vapeur d'eau ou encore de solvant. La température étant inférieure à 100 °C, elle permet de préserver les composés thermosensibles. Les rendements de cette méthode sont généralement assez faibles [7].

B.2 L'EXPRESSION A FROID

C'est par ce procédé que sont obtenues les essences des fruits d'agrumes (*Citrus spp*). L'essence de ces fruits est retenue en grande majorité dans des poches sécrétrices schyzolysigènes³, les sacs

³ Se dit des poches sécrétrices qui proviennent de l'écartement et de la lyse de cellules sécrétrices

oléifères, qui se situent dans le péricarpe du fruit. L'expression à froid s'effectue à température ambiante par des procédés mécaniques : le péricarpe du fruit est dilacéré, un courant d'eau abrasif va alors permettre de récupérer les essences contenues dans les poches. Enfin, l'eau et l'essence sont séparées par centrifugation. Ces essences étant composées en grande partie d'aldéhydes, elles sont davantage sensibles au chauffage et à l'oxydation. Cette méthode permet ainsi de préserver leur qualité. Leur production est surtout réalisée dans le domaine industriel, par des procédés permettant d'extraire quasi simultanément l'essence et le jus de fruit. Ce dernier est le principal produit commercialisé, son essence n'est qu'un produit secondaire à son élaboration [10].

On retrouve deux dénominations pour les produits issus de cette méthode : huile essentielle, comme retrouvé dans la pharmacopée [11], et essence, du fait d'une non modification de la composition par le procédé d'extraction.

B.3 AUTRES MOYENS

D'autres méthodes peuvent être utilisées pour récupérer les molécules volatiles et odorantes d'une plante, mais elles ne sont pas validées par la Pharmacopée Européenne, donc pour un usage thérapeutique. On les retrouve plutôt dans le domaine de l'industrie agro-alimentaire, de la cosmétique et de la parfumerie.

- **L'enfleurage**

L'enfleurage consiste à extraire le produit par contact d'une fleur avec une matière grasse, permettant l'obtention d'une pommade. Elle est ensuite rincée à l'alcool (que l'on fait évaporer), ce qui permet non pas l'obtention d'HE mais d'une absolue [3][12].

- **L'extraction micro-ondes sans solvant (SFME⁴)**

Le végétal est placé directement dans un four micro onde, sans ajout de solvant ou d'eau. Lors du chauffage, c'est l'eau contenue dans le végétal qui permet l'entraînement à la vapeur de l'huile. Un

⁴ Solvant Free Extraction Microwaves

système réfrigérant extérieur au four permet la récupération de l'HE. Cette méthode est en moyenne 9 fois plus rapide que les méthodes conventionnelles [13].

- **La turbodistillation**

Lors de la distillation, la matière première dont on veut extraire l'huile essentielle va être dilacérée tout en étant agitée, ce qui permet d'augmenter les surfaces d'échanges. Cette technique est utilisée notamment pour les écorces, les graines et les racines dont l'extraction est longue et difficile [14].

- **L'extraction par solvants volatils**

Les solvants les plus utilisés sont l'éthanol, l'hexane et le cyclohexane, le dichlorométhane et l'acétone. En fonction des solvants et de la technique utilisée, on obtiendra des produits différents : alcoolats (macération des végétaux dans de l'alcool), hydrolats (obtenu après hydrodistillation, il s'agit de l'eau florale séparée de l'HE), résinoïdes et concrètes (obtenus par extraction par solvant volatil, éthanol en général, d'une matière première aromatique)... Cette technique est surtout utilisée dans l'industrie agro-alimentaire. Parmi ses inconvénients, on peut mentionner une sélectivité variable, avec entrainement de substances non souhaitée comme les huiles grasses par exemple, ou encore la présence de résidus de solvant, pouvant parfois être toxique par lui-même [10][14][15][7].

- **L'extraction par CO₂ super-critique**

Le CO₂ (dioxyde de carbone) est porté à une température et une pression particulière qui lui permettent d'atteindre un état super-critique, c'est-à-dire un état qui se trouve entre le liquide et le solide. Cet état est obtenu à une pression de plus de 74 bars et à basse température (à partir de 31 °C), ce qui lui permet un haut pouvoir de diffusion dans les solides et la capacité de ne pas dénaturer les composés thermosensibles. Les autres avantages de cette technique sont qu'elle est automatisable (l'extraction et le fractionnement pouvant être réalisés de manière concomitante) et que le CO₂ est un gaz facilement disponible, peu onéreux et non toxique. En revanche, l'appareillage présente l'inconvénient d'avoir un coût important et l'affinité du CO₂ pour d'autres composés tels que les cires, les acides gras et les résines peut conduire à une contamination de l'huile essentielle [8][16] [17].

B.4 MODIFICATION POST-PRODUCTION

Les huiles essentielles peuvent aussi subir un traitement après leur obtention. Ces procédés sont plutôt employés dans l'industrie agro-alimentaire et cosmétique et doivent être évités pour les HE utilisées en aromathérapie. En effet, dans ce cas, on recherchera toujours des HE pures et naturelles, soient des HE non rectifiées et non coupées.

• Soustraction

L'huile essentielle peut être privée de « x » : un ou plusieurs constituants sont retirés du mélange final. C'est le cas des furanocoumarines qui peuvent être ôtées d'une essence de *Citrus spp.* Elle peut être plus précisément déterpénée, ce qui signifie qu'une partie ou la totalité de ses hydrocarbures monoterpéniques est retirée. Elle peut également être déterpénée et désesquiterpénée, ce qui signifie qu'une partie ou la totalité de ses hydrocarbures monoterpéniques et sesquiterpéniques sont retirés [18]. On utilise notamment la déterpénation partielle pour améliorer la conservation des HE d'agrumes [10].

L'élimination de certains composants tels que les hydrocarbures mono et sesquiterpéniques induit la concentration du reste des molécules. Ainsi pour une HE contenant des molécules potentiellement toxiques comme les phénols, la déterpénation augmentera sa toxicité [6][19].

• Addition

L'huile essentielle peut être rectifiée, c'est-à-dire que la teneur en certains constituants a été modifiée. Elle peut être diluée par ajout :

- D'une huile essentielle d'une autre partie de la plante, de plus grand rendement et de moindre coût ex : HE de clou de girofle (*Syzygium aromaticum*) avec l'HE de sa feuille
- D'une huile essentielle d'une espèce proche, mais de moindre coût ex : HE de lavande (*Lavandula angustifolia*) et lavandin (*Lavandula x intermedia*)
- D'une huile végétale, pour augmenter le volume final
- D'une molécule synthétique, pour corriger une teneur ou une odeur [18]

C. USAGE ET TOXICITE

C.1 USAGE

C.1.1 SPHERES D'UTILISATION ET COMPOSITION

Les huiles essentielles sont de compositions très diverses, pouvant aller de quelques constituants seulement à plusieurs centaines. Certaines sont quasiment monoconstituants comme le bois de rose (*Anita rosaedora*⁵) et la gaulthérie couchée (*Gaulteria procubens*⁶), d'autres bi ou tri-constituants comme la sauge sclarée (*Salvia sclarea*⁷) et le clou de girofle (*Eugenia caryophyllus*⁸). Mais la grande majorité des huiles essentielles en contiennent au moins une centaine, avec quelques molécules majoritaires (quatre ou cinq au plus), les molécules restantes se retrouvant à l'état minoritaire ou encore de traces [17][6]. Ces dernières sont donc plus difficiles à reproduire chimiquement.

Deux voies principales vont conduire à la synthèse des essences : la voie des terpénoïdes et la voie des phénylpropanoïdes. La voie des terpénoïdes débute avec la synthèse de l'acétyl coenzyme A qui conduit à celle de l'acide mévalonique, précurseur de l'IsoPenténylPyrophosphate (IPP). Ce motif isoprénique à 5 carbones (Figure 3) sera la base de la synthèse des terpènes : l'assemblage de deux isoprènes permettra l'obtention des monoterpènes, de trois isoprènes des sesquiterpènes, de quatre isoprènes de diterpènes etc. On retrouve majoritairement des terpènes de faible poids moléculaire car ils sont plus volatiles. Des motifs isopréniques naîtront aussi les phénols terpéniques, alcools terpéniques, cétones terpéniques, aldéhydes terpéniques, acides terpéniques, esters terpéniques et oxydes terpéniques...

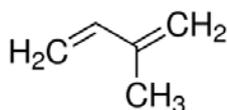


FIGURE 3: STRUCTURE DE L'ISOPRÈNE

⁵ L'HE de bois de rose est constituée de linalol jusqu'à 95%. On retrouve ensuite de l'alpha-terpinéol en composé secondaire.

⁶ L'HE de gaulthérie couchée est constituée de salicylate de méthyle jusqu'à 99,9%.

⁷ L'HE de sauge sclarée est constituée de 55 à 78% d'acétate de linalyle, de 6 à 25% de linalol et est complétée par le germacrène D.

⁸ L'HE de clou de girofle contient entre 70 et 90% d'eugénol, de 5 à 20% d'acétate d'eugényle et de 2 à 15% de beta caryophyllène.

Comme le reprend la littérature, la classification chimique distingue les monoterpènes des phénols et autres familles, qui sont souvent elles aussi des monoterpènes, mais avec des fonctions particulières (Tableau 1). Les termes monoterpène, sesquiterpène ou encore diterpène renverront donc à des hydrocarbures simples, sans fonction chimique autre. L'autre voie de synthèse, celle des phénylpropanoïdes, permet l'obtention de l'acide shikimique qui est à l'origine de nombreux composés aromatiques comme les furanocoumarines [20][21]. C'est la famille biochimique des molécules majoritaires et secondaires qui donnera aux huiles essentielles leurs propriétés principales. Leur complexité de composition explique pourquoi certaines disposent de nombreuses propriétés.

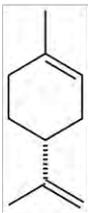
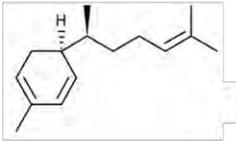
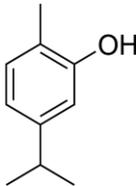
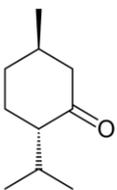
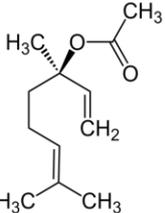
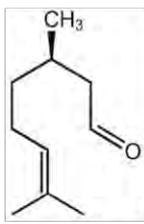
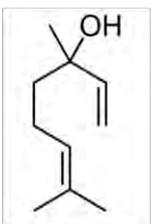
Monoterpènes	Sesquiterpènes	Phénols	Cétones
 <p>le limonène de l'HE de pamplemousse (<i>Citrus paradisi</i>)</p>	 <p>L'alpha-zingiberène de l'HE de gingembre (<i>Zingiber officinale</i>)</p>	 <p>le carvacol de l'HE de sarriette (<i>Satureja montana</i>)</p>	 <p>la menthone dans l'HE de menthe poivrée (<i>Mentha spica</i>)</p>
Esters	Oxydes	Aldéhydes	Alcools
 <p>l'acétate de linalyl de l'HE de lavande fine (<i>Lavandula angustifolia</i>)</p>	 <p>le 1,8 cinéole ou eucalyptol de l'HE de Niaouli (<i>Melaleuca quinquenervia</i>)</p>	 <p>le citronellal de l'HE de l'Eucalyptus citronné (<i>Eucalyptus citriodora</i>)</p>	 <p>le linalol de l'HE de lavande aspic (<i>Lavandula spica</i>)</p>

TABLEAU 1: PRINCIPALES FAMILLES DES CONSTITUANTS DES HUILES ESSENTIELLES : EXEMPLES DE MOLECULES

Parmi les sphères majeures d'utilisation, on trouve :

- La sphère oto-rhino-laryngée (ORL)

De multiples pathologies peuvent être traitées par l'aromathérapie, telles que la rhinopharyngite, la laryngite, l'otite, la sinusite, la bronchite, l'angine virale et la grippe. On utilisera des HE riches en oxydes comme l'HE de niaouli (*Melaleuca quinquenervia*) qui auront une action mucolytique et expectorante, des HE à phénols comme l'HE de sariette (*Satureja montana*) qui sont des anti-infectieux très puissants à large spectre et immunostimulants, les HE à monoterpénols comme l'HE de menthe poivrée (*Mentha piperita*) qui ont les mêmes actions que les phénols mais à une moindre puissance.

- La sphère digestive

On trouve de nombreuses HE pouvant être utilisées à différents niveaux de l'appareil digestif. Elles peuvent être utilisées pour leur action antispasmodique, dont l'action la plus puissante est attribuée à l'HE de basilic (*Ocimum basilicum spp basilicum*). D'autres sont utilisées en cas d'affection de type diarrhée pour leurs propriétés antiseptiques, comme la canelle de Ceylan (*Cinnamomum zylanicum*) qui possède un tropisme intestinal et une action aussi puissante qu'une HE à phénols. Certaines sont utilisées pour favoriser la digestion, par leur action tonique comme l'HE de menthe poivrée (*Mentha piperita*) ou carminative comme l'HE de cumin (*Cuminum cymimum*).

- La sphère cardiovasculaire

Certaines HE peuvent être utilisées pour leurs propriétés antihématomes, comme c'est le cas de l'hélichryse (*Helichrysum italicum*), mais aussi pour leurs propriétés hémostatiques en cas de plaie ou d'épistaxis comme pour l'HE de ciste (*Cistus lanadiferus*). Le cyprès (*Cupressus sempervirens*) est utilisé lors de problèmes veineux pour son action vasoconstrictrice veineuse et lymphatique.

- La sphère dermatologique

Quelques HE peuvent être utilisées à visée cicatrisante comme la carotte (*Daucus carota*), mais aussi pour leurs propriétés antiprurigineuses comme la lavande fine (*Lavandula angustifolia*). Elles servent aussi pour leurs actions astringentes pour les peaux grasses et acnéiques comme l'HE de géranium rosat (*Pelargonium graveolens*) ou encore leurs actions lipolytiques comme l'HE de lemongrass (*Cymbopogon citratus*).

- Les affections du système nerveux central

Certaines HE possèdent des propriétés apaisantes et anti-stress, comme la mandarine (*Citrus reticula*) alors que d'autres auront une action plus sédative comme la verveine citronnée (*Aloysia triphylla*).

- Les affections douloureuses

Certaines HE sont antalgiques comme l'HE de clou de girofle utilisée dans les douleurs dentaires, alors que d'autres calmeront la douleur par leur action anti-inflammatoire dans les affections de types arthrites et tendinites comme l'HE de gingembre (*Zingibier officinale*) [22][23][24][25].

C.1.2 MODES D'UTILISATION

Parmi les usages traditionnels, il convient de distinguer les posologies pour les jeunes enfants (de 30 mois à 7ans), les enfants (à partir de 7 ans) et les adultes (à partir de 15 ans) en fonction des voies utilisées.

- **La voie cutanée**

Les huiles essentielles sont composées de petites molécules qui sont absorbées rapidement par voie cutanée, pour ensuite rejoindre le sang. La biodisponibilité est quasi-totale, car il n'y a pas de premier effet de passage hépatique et pulmonaire. L'absorption est réalisée de manière passive, et peut être influencée par divers facteurs. Certaines zones sont à privilégier pour un passage plus rapide, comme le poignet et le pli du coude, à l'instar de la plante des pieds, plus épaisse et moins perméable. Une température plus élevée favorise aussi la pénétration, tout comme une peau bien hydratée [26]. Par cette voie, la posologie pour :

- les jeunes enfants est de 1 à 2 gouttes par jour pendant 3 à 4 jours. L'HE doit toujours être diluée dans une huile végétale, de façon à respecter une préparation contenant 5% d'HE. Sachant que 1 mL d'HE équivaut environ à 25 gouttes d'HE, on compte environ 6 gouttes d'HE par cuillère à café (5mL).
- les enfants est de 1 à 5 gouttes par jour pendant 4 jours. L'HE peut être utilisée pure ou bien diluée.
- Les adultes est de 1 à 10 gouttes par jour pendant 4 jours. L'HE peut être utilisée pure ou bien diluée [23].

• La voie orale

L'usage par voie orale doit toujours se faire de manière diluée (sur un comprimé neutre, de la mie de pain, un sucre ou encore du miel), car les HE sont irritantes pour les muqueuses digestives. Lorsque les HE provoquent de l'aérophagie chez le patient, on peut lui conseiller de prendre son huile essentielle avec un grand verre d'eau froide pour « figer » l'huile. Concernant cette voie :

- l'utilisation de cette voie par les jeunes enfants est contre indiquée.
- Pour les enfants, la posologie est de 1 goutte par 10kg de poids pendant 3 à 4 jours.
- Pour les adultes, la posologie est de 1 à 2 gouttes par prise pendant 3 à 4 jours, sans dépasser 6 à 8 gouttes quotidiennes.

• La voie respiratoire

Toutes les huiles essentielles ne sont pas diffusables en raison de leur composition. En effet, les huiles essentielles à phénols sont trop irritantes pour être utilisées par cette voie, et il vaut mieux éviter la diffusion des HE à base de cétones à cause de leur effet neurotoxique. La posologie pour les jeunes enfants est de 1 à 2 gouttes et pour les enfants de 1 à 5 gouttes pendant 3 à 4 jours. La diffusion doit se faire de manière **passive** dans une pièce et non par inhalation directe. Bien que la diffusion des HE est parfois conseillée par chauffage dans des brûles parfum, en versant quelques gouttes d'HE dans une coupelle d'eau chauffée, on évitera ce procédé car les HE contiennent des produits thermosensibles qui seront vite dégradés. On préférera l'utilisation d'un diffuseur électrique, procédé sans chauffage qui ne va pas dénaturer l'huile essentielle ; elle sera scindée en une multitude de microparticules qui seront ainsi inhalées.

Pour les adultes, la posologie est de 5 à 10 gouttes pendant 3 à 4 jours. Pour les adultes, la diffusion peut aussi s'effectuer par inhalation sèche, par dépôt sur un mouchoir par exemple ou encore par inhalation humide, en respirant un mélange eau chaude et huile essentielle pendant 5 à 10 minutes deux fois par jour. La diffusion ne doit pas excéder plus de 10 à 15 min. Lors d'une inhalation humide, il faut éviter de sortir dans l'heure qui suit [24].

- Les autres voies

Les huiles essentielles peuvent être administrées par d'autres voies, telles que la voie rectale, la voie vaginale et la voie pulmonaire (avec aérosol) mais elles ne concernent pas les HE unitaires du fait d'une galénique ou d'un appareillage spécifique [9] .

C.2 TOXICITE

On recense de plus en plus de cas d'intoxications dues aux huiles essentielles [27]. Pourtant peu d'études sont réalisées sur le sujet, ou alors elles ne prennent en compte que la toxicité d'une seule molécule, alors que l'HE agit comme un tout (action synergique et antagoniste des composés au sein de l'HE). La toxicité peut apparaître de façon aiguë ou chronique. C'est pour cela que les HE ne doivent pas être utilisées en continu et qu'il convient de respecter des fenêtres thérapeutiques. Parmi les différents effets toxiques rencontrés, on recense :

- L'irritation cutanée

Cela concerne essentiellement les HE contenant des aldéhydes et des éthers. Ex : le cinnamaldéhyde de l'HE de Cannelle de Ceylan (*Cinnamomum zeylanicum*), le citral de l'HE d'orange amer (*Citrus aurantium spp amara*) (Figure 4). Il faudra veiller à toujours les diluer dans une huile végétale ou un autre corps gras. Les huiles essentielles sont des produits volatiles et peuvent facilement irriter les muqueuses, on évitera donc les applications proches des yeux, de la bouche, du nez et des organes génitaux.

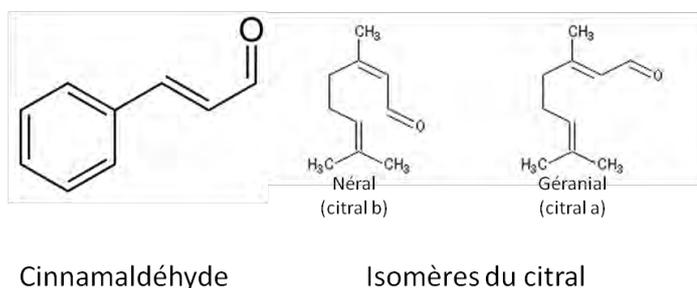


FIGURE 4 : EXEMPLES D'ALDEHYDES POUVANT ENTRAINER UNE IRRITATION CUTANEE

- La dermocausticité

Ce sont surtout les HE à phénols qui sont concernées par ce risque. Plus qu'une irritation, leur application par voie cutanée peut provoquer une brûlure. Ex : l'eugénol de l'HE de cannelle (*Cinnamomum zeylanicum*), le carvacrol de l'HE d'origan (*Origanum vulgare*) (Figure 5).

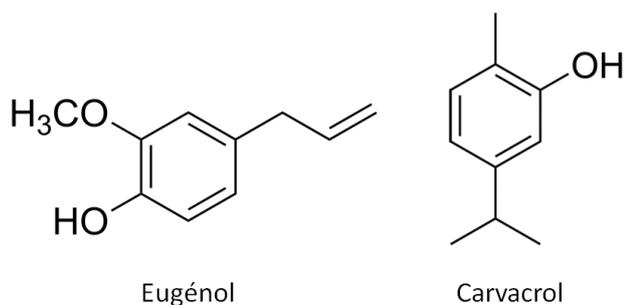


FIGURE 5 : EXEMPLES DE PHENOLS POUVANT ENTRAINER UNE DERMOCAUSTICITE

- La photosensibilité

Cet effet indésirable est propre aux essences de zeste du genre *Citrus spp* qui contiennent des furanocoumarines, entraînant une réaction anormale aux rayons du soleil (augmentation de la réaction aux ultraviolets [UV], érythèmes et apparition de taches sur la peau). Pour éviter tout risque, il convient de privilégier la voie orale, car les effets indésirables seront moindres, et d'éviter une exposition aux UV durant les 24h suivant l'utilisation [28][29]. Ex : le bergaptène de l'HE de bergamote (*Citrus bergamia*) (Figure 6)

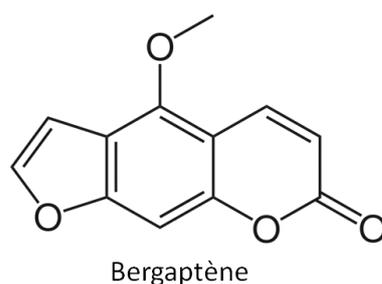


FIGURE 6 : EXEMPLE DE FURANOCOUMARINE POUVANT ENTRAINER UNE PHOTOSENSIBILISATION

- La neurotoxicité et le risque abortif

De façon générale, les cétones sont considérées comme des molécules neurotoxiques et abortives. En effet, elles franchissent la barrière hémato-encéphalique, exerçant une action lipolytique sur la

gaine de myéline conduisant à une excitation suivi d'une phase de dépression neuronale (pouvant conduire au coma). Elles passent également la barrière placentaire et exerce une action tonique sur l'utérus, pouvant être à l'origine de contractions. Contrairement à ce que l'on pourrait penser, ce n'est pas parce qu'une HE est plus riche en cétones qu'une autre que le risque neurotoxique et abortif est plus élevé. Certaines cétones sont plus toxiques que d'autres et l'indication de leurs concentrations ne permet pas d'aiguiller sur la dangerosité de l'HE. P. Franchomme a réalisé un classement des cétones par ordre de toxicité. La rue officinale (*Ruta graveolens*) est constituée principalement de méthyl-n-heptyl cétone, qui plus est la plus toxique de toutes. C'est pour cette raison qu'elle fait partie du monopole pharmaceutique. Par ailleurs, l'hélichryse italienne (*Helichrysum italicum*) qui n'est constituée que de 15 à 20% d'italidione est plus toxique que l'aneth (*Anethum graveolens*) constituée jusqu'à 65% de D-carvone (Figure 7) [6][29]. Ces HE sont à proscrire chez les enfants de moins de 7 ans et les femmes enceintes et allaitantes.

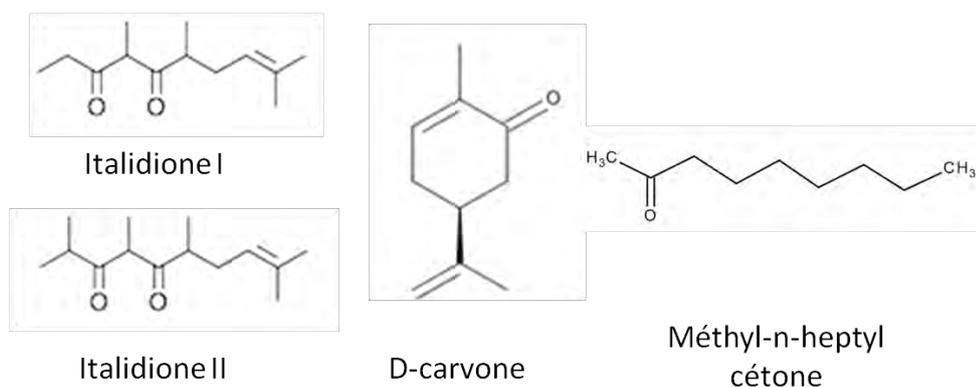


FIGURE 7 : EXEMPLES DE CETONES POUVANT ENTRAINER UNE ACTION NEUROTOXIQUE ET ABORTIVE

- La néphrotoxicité

C'est le cas des HE riches en monoterpènes dans le cadre d'une utilisation chronique. Ex : l'alpha-pinène de l'HE du pin des landes (*Pinus pinaster*) (Figure 8)

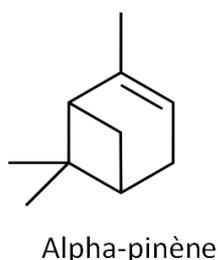


FIGURE 8 : EXEMPLE DE MONOTERPENE POUVANT ENTRAINER UNE ACTION NEPHROTOXIQUE

- L'hépatotoxicité

Ce sont surtout les huiles essentielles à phénols qui sont connues pour avoir une action délétère sur le foie lors de leur prise per os. Ces HE doivent impérativement être accompagnées d'une HE hépatoprotectrice. Il existe deux types d'HE ayant une action sur le foie : les hépatoprotectrices, que sont les HE de citron jaune (*Citrus limonum*) et de pamplemousse (*Citrus x paradisi*), et celles qui ne font que stimuler la fonction hépatique telles que les HE de romarin à 1,8- cinéole (*Rosmarinus officinalis L. cineoliferum*) et de romarin ABV (*Rosmarinus officinalis verbenoniferum*). On les emploie sur un comprimé neutre, à raison d'une goutte d'HE à phénol pour une goutte d'HE hépatoprotectrice (pas plus de 2 gouttes par comprimé). Ex : le thymol du thym (*Thymus vulgaris* à *thymol*), l'eugénol de l'HE de clou de girofle (*Syzygium aromaticum*) (Figure 5 et Figure 9) [30][31][32][9].

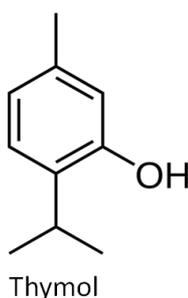


FIGURE 9 : EXEMPLE DE PHENOL POUVANT ENTRAINER UNE HEPATOTOXICITE

II NOTIONS DE QUALITE

A. CADRE JURIDIQUE

A.1 REGLEMENTATION ET EXIGENCES

Il n'existe pas encore de cadre juridique clairement spécifique aux huiles essentielles. L'HE répond à l'encadrement du statut qui lui est attribué. Elle peut alors être considérée comme produit chimique, produit alimentaire (arômes), biocide ou encore médicament, mais les deux statuts les plus couramment rencontrés à l'officine sont ceux de complément alimentaire (CA) et de produit cosmétique. Or à chacun de ces statuts correspondent des exigences en terme de qualité bien différentes. Le fournisseur peut alors jouer sur ces différents statuts et mettre à disposition du public des produits qui se retrouveront tous sous la même appellation : « huile essentielle de X ». Afin de

garantir la sécurité et l'efficacité de l'utilisation de ces produits en aromathérapie, il convient de vérifier quelles HE sont les plus adaptées à un usage pharmaceutique.

A.1.1 PRODUIT COSMETIQUE

A.1.1.1 DEFINITION

Les produits cosmétiques sont définis par l'article L. 5131-1 du Code de la santé publique (CSP) comme « toute substance ou mélange destiné à être mis en contact avec les diverses **parties superficielles** du corps humain, notamment l'épiderme, les systèmes pileux et capillaire, les ongles, les lèvres et les organes génitaux externes, ou avec les dents et les muqueuses buccales, en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de les protéger, de les maintenir en bon état ou de corriger les odeurs corporelles ». Cependant, lorsque l'on sait que les huiles essentielles utilisées de manière externe ont une absorption quasi-totale à travers la peau (du fait de leur très forte liposolubilité [18]), on ne peut prétendre à ce qu'elles répondent à cette définition.

A.1.1.2 EXIGENCE

Les produits cosmétiques sont régis par deux types de règlement. Tout d'abord, le règlement (CE) n°1223/2009 du Parlement européen du 30/11/2009 qui décrit toutes les dispositions applicables aux produits cosmétiques dans tous les états membres de l'UE. Ensuite, le code de la santé publique, qui a été adapté au droit de l'Union Européenne (UE) en 2014. Pour commercialiser un produit cosmétique, il faut tout d'abord désigner une personne responsable, qu'elle soit une personne physique ou morale. Il peut s'agir du fabricant, s'il réside dans la Communauté Européenne, d'une personne désignée par le fabricant et établie dans la Communauté, de l'importateur ou du distributeur. Cette personne responsable doit alors s'assurer des dispositions suivantes :

- La sécurité du produit (article 3 du règlement cosmétique)
- Du respect des Bonnes Pratiques de Fabrications (BPF) (article 8)
- De L'évaluation de la sécurité (article 10)
- De L'élaboration du dossier d'information produit (DIP) (article 11)
- De l'échantillonnage et de l'analyse des produits cosmétiques (article 12)

- De la notification à la Commission européenne (article 13)
- Du contrôle des substances autorisées, restreintes et interdites (article 14) et des traces des substances interdites (article 17)
- Du contrôle des substances classées CMR (Cancérogènes, mutagènes ou toxique à la reproduction) (article 15)
- De l'information sur les substances à risque (article 24)
- Du respect de la non expérimentation animale sauf dérogation (article 18)
- Du respect de l'étiquetage
- De la validation des allégations (article 20)
- De l'accès du public aux informations
- De la cosmétovigilance (article 23)

Le DIP s'assure de la conformité du produit cosmétique, c'est notamment lui qui est demandé en cas de contrôle par l'agence nationale de sécurité du médicament et des produits de santé (ANSM) ou encore la Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes (DGCCRF). Il se compose d'une description du produit cosmétique, de son rapport sur la sécurité, des méthodes de fabrication et du respect des bonnes pratiques de fabrication, des preuves de l'effet revendiqué et des données relatives aux expérimentations animales.

Le CSP prévoit que tout établissement de fabrication et de conditionnement de produit cosmétique en France doit être déclaré auprès de l'ANSM conformément à l'article L.5131-2. Cependant, pour les importateurs, la déclaration ne se fait plus auprès de cette instance depuis 2014, mais elle doit être rédigée sous la forme d'une notification à la Commission européenne via un portail électronique. Les formules des produits sont alors mises directement à disposition des centres antipoison [33][34]. La mise sur le marché d'une HE en tant que produit cosmétique assure que toute une série de tests a été réalisée, tant sur le versant de la sécurité que de l'efficacité.

A.1.2 DENRÉE ALIMENTAIRE

A.1.2.1 COMPLEMENT ALIMENTAIRE

A.1.2.1.1 DEFINITION

Les compléments alimentaires sont des « denrées alimentaires dont le but est de compléter le régime alimentaire normal et qui constituent une source concentrée de nutriments ou d'autres substances ayant un effet nutritionnel ou physiologique seuls ou combinés, commercialisés sous forme de doses, à savoir les formes de présentation telles que les gélules, les pastilles, les comprimés, les pilules et autres formes similaires, ainsi que les sachets de poudre, les ampoules de liquide, les flacons munis d'un compte-gouttes et les autres formes analogues de préparations liquides ou en poudre destinées à être prises en unités mesurées de faible quantité » (décret n° 2006-352 et directive 2002/46/CE) [35].

A.1.2.1.2 EXIGENCE

Les compléments alimentaires répondent de deux instances : la DGCCRF qui autorise leur mise sur le marché et l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES) qui rend des avis sur l'innocuité des substances qui vont entrer dans leur composition et qui gère la nutrivigilance. Leur mise sur le marché se fait par le biais d'une déclaration simplifiée. Lors du dépôt de dossier auprès de la DGCCRF, celle-ci dispose de 2 mois pour contester la mise sur le marché du CA. Passé ce délai, le silence vaut autorisation.

A la vue de l'article 3 de l'arrêté du 24 juin 2014, on constate que les huiles essentielles semblent rentrer dans la définition des plantes autorisées dans les CA soit des « préparations obtenues à partir des matières premières végétales, notamment en les réduisant en poudre ou en les traitant par un procédé d'extraction, de **distillation**, **d'expression**, de fractionnement, de purification, de concentration ou de fermentation ». Cependant, elles ne sont pas utilisées **traditionnellement** en préparation pour usage alimentaire comme mentionné dans l'article 7 du décret 2006-352 et doivent donc répondre aux conditions décrites dans l'article 16 de ce même décret. L'importateur ou le fabricant doit être établi sur le sol d'un état membre de l'UE ou de son espace économique. Il doit mentionner sur sa déclaration : son identification, le modèle de l'étiquetage utilisé pour son produit et les documents et informations attestant que le produit est légalement fabriqué ou commercialisé dans un autre état de l'UE ou sur son espace économique. Seule l'absence de preuves que la

substance soit commercialisée de façon légale dans l'UE ou son espace économique ou la démonstration d'un risque pour la santé motivent un refus de commercialisation. Dans ce dossier simplifié, il n'y a donc pas de demande de démonstration d'efficacité. L'efficacité du CA est réclamée quand celui-ci se dote d'une allégation. Cependant, comme notifié au point 13 du règlement 1924/2006 sur les allégations nutritionnelles et de santé des denrées alimentaires, il existe aujourd'hui de nombreuses allégations utilisées dans l'UE dont l'apport de **preuves scientifiques est insuffisant** [36]. C'est l'autorité européenne de la sécurité des aliments (EFSA) qui est chargée d'effectuer cette évaluation. Pour obtenir une allégation, le demandeur doit déposer un dossier comportant :

- « - le nom et l'adresse du demandeur ;
- le nutriment ou la substance autre, ou la denrée alimentaire ou la catégorie de denrées alimentaires, qui fera l'objet de l'allégation de santé et ses caractéristiques particulières ;
- une copie des études, y compris des études indépendantes ayant fait l'objet d'une évaluation par les pairs, s'il en existe, qui ont été réalisées au sujet de l'allégation de santé et toute autre documentation disponible prouvant que l'allégation de santé répond aux critères définis dans le présent règlement ;
- s'il y a lieu, une indication des informations qui devraient être considérées comme relevant de la propriété exclusive du demandeur, accompagnée d'une justification vérifiable ;
- une copie d'autres études scientifiques pertinentes pour l'allégation de santé concernée ;
- une proposition de libellé de l'allégation de santé faisant l'objet de la demande d'autorisation, y compris, le cas échéant, les conditions spécifiques d'utilisation ;
- un résumé de la demande » [36]

Une huile essentielle commercialisée sous le statut de complément alimentaire doit garantir l'innocuité du produit. La présence d'allégation permet de garantir que des tests d'efficacité ont été réalisés, mais elles restent assez rares. Sur un des deux fournisseurs en pharmacie, environ 1/5^e de leurs produits disposent d'allégations.

A.1.2.2 AROME

A.1.2.2.1 DEFINITION

Un arôme est « un produit ou une substance destiné à être ajouté à des denrées alimentaires pour conférer une odeur, un goût ou une odeur et un goût et qui appartient à l'une des catégories d'agents d'aromatisation définies dans cette réglementation » (directive 88/388/CEE). Les huiles essentielles appartiennent à la catégorie préparation aromatisante, soit un mélange de composés d'origine naturelle issu de procédés physiques ou biotechnologiques [37][38].

A.1.2.2.2 EXIGENCE

Selon le règlement, l'autorité européenne de sécurité des aliments évalue les risques des arômes pour la santé humaine (études pharmacocinétiques et toxicologiques). La commission va ensuite évaluer la gestion de ces risques. Après validation, les arômes sont inscrits sur la liste de substances aromatisantes autorisées, établie dans le règlement 872/2012. On y retrouve par exemple des composants contenus dans les HE de lavande tels que le lavandulol, l'acétate de lavandulyle ou encore dans celle de menthe comme le menthol. Lorsque les informations sont insuffisantes, le demandeur de mise sur le marché de l'arôme et la commission européenne doivent fournir les données manquantes. Près de 400 substances ont ainsi été réévaluées [39][40]. Seule la sécurité est requise pour ce type de statut.

A.1.3 PRODUIT CHIMIQUE

A.1.3.1 DEFINITION

D'après l'article R. 4412-1 du code du travail un agent chimique est « tout élément ou composé chimique, soit en l'état, soit au sein d'une préparation, tel qu'il se présente à l'état naturel ou tel qu'il est produit, utilisé ou libéré, notamment sous forme de déchet, du fait d'une activité professionnelle, qu'il soit ou non produit intentionnellement et qu'il soit ou non mis sur le marché ». Ce dernier est considéré comme dangereux s'il satisfait « aux critères de classement des substances ou préparations dangereuses tels que définis à l'article R. 4411-6 » ou bien s'il ne satisfait pas « aux critères de classement, en l'état ou au sein d'une préparation, peut présenter un risque pour la santé et la sécurité des travailleurs en raison de ses propriétés physico-chimiques, chimiques ou toxicologiques et des modalités de sa présence sur le lieu de travail ou de son utilisation, y compris

tout agent chimique pour lequel des décrets prévoient une valeur limite d'exposition professionnelle »[41]. Cette classe concerne les HE unitaires considérées comme bien de consommation courante ou produit de grande consommation.

A.1.2.1 EXIGENCE

Le règlement REACH⁹ (n°1907/2006) est un règlement européen qui vise à harmoniser et sécuriser les normes de fabrication et d'utilisation des produits chimiques afin de protéger la santé humaine et l'environnement. Il classe les substances en plusieurs groupes : les substances bien définies, sous-catégorisées en mono ou multiconstituants, et les substances UVCB¹⁰ qui sont des **substances naturelles complexes** (SNC) (d'après la norme ISO 9235:20135). Les huiles essentielles font partie de cette troisième sous-catégorie, décrites comme des substances de composition inconnue ou variable, issues de réaction complexes ou de matériels biologiques. Des substances peuvent cependant être exemptées de ce règlement. Pour cela, elles doivent présenter trois critères : répondre à la définition d'une « substance présente dans la nature », ne pas correspondre aux critères de classification des produits dangereux et ne pas être chimiquement modifié [42].

Selon le règlement (CE) N° 1907/2006, on entend par « "substances présentes dans la nature": une substance naturelle, telle quelle, non traitée ou traitée uniquement par des moyens manuels mécaniques ou gravitationnels, par dissolution dans l'eau, par flottation, par extraction par l'eau, par distillation à la vapeur ou par chauffage uniquement pour éliminer l'eau ou qui est extraite de l'air par un quelconque moyen » et "substance non modifiée chimiquement" : une substance dont la structure chimique demeure inchangée, même si elle a été soumise à un processus ou à un traitement chimique ou à un processus physique de transformation minéralogique, par exemple pour éliminer les impuretés » [43]. Or, du fait d'une modification de la composition chimique lors de l'extraction (de l'essence à l'HE), l'huile essentielle ne peut être exemptée de ce règlement. De plus, les huiles essentielles sont considérées comme **produits chimiques dangereux** [44] par la présence dans leur composition de produits classés comme substances dangereuses selon l'annexe VI du règlement CLP¹¹ [45]. Toutes les substances dangereuses de plus de 0,1% doivent être renseignées [46]. L'environnement, l'origine, la matière première utilisée (sèche, fraîche) et le procédé, pouvant

⁹ registration, evaluation, authorisation and restriction of chemicals

¹⁰ substances of unknown or variable composition complex reaction products or biological materials

¹¹ Classification, Labelling, Packaging, soit règlement relatif à la classification, l'emballage et l'étiquetage des substances et des mélanges

faire varier la teneur des composants, doivent aussi être notifiés. De plus, selon l'article 31 du protocole REACH, si un produit est considéré comme substance dangereuse, cas des huiles essentielles, le fournisseur doit rédiger et fournir de manière gratuite une fiche de sécurité. Cette dernière présente notamment :

- l'identification du produit ainsi que la société
- la composition, les propriétés physiques et chimiques, ainsi que la stabilité et la réactivité
- l'identification des dangers
- les mesures à effectuer en cas de danger
- la manipulation et le stockage et les informations relatives au transport et à l'élimination
- le contrôle de l'exposition et la protection individuelle
- les informations toxicologiques et écologiques

Si elle n'est pas remise directement au consommateur, l'étiquetage et la notice (si elle existe) doivent pouvoir fournir des informations correspondantes, permettant d'utiliser le produit en toute sécurité. Toutefois, il existe d'autres dérogations à ce règlement. Tout d'abord, une dérogation de type quantitatif. En effet, si le fabricant ou l'importateur d'huile essentielle en traite moins d'une tonne par an, il n'est pas concerné par cet enregistrement. C'est au fabricant et à l'importateur de monter le dossier REACH pour certifier ses HE. Les dossiers d'enregistrements sont plus ou moins complexes en fonction de la quantité concernée. Il existe quatre bandes de tonnage : 1 à 10 tonnes, 10 à 100 tonnes, 100 à 1000 tonnes et supérieures 1000 tonnes. Au delà de 10 tonnes/an, un rapport de sécurité chimique doit notamment certifier que l'utilisation des huiles essentielles et les risques liés à leur fabrication sont maîtrisés [47]. Les autres dérogations sont de type réglementaire : le règlement REACH concerne toute substance qui n'est pas déjà définie par une autre réglementation. Les cas sont les suivants :

- lorsque la substance est utilisée « dans des médicaments à usage humain et à usage vétérinaire relevant du champ d'application du règlement (CE) n° 726/2004 [...], dans des denrées alimentaires ou des aliments pour animaux conformément au règlement (CE) n° 178/2002 » (article 2 paragraphe 5 de REACH) [43].

- lorsque le produit fini destiné à l'utilisateur final est utilisé comme : « médicaments à usage humain et à usage vétérinaire relevant du champ d'application du règlement (CE) n° 726/2004 [...], produits cosmétiques définis dans le champ d'application de la directive 76/768/CEE, dispositifs médicaux

invasifs ou utilisés en contact physique direct avec le corps humain[...], les denrées alimentaires ou les aliments pour animaux conformément au règlement (CE) n° 178/2002 » (article 2 paragraphe 6 de REACH).

On peut donc constater que lorsqu'une HE appartient à la catégorie des médicaments, des produits cosmétiques, des compléments alimentaires ou des arômes, elle n'est pas concernée par REACH. En revanche, une HE pour diffusion devra elle par exemple répondre aux exigences de REACH. La réglementation des produits chimiques implique des exigences sécuritaires. Une huile essentielle relevant de ce statut n'est pas analysée sur son efficacité et peut aussi bien être naturelle que synthétique.

A.1.4 MEDICAMENT

A.1.4.1 DEFINITION

Les spécialités pharmaceutiques à base d'huiles essentielles peuvent être considérées comme médicament, et plus spécifiquement comme médicaments à base de plante ayant des propriétés médicinales, soit des médicaments « dont les substances actives sont exclusivement une ou plusieurs substances végétales ou préparations à base de plantes, ou une association de plusieurs substances végétales ou préparations à base de plante » (Art. L. 5121-1 du code de la santé publique). Ce statut ne concerne généralement pas les huiles essentielles unitaires car monter un dossier d'autorisation de mise sur le marché (AMM) serait trop fastidieux [48][49].

A.1.4.2 EXIGENCE

L'autorité compétente dont relèvent les médicaments à base de plante est l'ANSM. Il existe trois types de modalités pour pouvoir les commercialiser :

- une AMM complète, du même type que pour les médicaments allopathiques.

Il comprend plusieurs modules : - le module 1 qui concerne les informations administratives

- le module 2 qui comprend les résumés des données chimiques, pharmaceutiques et biologiques, cliniques et non cliniques des modules 3, 4 et 5.

- le module 3, qui concerne la qualité d'une part de la substance active et d'autre part celle du produit fini associé.

- le module 4 qui concerne les rapports non cliniques, soit les informations de pharmacologie, pharmacocinétique et toxicologique obtenues chez l'animal.

- le module 5 qui concerne les rapports cliniques chez l'homme [50].

- une AMM simplifiée basée sur l'usage médical bien établi. Le dossier simplifié comprend de manière identique à l'AMM complète les modules 1 à 3, avec pour particularité une recherche bibliographique détaillée pour les modules 4 et 5. L'utilisation doit être prouvée **depuis minimum 10 ans** dans l'Union européenne ou dans l'espace économique européen, l'efficacité doit être reconnue et le niveau de sécurité acceptable.

- un enregistrement, pour les médicaments **traditionnels** à base de plantes défini par l'article R5121-107-4. Il contient aussi les 5 modules, mais les résultats des essais cliniques et non cliniques des modules 4 et 5 ne sont pas requis. Il faut prouver l'usage médical de ce médicament **depuis au moins 30 ans** dont 15 au sein de l'UE ou son espace économique et l'innocuité du produit. La preuve de l'efficacité se base donc sur l'empirisme, du fait d'une utilisation prolongée ancienne [51].

Monter un dossier d'AMM est un processus long et coûteux, c'est pourquoi les laboratoires évitent ce statut.

A.1.5 BIOCIDES

A.1.5.1 DEFINITION

“Les produits biocides sont des substances ou des préparations destinées à détruire, repousser ou rendre inoffensifs les organismes nuisibles, à en prévenir l'action ou à les combattre par tout autre action qu'une simple action mécanique ou physique” (Règlement UE n°528/2012) [52]. Les huiles essentielles rentrent dans leur composition, mais une huile essentielle unitaire n'est généralement pas un biocide¹².

¹² Certaines huiles essentielles peuvent rentrer dans cette catégorie du fait de leur caractère répulsif sur les nuisibles (poux, moustique) mais en pratique cela est rarement fait.

A.1.5.2 EXIGENCE

Avant le 1^{er} juillet 2016, la mise sur le marché relevait de l'autorité du ministère en charge de l'environnement. Afin d'harmoniser les données à l'échelle européenne, c'est maintenant l'ANSES, qui s'occupait déjà de l'évaluation de ces produits, qui a récupéré cette mission. Son rôle jusque-là était d'évaluer les biocides afin de garantir la protection de l'homme, des animaux et de l'environnement. Elle doit maintenant réévaluer les produits en vente, ainsi que leurs substances actives selon des dispositions communes à l'Union européenne. Lors d'une demande de dossier, les produits sont évalués sur le plan physico-chimique, toxicologique (humain et environnemental), environnemental, de leur efficacité et de leur impact environnemental via leurs résidus. Ils ne sont pas soumis au protocole REACH.

A.2 ETIQUETAGE

- La réglementation globale des huiles essentielles étant peu spécifique, les règles d'étiquetage le sont tout autant, et elles sont aussi conditionnées par le statut attribué. Par exemple, le médicament doit répondre à l'article L.5121-1 du CSP ou le biocide au règlement 1272/2008 (CE) et à l'arrêté du 19 mai 2004 [44][53]. Afin d'harmoniser ces règles, la norme AFNOR¹³ NF¹⁴ T 75-002 reprend les éléments principaux à faire figurer sur le produit : « la désignation de l'HE, le nom (latin) de la plante et de la partie de la plante dont elle est extraite, la technique de production ou le traitement spécifique qu'elle a subi : distillation ou pression ». Il sera traité dans cette partie uniquement les règles d'étiquetage des statuts des échantillons sélectionnés.

A.2.1 REGLEMENT CLP

Lorsqu'une personne physique ou morale décide de mettre des huiles essentielles sur le marché européen, que ce soit en les produisant ou les important, elle est tenue de classer, étiqueter et emballer les substances et les mélanges selon le règlement CLP (règlement 1272/2008 du parlement européen) [44]. En revanche, contrairement au protocole REACH, il s'agit d'une obligation quelle que soit la quantité produite ou importée. L'étiquette doit contenir le nom et l'adresse du fabricant ou du responsable de la mise sur le marché, le pays d'origine, le numéro de lot, la date d'expiration, la

¹³ Association française de normalisation

¹⁴ Norme française

fonction du produit et ses précautions particulières. Pour les huiles essentielles contenant des substances dangereuses, selon l'article 17 du CLP les mentions suivantes doivent figurer :

- « - le nom, l'adresse et le numéro de téléphone du ou des fournisseurs ;
- la quantité nominale de la substance ou du mélange dans l'emballage mis à la disposition du grand public, sauf si cette quantité est précisée ailleurs sur l'emballage ;
- les identificateurs de produit conformément à l'article 18, soit la désignation du mélange ou son nom commercial, l'identification de substances dangereuses ou d'allergènes ;
- s'il y a lieu, les pictogrammes de danger conformément à l'article 19 ;
- s'il y a lieu, les mentions d'avertissement conformément à l'article 20 ;
- s'il y a lieu, les mentions de danger conformément à l'article 21 ;
- s'il y a lieu, les conseils de prudence conformément à l'article 22 ;
- s'il y a lieu, une section réservée à des informations supplémentaires conformément à l'article 25. »

L'étiquette doit être au minimum rédigée dans la langue du pays dans lequel le produit sera commercialisé. Cependant, comme pour le règlement REACH, il existe de nombreuses dérogations au règlement CLP, listé au paragraphe 5 de l'article 1 en fonction de l'emploi prévu pour ces huiles essentielles. Si la substance ou le mélange à l'état fini et destiné à l'utilisateur final répond à la définition de médicaments (2001/82/CE), de médicaments vétérinaires (2001/82/CE), produits cosmétiques (76/768/CEE), de dispositifs médicaux (90/385/CEE, 93/42/CEE, 98/79/CE), denrées alimentaires (utilisés en additif [89/107/CEE et 82/471/CEE] ou d'arômes [88/388/CEE] ou dans l'alimentation pour animaux [82/471/CEE]), ce règlement n'est pas applicable. En revanche, si les huiles essentielles sont considérées comme **matière première à usage pharmaceutique, matière première pour la fabrication de produits cosmétiques** ou encore comme **parfum d'ambiance**, elles rentrent dans le cadre de ce règlement.

A.2.2 LES DENREES ALIMENTAIRES

Leur étiquetage est soumis à plusieurs niveaux d'obligation. Tout d'abord, elles doivent suivre les dispositions générales sur les denrées alimentaires du règlement européen n°1169/2011, énumérées à l'article 9. Il s'agit de préciser les informations suivantes :

- La dénomination
- La liste des ingrédients

- Les allergènes principaux¹⁵
- La quantité de certains ingrédients ou de catégories d'ingrédients
- La quantité nette de denrée alimentaire
- La date de durabilité minimale ou la date limite de consommation
- Les modalités de conservation
- Le nom ou la raison sociale de l'exploitant, ainsi que son adresse
- Le pays d'origine ou lieu de provenance (selon l'article 26 de ce même règlement)
- Un mode d'emploi si nécessaire
- Pour les boissons titrant plus de 1,2% d'alcool en volume, le titre alcoométrique volumique acquis
- Une déclaration nutritionnelle [54]

Les denrées alimentaires possèdent aussi chacune des obligations qui leurs sont propres.

• Les compléments alimentaires

Aux éléments précédents s'ajoutent les spécificités des articles 8 à 14 du décret 2006-352 du 20 mars 2006. Parmi ces informations, on retrouve que les compléments alimentaires ne peuvent prétendre à des propriétés d'ordre thérapeutique, que ce soit à titre préventif ou curatif. Il doit être mentionné sur l'étiquetage : le nom des catégories de nutriments ou des substances caractérisant le produit (exemple : huile essentielle), la portion journalière recommandée (exemple : 1 à 2 gouttes 3 fois par jour), un avertissement indiquant qu'il est déconseillé de dépasser la dose journalière indiquée, la mention relative à ce que les CA ne soient pas utilisés en substitution d'une alimentation variée et une mention avertissant de tenir les CA hors de portée des jeunes enfants [35].

• Les arômes

Parmi les informations spécifiques énumérées dans l'article 9 de la directive 88/388/CEE du 22 juin 1988, l'étiquetage des arômes doit comporter les éléments suivants : la dénomination de vente soit sous la mention arôme ou alors une mention plus spécifique (exemple : arôme de menthe), soit la mention « pour denrée alimentaire » ou soit une référence plus spécifique à la denrée alimentaire à laquelle il est destiné.

¹⁵ Les huiles essentielles ne sont généralement pas concernées par les allergènes alimentaires dont la liste est la suivante : œuf, fruit à coque, lupin, poisson, sulfite, lait, crustacés, mollusques, céréales contenant du gluten, soja, arachides, céleri, sésame, moutarde [95]

L'article 19 du règlement 1223/2009 relatif aux produits cosmétiques liste les mentions à faire figurer sur l'étiquetage. Il s'agit :

- Du nom ou la raison sociale et l'adresse de la personne responsable
- du pays d'origine en cas d'importation
- du contenu nominal, en poids ou volume (sauf emballage de moins de 5g et 5mL, échantillons gratuits, unidoses)
- de la date de durabilité minimale et/ou la date d'utilisation après ouverture (obligatoire si la durée minimale est supérieure à 30 mois)
- des précautions d'emploi particulières
- du numéro de lot
- de la fonction du produit
- de la liste des ingrédients [34]

Un produit cosmétique ne peut pas prétendre à des allégations thérapeutiques, préventives ou curatives. Dans le cas contraire, le produit relève alors du statut du médicament conformément à l'article L. 5111-1 du code de la santé publique [55]. Depuis 2005, l'étiquetage de 26 allergènes est obligatoire lorsque le taux est supérieur à 10 ppm dans les produits non rincés tels que les HE. On retrouve cette liste dans la directive 2003/15/CE du parlement européen. Parmi eux, les allergènes susceptibles d'être retrouvés dans les huiles essentielles sont :

- l'alcool anisique, dans l'HE d'anis étoilé (*Illicium verum*)
- l'alcool benzylique, dans l'HE d'ylang ylang (*Cananga odorata*)
- l'alcool cinnamylique ou cinnamique, dans l'HE de cannelle (*Cinnamomum zylanicum*)
- le benzoate de benzyle, dans l'HE de cannelle (*Cinnamomum zylanicum*)
- le cinnamaldéhyde, dans l'HE de cannelle (*Cinnamomum zylanicum*)
- le cinnamate de benzyle, dans l'HE d'hélichryse italienne (*Helichrysum italicum*)
- le cirtral, dans les HE de verveine (*Lippia citriodora*)
- le citronellol, dans l'HE de citronnelle de Ceylan (*Cymbopogon nardus*)
- les coumarines, dans l'HE de lavande vraie (*Lavandula angustifolia*)
- l'eugénol, dans l'HE du clou de girofle (*Syzygium aromaticum*)
- le farnésol, dans l'HE de néroli (*Citrus aurantium spp amara*)
- le géraniol, dans l'HE de palmarosa (*Cymbopogon martinii*)

- l'isoeugénol, dans l'HE du clou de girofle (*Syzygium aromaticum*)
- le limonène, dans l'HE de pamplemousse (*Citrus x paradisi*)
- le linalol, dans l'HE de lavandin (*Lavandula x intermedia*)
- le salicylate de benzyle, dans l'HE d'ylang ylang (*Cananga odorata*) [56][57][58]

Comme on peut le constater, la mise sur le marché d'une HE peut être plus ou moins simple en fonction du statut choisi. Face à la complexité de constitution de certains dossiers (comme pour le médicament), le fournisseur se tournera plutôt vers d'autres types de statut, dont les tests préalables à fournir seront plus légers. La synthèse des éléments précédents est présentée dans le Tableau 2. Il faut savoir que la sécurité des produits n'est pas évaluée de la même façon en fonction des statuts. Un cosmétique et un médicament doivent subir des tests sur le produit fini, alors que pour d'autres la sécurité se base sur la littérature.

STATUT		Arôme	Complément alimentaire	Cosmétique	Produit chimique	Médicament	Biocide
Définition et exigences	Règlements applicables	- Directive 88/388/CEE	-Décret n° 2006-352 -Directive 2002/46/CE - Règlement 1924/2006 pour les allégations	- Art. L. 5131-1 du CSP - Règlement (CE) n°1223/2009	-Art. R. 4412-1 du code du travail -Art. R. 4411-6. -règlement REACH (n°1907/2006)	- Art. L. 5121-1 du CSP	- Règlement UE n°528/2012
	Points clefs	- Sécurité	-Sécurité -Efficacité en cas d'allégation	-Sécurité - Efficacité	- Sécurité	-Sécurité -Efficacité	-Sécurité -Efficacité
Etiquetage	Règlements applicables	- Art.9 de la directive 88/388/CEE	- Décret 2006-352	- Art. 19 du règlement 1223/2009	- Règlement 1272/2008 (CE)	-Art. L. 5121-1 du CSP -Art. L. 5121-138 et suivants du CSP	-Règlement 1272/2008 (CE) -Arrêté du 19 mai 2004
	Points clefs	-Dénomination de vente spécifique - Pas de posologie	-Traçabilité -Mention « Complément Alimentaire » -Portion journalière recommandée - Mention des allergènes alimentaires si présence	-Traçabilité -Liste des ingrédients -Mention des allergènes si présence	-Traçabilité -Pas de posologie - Mentions particulière si substances dangereuses	-Dénomination -Composition - Forme -Précautions d'utilisation -Traçabilité	-Traçabilité -Utilisation autorisée -identité et quantité de chaque substance active biocide du produit
Référentiel qualité		En fonction des fournisseurs				Pharmacopée	En fonction des fournisseurs

TABLEAU 2 : RECAPITULATIF DE LA REGLEMENTATION DES DIFFERENTS STATUTS ACCORDES AUX HE

B. QUALITE D'UNE HUILE ESSENTIELLE

B.1 QUALITE LIEE A L'EXPLOITATION

B.1.1 IDENTIFICATION DE LA PLANTE

- **Nom de la plante**

Afin d'éviter tout risque de confusion et donc de possible intoxication, la plante dont est issue l'HE doit être parfaitement définie. Il faut alors connaître différents paramètres, en commençant par la famille qui rassemble plusieurs genres apparentés, comme par exemple les Lamiacées pour les menthes et les lavandes. Ensuite vient le genre qui regroupe des espèces ayant des caractéristiques communes telles que *Lavandula spp* et *Mentha spp*. Puis on définit l'espèce, un ensemble d'individus proches, capables de se reproduire entre eux et parfois même la sous espèce, une division à travers une espèce, qui diffère d'une autre par quelques caractères spécifiques. Enfin, on désigne la variété, une subdivision qui est liée à la différence d'un caractère. Cela peut entraîner des compositions chimiques différentes (exemple : *Lavandula angustifolia var. fragrans*). A cette nomination générale s'ajoute la notion d'hybride, s'il existe. Il s'effectue communément au sein du même genre, comme *Lavandula x burnatii clone super*, hybride entre la lavande vraie (*Lavandula angustifolia*) et la lavande aspic (*Lavandula latifolia* ou *Latifolia spica*). La dénomination de la plante suit la nomenclature linnéenne, à savoir : le nom générique (correspondant au genre) suivi de l'épithète scientifique (désignant l'espèce au sein du genre) du nom du premier botaniste à l'avoir décrite (Figure 10 et Figure 11). Cette dénomination s'inscrit toujours en latin.

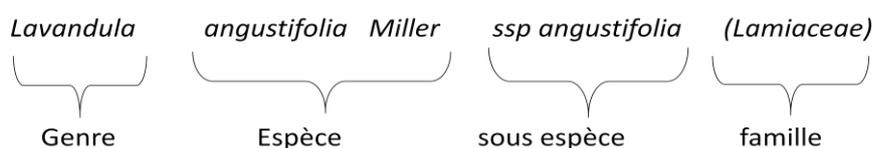


FIGURE 10 : EXEMPLE DE DENOMINATION BOTANIQUE DE LAVANDE FINE

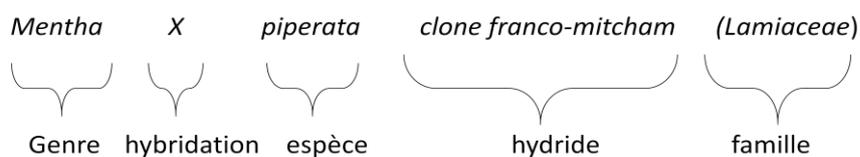


FIGURE 11 : EXEMPLE DE DENOMINATION BOTANIQUE DE MENTHE POIVREE

Le législateur a lui aussi pâti d'un manque d'informations sur la dénomination d'une HE, inscrivant alors dans le décret n°86-778 du 23 juin 1986 l'HE de cèdre, sans précision du nom latin. L'huile essentielle de vrai cèdre (*Cedrus atlantica*), contient quelques cétones mais est loin de pouvoir nuire grandement à la santé humaine contrairement au cèdre blanc ou au thuya du Canada (*Thuja occidentalis*), responsable de crises d'épilepsie, de comas et même de décès. L'article D4211-13 du CSP du 8 août 2007 énonce alors une nouvelle liste des HE relevant du monopole pharmaceutique, en précisant nom vernaculaire et **nom latin** pour éviter tout risque de confusion [6][19].

- **Chimiotype**

Une autre notion doit être renseignée afin de caractériser au mieux la plante : le **chimiotype (CT)** ou « **chénotype** ». En fonction du biotope dans lequel la plante évolue, la composante majoritaire de son HE peut varier et lui donner des propriétés différentes. En effet, une même espèce botanique identique morphologiquement produira des composants identiques mais dans des proportions différentes : elle possède son propre phénotype chimique.

On prendra l'exemple du romarin, qui lorsqu'il pousse au Maroc ou en Tunisie est à composante majoritaire cinéole (*Rosmarinus officinalis CT 1,8-cinéole*), présentant une action expectorante, alors que lorsqu'il pousse en Provence, il est plutôt à verbénone (*Rosmarinus officinalis CT verbénone*), utilisé pour son action hépatostimulante.

- **Partie utilisée**

La partie du végétal utilisée doit aussi être précisée, car la composition de l'HE varie en fonction des organes distillés. C'est notamment le cas de l'oranger bigaradier (*Citrus aurantium var. amara*), dont le zeste donne l'HE d'orange amer, les fleurs l'HE de néroli et les feuilles l'HE du petit grain bigarade.

B.1.2 CONDITIONS D'EXPLOITATION

Les conditions de cultures vont aussi impacter la composition des huiles essentielles. Ainsi, l'altitude, la température, le régime hydrique, l'ensoleillement et le type de sol vont orienter vers une composition chimique, qui conduira elle-même à des propriétés thérapeutiques différentes. Cela s'explique car les molécules aromatiques sont produites via le processus de photosynthèse,

nécessitant un ensoleillement suffisant. Lorsque la culture est réalisée en altitude, les ultraviolets prédomineront à l'inverse d'une culture proche du niveau de la mer qui sera plus exposée aux infrarouges. De plus, les enzymes nécessaires à la synthèse des essences sont des métalloenzymes qui ont besoin d'un sol riche en oligoéléments. Selon les éléments présents dans le sol, certaines voies enzymatiques seront privilégiées contrairement à d'autres qui seront inactivées [6]. Cela explique pourquoi dans le cas de la lavande par exemple, on retrouve parfois des dénominations telles que « lavande fine d'altitude ».

B.1.3 LA RECOLTE

Le moment de la récolte doit se faire à un moment bien particulier du cycle végétatif de la plante. En effet, en fonction de son stade, la quantité d'essence dans les organes producteurs sera plus ou moins importante. Dans le cas de la menthe poivrée, la récolte doit se faire avant la floraison car passé ce stade, la part de cétones va augmenter. Pour la lavande, la récolte doit se faire en pleine floraison, car les organes sélectionnés sont les sommités fleuries [9].

B.2 QUALITE LIEE A LA PRODUCTION

B.2.1 MATERIEL

Il est préférable que l'alambic servant à la distillation soit en acier inoxydable, car certaines molécules sont susceptibles de réagir avec des matériaux tels que le cuivre et le fer, en formant des oxydes par exemple. De plus, l'eau employée doit être la plus pure possible, de préférence de source, sans calcaire. Lorsque l'eau est de moindre qualité, l'utilisation de détartrants chimiques est une pratique courante, ce qui peut altérer la qualité finale de l'HE.

B.2.2 PARAMETRES DE DISTILLATION

La pression et la température doivent être contrôlées, car lorsqu'elles sont trop élevées, les HE issues de bois ou d'écorce sont à l'origine de dérivés toxiques, comme des goudrons cancérigènes [6]. C'est pour cela qu'on privilégiera toujours une distillation à pression atmosphérique ou à basse pression, même si cela prend plus de temps. D'ailleurs, certains n'hésitent pas à écourter la durée de distillation pour produire plus de quantité de marchandise. Or certaines

HE ont besoin de temps pour que l'ensemble de leurs composés soit extrait. C'est notamment le cas du thym commun (*thymus vulgaris*), dont 75% de l'HE met 30 min à être extraite, alors que la totalité ne l'est qu'à partir de 1h à 1h30.

B.2.3 LE STOCKAGE DU PRODUIT FINI

Les cuves de stockages se doivent d'être hermétiques et inaltérables. Elles doivent être situées à l'abri de la lumière et de la chaleur, idéalement dans une cave. Le conditionnement final doit être réalisé dans des flacons en verre teintés de brun ou bleu ou en aluminium.

B.3 QUALITE DU PRODUIT FINAL

La qualité du produit final est renseignée dans les bulletins d'analyse des huiles essentielles. Il n'existe pas de consensus pour un établissement de fabrication pour l'élaboration d'un bulletin de contrôle, et chaque fournisseur renseigne plus ou moins d'éléments. Cependant, l'AFNOR a publié de nombreuses normes qui peuvent servir de référentiels. On trouve par exemple la norme NF T75-004 concernant les règles de dénomination, ou encore des normes portant sur les méthodes d'analyse chromatographique (NF T75-400 et NF T75-401) [59]. On retrouve généralement dans les bulletins de contrôle : les caractères organoleptiques, avec l'aspect, la couleur et l'odeur, les caractères physico-chimiques comme la densité, l'indice de réfraction et l'angle de rotation optique, à l'instar de l'indice d'acide et de la teneur en éthanol qui sont rarement renseignés.

Les profils chromatographiques sont aussi fournis, ce sont eux qui constituent la base de l'analyse avec la teneur des composants présents. Les huiles essentielles sont analysées en GC-FID car l'ensemble des composants est majoritairement volatil. Certains tests plus poussés comme la chromatographie chirale permettent de détecter les cas de fraude, mais ce n'est pas celle qui est utilisée en routine en raison de son coût élevé.

Pour permettre de conclure à la **qualité pharmaceutique** du produit, celui-ci doit répondre à tous les critères cités dans la monographie de la **pharmacopée** française ou européenne. En fonction de l'HE analysée, ils peuvent différer. Les points communs à la plupart des monographies d'huiles essentielles référencées à la Pharmacopée sont une caractérisation de l'aspect et de l'odeur, une caractérisation par chromatographie sur couche mince (CCM), une analyse par chromatographie en

phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID), ainsi que les mesures de la densité, de l'indice de réfraction, de l'angle de rotation optique et de l'indice acide. Des essais supplémentaires comme la présence d'huile grasse ou la solubilité dans l'éthanol peuvent être demandés comme pour la menthe poivrée par exemple ou encore la détermination de la pureté chirale pour la lavande fine (exemples en Annexe 6 et Annexe 7) [60][61].

III DISTRIBUTION DES HE

A. LES MARCHES DE L'AROMATHERAPIE

A.1 MARCHE MONDIAL

Les plantes utilisées pour produire les HE font partie du secteur dit des Plantes à Parfum, Aromatiques et Médicinales (PPAM). Que ce soit en France ou à l'international, le marché des PPAM est en perpétuelle augmentation et doit s'adapter à la demande. Il a été estimé plus spécifiquement, selon une étude d'IntelAgro, que le marché mondial des HE devrait encore augmenter d'environ 10% d'ici 2025. Les producteurs profitent de ce retour au naturel et se lancent dans un secteur qui se révèle bien lucratif¹⁶. Devant une sollicitation de plus en plus importante, on observe déjà en France des pénuries sur certaines plantes (menthe poivrée, mélisse, camomille) ouvrant alors la voie à la concurrence européenne espagnole, bulgare, ukrainienne et moldave [62][63]. C'est d'ailleurs déjà la Bulgarie qui est depuis quelques années la première productrice de lavande fine au niveau européen (250 tonnes vs 85 tonnes en France en 2017) [64][65].

Dans le cas de la menthe poivrée, on retrouve deux pays en tête des productions. Tout d'abord, les Etats Unis qui produisent environ 80% de l'huile essentielle de menthe, suivis de l'Inde. Les HE de menthe poivrée américaines sont essentiellement dédiées à l'industrie, que ce soit alimentaire (confiserie, chewing-gum), pharmaceutique ou encore pour les produits d'hygiène (dentifrice). Moins de 1% seulement serait destiné à l'aromathérapie. C'est pour cette raison que la quasi-totalité des HE de menthe poivrée que l'on retrouve sur le marché de manière unitaire est d'origine indienne. Les caractéristiques de ces huiles sont donc plus faciles à analyser car elles sont issues d'un même environnement. Cependant, la France étant elle aussi productrice d'huile essentielle de

¹⁶ Depuis 2012, on observe une diminution des cultures céréalières au profit des cultures de PPAM à cause de la chute des prix des céréales [64].

menthe poivrée, on trouve aussi sur notre propre marché national des HE de production française [66].

A.2. MARCHE NATIONAL

A.2.1 LA PRODUCTION FRANÇAISE

La France exploite l'ensemble de ses territoires, métropolitains et outre mer, pour la production des PPAM. La Provence est le fief de la lavande fine et du lavandin mais aussi de la menthe, du cyprès, de la sauge sclérée, du petit grain bigaradier, du genévrier, du romarin, du thym et de la myrthe. La vallée de la Loire accueille la production de la camomille, le Massif central celle de la gentiane, l'île de la Réunion celle du vétivier et du géranium bourbon et à Mayotte celle de l'Ylang ylang. Sur le territoire, on compte 48 000 hectares agricoles qui leurs sont réservés, répertorient environ 150 espèces distinctes. Près de 85% de la surface d'exploitation des PPAM est dédié à la culture de 3 plantes principales : le lavandin (49%), le pavot¹⁷ (23%) et la lavande fine (12%). On observe une forte croissance des surfaces consacrées aux PPAM, avec une augmentation de près de 50% sur ces quinze dernières années. En effet, alors qu'en 2 000 on ne comptait que 32 000 hectares, on passe à 38 000 hectares en 2010 pour atteindre 53 000 hectares en 2017 [67][65]. Parmi les espaces de production des PPAM, la part de surface consacrée aux plantes aromatiques est passée de 2 500 hectares en 2010 à 6 255 hectares en 2016, soit une augmentation de 150%. En 2005, 65% de la production était alors destinée à l'exportation, ce qui représentait 159 millions d'euros. La France dispose du comité interprofessionnel des huiles essentielles françaises (CIHEF) qui a entre autres pour mission de promouvoir ce marché des HE, notamment à l'international. Le pays est d'ailleurs leader mondial concernant l'HE de lavandin [3].

On va retrouver deux types de production : celles issue de la culture, via des terres agricoles, et celles issue de la cueillette. Une partie importante des producteurs français a plutôt préféré la culture biologique à la culture conventionnelle (15%), ce qui fait aujourd'hui de la France le leader européen de la culture biologique pour ce type d'agriculture. Il semblerait qu'une centaine d'espèces soit récoltées par cueillette, mais il n'existe pas de données officielles [3][68]. Les petits producteurs ont plutôt tendance à utiliser des circuits courts (un seul intermédiaire tout au plus) alors que les

¹⁷ Contrairement à la lavande fine et au lavandin, le pavot est dédié à l'industrie pharmaceutique.

gros producteurs se tournent vers l'industrie du parfum, des cosmétiques, des détergents ainsi que l'industrie agro alimentaire.

A.2.2 LES PARTS DE MARCHE DES HE

En janvier 2018, France Agrimer a publié des chiffres (obtenus via la société Openhealth) concernant le marché de l'aromathérapie en pharmacie. 15% des pharmacies de l'ensemble du territoire français ont fournis des données qui ont ensuite été extrapolées à l'ensemble du marché national.

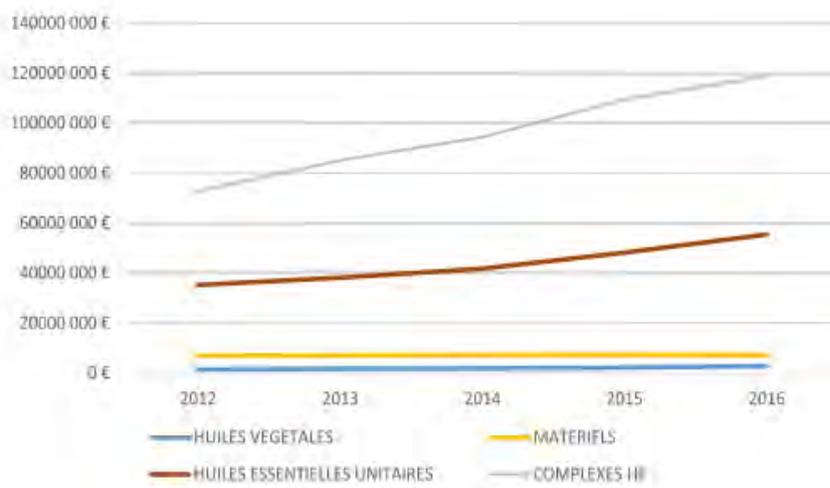


FIGURE 12 : EVOLUTION DES VENTES D'HUILES ESSENTIELLES EN OFFICINE (VALEUR EN €) D'APRES FRANCE AGRIMER [69]

Quatre groupes ont été répertoriés. On retrouve les HE unitaires, les huiles végétales, les complexes d'HE et le matériel accompagnateur. Ce sont les complexes qui ont progressé le plus et qui rapportent le plus en volume des ventes : en seulement quatre ans, on estime une augmentation de plus de 60%. Ensuite viennent les huiles essentielles unitaires, la 2^e majeure partie de ce marché, puis les matériels et huiles végétales (Figure 12). Le total était approximé à 174,5 millions en 2016.

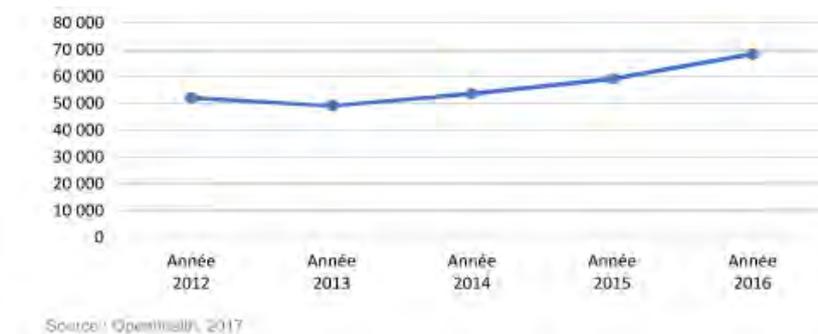


FIGURE 13 : QUANTITE D'HUILES ESSENTIELLES UNITAIRES VENDUES EN PHARMACIE (LITRES) D'APRES FRANCE AGRIMER [69]

Pour ce qui nous intéresse, il a été estimé que le marché des huiles essentielles unitaires en pharmacie est passé de 35,3 millions à 55,5 millions d'euros entre 2012 et 2016. Cela s'explique par des augmentations du prix des produits mais surtout par une augmentation du volume des ventes. En effet, au total le volume d'HE a augmenté de 40%, soit de 50 000 litres à 70 000 litres (Figure 13).

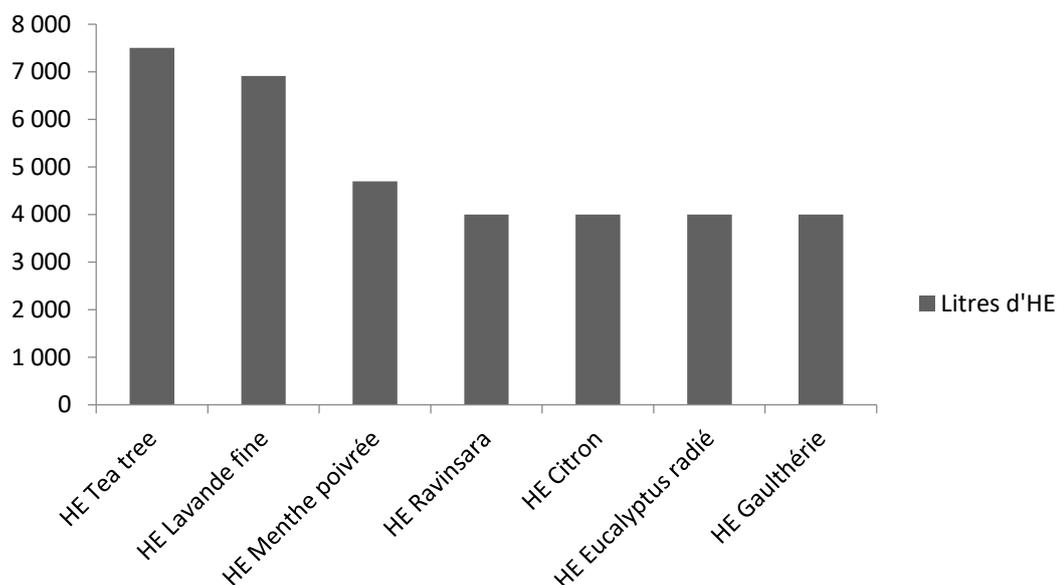


FIGURE 14 : ESTIMATION DES VOLUMES D'HUILE ESSENTIELLE VENDUES EN PHARMACIE EN 2016 EN FRANCE [69]

L'huile essentielle de lavande fine était l'HE la plus vendue jusqu'en 2016, avant que l'HE de tea tree ne la remplace. Les trois qui se démarquent restent l'HE de Tea tree, l'HE de lavande fine et celle de menthe poivrée avec plus de 4 700 litres vendus (Figure 14) [69].

B. LES RESEAUX DE DISTRIBUTION

Le consommateur dispose de nombreux lieux potentiels d'achat concernant les HE. Déjà bien présentes dans le réseau officinal, elles font leur arrivée depuis quelques années dans des secteurs en plein essor, comme ceux des magasins biologiques. Des grandes enseignes sans lien avec la santé ou même avec le domaine du bien-être se dotent elles aussi de rayons consacrés à ces produits. Une étude menée sur les habitudes d'achat des HE dans la Vienne en 2015 nous renseigne sur les réseaux les plus utilisés. Des questionnaires ont été distribués dans des pharmacies rurales, de ville ou encore de centre commercial pour comparer ou s'affranchir de l'effet géographique, le but étant de cibler les habitudes et besoins des consommateurs d'HE. Plus de la moitié des personnes ainsi interrogées achètent leurs HE en pharmacie. On retrouve en 2^e position les magasins biologiques (20%), puis les grandes et moyennes surfaces (GMS) (10%), les parapharmacies (7%) et enfin la vente par correspondance (VPC) (5%) (Figure 15)[2].

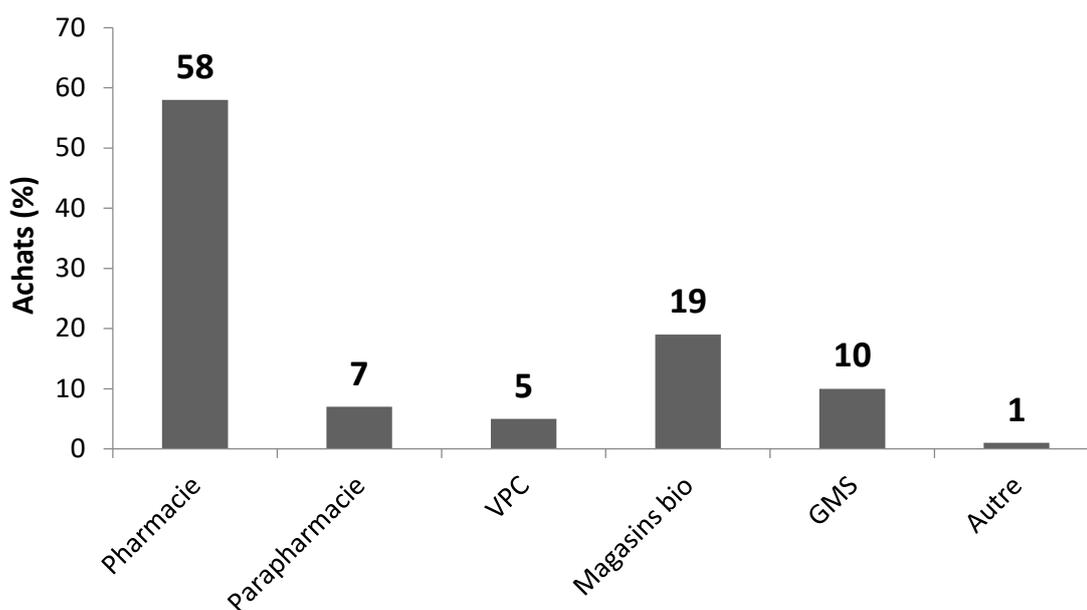


FIGURE 15 : REPARTITION DES ACHATS D'HUILE ESSENTIELLE SELON L'ETUDE DE B. GABORIEAU (2015)

Les gammes que l'on retrouve dans les pharmacies sont issues de sociétés ou de laboratoires pharmaceutiques. Ceux-ci ont l'avantage de se baser sur les normes des pharmacopées, quand elles existent, ce qui certifie l'emploi de leurs HE en thérapeutique. C'est en pharmacie que l'on peut retrouver la plus grande variété d'HE, car le pharmacien peut vendre les HE d'utilisation courante et celles soumises au monopole. Comme cité précédemment, c'est l'article D4211-13 du code de la

santé publique, modifié par le décret n°2007-1198 du 3 août 2007 qui dresse la liste des HE relevant du monopole pharmaceutique. La liste précise donc bien le nom vernaculaire, ainsi que le nom latin. Les HE concernées par le monopole sont les suivantes :

- grande absinthe (*Artemisia absinthium* L.) ;
- petite absinthe (*Artemisia pontica* L.) ;
- armoise commune (*Artemisia vulgaris* L.) ;
- armoise blanche (*Artemisia herba alba* Asso) ;
- armoise arborescente (*Artemisia arborescens* L.) ;
- thuya du Canada ou cèdre blanc (*Thuja occidentalis* L.) et cèdre de Corée (*Thuja Koraenensis Nakai*), dits "cèdre feuille" ;
- hysopé (*Hyssopus officinalis* L.) ;
- sauge officinale (*Salvia officinalis* L.) ;
- tanaïsie (*Tanacetum vulgare* L.) ;
- thuya (*Thuja plicata* Donn ex D. Don.) ;
- sassafras (*Sassafras albidum* [Nutt.] Nees) ;
- sabine (*Juniperus sabina* L.) ;
- rue (*Ruta graveolens* L.) ;
- chénopode vermifuge (*Chenopodium ambrosioides* L. et *Chenopodium anthelminticum* L.) ;
- moutarde jonciforme (*Brassica juncea* [L.] Czernj et Cosson)

Ces HE sont délivrées sur prescription **médicale** uniquement¹⁸, à cause de leurs risques importants de toxicité.

Parmi les autres réseaux, on va trouver les grandes et moyennes surfaces (GMS) dont l'offre présente est assez variable. Ce sont surtout les plus grosses structures qui sont dotées d'un rayon HE, permettant de centraliser les achats de leurs clients en un seul et même endroit. Les magasins biologiques possèdent généralement un rayon dédié à la « santé », et peuvent disposer de multiples gammes biologiques d'huiles essentielles (jusqu'à 5 différentes sur un des lieux sélectionnés pour l'étude). Les consommateurs à la recherche de produits respectant une charte biologique sont davantage tournés vers le naturel, il est donc tout à fait opportun pour ce type de magasin de proposer des huiles essentielles dans l'optique de se soigner. Il en est de même pour les magasins

¹⁸ Malgré ces restrictions, des géants de la vente par correspondance permettent l'accès à ces HE, sans mention de leurs caractères listés et toxiques.

non spécialisés qui sont tournés vers le bien-être. Quant à internet, on y trouve toutes sortes d'offres, du site dédiée à l'aromathérapie aux géants de la distribution présentant des produits à des prix défiant toute concurrence (moins de 1 € le flacon), permettant de cibler un public toujours plus large.

Les HE sont donc des produits pouvant être utilisés dans de nombreuses pathologies (dermatologiques, ORL, digestives...), mais qui ont la particularité d'appartenir à des catégories autres que celle du médicament. De plus, lorsqu'une HE est vendue pour ses propriétés olfactives comme produit de diffusion, on peut se demander s'il est possible de l'utiliser à d'autres fins, sans que le consommateur n'encoure de risque pour sa santé. Des normes telles que celles de l'AFNOR ou encore celles des pharmacopées françaises et/ou européennes permettent d'encadrer la composition des HE et limiter le risque toxique, mais elles sont souvent présentes à titre indicatif, c'est-à-dire qu'il n'y a pas forcément obligation de les respecter. Tout dépend du statut réglementaire. Par ailleurs, la croissance du marché national et international des HE implique aujourd'hui une accessibilité à ces produits via différents réseaux de distribution : pharmacie, grandes et moyennes surfaces, magasins biologiques, vente par correspondance, ...etc. On peut donc se poser la question de la qualité de ces HE qui abreuvent le marché sous différents statuts et pour lesquelles de nombreuses propriétés thérapeutiques sont mises en avant, alors même qu'elles ne sont pas considérées comme des médicaments. Afin de se faire une idée de la situation actuelle, la partie suivante porte donc sur une analyse comparative qui a été menée dans le cadre de cette thèse d'exercice, sur une série d'échantillons d'HE provenant de différents réseaux de distribution.

PARTIE II INVESTIGATION DE DEUX HUILES ESSENTIELLES SELON LEURS DIFFERENTS RESEAUX DE DISTRIBUTION

Cette partie présente une étude comparative d'huiles essentielles qui a été menée sur différents échantillons achetés via des distributeurs accessibles aux consommateurs à l'heure actuelle. L'étiquetage ne pouvant aider à déterminer la composition de ces produits (identification des molécules et leurs teneurs), des analyses ont été réalisées pour s'assurer de la conformité de chaque HE sélectionnée. Les fournisseurs ont aussi été sollicités afin d'apporter des informations complémentaires et d'examiner les référentiels utilisés. Afin d'enrichir les données obtenues, des

analyses se référant à la conformité du packaging, l'accès aux conseils et aux prix des HE ont aussi été effectuées. On exposera tout d'abord les conditions de choix des échantillons.

I CHOIX DES ECHANTILLONS

Deux huiles essentielles ont été sélectionnées pour comparer les différents réseaux : l'HE de lavande fine et l'HE de menthe poivrée. Ces HE sont très utilisées par le consommateur français, et font partie du trio de tête des ventes en pharmacie (Figure 14) car elles ont l'avantage de posséder de très nombreuses indications. On verra dans un premier temps le détail de ces HE puis la sélection des réseaux.

A. CHOIX DES HUILES ESSENTIELLES

Les huiles essentielles sélectionnées ont l'avantage de posséder une multitude d'indications, ce qui permet d'expliquer pourquoi elles figurent parmi les HE les plus fortement vendues en France. Une présentation générale de ces huiles essentielles détaillant leurs usages et leur toxicité est exposée dans ce paragraphe.

A.1 LA LAVANDE FINE

Il existe plusieurs espèces, sous espèces et variétés de lavandes. On distingue :

- La lavande fine (*Lavandula angustifolia* spp. *Angustifolia* var. *delphinensis*)
- La lavande vraie (*Lavandula angustifolia* spp. *Angustifolia* var. *fragens*)
- La lavande aspic (*Lavandula latifolia*)
- La lavande stœchade (*Lavandula stœchas*)
- Les lavandes hybrides, ou lavandin (*Lavandula x burnatii*), obtenues entre la lavande aspic et la lavande fine

Les dénominations *Lavandula officinalis* et *Lavandula angustifolia* sont des synonymes et désignent toutes les deux la même plante. Le terme lavande fine est plutôt utilisée pour les lavandes cultivées alors que lavande vraie est utilisée pour les lavandes sauvages.

L'HE de lavande a plus souvent le statut de cosmétique que les autres HE, plutôt considérées comme des compléments alimentaires.

A.1.1 PRESENTATION DE LA PLANTE

La lavande fine est une plante méditerranéenne qui peut pousser jusqu'à 2000 m d'altitude. C'est un sous arbrisseau qui mesure entre 40 et 80 cm de haut, dont les plants sont tous différents au sein d'un même champ. Elle possède des fleurs de couleurs roses, bleues ou violettes qui sont les organes utilisés pour l'obtention de l'HE [70][71].

L'huile essentielle est composée à 45% d'esters (dont 36% d'acétate de linalyle), 31% de monoterpénols (dont le linalol majoritairement), 10% de monoterpènes, 6% de sesquiterpènes, 1% de cétones et 7% de molécules diverses.

A.1.2 UTILISATIONS

L'HE de lavande fine s'utilise par de multiples voies. Tout d'abord, la voie orale, accessible dès 7 ans. La diffusion et la voie cutanée peuvent être employées dès 30 mois.

A.1.2.1 USAGE INTERNE

L'HE de lavande fine est surtout utilisée pour ses propriétés relaxantes. En effet, elle agit sur le stress, les troubles légers du sommeil, la nervosité et la tendance à la déprime. Dans une moindre mesure, on la retrouve dans des indications telles que la constipation, les maux de tête et en complément d'un traitement dans une légère augmentation de la pression artérielle. La toxicité de l'HE de lavande fine est faible, avec une dose létale de 5 kg/kg [15].

A.1.2.2 USAGE EXTERNE

L'huile essentielle de lavande vraie est une des seules huiles essentielles à pouvoir être utilisée pure sur la peau. Toutefois, pour augmenter la surface d'application, on conseille de la diluer dans une huile végétale, à choisir en fonction de ses propriétés. L'HE de lavande fine est utilisée dans le domaine de la beauté, notamment en tant que régénérateur cutané. Pour une peau sèche, on

l'utilisera dans une huile végétale d'argan qui amplifie ses propriétés régénératrices, avec des actions fortifiantes et hydratantes supplémentaires. Pour une peau grasse à tendance acnéique, on l'utilisera dans l'huile végétale de jojoba qui régule le sébum. Dans cette indication, l'HE de lavande prévient la formation de bouton, mais si l'acné est déjà installée, on préférera plutôt l'HE de lavande aspic (*Lavandula latifolia*, anciennement *Lavandula spica*) (acné suintant). En prévention des rides, on l'associera à la rose musquée pour son action redensifiante. Cette huile végétale a aussi l'avantage de diminuer les taches liées au soleil. On peut également utiliser l'huile végétale de jojoba qui stimule la synthèse d'élastine pour un effet jeunesse sur le visage et le cou. Cette dernière association s'utilise aussi en prévention des vergetures. En présence d'une piqûre d'insecte, de plaie non surinfectée, de coupure, d'escarre, d'ampoule, de démangeaison, on utilise l'HE de lavande fine pure ou diluée, en périphérie de la zone abimée. On l'utilise aussi pour des brûlures légères et des coups de soleil au 1^e degré diluée dans l'huile végétale de millepertuis pour son effet apaisant et sa haute tolérance. Cette huile végétale convient aux peaux réactives et sensibilisées mais est photosensibilisante, elle ne doit donc pas être exposée au soleil après utilisation. On peut associer l'HE de menthe poivrée pour son action rafraichissante et l'HE de géranium pour son action régénératrice sur la peau. En cas de brûlures plus importantes et de piqûres plus graves (méduse, scorpion) on préférera l'utilisation de l'HE de lavande aspic [24][23].

A.2 LA MENTHE POIVREE

Le genre menthe (*Mentha spp*) fait partie de la famille des Lamiacées. Il existe plusieurs espèces de menthes (environ une vingtaine), elles mêmes subdivisées en sous espèces. On trouve par exemple :

- la menthe poivrée (*Mentha piperita*) : hybride de la menthe aquatique et de la menthe verte
- la menthe pouliot (*Mentha pulegium*)
- la menthe sylvestre (*Mentha silvestris*)
- la menthe aquatique (*Mentha aquatica*)
- la menthe verte (*Mentha viridis* ou *Mentha spicata*)
- la menthe des champs (*Mentha arvensis*)

A.2.1 PRESENTATION DE LA PLANTE

La menthe poivrée est cultivée en Europe (en France notamment), en Asie et en Amérique du Nord. C'est une petite plante de 80 cm de haut, vivace par son rhizome, aux tiges de section carrée. Les feuilles sont de couleurs sombres et ce sont les sommités fleuries qui sont utilisées pour produire son HE.

Son HE est composée à 42% de monoterpénols (alcool terpénique, dont 39% de menthol), 29% de cétones, 6% de sesquiterpènes, 6% de monoterpènes, 5% d'oxydes, 5% d'esters et 7% de molécules diverses.

A.2.2 UTILISATIONS

L'HE de menthe poivrée doit être utilisée avec précaution du fait de sa richesse en composés cétoniques. Les cétones sont des molécules qui, à faibles doses, possèdent une activité stimulante mais à des doses supérieures deviennent neurotoxiques, pouvant conduire à des convulsions et même jusqu'au décès. Comme cité dans la partie toxicité, il existe une classification de l'effet délétère de ces composés. L'HE de menthe poivrée en possède deux différentes, la menthone et l'isomenthone, qui sont considérées comme des cétones de toxicité moyenne [6]. Il convient d'être donc particulièrement vigilant lors de l'emploi d'HE contenant ce type de composés. Les voies d'administration autorisées sont la voie orale et la voie cutanée à partir de 12 ans. En revanche, les diffusions sont à éviter, seules de très faibles quantités diluées peuvent être utilisées. Elle est déconseillée aux personnes asthmatiques et en utilisation sur une surface étendue (vasoconstriction induisant un effet froid).

A.2.2.1 USAGE INTERNE

L'HE de menthe poivrée est utilisée par voie orale pour ses propriétés toniques, en particulier sur le système nerveux. Elle est antiasthénique et peut être utilisée en préparation d'examen. L'action tonique agit également sur le cœur, ce qui lui confère des propriétés hypertensives. Elle possède aussi des propriétés digestives. Elle agit au niveau des dyspepsies, des nausées et des flatulences. Elle est aussi cholérétique et cholagogue, avec une action sur la reconstitution hépato-cellulaire. On préconise une goutte sur un comprimé neutre après le repas, en évitant le soir en raison de son action stimulante. Elle est enfin antalgique et anesthésiante, avec une composante anti-inflammatoire. Elle est donc souvent utilisée dans les migraines et les céphalées. Elle possède aussi un pouvoir immunostimulant et anti-infectieux (bactéricide, virucide, fongicide et vermicide). On l'utilise lorsque les infections ORL sont accompagnées de signes inflammatoires dans les otites, les rhinites, sinusites et laryngites.

La posologie usuelle est de 2 gouttes 3 fois par jour pour les adultes et 1 goutte 2 fois par jour à partir de 12 ans.

A.2.2.2 USAGE EXTERNE

En raison de la vasoconstriction entraînée par la menthone, l'usage externe doit toujours s'effectuer sur de petites zones et de manière très diluée. De plus, dans l'utilisation contre la migraine, il faut bien veiller à emprisonner l'HE dans une huile végétale avant de l'appliquer en massage sur les tempes. En effet, l'HE étant très volatile, cela pourrait entraîner une irritation oculaire, les tempes étant proches des yeux. Sa composante anti-inflammatoire est exploitée dans le cadre de névralgie, sciatique et tendinite. Les cétones qu'elle contient lui confèrent un pouvoir cicatrisant, elle est utilisée dans le cadre d'eczéma et d'urticaire. On l'applique à raison de 2 gouttes 3 fois par jour pour les adultes, diluée à 5% et 1 goutte 3 fois par jour à partir de 12 ans, dilué dans une huile végétale [24][23].

B. CHOIX DES RESEAUX

Afin de réaliser notre étude, nous avons donc sélectionné les réseaux de distribution les plus représentatifs en France. L'origine des achats des échantillons a été légèrement modifiée par rapport à l'étude de B. Gaborieau (Partie I. III Distribution des HE. B Les réseaux de distribution). En effet, les gammes retrouvées dans les pharmacies étant généralement aussi présentes dans les parapharmacies, il a donc été choisi de regrouper ces deux lieux d'achats ensemble. Pour ce qui est de la vente par correspondance, cette catégorie a été subdivisée en 2 groupes : un site de référence en aromathérapie et des sites vers lesquels l'onglet shopping d'un moteur de recherche nous a redirigés. Il a aussi été décidé d'inclure un dernier réseau (non présent dans le questionnaire de l'étude), ceux des magasins dont l'activité principale n'est pas tournée vers l'aromathérapie ou même vers le domaine du bien-être. Ce réseau constitue la catégorie « magasin non spécialisé ». Les échantillons ont été désignés par un code afin de ne pas authentifier les marques des huiles essentielles (Tableau 3). La dénomination se fait sous la forme d'une ou deux lettre(s) suivie(s) d'un chiffre. La lettre désigne la provenance de l'huile essentielle soit P pour pharmacie, G pour GMS, B pour magasin biologique, NS pour magasin non spécialisé, A pour site internet de référence, I pour site internet via l'onglet shopping d'un moteur de recherche. Les chiffres pairs désigne les huiles essentielles de lavande fine, les chiffres impairs celles de menthe poivrée. Pour constituer l'échantillonnage, des HE de faible coût ont été opposées à des HE plus onéreuses au sein d'un même réseau. En effet, les gammes de prix pouvant varier parfois de manière importante (près de 4 € pour une même HE, cf. Figure 28), on recherchera donc si le prix a un impact sur la qualité.

Echantillons		pharmacie	GMS	Magasin bio	Magasin non spécialisé	Site internet de référence	Site internet via l'onglet shopping
Dénomination	Menthe poivrée	P1/P3	G1/G3	B1/B3	NS1/NS2	A1/A3	I1/I3
	Lavande fine	P2/P4	G2/G4	B2/B4	NS2/NS4	A2/A4	I2/I4
Prix	Prix plus faible	P1/P2	G1/G2	B3/B4	NS1/NS2	A1/A2	I1/I4
	Prix plus élevé	P3/P4	G3/G4	B1/B2	NS3/NS4	A3/A4	I3/I2

TABEAU 3 : ATTRIBUTION DES NOMS DES ECHANTILLONS SELON LEUR NATURE ET RESEAU D'ORIGINE ET CLASSIFICATION SELON LEUR PRIX

Il semble apparaitre qu'en fonction des réseaux, les HE sont toutes présentées comme « produit de soin ». Le réseau pharmaceutique se réfère au professionnalisme du pharmacien, qui connaît les différentes thérapeutiques, qu'elles soient du domaine de l'allopathie, de la phytothérapie ou encore de l'aromathérapie. Ce sont des produits qui sont généralement en libre accès, ce qui ne les dispense pas du conseil pharmaceutique. Les laboratoires mettent souvent à disposition des petits guides pour les patients, ce qui leur permet de détenir des informations scientifiques validées sur ces produits. Dans le cas présent, les HE issues de GMS étaient positionnées au rayon « hygiène/bien être » avec les compléments alimentaires, les produits pour cheveux et les crèmes. Les enseignes sélectionnées comportaient aussi un rayon « décoration/ambiance » au sein desquels étaient vendus des parfums d'ambiance et des diffuseurs, mais pas d'HE. On suppose donc que l'emploi prévu n'est pas dédié à la diffusion. Les gammes proposées étaient soit de culture conventionnelle ou soit de culture biologique, permettant de cibler une clientèle plus large. Le rayon ne disposait pas d'ouvrages en lien avec les HE. Les magasins biologiques sélectionnés étaient pourvus de multiples gammes d'HE. Celles-ci étaient localisées dans un rayon avec des compléments alimentaires et des plantes en tisane, avec de nombreux ouvrages dédiés à l'aromathérapie et la phytothérapie. Pour les magasins non spécialisés, le premier sélectionné était un magasin proposant de multiples articles pour la maison, de type discount. Les HE étaient situées sur un présentoir entre un rayon de vaisselle et d'articles de fête, ne donnant pas d'indice sur les utilisations potentielles de ces produits. Cependant des livres d'aromathérapie étaient en vente au sein de ce même rayon. Dans le second magasin, elles étaient intégrées au sein d'un rayon d'article de bien-être, avec à proximité des ouvrages d'aromathérapie. Deux types de sites internet ont été sélectionnés. Le premier est un site

internet de référence, au sein duquel des HE de bas prix ont été opposées à des HE plus onéreuses. Ce site est spécialisé dans les HE et fourni de multiples guides et indications pour ses produits. Pour terminer, l'onglet shopping d'un moteur de recherche a permis de sélectionner les deux dernières gammes d'HE : tout d'abord en indiquant le nom vernaculaire de l'HE souhaitée en laissant le tri par défaut, puis en choisissant une des premières HE proposées par le tri par prix croissant, opposant des HE de gammes de prix différents¹⁹.

II. ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE DES HE

Afin de réaliser une première étude comparative des huiles essentielles sélectionnées, nous avons choisi de procéder à une analyse qualitative et quantitative par différentes méthodes. Tout d'abord, une analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) a permis l'étude des huiles essentielles dans leur globalité. Ensuite, l'utilisation de la chromatographie gazeuse couplée à une détection par spectrométrie de masse (GC-MS) a permis d'identifier les composants volatils et d'estimer leurs proportions. Cette étude a été complétée par une analyse en chromatographie gazeuse couplée à une détection par ionisation de flamme (GC-FID), méthode utilisée par la pharmacopée européenne qui permet de déterminer la teneur exacte des composés présents. Enfin, des analyses complémentaires ont été réalisées en testant la présence d'huile grasse et en comparant les bulletins de contrôles obtenus. Pour commencer, le matériel et les méthodes seront présentés dans un premier paragraphe suivi des résultats obtenus pour chacune des méthodes.

A. MATÉRIELS ET MÉTHODES

A.1 ANALYSE CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE (CCM)

Les CCM ont été réalisées sur des plaques de silice avec pour phase mobile un mélange de solvant d'acétate d'éthyle (5%) et de toluène (95%). Le séchage a été réalisé à l'air libre. Une première détection a été réalisée en lumière ultraviolette à 254 nm et une deuxième à la lumière du jour, après traitement à la vanilline et chauffage à 100 °C pendant 5 minutes. Les solutions témoins sont des substances de référence française utilisées spécialement pour des essais liés à la pharmacopée.

¹⁹ Les échantillons ont été achetés en février 2018, les HE sélectionnés n'apparaissent plus dans cet ordre à ce jour. Les produits proposés ne le sont qu'à un instant T en fonction du tri employé.

• Préparation des HE de menthe poivrée

La préparation des échantillons de la CCM de menthe poivrée a été réalisée en se basant sur les essais prévus par la Pharmacopée Européenne 9.0 (Annexe 7). Celle-ci indique que pour la menthe poivrée, la quantité à préparer est de 0,1 g d'HE complété par 10mL de toluène. Or la densité de l'HE de menthe étant de 0,9, on obtient donc une masse volumique de 0,9 g/mL. Il faut donc prélever environ 110 μ L d'HE pour 10 mL de toluène pour obtenir la quantité nécessaire à l'essai.

Pour préparer les échantillons, seuls 22 μ L de chaque HE ont été dilués dans 2 mL de toluène pour parvenir à la même concentration. Ils ont été préparés dans des tubes à hémolyse en verre qui ont été bouchés juste après la préparation et déposés aussitôt sur la plaque CCM. Les solutions témoins ont été préparées à raison de 20 μ L de menthol, menthone, cinéole, thymol et acétate de menthyle complétés à 1 mL par du toluène. Pour les dépôts, 5 μ L de chaque solution témoin et 7 μ L de chaque échantillon ont été déposés sur la plaque à l'aide d'un capillaire en verre de 5 μ L, pour un parcours de 15 cm.

• Préparation des HE de lavande fine

Pour la lavande fine, la préparation de l'essai a été réalisée en se basant sur la pharmacopée européenne 9.5 (Annexe 6). Les échantillons d'HE ont été prélevés à raison de 20 μ L puis complétés à 1 mL par du toluène. Ils ont également été préparés dans des tubes à hémolyse en verre, bouchés juste après la préparation et déposés sur la plaque CCM. Ne disposant pas de toutes les solutions témoins nécessaires à l'essai, seul le cinéole servira de témoin. On en prélève 20 μ L que l'on complète à 1 mL par du toluène. Pour la réalisation des dépôts, 5 μ L de la solution témoin et 7 μ L de chaque échantillon ont été déposés à l'aide d'un capillaire de verre, pour un parcours de 15 cm. La révélation des deux CCM s'est effectuée par détection ultra violette à 254 nm (la fluorescence est marquée par les bandes entourées (cf Annexe 3) puis après réaction à la vanilline sulfurique, après chauffage à 100 °C pendant 5 minutes.

A.2 ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE EN GC-MS

• Choix de la méthode

La faculté de pharmacie de Nantes dispose d'une CPG sur colonne apolaire. Afin d'obtenir la meilleure séparation possible, deux méthodes ont été testées sur un échantillon de menthe poivrée, dont les caractères communs sont les suivants. Tout d'abord, l'HE est diluée au 1/100^e à raison de 20 µL d'HE dans 1980 µL d'hexane. La colonne est constituée d'une phase stationnaire apolaire, constituée de diméthyl polysiloxane, avec une longueur de 60 m par 0,25 mm. La méthode chromatographique utilisée comportait de l'hélium (1 mL/min) comme gaz vecteur, avec un volume d'injection de 1 µL, un split de 1/50, un détecteur de masse SM, un quadripole à 150 °C (MS quad) avec un scan m/z à 45-450.

La différence entre les deux méthodes s'est faite sur une variation du gradient de température. En effet, la programmation de la méthode 1 proposait une température de la source d'ionisation à 230 °C, avec une ligne de transfert à 280 °C. La température du four était de 62 °C pendant 12,5 min avec un gradient de 3 °C/min, augmentant jusqu'à 92 °C puis de 5 °C par min jusqu'à 165 °C, puis de 100 °C par min jusqu'à 310 °C (pendant 2,5 min). La méthode 2 proposait une température de la source d'ionisation et de la ligne de transfert identiques, mais avec une température de four à 50 °C pendant 5 min augmentant avec gradient de 5 °C/min jusqu'à 300 °C pendant 5 min.

La résolution (R) a été calculée selon la formule présentée en Équation 1, entre deux pics relativement proches. Selon la 1^e méthode, la résolution était de 2,13 contre 1,2 selon la 2^e méthode (Annexe 8). Une résolution est jugée mauvaise si elle est inférieure à 1, acceptable si elle est comprise entre 1 et 1,5 et bonne si elle est supérieure à 1,5. Une meilleure séparation des composés a été obtenue avec la méthode 1, elle servira donc de méthode de référence pour le reste des analyses.

$$R = 2 \frac{(t_{r2} - t_{r1})}{(\omega_1 + \omega_2)}$$

ÉQUATION 1 : CHOIX DE LA METHODE CHROMATOGRAPHIQUE : CALCUL DE LA RESOLUTION. t_r : TEMPS DE RETENTION, ω : LARGEUR DE PIC A LA BASE

- **Analyse des composés**

Tous les pics obtenus par la GC-MS ont d'abord été intégrés. Chaque signal a ensuite été analysé par le logiciel MSD Chem Station Data Analysis, relié à la bibliothèque NIST MS search 2.0, estimant la présence des molécules en pourcentage. A chaque temps de rétention (TR), la probabilité et l'identité d'une molécule donnée ont été recoupées entre tous les échantillons, permettant de valider l'identification de chaque molécule. Des mesures correctives ont dues être appliquées lorsque l'interprétation était trop délicate. Il s'est avéré que lorsque le signal était trop faible, il était difficile d'intégrer et d'interpréter les données : difficulté de trouver l'apex du signal, 2 à 3 molécules différentes présentes à des probabilités identiques pour un même TR... Les résultats obtenus ont donc été corrigés afin de s'affranchir d'erreurs d'identification. Il a été choisi de ne garder que les pics dont l'aire était supérieure à 500 000. De même, un signal identifiant une molécule avec une probabilité trop faible (sans recoupement possible) n'a pas été retenu.

A.3 ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE GAZEUSE COUPLEE A UN DETECTEUR PAR IONISATION DE FLAMME (GC-FID)

Lors de l'analyse en GC-FID, les essais ont été réalisés selon le protocole décrit dans la monographie de l'huile essentielle de menthe poivrée (extrait de la pharmacopée européenne 9.0 cf Annexe 7). Les mêmes conditions opératoires ont été gardées pour l'analyse de la lavande. En effet, selon la monographie européenne 9.0, les essais de ces deux HE se réalisent avec les mêmes paramètres : une colonne en silice fondue d'une longueur de 60 m et de 0,25 mm de diamètre, une phase stationnaire de macrogol 20 000 K, de l'hélium en gaz vecteur, un débit de 1,5 mL/min, un rapport de division de 1 : 50 et un volume d'injection de 1 µL.

Seuls les gradients de températures ont été modifiés dans notre méthode, en gardant ceux de la menthe pour l'analyse de la lavande, afin d'avoir les conditions opératoires les plus proches (Figure 16). Toutefois, les écarts de températures restent assez faibles.

Selon la pharmacopée 9.0 de la menthe poivrée

Température :		
	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 - 10	60
	10 - 70	60 → 180
	70 - 75	180
Chambre à injection		200
Détecteur		220

Selon la pharmacopée 9.0 de la lavande fine

Température :		
	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 - 15	70
	15 - 70	70 → 180
Chambre à injection		220
Détecteur		220

FIGURE 16 : TEMPERATURES DE LA GC-FID SELON LES PHARMACOPEES EUROPEENNES 9.0

Les essais ont été réalisés sur la GC 2010 plus de Shimadzu, dont les conditions opératoires décrites par la pharmacopée ci dessus. L'appareil possède 2 colonnes:

- MEGA SE-52 0.25 x 25 m df = 0.25 µm
- MEGA DetTBuSililBeta 0.25 x 25 m df = 0.25 µm

Les solutions témoins de la menthe poivrée sont : le limonène, le 1,8-cinéole, la menthone, le menthofurane, l'isomenthone, l'acétate de menthyle, l'isopulégol, le menthol, la pulégone, la pipéritone et la carvone. Pour la lavande, ne possédant pas l'ensemble des solutions témoins, seuls le limonène, le 1,8-cinéole, le linalol, l'acétate de linalyle et le camphre ont été analysés, en recoupant les données de la GC-MS pour les 3 derniers. Cette technique est fiable et reproductible car le profil chromatographique de la menthe poivrée est réalisé chaque année sur cet appareillage et selon cette même méthode dans le cadre des TP de chimie analytique de 3^e année à la faculté de Nantes. Les temps de rétention du limonène, du 1,8-cinéole, de la menthone, du menthofurane, de l'isomenthone, de l'acétate de menthyle, du menthol, de la pulégone et de la carvone sont connus et ont servis aux calculs des concentrations de ces mêmes molécules.

A.4 DETECTION D'HUILE GRASSE

Afin de s'assurer de la pureté des échantillons, un test simple a été réalisé. Contrairement à l'huile grasse, l'huile essentielle est volatile ; elle s'évapore donc sans laisser de résidus lipidiques. Sur une feuille de papier, une à deux gouttes d'huile essentielle ont été déposées, puis la feuille a séché à l'air libre pendant 24h.

B. RESULTATS DES EXPERIENCES

B.1 MENTHE POIVREE

B.1.1 ANALYSE EN CCM

Les premières analyses ont été réalisées en CCM, dont les résultats sont illustrés ci-dessous (Figure 17). Les CCM originales sont à disposition en grand format en Annexe 3 et Annexe 4.

Lors de la détection UV à 254 nm, on observe que la solution témoin de thymol fluoresce. Parmi les échantillons, chacun d'entre eux présente deux bandes d'atténuation de fluorescence entre le menthol et le 1,8-cinéole, pouvant correspondre à la carvone et la pulégone selon la pharmacopée européenne.

Par détection à la lumière du jour, de bas en haut on retrouve, une bande bleue/violette correspondant au menthol, présent chez tous les échantillons. Trois échantillons possèdent une bande supplémentaire non attendue, retenue juste après le menthol, signant la présence d'une **molécule inconnue**. Il s'agit des échantillons NS1, I1 et I3. On trouve ensuite la bande correspondant au 1,8-cinéole chez tous les échantillons sauf chez les trois cités précédemment. Les bandes vert de gris de la carvone/pulégone/isomenthone, les bandes vertes de menthone, les bandes bleues/violettes d'acétate de menthyle sont présentes chez tous les échantillons. Les bandes jaunes brunes correspondant au menthofurane sont cependant peu visibles. En revanche, on retrouve une bande rouge violette intense près du front de solvant, signant la présence des hydrocarbures, sauf chez I1.

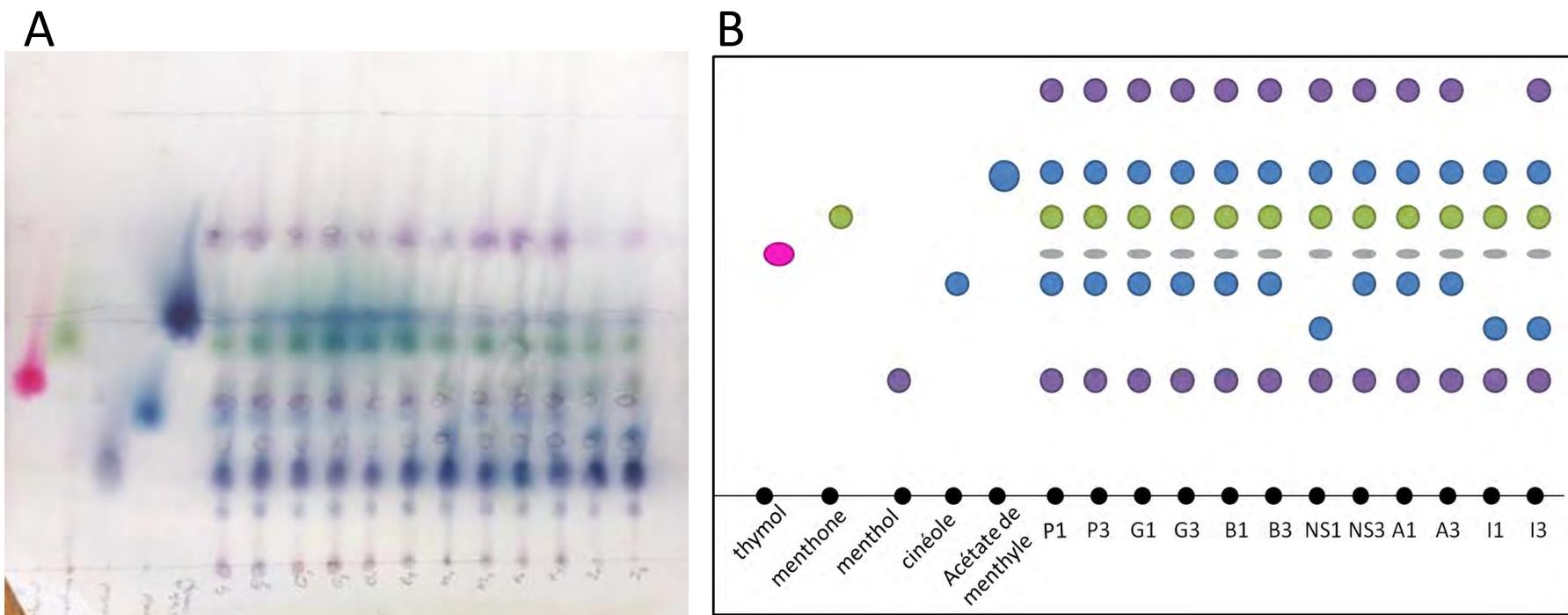


FIGURE 17 : RESULTAT DE LA CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE DES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVREE. ELUANT : TOLUENE/ACETATE D'ETHYLE (95:5, v/v)

A : PHOTOGRAPHIE DE LA PLAQUE DE CCM DES HE DE MENTHE POIVREE APRES REVELATION A 254 NM (ENTOURE EN GRIS) ET A LA VANILLINE SULFURIQUE (VISIBLE). B : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE LA CCM DES HE DE MENTHE POIVREE REVELEE A LA VANILLINE SULFURIQUE

Les résultats obtenus suite à l'analyse des échantillons d'HE de menthe poivrée par GC-MS sont présentés dans le Tableau 4 et la Figure 18. Plusieurs molécules ont pu être identifiées, en se basant sur la comparaison de leurs spectres de masse avec la base de données NIST. En reportant l'aire de chaque pic à l'aire totale des pics du chromatogramme, une estimation des teneurs de chaque molécule a pu être réalisée et comparée aux normes de la Pharmacopée. Les valeurs sortant des normes attendues sont présentées en gras. Lorsqu'elles présentent de faibles écarts (attribués aux erreurs de mesures), elles sont en plus soulignées, et lorsque ces écarts sont significatifs, les valeurs apparaissent sur fond coloré (idem en GC-FID).

On peut déjà distinguer des taux non conformes à ceux de la pharmacopée. On rappellera cependant **qu'il ne s'agit pas de la méthode de référence**. Nous nous baserons donc sur l'analyse en GC-FID pour les conclusions quantitatives.

On constate en premier lieu que le limonène n'est pas détecté dans la majorité des échantillons sauf pour NS1 à 2,70%, I1 à 1,34% et I3 à 2,07%. Il sera exposé ultérieurement pourquoi ces valeurs ne peuvent pas être celles du limonène, bien que la probabilité qu'il s'agisse de cette molécule soit élevée. Le cinéole semble augmenté chez P1 (8,50%) et G1 (8,72%) alors qu'il est absent chez NS1, I1 et I3. Le menthofurane semble être en quantité trop faible par rapport aux normes attendues dans la pharmacopée pour l'échantillon P3 (0,9%) et est non détecté chez G3, B1, NS1, I1 et I3. L'isopulégol paraît être en quantité supérieure pour NS1 (0,75%), I1 (1,61%) et I3 (1,12%). Pour les deux molécules majoritaires, la menthone et le menthol, ainsi que pour l'isomenthone, l'acétate de menthyle, le pulégol et la carvone les valeurs semblent être conformes à celle de la Pharmacopée. L'isopulégol était détecté chez tous les échantillons avec une probabilité d'identification de près de 50%. Néanmoins, suite à l'application des mesures correctives, seuls quatre échantillons signent encore sa présence dans les résultats présentés.

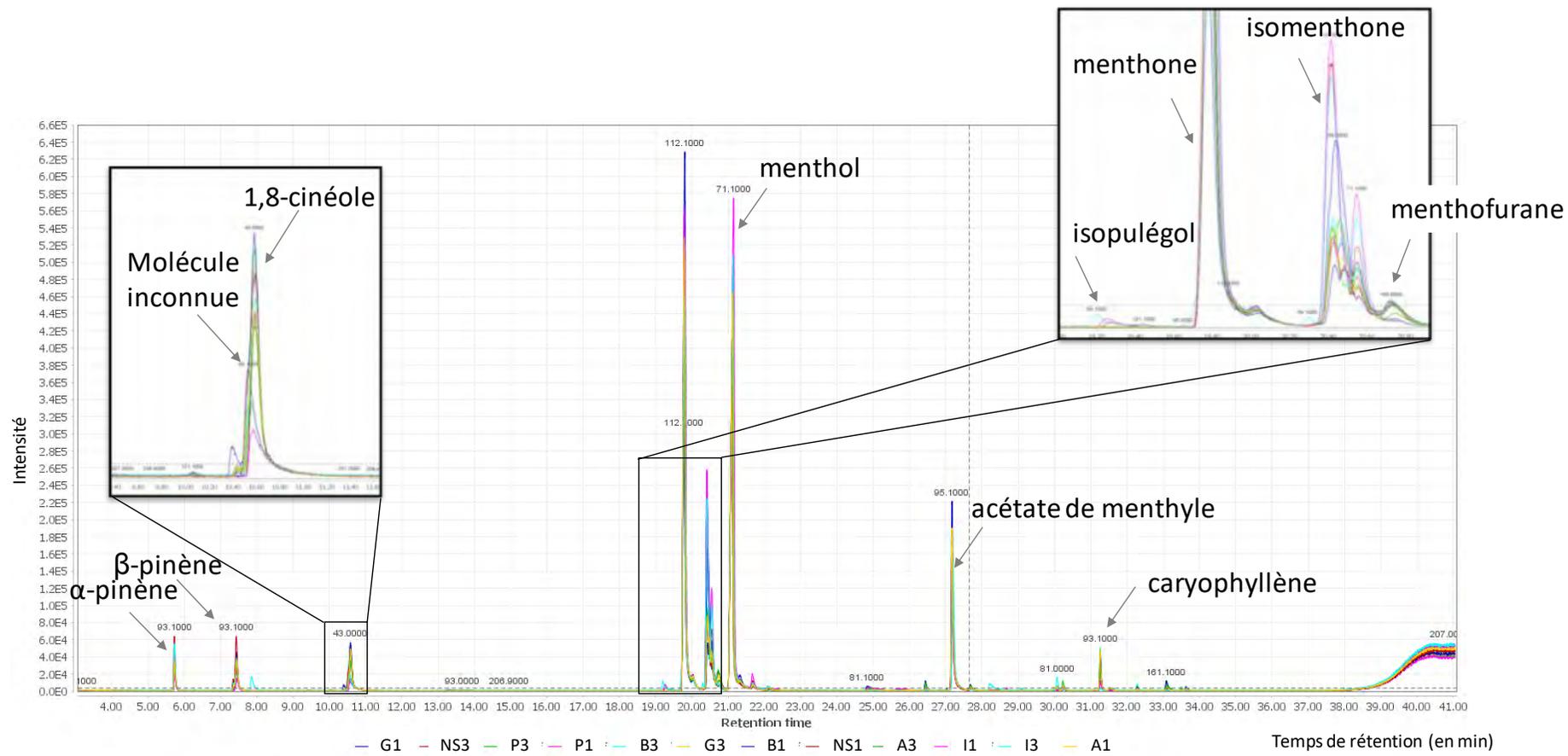


FIGURE 18 : CHROMATOGRAPHIES DES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVREE OBTENUES EN GC-MS

Normes pharmacopée (%)		P1	P3	G1	G3	B1	B3
limonène	[1 ; 3,5]	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
1,8-cinéole	[3,5 ; 8]	8,50	7,21	8,72	7,24	7,17	6,55
menthone	[14 ; 32]	28,92	23,37	21,81	29,02	27,17	26,89
menthonfurane	[1 ; 8]	1,15	0,90	1,43	0,00	0,00	1,23
isomenthone	[1,5 ; 10]	6,33	3,76	4,56	6,66	6,91	5,14
acétate de menthyle	[2,8 ; 10]	9,46	5,47	5,64	6,48	7,48	8,01
isopulégol	<0,2	0,00	0,00	0,00	0,03	0,00	0,00
menthol	[30 ; 55]	34,51	43,49	48,56	36,10	38,00	36,96
pulégol	<3	0,00	0,67	0,00	1,20	0,83	0,00
carvone	<1	0,00	0,51	0,00	0,00	0,00	0,48

Normes pharmacopée (%)		NS1	NS3	A1	A3	I1	I3
limonène	[1 ; 3,5]	2,70	0,00	0,00	0,00	1,34	2,07
1,8-cinéole	[3,5 ; 8]	0,00	7,02	6,88	6,63	0,00	0,00
menthone	[14 ; 32]	22,03	28,02	26,76	24,57	23,71	23,39
menthonfurane	[1 ; 8]	0,00	1,47	1,25	1,34	0,00	0,00
isomenthone	[1,5 ; 10]	8,84	5,19	4,78	6,17	9,07	9,92
acétate de menthyle	[2,8 ; 10]	4,80	7,39	7,47	7,70	4,95	5,59
isopulégol	<0,2	0,75	0,00	0,00	0,00	1,61	1,12
menthol	[30 ; 55]	45,58	38,43	40,04	41,04	47,74	45,30
pulégol	<3	0,00	0,00	0,00	0,00	0,58	0,00
carvone	<1	0,52	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

TABLEAU 4 : QUANTITE DES COMPOSANTS ATTENDUS OBTENUE PAR GC-SM POUR LES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVREE

B.1.3 ANALYSE EN GC-FID

Les résultats obtenus par CG-FID sont présentés dans le Tableau 5 avec ceux des bulletins d'analyse qu'il a été possible de récupérer auprès des fournisseurs. Ces derniers sont exposés à titre indicatif, mais permettent néanmoins de nous assurer que nos données sont en adéquation avec les leurs.

Normes pharmacopée (%)		P1		P3		G1		G3		B1		B3	
		FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA
limonène	[1 ; 3,5]	2,32	2,52	2,33	2,50	2,62		2,60		2,36	2,35	2,50	
1,8-cinéole	[3,5 ; 8]	5,39	5,95	5,08	5,40	6,51		4,92		5,06	5,44	4,49	
menthone	[14 ; 32]	26,24	27,59	22,52	22,40	21,36		29,17		27,62	26,68	26,92	
menthonfurane	[1 ; 8]	2,99		1,59	1,40	3,12		3,79		3,68	3,91	2,83	
isomenthone	[1,5 ; 10]	3,79	3,42	3,30	3,80	3,14		4,44		3,85	4,16	4,19	
acétate de menthyle	[2,8 ; 10]	6,29	7,18	3,77	4,10	4,05		4,72		5,12	5,53	5,73	
isopulégol	<0,2	0,13	0,07	0,31	0,20	0,18		0,26		0,18	0,09	0,32	
menthol	[30 ; 55]	30,49	32,49	39,75	39,20	44,92		33,48		36,15	36,01	35,06	
pulégol	<3	1,13		1,59	1,80	1,33		1,98		1,37	1,38	1,08	
carvone	<1	0,15	0,17	0,00	0,10	0,00		0,17		0,52	0,30	0,09	
cinéole/limonène	>2	2,33	2,36	2,18	2,16	2,49		1,89		2,14	2,31	1,80	
Molécule inconnue (%)		0		0		0		0		0		0	

Normes pharmacopée (%)		NS1		NS3		A1		A3		I1		I3	
		FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA
limonène	[1 ; 3,5]	3,54		2,43		2,35		2,45	2,64	1,96		2,63	
1,8-cinéole	[3,5 ; 8]	0,27		4,98		5,25		4,23	4,52	0,21		0,16	
menthone	[14 ; 32]	22,20		28,48		27,52		24,45	28,37	23,80		22,04	
menthonfurane	[1 ; 8]	0,00		2,81		2,44		3,79	3,10	0,00		0,00	
isomenthone	[1,5 ; 10]	9,91		4,18		3,68		4,24	4,07	9,19		9,58	
acétate de menthyle	[2,8 ; 10]	2,97		5,22		5,10		5,73	5,98	3,55		4,16	
isopulégol	<0,2	1,61		0,24		0,27		0,28		1,89		1,56	
menthol	[30 ; 55]	41,11		35,39		37,67		38,53	37,09	43,23		41,65	
pulégol	<3	1,00		0,92		0,95		1,67	1,81	1,42		0,65	
carvone	<1	0,00		0,11		0,10		0,22		0,05		0,00	
cinéole/limonène	>2	0,08		2,05		2,23		1,72	1,71	0,11		0,06	
Molécule inconnue (%)		0,89		0		0,11		0,08		1,08		1,07	

TABEAU 5 : ESTIMATION DES QUANTITES RELATIVES DES MOLECULES DES HE DE MENTHE POIVREE ANALYSEES PAR GC-FID ET COMPARAISON DES VALEURS OBTENUES (EN %) A CELLES DE LA PHARMACOPEE ET DES BULLETINS D'ANALYSE DES FOURNISSEURS

• **Molécules majoritaires**

Les deux composés principaux de l'HE de menthe poivrée, le menthol et la menthone, sont retrouvés en quantité conforme à la pharmacopée. C'est également le cas de composés secondaires tels que l'acétate de menthyle, l'isomenthone ou encore des composés minoritaires tels que le pulégol et la carvone.

- **Focus sur NS1, I1 et I3**

On peut voir que trois échantillons ont plus d'un quart de non-conformité : il s'agit de NS1, I1 et I3. Pour commencer, leur taux de menthofurane est nul. Ensuite, le 1,8-cinéole est retrouvé à un taux de 0,27% dans NS1, 0,21% dans I1 et 0,16% dans I3 alors que la valeur minimale attendue est de 3,5%. De plus, le limonène de l'échantillon NS1 est légèrement supérieur pour un taux de 3,54% alors que la limite haute est fixée à 3,50%. Enfin, l'isopulégol semble retrouvé en quantité nettement supérieure aux autres échantillons à raison de 1,61% pour NS1, 1,89% pour I1 et 1,56% pour I3. Cependant, il faut savoir que le taux d'isopulégol a été estimé en fonction des données récupérées en GC-MS, ne disposant pas de son TR exact en GC-FID, on ne peut donc certifier l'exactitude de ces valeurs.

- **Estimation de l'isopulégol et de la molécule inconnue**

L'estimation a été réalisée de la manière suivante : NS1, I1 et I3 possèdent des taux d'isopulégol plus importants que les autres HE de menthe poivrée selon les données obtenues en GC-MS (Figure 19). Les principales molécules de I1 étant déjà déterminées, seuls restaient à trouver les signaux de l'isopulégol (1,61% selon l'estimation en GC-MS après correction) et de la molécule inconnue (1,34% selon l'estimation en GC-MS après correction), le restant des composants étant considéré en quantité trop faible pour être détecté. En comparant le chromatogramme de I1 obtenu en GC-FID avec ceux des autres échantillons dans lesquels l'isopulégol n'avait pas été détecté en GC-MS, deux signaux se démarquaient (flèches rouges, Figure 20) : un pour un TR de 8,90 min et l'autre pour un TR de 9,69 min. Au temps de rétention de 8,90 min, le pic observé est détecté chez tous les échantillons, parfois de manière très faible. Par contre, le pic observé au temps de rétention de 9,69 min n'est présent que dans I1. Ces mêmes observations ont été faites pour les échantillons NS1 et I3. L'isopulégol étant attendu dans tous les échantillons, les signaux correspondants au TR 8,90 min lui ont donc été attribués.

Les pics observés au TR de 9,69 min ont donc été attribués à la molécule inconnue. Au final en comparant les résultats d'intégration en GC-FID de l'ensemble des échantillons de menthe poivrée, ce sont en réalité 5 échantillons qui possèdent cette molécule (Tableau 5). Toutefois, ce sont quand même I1, I3 et NS1 qui en contiennent en plus grande quantité, respectivement aux taux de 1,08%, 1,07% et 0,89%. Les échantillons A1 et A3 n'en possèdent que 0,11% et 0,08%.

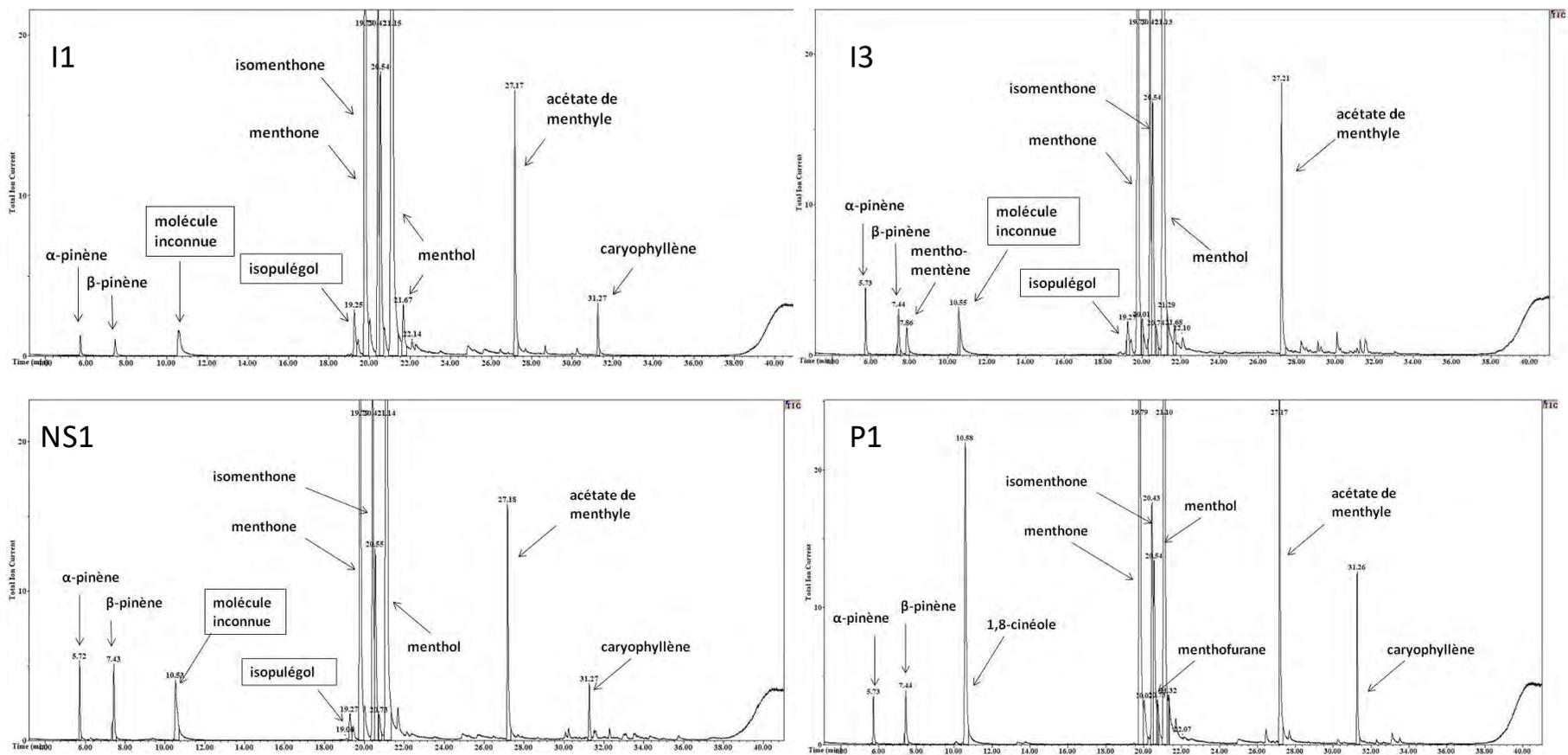
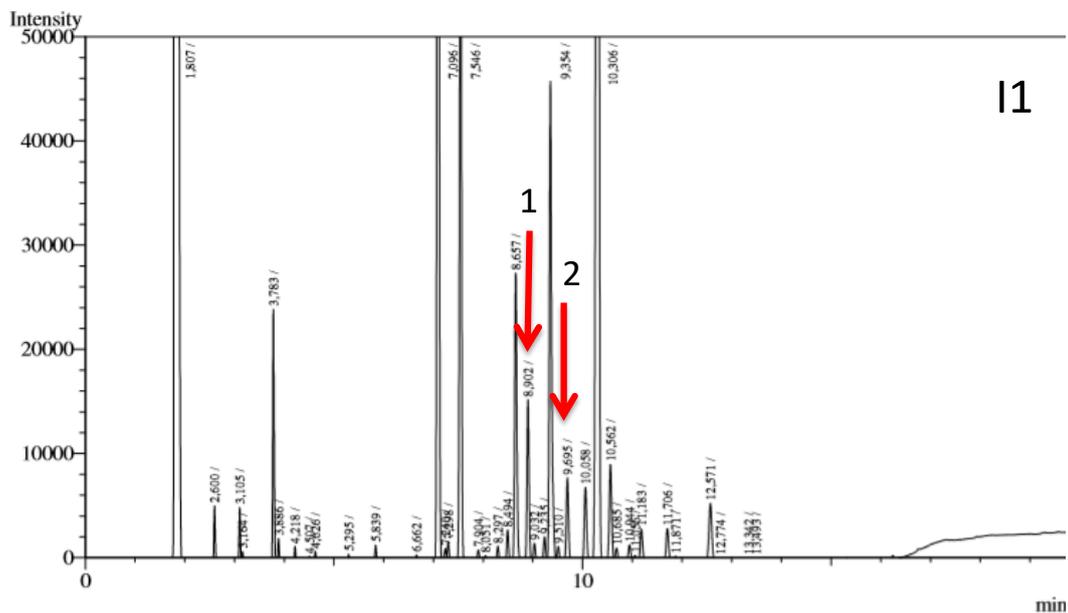
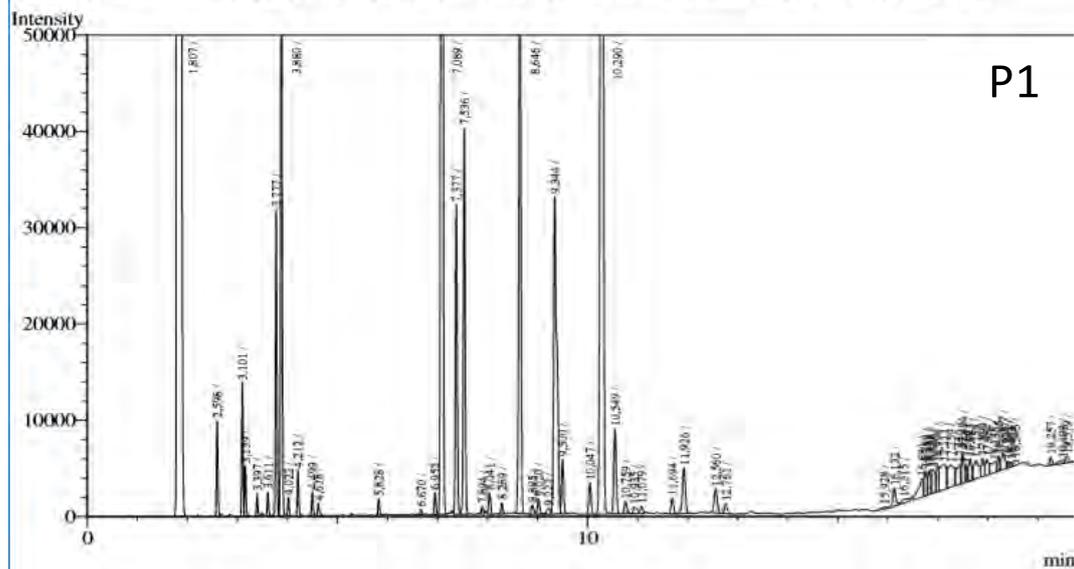


FIGURE 19 : DETERMINATION DES COMPOSES DES ECHANTILLONS D'APRES LES CHROMATOGRAPHIES OBTENUES EN GC-MS: FOCUS SUR I1, I3, NS1 ET P1

Data Name : C:\Users\GC-1\Desktop\Karina Petit\C. Roulier_5.3.2018\I1 HE.gcd
 Method Name : C:\GCsolution\Data\TP 3eme Année 2018\methodes\TP2016 MENTHE HE GNOSIE.gcm



Data Name : C:\Users\GC-1\Desktop\Karina Petit\C. Roulier_5.3.2018\p1 HE.gcd
 Method Name : C:\GCsolution\Data\TP 3eme Année 2018\methodes\TP2016 MENTHE HE GNOSIE.gcm



- **Rapport cinéole/limonène**

Le rapport entre le 1,8-cinéole et le limonène doit être supérieur à deux. Il est légèrement inférieur chez G3 (1,89), B3 (1,80) et A3 (1,72) et quasiment nul comme on peut s'y attendre chez NS1 (0,08), I1 (0,11) et I3 (0,06) du fait de l'absence du 1,8-cinéole.

B.1.4 DETECTION DE LA PRESENCE D'HUILE GRASSE

Après avoir déposé une à deux gouttes d'huile essentielle sur une feuille de papier, l'ensemble des échantillons s'est volatilisé, ce qui nous permet de conclure à la pureté de ces 12 HE (Figure 21).

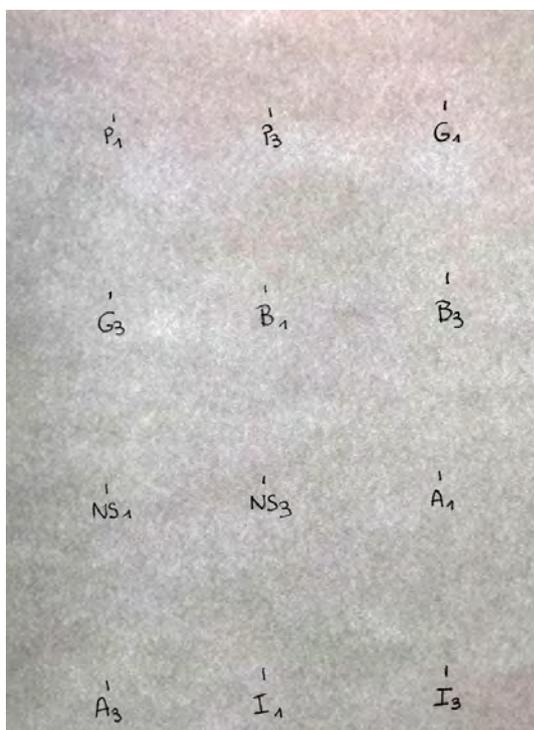


FIGURE 21 : DETECTION DE LA PRESENCE D'HUILE GRASSE DANS LES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVRE

B.2 LAVANDE FINE

B.2.1 ANALYSE EN CCM

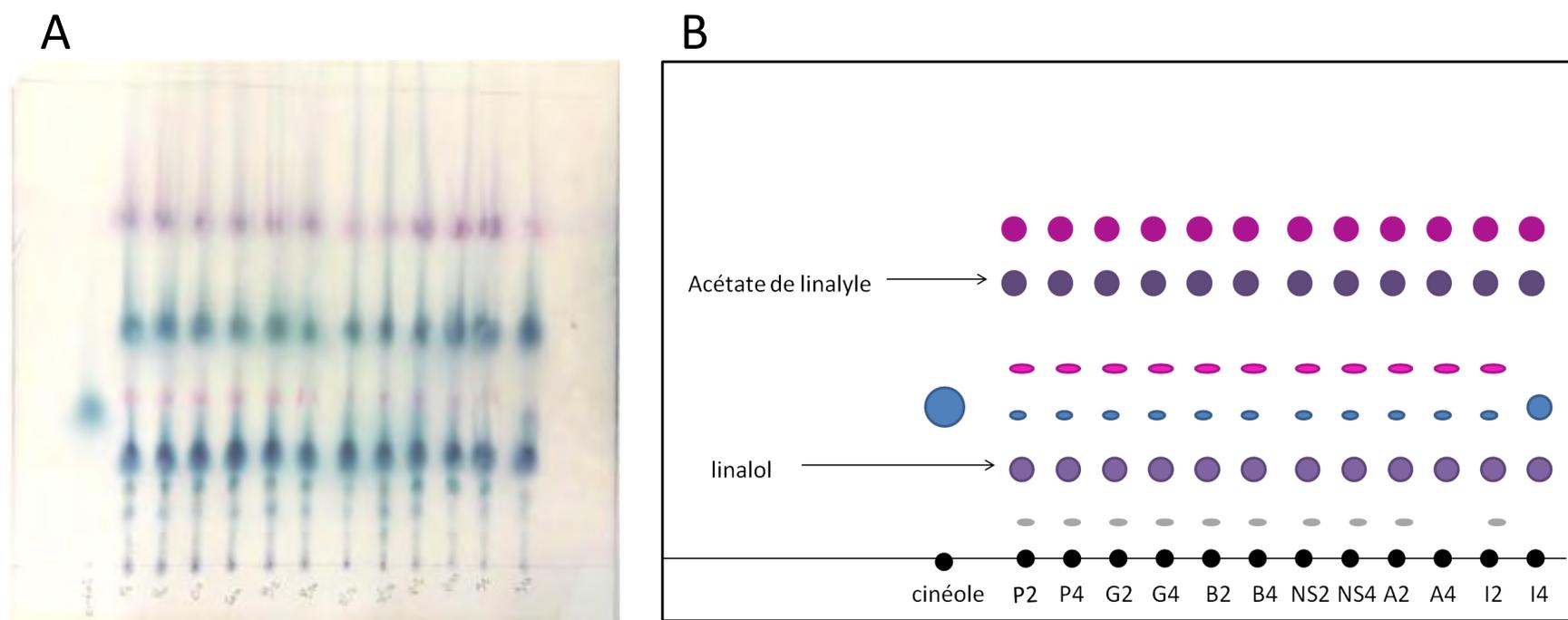


FIGURE 22 : RESULTAT DE LA CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE DES ECHANTILLONS D'HE DE LAVANDE FINE ELUANT : TOLUENE/ACETATE D'ETHYLE (95:5, v/v)

A : PHOTOGRAPHIE DE LA PLAQUE DE CCM DES HE DE LAVANDE FINE APRES REVELATION A 254 NM (ENTOURE EN GRIS) ET A LA VANILLINE SULFURIQUE (VISIBLE). B. : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE LA CCM DES HE DE LAVANDE FINE REVELEE A LA VANILLINE SULFURIQUE

La détection des bandes de lavande fine se réalise à la lumière du jour car aucune révélation n'est attendue à 254 nm. La vérification confirme qu'aucune bande n'est effectivement visible à cette longueur d'onde. Ne possédant pas les témoins de la lavande fine, les résultats sont comparés aux données de la pharmacopée européenne 9.5. Les résultats sont présentés dans la Figure 22. De bas en haut, on observe les bandes grisâtre ou brunâtre attendues dans la pharmacopée sauf chez A4 et I4, puis une bande violette très intense correspondant au linalol. Le 1,8-cinéole peut être présent dans les échantillons, on le retrouve effectivement de façon peu intense. Ensuite, on trouve une bande rose présente dans chaque huile essentielle sauf I4. Une bande violette intense correspondant à l'acétate de linalyle est nettement visible pour tous. On retrouve enfin une bande violette.

B.2.2 ANALYSE EN GC-MS

Comme pour la menthe poivrée, le limonène n'est pas détecté, tout comme le 3-octanone dans nos échantillons de lavande fine. Les pics les plus intenses sur les chromatogrammes ont été identifiés comme étant les produits attendus dans l'huile essentielle de lavande fine, à savoir le linalol et l'acétate de linalyle. Les pourcentages d'identification étaient significatifs pour l'ensemble des molécules présentées dans le Tableau 6. Basé sur ces chromatogrammes, une première estimation des pourcentages de chacun des composés présents a été réalisée. Pour le 1,8-cinéole, les valeurs semblent très importantes pour NS2 et I4, à raison de 5,50% et 6,74%, alors qu'elles sont trop faibles chez NS4 pour être détectées. Le camphre a tendance à être présent en quantité considérable pour NS2 et I4, respectivement à des taux de 2,76% et 8,73%. Pour les valeurs qui varient dans une moindre mesure, il semblerait que l'acétate de linalyle soit augmenté dans NS4 (49,15%), le lavandulol diminué pour G2 (0,22%) voire indétectables pour P2, P4, NS2, NS4 et I4, et que le terpinén-4-ol et l'acétate de lavandulyle soient eux aussi indétectables pour I4. Le bornéol a été renseigné car sa présence peut signifier une fraude (il est augmenté en cas de dilution de l'HE de lavande fine par celle de lavandin). Cependant, il ne fait pas partie des critères à vérifier dans les essais de la Pharmacopée pour l'HE de lavande fine.

Normes pharmacopée (%)		P2	P4	G2	G4	B2	B4
limonène	<1	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
1,8-cinéole	<2,5	1,27	1,65	1,89	1,68	1,54	1,55
3-octanone	[0,1; 5]	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
camphre	<1,2	0,29	0,27	0,38	0,25	0,45	0,73
linalol	[20 ; 45]	28,99	34,11	29,26	34,56	30,82	28,39
acétate de linalyle	[25 ; 47]	38,19	40,89	38,13	33,90	40,84	41,28
terpinén-4-ol	[0,1; 8]	6,11	1,40	6,62	4,52	3,08	5,54
acétate de lavandulyle	>0,2	4,03	3,96	4,31	4,49	3,74	4,18
lavandulol	>0,1	0,00	0,00	0,22	0,34	2,78	5,53
α-terpinéol	<2	1,45	0,78	1,19	1,38	1,14	0,60
BORNEOL	/	0,53	0,53	0,91	0,78	1,09	0,17

Normes pharmacopée (%)		NS2	NS4	A2	A4	I2	I4
limonène	<1	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
1,8-cinéole	<2,5	5,50	0,00	2,10	0,87	1,06	6,74
3-octanone	[0,1; 5]	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
camphre	<1,2	2,76	0,82	0,25	0,45	0,32	8,73
linalol	[20 ; 45]	41,81	38,95	34,85	33,74	27,50	31,25
acétate de linalyle	[25 ; 47]	43,20	49,15	29,95	37,82	38,20	42,46
terpinén-4-ol	[0,1; 8]	0,64	0,43	4,35	5,52	6,58	0,00
acétate de lavandulyle	>0,2	0,56	1,08	4,16	4,93	4,95	0,00
lavandulol	>0,1	0,00	0,00	0,37	0,26	0,21	0,00
α-terpinéol	<2	0,00	0,93	1,27	0,00	0,80	0,00
BORNEOL	/	1,09	0,26	0,58	0,85	0,50	1,00

TABLEAU 6 : QUANTITE DES COMPOSANTS ATTENDUS OBTENUE PAR GC-SM POUR LES ECHANTILLONS DE LAVANDE FINE

B.2.3 ANALYSE EN GC-FID

Normes pharmacopée (%)		P2		P4		G2		G4		B2		B4	
		FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA
limonène	<1	0,56	0,3	0,57	0,8	0,59		0,66		0,52	0,34	0,55	
1,8-cinéole	<2,5	0,93	0,29	1,28	0,7	1,09		1,14		0,86	0,56	0,99	
3-octanone	[0,1 ; 5]		0,17		2,8						0,23		
camphre	<1,2	0,18	0,22	0,15	0,2	0,32		0,15		0,27	0,34	0,21	
linalol	[20 ; 45]	31,79	29,3	35,92	33,4	30,38		38,27		33,81	31,3	29,95	
acétate de linalyle	[25 ; 47]	26,64	30,96	26,68	30,03	27,08		23,31		30,26	34,74	29,01	
terpinén-4-ol	[0,1 ; 8]		5,67		1,1						3,08		
acétate de lavandulyle	>0,2		3,61		3						2,92		
lavandulol	>0,1		0,88		0,8						0,86		
α-terpinéol	<2		0,91		0,9						1,06		

Normes pharmacopée (%)		NS2		NS4		A2		A4		I2		I4	
		FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA	FID	BA
limonène	<1	3,74		0,42		0,63		0,42		0,54		1,85	
1,8-cinéole	<2,5	2,19		0,13		1,45		0,72		0,61		5,03	
3-octanone	[0,1 ; 5]												
camphre	<1,2	2,21		0,57		0,17		0,20		0,28		7,71	
linalol	[20 ; 45]	46,44		41,00		38,79	35,44	32,80	31,11	29,57		38,83	
acétate de linalyle	[25 ; 47]	31,79		34,39		21,29	25,15	29,00	33,83	26,81		33,39	
terpinén-4-ol	[0,1 ; 8]						3,68		4,38				
acétate de lavandulyle	>0,2						3,35		4,25				
lavandulol	>0,1												
α-terpinéol	<2												

TABLEAU 7 : ESTIMATION DES QUANTITES RELATIVES DES MOLECULES DES HE DE LAVANDE FINE ANALYSEES PAR GC-FID ET COMPARAISON DES VALEURS OBTENUES (EN %) A CELLES DE LA PHARMACOPEE ET DES BULLETINS D'ANALYSE DES FOURNISSEURS

Pour l'interprétation des résultats de la lavande fine présentés dans le Tableau 7, les TR du limonène et du 1,8 cinéole issus de la menthe poivrée ont été utilisés, comme les paramètres de l'appareillage étaient identiques. Les taux de ces deux molécules sont conformes sauf pour 2 échantillons. Il s'agit de NS2 et I4, dont la quantité de limonène est respectivement de 3,74% et 1,85% pour une limite

maximum autorisée de 1%. Le 1,8-cinéole présent dans I4 atteint une valeur de 5,03% pour une limite maximum autorisée de 2,5%.

Avec les données de la pharmacopée et de la GC-MS, les pourcentages de linalol et d'acétate de linalyle ont été estimés via les aires obtenues en GC-FID. Ces deux composés sont les deux seules molécules clairement majoritaires de l'HE de lavande fine, et selon les ordres d'élution de la pharmacopée, le linalol est détecté avant l'acétate de linalyle. Les deux pics principaux ont donc permis de déterminer leurs concentrations. Leurs taux sont conformes sauf pour NS2 qui a une teneur en linalol augmentée de 46,44% par rapport aux 45% autorisés et pour G4 et A2 qui ont des taux d'acétate de linalyle respectivement de 23,31% et 21,29% pour une limite minimale de 25%. Il semblerait que ce soit notre méthode qui sous estime les taux d'acétate de linalyle (soulignés dans le tableau) lorsque l'on compare nos données avec celles obtenues par les bulletins d'analyse. Toutefois, ces écarts à la norme sont plutôt faibles et peuvent être attribués à l'erreur de mesure.

Pour le camphre, l'estimation s'est elle aussi appuyée sur les données obtenues en GC-MS. L'échantillon I4 contenant très peu de composés différents (15 au total), dont le camphre comme 3^e composé principal (avec le 1,8-cinéole, mais dont le TR était déjà connu). Le TR obtenu a été recoupé avec l'échantillon NS2 qui possédait lui aussi un taux élevé de camphre et peu de composés (14 au total). Nous avons donc validé le TR et l'avons appliqué aux autres échantillons de lavande fine en GC-FID, après vérification de la cohérence de l'ordre d'élution des composés selon la pharmacopée. On obtient alors un taux de camphre pour NS2 de 2,21% et pour I4 de 7,71 % avec pour limite maximale un taux de 1,2%.

B.2.4 DETECTION D'HUILE GRASSE

Au bout du temps escompté, on peut voir sur la Figure 23 que la totalité des huiles essentielles s'est bien volatilisée, à l'exception d'un échantillon : l'échantillon I4. Une tache huileuse persistante est présente sur la feuille de papier, signant un ajout d'huile grasse d'origine non déterminée.

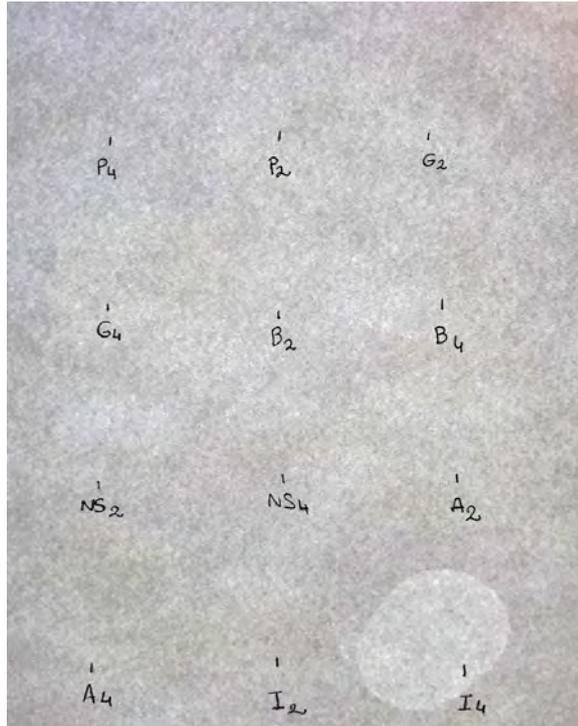


FIGURE 23 : DETECTION DE LA PRESENCE D'HUILE GRASSE DANS LES ECHANTILLONS D'HE DE LAVANDE FINE

On peut d'ores et déjà apercevoir des manquements à la conformité de certains de nos échantillons. Les différentes expériences permettent de se compléter en apportant des éléments qui ne sont pas toujours détectables selon les méthodes utilisées. L'impact de ces non conformités sera évalué dans la partie discussion.

III. ANALYSE DES INFORMATIONS ET CONSEILS RECUEILLIS

La qualité ne se limitant pas qu'au contenu de l'huile essentielle, l'analyse a été aussi réalisée en comparant les normes utilisées par les fournisseurs et en étudiant les informations à disposition du consommateur.

A. LES BULLETINS DE CONTROLE

Afin de comparer nos analyses et d'apporter des éléments complémentaires à nos expériences, les bulletins d'analyse des différents lots d'huiles essentielles ont été demandés auprès de leurs

fournisseurs respectifs. Les services clients ont été contactés par mail afin d’obtenir ces informations (Annexe 5). Les réponses figurent dans le Tableau 8.

P1	P3	G1	G3	B1	B3
Positive	Positive	Négative	Négative	Positive	Aucune
P2	P4	G2	G4	B2	B4
Positive	Positive	Négative	Négative	Positive	Aucune
NS1	NS3	A1	A3	I1	I3
Aucune	Négative	Positive	Positive	Négative	Aucune
NS2	NS4	A2	A4	I2	I4
Aucune	Négative	Positive	Positive	Négative	Aucune

TABLEAU 8 : REPOSE DES FOURNISSEURS A LA DEMANDE DES BULLETINS D'ANALYSE PAR MAIL

Quatre fournisseurs ont répondu de façon positive. Il s’agit des deux du secteur pharmacie, un du secteur magasin biologique et celui du site internet sécurisé. Les deux fournisseurs de GMS ont répondu de façon négative, tout comme un du secteur non spécialisé et un du secteur site internet non sécurisé. Leur principale raison était que les bulletins d’analyse étaient des documents internes non divulguables. Parmi les fabricants qui n’ont pas répondu, on trouve un du secteur biologique, un du secteur magasin non spécialisé, ainsi qu’un du secteur site internet non sécurisé.

Normes pharmacopée menthe poivrée		P1	P3	B1	A3	
densité	[0,900;0,916]	0,905	0,902	0,905	0,906	
pouvoir rotatoire	[-30;-10]	-21,8	-24	-20,9	NR	
indice de réfraction	[1,457;1,467]	1,4601	1,461	1,4613	NR	
odeur	caractéristique, suivie d'une sensation de fraîcheur	conforme	conforme	caractéristique	odeur forte mentholée caractéristique	
couleur	liquide incolore, jaune pâle ou jaune vert pâle	conforme	jaune pâle	jaune pâle	incolore	
aspect		conforme	conforme	limpide, liquide mobile	liquide limpide	
Indice d'acide	1,4<	NR	0,3	NR	NR	
Normes pharmacopée lavande fine		P2	P4	B2	A2	A4
densité	[0,878;0,892]	0,880	0,875	0,883	0,875	0,88
pouvoir rotatoire	[-12,5;-6]	NR	-10,2	-8,6°	NR	NR
indice de réfraction	[1,455;1,466]	1,462	1,466	1,4602	NR	NR
odeur	complexe, rappelant celle de l'acétate de linalyle	fleurie, fraîche	conforme	caractéristique	herbacée, florale, fraîche	conforme
couleur	liquide limpide, incolore ou jaune pâle	jaune clair	jaune pâle	jaune clair	jaune clair	non conforme
aspect		liquide mobile	conforme	limpide, liquide mobile	limpide, liquide mobile	conforme
Indice d'acide	1<	NR	0,2	NR	NR	NR

TABLEAU 9 : DONNEES COMPLEMENTAIRES OBTENUES PAR LES BULLETINS D'ANALYSES DES FOURNISSEURS

Il convient de noter que parmi les fournisseurs ayant communiqué leurs bulletins de contrôle (Tableau 9), tous ceux récupérés concluait à la régularité des lots. En effet, le faible écart de densité des échantillons P4 et A2 par rapport à la norme demandée peut être attribué à une erreur de mesure. Pour analyser leurs résultats, les fournisseurs peuvent se baser sur les normes de la Pharmacopée (française ou européenne), les normes AFNOR, ou encore leurs propres normes internes. Il n'existe **pas de consensus** sur les référentiels à utiliser, le fournisseur est libre de choisir ses propres normes. Une fois les bulletins d'analyses obtenus, nous avons comparé les normes utilisées comme référentiel. De manière générale, concernant les caractères d'identification (couleur, aspect, odeur) et les essais (pouvoir rotatoire, indice de réfraction et densité), les référentiels sont tous identiques ou très proches des monographies des HE sélectionnées. Cependant, on constate que l'ensemble des tests prévus ne sont pas réalisés. Afin d'assurer une

qualité pharmaceutique, ces tests doivent être complétés par l'indice acide pour les 2 types d'HE. Sur tous les échantillons sélectionnés, seuls P3 et P4 ont subis ce test. L'HE de lavande fine présente la particularité de devoir être analysée en chromatographie chirale, mais cette pratique n'est jamais réalisée en test de routine car l'appareillage est très coûteux.

B. ANALYSE DES CONDITIONNEMENTS DES HUILES ESSENTIELLES

B.1 DETERMINATION DES STATUTS

Les informations relatives au statut des huiles essentielles se trouvent soit sur leur conditionnement primaire soit sur le secondaire. Pour certaines d'entre elles il apparaît de façon très claire, comme les compléments alimentaires ou les cosmétiques, et pour d'autres l'identification est plus difficile. On trouve alors :

- Un cosmétique : l'échantillon P4 de lavande fine
- Des compléments alimentaires : les échantillons P1, P3, G1, B3 de menthe poivrée et P2, G2, B4, NS4 de la lavande fine

Pour les autres HE, les informations de statut ont été récupérées soit parce qu'elles étaient mentionnées sur le conditionnement ou soit via le site internet du fournisseur :

- Des huiles essentielles à usage alimentaire (arôme²⁰) : les échantillons G3, B1, NS3, A1, A3 et I1 (aussi utilisable par voie externe pour ce dernier) de menthe poivrée et G4, B2, A2, A4 de lavande fine
- Des huiles essentielles pour diffusion : NS1 pour la menthe poivrée et NS2 et I2 (aussi utilisable par voie externe pour ce dernier) pour la lavande fine

²⁰ D'après une fiche pratique éditée par la DGCCRF sur les huiles essentielles, les HE considérées comme denrées alimentaires sont divisées en deux catégories: les compléments alimentaires et les huiles commercialisées pour usage aromatique, soit des arômes [84].

- Des huiles essentielles considérées comme matière première pour cosmétique et pour diffusion : I3 pour la menthe poivrée et I4 pour la lavande fine

Ces deux dernières catégories n'appartenant à aucune catégorie spécifique relèvent donc du règlement REACH.

B.2 CONFORMITE DU PACKAGING

B.2.1 SELON AFNOR

Les huiles essentielles doivent être conditionnées dans des flacons en verre teinté. La présence d'un conditionnement secondaire en carton est souhaitée car il permet de protéger l'huile essentielle des rayons du soleil susceptibles de l'altérer. Tous les échantillons analysés étaient bien conditionnés dans des flacons adéquats, mais tous ne possédaient pas d'emballage en carton : il s'agit des échantillons A1, A3, I1 et I3 pour la menthe poivrée et A2, A4, I2 et I4 pour la lavande fine.

Les critères de la norme AFNOR NF T 75-002 ont été repris dans les tableaux ci-après (Tableau 10 et Tableau 11) afin de vérifier la conformité de l'étiquetage. Il faut noter qu'elle n'est pas opposable mais permet de faciliter l'identification du produit.

- **Menthe poivrée**

Les huiles essentielles P1, P3, G1, G3, B1, B3, A1 et A3 sont conformes à cette norme (Tableau 10). Les données manquantes concernent les techniques de production pour NS1, NS3, I1 et I3, ainsi que la partie utilisée pour NS1 et I3.

AFNOR NF T 75-002	P2	P4	G2	G4	B2	B4
désignation de l'HE	LAVANDE VRAIE	LAVANDE FINE	LAVANDE OFFICINALE	LAVANDE	LAVANDE FINE	LAVANDE FINE
nom latin	Lavandula angustifolia	Lavandula officinalis	Lavandula officinalis	Lavandula angustifolia	Lavandula angustifolia	Lavandula officinalis
partie utilisée	sommités fleuris	fleurs	sommités fleuris	sommités fleuris	sommités fleuris	fleurs
technique de production	vapeur d'eau OU extraction mécanique	distillation à la vapeur ou expression à froid	distillation à la vapeur	distillation à la vapeur d'eau	vapeur d'eau	distillation

AFNOR NF T 75-002	NS2	NS4	A2	A4	I2	I4
désignation de l'HE	LAVANDE OFFICINALE	LAVANDE	LAVANDE VRAIE	LAVANDE FINE haute provence AOP	LAVANDE VRAIE	LAVENDER
nom latin	Lavandula angustifolia	Lavandula officinalis L.	Lavandula angustifolia	Lavandula angustifolia	Lavandula A angustifolia	NR
partie utilisée	NR	sommités fleuris ou fleurs	sommités fleuris	sommités fleuris	fleurs	NR
technique de production	NR	NR	distillation	distillation	NR	NR

TABLEAU 10 : CRITERES D'ETIQUETAGE DES ECHANTILLONS DE MENTHE POIVREE SELON LA NORME AFNOR NF T 75-002

Il convient de revenir sur l'échantillon I3. Ce dernier est vendu comme menthe poivrée sur le site internet revendeur, mais aucun nom latin ne permet de vérifier l'espèce (Figure 24).



FIGURE 24 : PRESENTATION DE L'ECHANTILLON I3 SUR LE SITE INTERNET REVENDEUR

De plus, sur l'étiquette figure l'appellation « cornmint, » terme anglais signifiant menthe des champs (« peppermint » pour menthe poivrée). Cet échantillon a tout de même été sélectionné car c'est en recherchant une HE de menthe poivrée que nous avons été redirigés vers ce produit.

• **Lavande fine**

Parmi les huiles essentielles analysées, P2, P4, G2, G4, B2, B4, A2 et A4 sont conformes (Tableau 11). On constate néanmoins que NS2 ne comporte pas sur son conditionnement de mention permettant d'identifier la partie distillée, tout comme I4. Les techniques de production ne sont pas renseignées non plus pour NS2, NS4, I2 et I4. Le nom latin, déterminant majeur de l'identification de l'huile essentielle, n'apparaît pas non plus pour I4.

AFNOR NF T 75-002	P1	P3	G1	G3	B1	B3
désignation de l'HE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE
nom latin	mentha x piperita	mentha piperita	mentha piperita L.	mentha piperita	mentha piperita	mentha piperita
partie utilisée	parties aériennes fleuries	parties aériennes	parties aériennes	feuilles et parties aériennes	parties aériennes	parties aériennes
technique de production	vapeur d'eau OU extraction mécanique	distillation à la vapeur ou expression à froid	distillation à la vapeur	distillation à la vapeur	distillation à la vapeur	distillation

AFNOR NF T 75-002	NS1	NS3	A1	A3	I1	I3
désignation de l'HE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE	MENTHE POIVREE DE PROVENCE	MENTHE POIVREE	CORNMINT
nom latin	mentha piperita	mentha piperita L.	mentha piperita	mentha piperita	mentha piperita	NR
partie utilisée	NR	plante entière	sommités fleuries	sommités fleuries	feuilles	NR
technique de production	NR	NR	Distillation complète par entraînement à la vapeur d'eau	Distillation complète par entraînement à la vapeur d'eau	NR	NR

TABLEAU 11 : CRITERES D'ETIQUETAGE DES ECHANTILLONS DE LAVANDE FINE SELON LA NORME AFNOR NF T 75-002

B.2.2 SELON LES AUTRES REGLEMENTATIONS

B.2.2.1 LES COSMETIQUES

Seul l'échantillon P4 de lavande fine est concerné par cette législation. Cet échantillon comporte bien le nom du laboratoire et son adresse, le volume, la date limite d'utilisation, les précautions d'emploi, le numéro de lot et la mention « produit cosmétique ». La liste des ingrédients est inscrite en anglais « Lavandula officinalis flower oil, linalool, coumarin, farnesol, géraniol, limonene » et énumère bien chaque allergène susceptible d'être présent dans l'HE de lavande fine. Les allégations présentes « démangeaisons, irritations et sècheresse cutanée » sont bien en accord avec les allégations possibles pour les produits cosmétiques. En revanche, l'origine du produit doit mentionner un pays, seul « Europe » figure sur le conditionnement.

B.2.2.2 LES DENREES ALIMENTAIRES

Comme nous l'avons vu précédemment, les règles d'étiquetage des denrées alimentaires répondent à divers degrés d'obligations : principales et spécifiques en fonction des catégories de denrées. Les règles principales ne sont pas adaptées aux huiles essentielles, elles seront donc analysées en fonction des règles spécifiques.

• Les compléments alimentaires

Tous les échantillons portent bien le nom de la substance caractérisant le produit (huile essentielle de menthe poivrée ou lavande fine), la mention « ne pas dépasser la dose journalière recommandée » ou une formule équivalente et « ne peut remplacer une alimentation équilibrée et variée » ou une formule similaire. Cependant, la posologie varie en fonction des échantillons :

- 1 goutte 3 fois par jour pour les échantillons de menthe poivrée P3, B3

- 1 goutte 4 fois par jour pour l'échantillon de lavande fine B4

- 2 gouttes 3 fois par jour pour les échantillons de menthe poivrée P1, G1 et de lavande fine P2, G2 et NS4

De plus, l'échantillon G1 ne comporte pas de numéro de lot, de date d'expiration ni de lieu d'origine comme on peut le constater dans la Figure 25. L'étiquetage présent sur le conditionnement primaire montre pourtant un emplacement prévu à cet effet.



FIGURE 25: COMPARAISON DU CONDITIONNEMENT PRIMAIRE DE DEUX HUILES ESSENTIELLES D'UN MEME FOURNISSEUR : MISE EN AVANT D'UNE NON-CONFORMITE

•Les arômes

L'étiquetage des arômes est assez souple. Seul la mention arôme peut être présente, ou encore arôme de X ou bien une dénomination spécifique comme « huile essentielle de X ». Les arômes issus de denrées alimentaire allergènes doivent mentionner leur origine (exemple : « arôme (huile d'arachide)») [37]. Leur étiquetage ne devrait cependant pas comporter d'indication de posologie. On retrouve néanmoins les suivantes :

- 1 à 2 gouttes par jour pour les échantillons de menthe poivrée A1 et A3 et de lavande fine A2 et A4
- 1 goutte 3 fois par jour pour les échantillons de menthe poivrée I1
- 1 à 2 gouttes par jour pour les échantillons de menthe poivrée G3 et de lavande fine G4
- 2 gouttes 3 fois par jour pour les échantillons de menthe poivrée B1, NS3 et de lavande fine B2

B.2.3 LE REGLEMENT CLP

Il concerne cinq échantillons : NS1, NS2, I2, I3 et I4. Conformément au règlement CLP, le nom du fabricant et son adresse, le numéro de lot et la date d'expiration sont indiqués sur tous les échantillons. Si le pays d'origine de la plante n'est pas mentionné, c'est le pays du site de production qui l'est. Les échantillons NS1 et NS2 sont tous les deux conditionnés en France alors qu'I2 y est

fabriqué. Pour les échantillons I3 et I4, aucun pays de production, de fabrication ou de conditionnement n'est précisé. La fonction du produit est indiquée directement sur les emballages sauf pour I2 où il faut aller sur le site de la marque pour avoir cette information.

Les huiles essentielles étant considérées comme des substances dangereuses, des mentions supplémentaires doivent apparaître sur l'étiquetage. La quantité des HE est présente pour tous, mais le numéro de téléphone du fournisseur n'apparaît que pour NS1 et NS2. Des conseils de prudence et d'avertissements sont présents soit sous la forme de mentions telles que « tenir hors de portée des enfants » pour G1 ou encore « éviter le contact avec les yeux » pour NS1, soit sous la forme de pictogramme pour I1 préconisant de ne pas consommer chez la femme enceinte et en dessous de 3 ans. Seuls les échantillons NS1 et NS2 comportent des pictogrammes de danger.

C. ANALYSE DES CONSEILS DISPONIBLES

Les conseils peuvent être de plusieurs types. Tout d'abord, les conseils de prudence, relatifs aux risques du produit, comme par exemple les risques en cas de contact avec les yeux ou les muqueuses. Ces conseils figurent généralement sur le packaging (primaire et/ou secondaire) et sur les notices lorsqu'elles existent. Ensuite on trouve les conseils relatifs à la bonne utilisation, comme l'adéquation de posologie avec l'âge, la physiopathologie ou encore le traitement en cours. Bien que des livres soient souvent à la disposition du consommateur sur les lieux d'achats, leur accès est inconstant et leur valeur (au sens qualitatif des informations données) est parfois discutable (pas de mention de contre-indication par exemple). L'accès à l'information présente sur les produits est exposé dans le Tableau 12 et la Tableau 13.

Conseils de prudence du packaging	P1/P2	P3	P4	G1/G2	G3/G4	B1/B2	B3/B4	NS1/NS2	NS3	NS4	A1/A2 A3/A4	I1/I2	I3/I4
garder hors de portée des enfants		X	X	X		X	X	X	X	X	X		X
ne pas ingérer													X
ne se substitue pas à une alimentation variée et saine	X	X		X			X			X			
respecter les doses recommandées	X	X					X			X			
ne pas utiliser chez les enfants <7ans	X				X		X	X	X	X			
ne pas utiliser chez les enfants <3ans			X									X	
ne pas utiliser chez les femmes enceintes	X	X	X		X		X	X	X	X		X	
ne pas utiliser chez les personnes épileptiques et hypersensibles		X	X				X		X	X			
ne pas utiliser chez certaines personnes		X		X									
ne pas utiliser pure	X	X	X	X	X				X	X			
ne pas utiliser sans support							X						
réaliser un test de tolérance cutanée préalable			X					X					
ne pas fumer à proximité								X					
en cas de contact avec les yeux et muqueuses, rincer à l'eau claire puis avec une huile végétale			X		X			X	X				X
éviter une exposition solaire après application					X								
ne pas jeter dans l'évier ou la nature					X								
conserver à l'abri de la lumière, de l'air et de la chaleur	X	X	X	X	X	X			X	X			

TABLEAU 12 : DETAILS DES INFORMATIONS PRESENTES SUR LE PACKAGING DES ECHANTILLONS D'HUILES ESSENTIELLES DE MENTHE POIVREE ET DE LAVANDE FINE

Conseils de prudence de la notice	P1/P2	P3	P4	G1/G2	G3/G4	B1/B2	B3/B4	NS1/NS2	NS3	NS4	A1/A2 A3/A4	I1/I2	I3/I4
tenir hors de portée des enfants	X			X	X	X		X			X		
ne pas utiliser chez les enfants <7ans	X			X	X								
ne pas utiliser chez les enfants <36 mois					X	X							
ne pas utiliser chez les femmes enceintes	X			X	X	X							
ne pas utiliser chez les épileptiques				X									
ne pas utiliser chez les personnes âgées				X									
éviter le contact avec les yeux, les muqueuses, conduits auditifs	X			X		X					X		
en cas de contact avec les yeux et muqueuses, rincer à eau claire puis HV	X			X									
ne pas pulvériser au dessus d'une flamme						X							
peut provoquer une irritation cutanée								X			X		
en cas d'ingestion massive, contacter centre antipoison	X			X		X		X					
mise en garde photosensibilisation						X					X		
pas de rejet dans l'environnement					X			X					
ne pas utiliser en continu				X									
ne pas utiliser pure	X			X	X								
conserver à l'abri de la lumière, de l'air et de la chaleur bien bouché	X			X	X	X		X					

TABLEAU 13 : DETAILS DES INFORMATIONS PRESENTES SUR LA NOTICE DES ECHANTILLONS D'HUILES ESSENTIELLES DE MENTHE POIVREE ET DE LAVANDE FINE

Tous les échantillons disposent de conseils d'utilisation, mais ils restent parfois très limités. Par exemple, les échantillons I1 et I2 ne disposent que de deux pictogrammes contre indiquant le produit aux femmes enceintes et aux enfants de moins de 3 ans. Ces pictogrammes sont apposés sur l'ensemble de la gamme, ne prenant pas en compte des spécificités des HE. En effet, comme cité précédemment, on préférera l'utilisation de l'HE de menthe poivrée à partir de 12 ans. De même l'HE de lavande fine peut être utilisée chez la femme enceinte [72][73].

Les magasins de grande et moyenne distribution tout comme les magasins biologiques et les magasins non spécialisés sont des lieux d'achat en libre service, rares sont les personnes à disposition pour un conseil. De plus, le personnel n'est en grande majorité pas formé pour ce type de requête. C'est pourquoi des ouvrages sont positionnés à proximité. La présence d'un livre d'information nous a cependant interpellés dans un des magasins non spécialisés. En effet, les échantillons NS1 et NS2, ainsi que l'ensemble du reste de la gamme d'HE, sont présentés comme HE pour diffusion. Mais au sein de leur présentoir, un livre d'aromathérapie était à disposition. Ce livre indiquait les utilisations par les différentes voies courantes, dont la voie orale et cutanée. La présence de ce livre peut amener à penser que les HE présentées au consommateur peuvent être utilisées par d'autres voies que celle proposée. Il aurait été plus judicieux de proposer un livre spécialisé dans la diffusion d'HE comme il en existe pour ne pas embrouiller le consommateur. De plus, en analysant la notice (Figure 26), on peut voir que certaines HE de cette gamme (pour inhalation) sont nocives par inhalation comme la lavande aspic, accentuant l'incohérence du statut à l'utilisation.

	1	2
→ Provoque une sévère irritation des yeux		
→ Nocif par inhalation	●	
Risque cancérogène et/ou génétique non avéré		
Toxique ou nocif pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme	●	●
En cas de consultation d'un médecin, garder à disposition le récipient ou l'étiquette	●	●
Tenir hors de portée des enfants	●	●
Tenir à l'écart de la chaleur, des étincelles, des flammes nues, des surfaces chaudes. Ne pas fumer	●	
→ Éviter de respirer les vapeurs, poussières, fumées, gaz, brouillard, aérosol		
Se laver les mains soigneusement après utilisation		

	3
Provoque une sévère irritation des yeux	
Risque cancérogène et/ou génétique non avéré	
Toxique ou nocif pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme	●
En cas de consultation d'un médecin, garder à disposition le récipient ou l'étiquette	●
Tenir hors de portée des enfants	●
Tenir à l'écart de la chaleur, des étincelles, des flammes nues, des surfaces chaudes. Ne pas fumer	
→ Éviter de respirer les vapeurs, poussières, fumées, gaz, brouillard, aérosol	●
Se laver les mains soigneusement après utilisation	●

FIGURE 26 : EXTRAIT DE LA NOTICE DES ECHANTILLONS NS1 ET NS2 PRESENTANT LES CONSEILS DE PRUDENCE DE LA GAMME D'HE POUR INHALATION PROPOSEE PAR CE FOURNISSEUR
1. LAVANDE ASPIC. 2. LAVANDE FINE. 3. MENTHE POIVREE

Concernant les indications, elles ne figurent généralement pas sur les différents conditionnements, elles sont le plus souvent à disposition sur le site internet de la marque correspondante, ou dans les ouvrages à proximité pour les HE achetées en boutique, quand ils sont présents. Certains laboratoires pharmaceutiques ne préfèrent pas faire figurer d'indications pour laisser sa place au conseil pharmaceutique.

IV. ANALYSE DU PRIX DES ECHANTILLONS

La grande majorité des HE sélectionnées était conditionnée dans des flacons de 10 mL. Trois d'entre elles possédaient un volume de 15 mL, le prix a donc été rapporté pour un volume de 10 mL afin de pouvoir être comparé. Les échantillons ont été achetés en février 2018. Ces prix sont susceptibles de varier en fonction des distributeurs. Les prix indiqués sont les prix des HE uniquement, hors frais de port, présentés dans la Figure 27 : Prix des échantillons des huiles essentielles de menthe poivrée en fonction du lieu d'achat Figure 27 et la Figure 28. Pour les échantillons A1, A2, A3 et A4, les frais de port étaient offerts en relais colis et était de 2 € en livraison à domicile. Ceux des échantillons I1 et I2 était de 2 € en relais colis et 5 € en livraison à domicile. Ceux d'I3 et I4 était de 2,95 € en relais colis, les autres frais de port variaient en fonction du délai de livraison souhaité.

A. MENTHE POIVREE

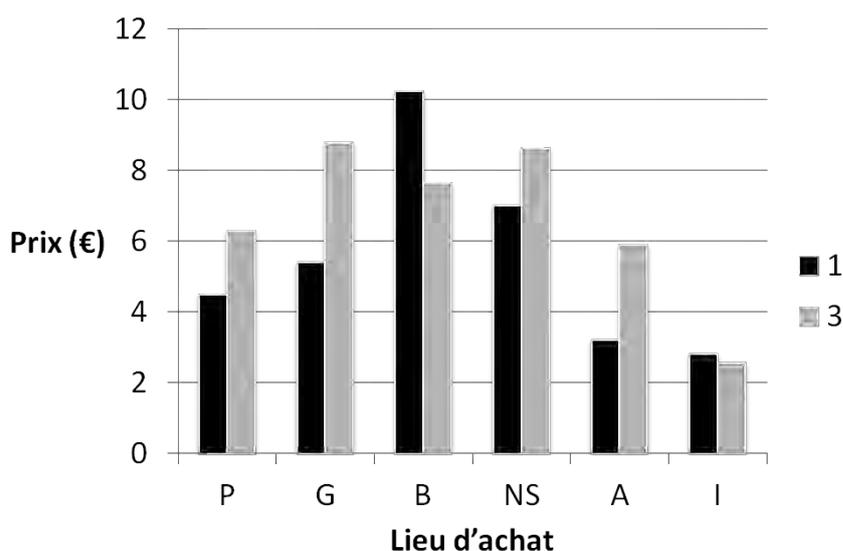


FIGURE 27 : PRIX DES ECHANTILLONS DES HUILES ESSENTIELLES DE MENTHE POIVREE EN FONCTION DU LIEU D'ACHAT

Le prix moyen d'achat global des HE de menthe poivrée sélectionnées est de 6,07 €. En pharmacie, la moyenne du prix d'achat des HE est de 5,35 €, contre 7,09 € en GMS, 8,95 € en magasin biologique, 7,81 € en magasin non spécialisé, 4,55 € sur le site internet de référence et 2,67 € pour les sites internet via l'onglet shopping d'un moteur de recherche. Pour une même huile essentielle, l'écart de prix varie de 1 à 3,5.

B. LAVANDE FINE

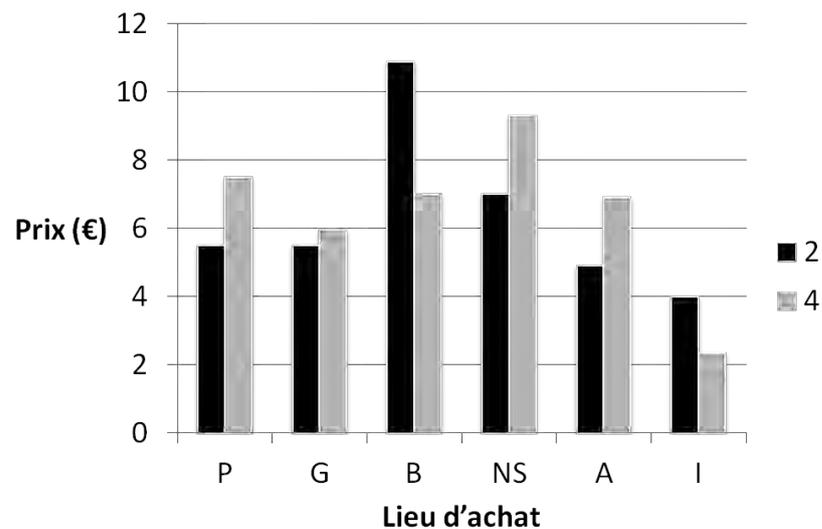


FIGURE 28 : PRIX DES ECHANTILLONS DES HUILES ESSENTIELLES DE LAVANDE FINE EN FONCTION DU LIEU D'ACHAT

Le prix moyen d'achat global de nos échantillons de lavande fine est de 6,40 €. Le prix moyen des HE en pharmacie est de 6,49 €, en GMS de 5,73 €, en magasin biologique de 8,95 €, en magasin non spécialisé de 8,15 €, sur le site internet de référence de 5,90 € et sur les sites internet via l'onglet shopping d'un moteur de recherche de 3,18 €. L'écart de prix entre les huiles essentielles de lavande est plus important que celui de la menthe, avec un écart de prix pouvant aller de 1 à 4,5.

Afin de récapituler l'ensemble des données intrinsèques analysées dans cette partie, les résultats sont regroupés dans les Tableau 14, Tableau 15, **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Tableau 16 et Tableau 17.

Echantillons		P1	P3	G1	G3	B1	B3
Statut		CA	CA	CA	Arôme	Arôme	CA
Analyse CCM		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Analyse GC-MS		- 1,8-cinéole augmenté	- menthofurane diminué	- 1,8-cinéole augmenté	- menthofurane indétecté	- menthofurane indétecté	conforme
Analyse GC-FID Sur les 5/10 molécules analysées		conforme	conforme	conforme	- rapport 1,8-cinéole/limonène faible	conforme	- rapport 1,8-cinéole/limonène faible
Détection d'huile grasse		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Bulletins d'analyses fournis		OUI	OUI	NON	NON	OUI	NON
Essais relatifs à la pharmacopée	Essais réalisés	conforme	conforme	NR	NR	conforme	NR
	Essai(s) manquant(s)	- indice d'acide	/			- indice d'acide	
Analyse packaging selon AFNOR		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Analyse packaging selon la réglementation spécifique		conforme	conforme	- numéro de lot manquant - date de péremption manquante	- mention de posologie : inadapté au statut	- mention de posologie : inadapté au statut	conforme

NR : non renseigné

TABLEAU 14 : TABLEAU RECAPITULATIF DE LA CONFORMITE DES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVREE (1/2)

Echantillons		NS1	NS3	A1	A3	I1	I3
Statut		Produit chimique	Arôme	Arôme	Arôme	Arôme	Produit chimique
Analyse CCM		- molécule supplémentaire - absence de 1,8-cinéole	conforme	conforme	conforme	- molécule supplémentaire - absence de 1,8-cinéole	- molécule supplémentaire - absence de 1,8-cinéole
Analyse GC-MS		- menthofurane et 1,8-cinéole indétectés - isopulégol augmenté	conforme	conforme	conforme	- menthofurane et 1,8-cinéole indétectés - isopulégol augmenté	- menthofurane et 1,8-cinéole indétectés - isopulégol augmenté
Analyse GC-FID Sur les 5/10 molécules analysées		- limonène augmenté, - 1,8-cinéole diminué - menthofurane indétectable - présence d'une molécule inconnue - rapport 1,8-cinéole/limonène quasi nul	conforme	conforme	- rapport 1,8-cinéole/limonène faible	- 1,8-cinéole diminué - menthofurane indétectable - présence d'une molécule inconnue - rapport 1,8-cinéole/limonène quasi nul	- 1,8-cinéole diminué - menthofurane indétectable - présence d'une molécule inconnue - rapport 1,8-cinéole/limonène quasi nul
Détection d'huile grasse		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Bulletins d'analyses fournis		NON	NON	NON	OUI	NON	NON
Essais relatifs à la pharmacopée	Essais réalisés	NR	NR	NR	conforme	NR	NR
	Essai(s) manquant(s)				- indice d'acide		
Analyse packaging selon AFNOR		- partie utilisée - technique de production	- technique de production	conforme	conforme	- technique de production	- technique de production - partie utilisée - nom latin
Analyse packaging selon la réglementation spécifique		conforme	- mention de posologie : inadapté au statut	- mention de posologie : inadapté au statut	- mention de posologie : inadapté au statut	- mention de posologie : inadapté au statut	- pays manquant - n° de téléphone manquant

NR : non renseigné

TABLEAU 15 : TABLEAU RECAPITULATIF DE LA CONFORMITE DES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVREE (2/2)

Echantillons		P2	P4	G2	G4	B2	B4
Statut		CA	Cosmétique	CA	Arôme	Arôme	CA
Analyse CCM		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Analyse GC-MS		- lavandulol indéecté	- lavandulol indéecté	- lavandulol faible	conforme	conforme	conforme
Analyse GC-FID Sur les 5/10 molécules analysées		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Détection d'huile grasse		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Bulletins d'analyses fournis		OUI	OUI	NON	NON	OUI	NON
Essais relatifs à la pharmacopée	Essais réalisés	conforme	- densité trop faible (écart de 3,5%)	NR	NR	conforme	NR
	Essai(s) manquant(s)	- pouvoir rotatoire - indice d'acide	/			- Indice d'acide	
Analyse packaging selon AFNOR		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	conforme
Analyse packaging selon la réglementation spécifique		conforme	- imprécis : continent mentionné au lieu du pays	conforme	- mention de posologie : inadapté au statut	- mention de posologie : inadapté au statut	conforme

NR : non renseigné

TABLEAU 16 : TABLEAU RECAPITULATIF DE LA CONFORMITE DES ECHANTILLONS D'HE DE LAVANDE FINE (1/2)

Echantillons		NS2	NS4	A2	A4	I2	I4
Statut		Produit chimique	CA	Arôme	Arôme	Produit chimique	Produit chimique
Analyse CCM		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	- 1,8-cinéole augmenté
Analyse GC-MS		- 1,8-cinéole et camphre augmentés - lavandulol indétecté	- 1,8-cinéole non détecté - acétate de linalyle augmenté - lavandulol indétecté	conforme	conforme	conforme	- 1,8-cinéole et camphre augmenté - terpinén-4-ol, acétate de lavandulyle et lavandulol indétectés
Analyse GC-FID Sur les 5/10 molécules analysées		- limonène et camphre augmentés	conforme	conforme	conforme	conforme	- limonène, 1,8-cinéole et camphre augmentés
Détection d'huile grasse		conforme	conforme	conforme	conforme	conforme	- présence d'huile grasse
Bulletins d'analyses fournis		NON	NON	OUI	OUI	NON	NON
Essais relatifs à la pharmacopée	Essais réalisés	NR	NR	- densité trop faible (écart de 3,5%),	conforme	NR	NR
	Essai(s) manquant(s)			- pouvoir rotatoire, - indice de réfraction - indice d'acide	- pouvoir rotatoire, - indice de réfraction - indice d'acide		
Analyse packaging selon AFNOR		- partie utilisée - technique de production	- technique de production	conforme	conforme	- technique de production	- technique de production - partie utilisée - nom latin
Analyse packaging selon la réglementation spécifique		conforme	conforme	- mention de posologie : inadapté au statut	- mention de posologie : inadapté au statut	- n° de téléphone manquant	- pays manquant - n° de téléphone manquant

NR : non renseigné

TABEAU 17 : TABLEAU RECAPITULATIF DE LA CONFORMITE DES ECHANTILLONS D'HE DE LAVANDE FINE (2/2)

PARTIE III DISCUSSION

Suite aux différentes analyses réalisées et aux résultats obtenus, cette dernière partie de la thèse est dédiée à la discussion des résultats obtenus. En s'intéressant à la fois à la partie purement analytique du travail, mais aussi à l'aspect réglementaire, plusieurs points importants ont été relevés et montrent des disparités importantes selon les réseaux de distribution des huiles essentielles. La place du pharmacien dans le contexte actuel de croissance importante du marché des huiles essentielles en regard avec l'ensemble des résultats obtenus est également discutée et met en avant l'importance du rôle de celui-ci pour permettre au consommateur d'accéder à l'aromathérapie de manière sûre et efficace.

I. ANALYSE INTRINSEQUE DES HUILES ESSENTIELLES

A. ANALYSES QUALITATIVES ET QUANTITATIVES

Comme vu dans la partie précédente, les huiles essentielles sélectionnées dans le cadre de cette thèse ont été analysées par différentes méthodes d'analyse. La CCM a pu mettre en avant l'analyse à la fois la fraction volatile et non volatile des HE et a pu donner une appréciation semi-quantitative des composés. La GC-MS quant à elle a permis l'individualisation des molécules de la fraction volatile ainsi que leur identification à l'aide d'une base de données de molécules connues, tout en permettant d'avoir une première estimation de leur quantité. Elle a servi à conclure sur la **composition chimique**. L'analyse en GC-FID étant la méthode de référence de la Pharmacopée européenne, c'est donc elle qui a permis de déterminer la teneur réelle en composés de la fraction volatile de l'HE, et donc de conclure sur sa **conformité quantitative**. L'analyse des bulletins de contrôle et de la présence d'huile grasse ont aidées à compléter l'aspect qualitatif des échantillons.

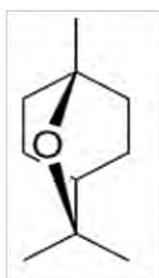
A.1 MENTHE POIVREE

Les échantillons d'huiles essentielles de menthe poivrée analysés en CCM ont permis de révéler une première différence assez marquée pour trois échantillons, avec une vraisemblable absence de 1,8-cinéole. En effet, pour NS1, I1 et I3, aucune bande n'est apparue en regard de la solution témoin, alors qu'il s'agit d'un composé secondaire dont la teneur attendue (entre 3,5 et 8%) lui permet

d'être détectable par cette méthode. Les analyses en GC-MS et GC-FID ont confirmées cette observation, avec l'absence de pic correspondant en GC-MS ou des quantités très faibles en GC-FID (moins de 0,3%).

A cela s'est ajoutée la présence d'une tierce molécule pour ces trois échantillons. Une bande légèrement moins éluee que le 1,8-cinéole était en effet présente à une distance identique du point de dépôt (même facteur de rétention) pour ces trois échantillons, ce qui laisse supposer qu'il s'agit de la même molécule. Comme elle est retenue par la plaque à proximité du 1,8-cinéole, cela signifie que leurs polarités sont similaires. L'identification de cette molécule a été entreprise par GC-MS mais n'a pas permis d'aboutir à un résultat concluant. Tout d'abord, pour repérer le pic correspondant, le 1,8-cinéole éluant à un TR moyen de 10,58 minutes a été pris comme référence. Alors que ce dernier était reconnu avec un score de concordance de 81% avec la base données interrogée, ne laissant aucun doute sur la validité de son identification, un pic de temps de rétention très proche a été observé systématiquement dans les échantillons NS1, I1 et I3 à des temps de rétention de 10,53 min, 10,57 min et 10,55 min, qui lui retournait des concordances de spectres de masse avec des molécules référencées très faibles. Notamment, le D-limonène est un hit qui est apparu systématiquement, mais avec un score de 30% uniquement. Le limonène normalement présent dans l'HE de menthe est la forme énantiomérique S lévogyre (L-limonène), alors qu'ici c'est l'énantiomère R dextrogyre (D-limonène) qui était proposé comme identification. Le D-limonène ou (R)-(+)-limonène est le composé majoritaire des agrumes (pamplemousse, orange...), c'est d'ailleurs du citron qu'il tient son nom [74]. Il est donc incohérent d'en retrouver dans nos échantillons de menthe poivrée. La molécule inconnue est donc vraisemblablement un terpène de structure analogue à celle du cinéole et du D-limonène, mais nous n'avons pu l'identifier (Figure 29).

1,8 cinéole



limonène

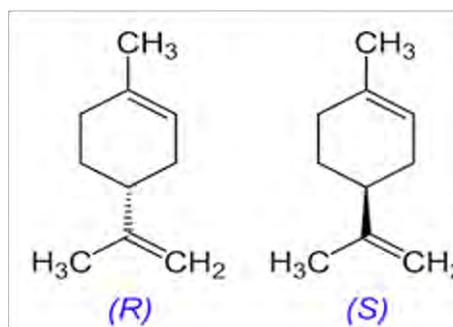


FIGURE 29 : COMPARAISON DES STRUCTURES DU 1,8 CINEOLE ET DES ENANTIOMERES (S)-(-)-LIMONENE ET (R)-(+)-LIMONENE

Le limonène attendu dans l'ensemble de nos échantillons n'apparaît pas en GC-MS. Il est possible qu'il soit co-élué avec un autre terpène. Pour s'assurer de sa présence en GC-MS, on aurait pu essayer de le détecter en utilisant une 2^e colonne possédant une phase stationnaire de polarité différente [26]. C'est en analyse GC-FID qu'on confirme sa présence, en quantités correspondantes à celles indiquées dans la Pharmacopée, avec une valeur très légèrement supérieure à la valeur maximale autorisée pour NS1. Toutefois, cette différence est assez faible et peut être attribuée à l'erreur de mesure. Ces résultats confortent le fait que le limonène ne correspond pas à la molécule inconnue détectée chez NS1, I1 et I3, car seuls ces 3 échantillons en contiennent. Grâce aux données obtenues en GC-FID, la concentration de la molécule inconnue a pu être estimée. Il semblerait qu'en plus de ces trois échantillons, A1 et A3 en possèdent à l'état de trace (0,11% et 0,08%). Leur très faible teneur explique pourquoi elle n'a pas été détectée en CCM. La quantité estimée pour NS1 est de l'ordre de 0,89% et de plus de 1% pour I1 et I3, c'est-à-dire autant que le minimum requis pour les molécules secondaires telles que le limonène et le menthofurane. On peut donc supposer que la présence de cette molécule non déterminée aura un **impact sur les propriétés** de ces HE. Les quantités d'isopulégol estimées semblent être supérieures aux quantités attendues (3 échantillons sur 12 seulement sont conformes). La comparaison de nos valeurs avec celles des bilans d'analyse semble d'ailleurs confirmer que ces taux soient surestimés, c'est pourquoi nous n'en tiendrons pas compte pour conclure.

Pour G3, B3 et A3, seuls les rapports cinéole/limonène ne sont pas conformes à la pharmacopée. Il faudrait réaliser des études plus précises permettant de démontrer si cela a un impact sur les propriétés de l'HE.

Le menthofurane est absent des échantillons NS1, I1 et I3. La raison sera expliquée dans la partie « fraude et risque à l'utilisation » (Partie III. I analyse intrinsèque des HE B.1 Menthe poivrée).

En conclusion, pour les tests réalisés dans cette étude, les échantillons issus de la pharmacie P1 et P3, de grande surface G1, de magasin biologique B1, du magasin non spécialisé NS3 et du site internet spécialisé dans l'aromathérapie A1 ont une composition chimique conforme à la Pharmacopée. Cependant, ces critères restent insuffisants pour conclure à une conformité globale, c'est pourquoi les bulletins d'analyses sont indispensables. Parmi ces échantillons, les données complémentaires permettent de conclure que P1, P3 et B1 sont de **qualité pharmaceutique** (il faudrait toutefois compléter ces expériences avec l'indice d'acide pour P1 et B1).

Les échantillons issus de grande surface G3, du magasin biologique B3 et du site internet de référence en aromathérapie A1 et A3 sont à la limite de la conformité. L'absence de données complémentaires devra rendre prudente leur utilisation. En revanche, la composition incertaine des huiles essentielles issues du magasin non spécialisé (NS1) et des sites internet autres (I1 et I3) exclut totalement la possibilité de les utiliser en thérapeutique, car on ne peut prévoir l'impact de cette molécule inconnue. Sur l'ensemble de nos échantillons de menthe poivrée, un quart des huiles essentielles est donc incompatible avec un usage en aromathérapie.

A.2 LAVANDE FINE

L'analyse en GC-FID de la lavande confirme la présence de limonène dans les échantillons bien qu'il ne soit pas détecté en GC-MS, comme c'était le cas pour la menthe poivrée. On suppose que le 3-octanone est occulté de la même manière car il est indétectable en GC-MS. Cependant, ne connaissant pas son TR en GC-FID, il n'a pas été possible d'infirmier son absence. Cette molécule est un constituant secondaire de la lavande fine à mesurer d'après la monographie de la Pharmacopée européenne. Il aurait été souhaitable d'en connaître la teneur pour conclure sur la conformité de nos échantillons.

L'analyse en CCM de lavande fine ne montre pas de variations importantes, on retrouve bien toutes les bandes décrites dans la pharmacopée. On peut juste noter une bande d'intensité plus importante pour le 1,8-cinéole chez I4, dont la GC-FID confirme la teneur nettement augmentée (double de la valeur autorisée).

Les données combinées de l'analyse en GC-MS, GC-FID et des bulletins d'analyses permettent de conclure que P2, P4 et B2 satisfont les critères de composition chimique de l'HE de lavande fine selon la Pharmacopée. Les essais de densité, d'indice de réfraction et d'angle de rotation optique sont aussi en adéquation avec cette dernière, mis à part un faible écart pour l'échantillon P4. Les essais d'indice acide et de pureté chirale permettraient de compléter notre analyse.

Selon les données disponibles, il semblerait que G2, B4, NS4, A4 et I2 soient conformes aux normes. Cependant, l'absence de renseignements complémentaires ne permet pas de conclure sur un usage thérapeutique. Parmi les échantillons les plus préoccupants, on note que NS2 et I4 ont 3 valeurs de molécules sur les 10 étudiées en dehors des normes de la Pharmacopée. Les valeurs les plus

inquiétantes concernent le camphre, une molécule neurotoxique, qui atteint un taux 6 fois plus élevé que celui autorisé. Or cette HE, ne devant en principe en contenir que très peu, peut être conseillée chez les jeunes enfants et les femmes enceintes. L'utilisation de NS2 et surtout de I4 pourrait avoir de graves conséquences si ces HE étaient utilisées par ces populations. Par ailleurs, l'ajout d'une huile grasse dans l'échantillon I4 confirme bien que cette HE ne doit absolument pas être utilisée en aromathérapie car il s'agit d'une HE totalement falsifiée.

On retiendra que les échantillons utilisables en aromathérapie sont P2 et P4 provenant de pharmacie et B2 d'un magasin biologique car ils sont de qualité pharmaceutique. En regardant les bulletins de contrôle fournis par le site internet de référence, on constate que les éléments analytiques étudiés ne sont pas en total accord avec les essais attendus par la pharmacopée, et sont donc insuffisants pour conclure à une qualité satisfaisante des échantillons A2 et A4. Il aurait été dans l'intérêt des autres fournisseurs de partager leurs bulletins d'analyse afin de valider la conformité de leurs échantillons, palliant ainsi la limite de l'absence de témoins pour nos analyses de la lavande fine.

B. INFORMATION INCOMPLETE, FRAUDE ET RISQUE A LA CONSOMMATION

B.1 MENTHE POIVRÉE

L'échantillon I3 est présenté et vendu en tant que menthe poivrée sur le site revendeur. Pourtant l'étiquette mentionne « cornmint », signifiant menthe des champs (*Mentha arvensis*) en anglais. L'absence de nom latin contribue à faire planer le doute sur la véritable identité de la plante utilisée. Ce genre d'incohérence peut être non seulement à l'origine de confusion, mais peut aussi viser à tromper le consommateur. L'HE de menthe des champs (*Mentha arvensis*) est effectivement moins chère que celle de menthe poivrée et il arrive qu'elle soit utilisée en adultérant [66].

L'analyse des composants de l'HE permet de détecter cette fraude, car ces deux menthes possèdent des molécules qui leur sont propres. En effet, le menthofurane est attendu à des taux compris entre 1 et 8 % dans la menthe poivrée selon la pharmacopée européenne, alors qu'il est présent à l'état de traces (de l'ordre de 0,01%) voire complètement absent dans la menthe des champs [66][75]. Cette théorie est vérifiée avec notre échantillon I3, qui ne possède effectivement pas de menthofurane d'après la GC-FID. Cela est aussi vérifié pour les échantillons I1 et NS1, ce qui laisse supposer qu'elles

sont elles aussi **des HE de menthe des champs**. Concernant les échantillons A1 et A3, la molécule inconnue qui semble être un marqueur de la menthe des champs est retrouvée à l'état de trace. Il est alors possible que ces HE aient été coupées ou contaminées (malfaçon, en dehors de l'intention du fournisseur) par de la menthe des champs. Cela permettrait aussi d'expliquer pourquoi il n'y a pas de 1,8-cinéole dans ces 3 échantillons, car cette molécule n'est pas présente à des taux aussi élevés dans la menthe des champs que dans la menthe poivrée: respectivement 0,5% contre environ 5%. On présume alors que la molécule inconnue est un composant secondaire de la menthe des champs [75].

Toutefois l'HE de menthe des champs est normalement plus concentrée en menthol, de l'ordre de 70%, alors que dans les analyses réalisées ici, on en trouve autour de 42% dans les 3 huiles essentielles douteuses. L'hypothèse qui semble la plus probable est que ces huiles essentielles (NS1, I1 et I3) correspondent en réalité à des **HE de menthe des champs démentholées**. En effet, la majorité de la menthe poivrée servant à la fabrication de l'huile essentielle correspondante est cultivée en Inde, en même temps que la menthe des champs de laquelle est extraite le menthol. Après extraction du menthol, l'HE résiduelle de menthe des champs est d'ailleurs souvent associée avec l'HE de menthe poivrée puis le mélange est vendu comme « huile essentielle de menthe démentholée ». Mais une fois sur le marché européen, il est rebaptisé « huile essentielle de menthe poivrée », sans ne plus faire aucune mention des traitements subis [76][77]. Aux vues des concentrations des composants des trois échantillons I1, I3 et NS1, on suppose qu'il n'y a pas eu de mélange, car des molécules comme le menthofurane auraient dû se retrouver diluées et auraient donc dû être détectables. En revanche, il est envisageable que les échantillons A1 et A3 soient issus de ce type de procédé car la molécule inconnue, marqueur de la menthe des champs, est retrouvée à l'état de trace dans ces HE. Toutefois, ces valeurs restent très faibles. Afin de visualiser ces différences de composition, les HE considérées comme étant réellement de la menthe poivrée ont été comparées aux valeurs moyennes des composants de l'HE de menthe poivrée selon la Pharmacopée européenne. De même, la composition moyenne des échantillons NS1, I1 et I3 supposés être des HE issues de la menthe des champs démentholée ont été mis en regard des valeurs moyennes de l'HE correspondante selon la Pharmacopée européenne (Figure 30). D'après l'étiquetage, les échantillons NS1 et I1 sont conditionnés en France, ne mentionnant pas l'origine de la plante utilisée et I3 ne mentionne aucune origine. Il est tout à fait possible qu'ils proviennent d'Inde.

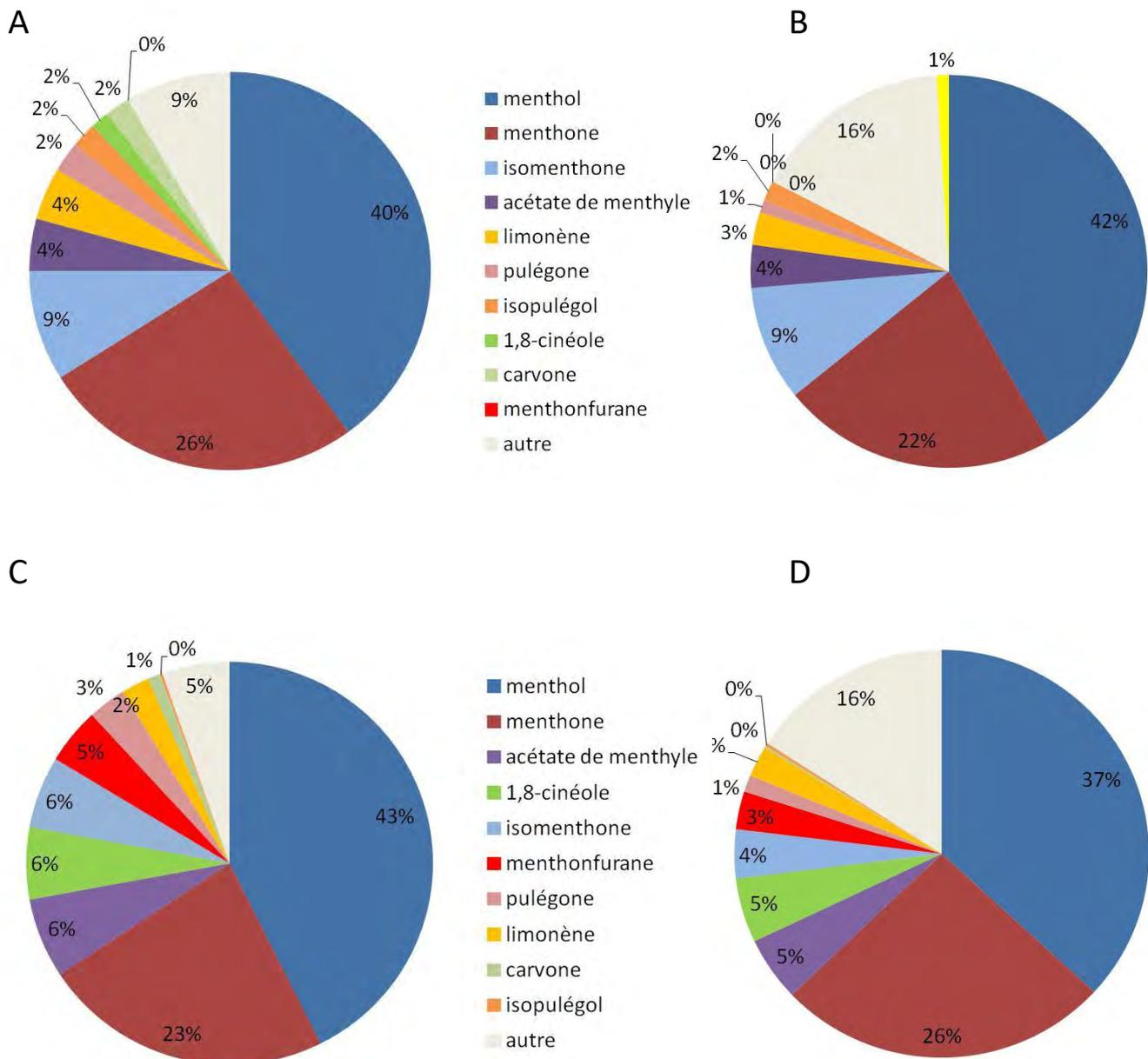


FIGURE 30 : COMPARAISON DE LA COMPOSITION MOYENNE DES HE DE NOS ÉCHANTILLONS DE MENTHE POIVRÉE À CELLE DES HE CORRESPONDANTES ISSUE DE LA PHARMACOPÉE

A. COMPOSITION MOYENNE D'UNE HE DE MENTHE DES CHAMPS DEMENTHOLEE SELON LA PHARMACOPEE EUROPEENNE 9.0.
B. COMPOSITION MOYENNE DES ECHANTILLONS D'HE NS1, I1 ET I3. **C. COMPOSITION MOYENNE D'UNE HE DE MENTHE POIVREE SELON LA PHARMACOPEE EUROPEENNE 9.0.** **D. COMPOSITION MOYENNE DES ECHANTILLONS D'HE DE MENTHE POIVREE (HORS NS1, I1 ET I3)**

Il convient alors de se pencher sur les conséquences de cette falsification. Les huiles essentielles utilisées en aromathérapie devant être pures, la littérature ne référence pas les propriétés de la menthe des champs démentholée. Lorsqu'elle n'est pas modifiée, l'HE de menthe des champs est connue pour ses propriétés antalgiques et anesthésiantes, antiprurigineuses, antimigraineuses, cardiotoniques et hypertensives (tonique stimulant), antibactériennes et eupeptiques (augmentation des sécrétions digestives gastriques et vésiculaires). Elle est plutôt utilisée contre les nausées, vomissements, la mauvaise haleine, les douleurs dentaires et les angines, sinusites et rhinites. Cependant, ces propriétés sont majoritairement dues au menthol qui constitue jusqu'à 70% de l'HE. En diminuant sa concentration de presque de moitié, on peut donc s'attendre à une modification des effets de cette HE, sans toutefois pouvoir les prévoir. Concernant la toxicité, l'HE de menthe des champs non modifiée étant plus concentrée en menthol, c'est pourquoi il faut la diluer de manière plus importante. Elle est contre indiquée chez les enfants de moins de 30 mois, car elle provoque un spasme laryngé pouvant provoquer le décès, même en usage local. Elle est aussi beaucoup plus irritante par voie respiratoire et elle ne doit pas être employée en inhalation. La menthe poivrée peut être utilisée chez les enfants de plus de 7 ans, et tout comme la menthe des champs est déconseillée chez la femme enceinte [6][23][78]. La démentholisation de cette HE la rend donc moins offensive que son homologue non modifiée. En conclusion, cette falsification rend l'usage de ces HE incertain car les propriétés restent méconnues.

B.2 LAVANDE FINE

La confusion d'espèce par les particuliers n'est pas rare et implique principalement la lavande vraie (*Lavandula angustifolia*) et la lavande aspic (*Lavandula latifolia*). Pourtant, en s'attardant sur la composition chimique, on remarque que ces 2 espèces sont clairement distinctes. En effet, alors que les composants majoritaires de l'HE de lavande vraie (l'acétate de linalyle et l'acétate de lavandulyle) sont à visée sédative, les composants majoritaires de l'HE de la lavande aspic sont des alcools monoterpéniques à action antiseptique (linalol). Cela confère entre autres des propriétés antiseptiques bien plus importantes à l'HE de lavande aspic. Mais au-delà de leurs différences thérapeutiques, on notera surtout un risque au niveau toxique. Alors que l'HE de lavande vraie contient moins de 1% de camphre, celle de lavande aspic en contient plus de 10%. Or cette cétone est connue pour ses conséquences neurotoxiques, avec une augmentation du risque épileptique [19][78]. Une autre espèce moins connue, la lavande stœchade (*Lavandula stœchas*) pousse à l'état sauvage en région méditerranéenne. Cette lavande contient la plus grande quantité de camphre de

toutes les espèces de lavandes, soit près de 20%. Il convient donc au producteur d'être extrêmement vigilant sur les espèces sélectionnées pour fabriquer son HE, surtout par les cueillettes sauvages.

Deux échantillons possèdent un étiquetage ne permettant pas d'établir clairement l'espèce utilisée. L'échantillon G4 porte le nom « huile essentielle de lavande », sans préciser le nom vernaculaire entier, entretenant le risque de confusion. En outre, le nom latin « *lavandula angustifolia* » figure en dessous, mais un consommateur peu averti pourrait ne pas savoir ce qu'il achète réellement. L'étiquetage le plus problématique est celui de notre échantillon I4, pour lequel l'identification exacte de l'espèce de lavande est impossible. En effet, sans dénomination latine, seul le nom anglais « lavender » est apposée sur le flacon, pouvant se référer aussi bien à une lavande fine qu'à une lavande aspic. Cependant, la composition chimique de cet échantillon n'est pas en accord avec les valeurs attendues pour ces deux HE. Il est donc probable que cet échantillon, en plus d'induire le doute sur son identification, soit aussi falsifié à ce niveau.

L'adjonction de l'HE de lavandin dans l'HE de lavande fine est assez répandue. Le coût de l'HE de lavandin est en effet moins onéreux que celui de l'HE lavande fine, le falsificateur peut alors augmenter sa marge en vendant un produit avec des matières premières bon marché. Le prix moyen d'un flacon de 10 mL d'HE de lavandin super était de 4,44 € contre 7,67 € pour la lavande fine en 2012. Les derniers chiffres de 2016 montrent que l'écart se maintient avec un prix de 4,73 € versus 7,92 €[69]. Cela s'explique par un rendement beaucoup plus élevé en HE de lavandin, de 120 kg/ha contre environ 40kg/ha pour l'HE de lavande fine [4]. De plus, la lavande fine est en France l'HE la plus vendue en volume, représentant un chiffre d'affaires de 5 470 071€ en 2016 contre 3 866 823€ en 2012 [69]. En plus d'être très rentable, cette filière est en perpétuelle croissance. Couper ainsi l'HE de lavande fine avec celle de lavandin permet au falsificateur de répondre à une augmentation toujours plus croissante de la demande en cette HE à moindre coût.

Composants (%)	Lavande fine <i>Lavandula angustifolia</i> ISO 3515	Lavandin abrial <i>Lavandula hybrida</i> <i>clone abrialis</i> ISO 3054	Lavandin grosso <i>Lavandula hybrida</i> <i>clone grosso</i> ISO 8902	Lavandin super <i>Lavandula hybrida</i> <i>clone super</i>	Echantillon I4
Acétate de linalyle	[25-45]	[20-28]	[28-38]	[35-47]	33,39
linalol	[25-38]	[28-38]	[25-35]	[25-37]	38,83
Camphre	<0,5	[7-11]	[6-8]	[3,5-6,5]	7,71
1,8-cinéole	<2	[6-11]	[4-7]	[3-7]	5,03
bornéol	-	[1,5-3,5]	[1,5-3]	[1,4-3]	-

TABLEAU 18 : COMPARAISON DES TAUX DE COMPOSANTS DE L'ÉCHANTILLON I4 AUX NORMES ISO DES DIFFÉRENTES LAVANDULA

SPP

Dans le cas de l'échantillon I4, on peut se poser la question si l'échantillon correspond à de la lavande fine ou bien à du lavandin. Pour permettre de répondre à cette question, la composition de cet échantillon a été comparée à différentes espèces du genre *Lavandula spp* (Tableau 18). Malgré l'impossibilité de détecter le bornéol dans nos analyses, nous voyons effectivement des taux de 1,8-cinéole et de camphre particulièrement augmentés dans cette huile essentielle, en faveur d'une huile essentielle de lavandin. L'hypothèse que l'échantillon I4 soit une HE de lavande aspic a été écartée car les taux d'acétate de linalyle attendus pour celle-ci sont de moins de 1% et ceux du 1,8-cinéole à plus de 20% [79][4]. Aux vues des éléments disponibles, on peut émettre deux hypothèses : soit il s'agit d'une HE de lavande fine coupée au lavandin, soit il s'agit d'une HE de lavandin « pure ». Bien que les conditions de récoltes peuvent influencer la composition, les écarts rencontrés sont trop importants pour qu'il s'agisse d'une HE de lavande fine récoltée sur un mauvais terrain ou encore à un stade de maturation inadéquat (en revanche, cela peut être le cas de l'échantillon NS2). En comparant les taux des molécules dont la teneur a pu être vérifiée, le camphre, le 1,8-cinéole et l'acétate de linalyle correspondent aux normes attendues pour le lavandin grosso. Le taux de linalol est légèrement plus élevé mais ne rentre de toute façon dans aucune des normes autorisées quelque soit l'espèce de *Lavandula*. Des analyses plus approfondies permettraient d'identifier l'espèce exacte.

La composition et les propriétés de ces deux espèces du genre *Lavandula* sont différentes. Le lavandin abrial et super auront des propriétés calmantes (angoisse, nervosité, trouble de l'endormissement) mais sont surtout connus pour leur propriété antispasmodique puissante (crampes, contractures musculaires). Les contre-indications sont plus importantes du fait de leur forte teneur en camphre, ainsi leurs HE ne peuvent pas être utilisées pures. De même, elles sont contre-indiquées chez la femme enceinte ou allaitante, l'épileptique, l'asthmatique et chez les enfants de moins de 7 ans. Au contraire, l'HE de lavande fine est une des huiles essentielles les plus sûres, pouvant être appliquée chez l'ensemble des populations citées précédemment. Une falsification de la sorte pourrait avoir des conséquences dramatiques chez ses populations fragiles, pouvant même être létale.

Une huile essentielle synthétique ne peut être utilisée à but thérapeutique. L'action de celle-ci résulte de la combinaison totale de ses composés, dont le nombre peut s'élever à une centaine. Ainsi, la modification en énantiomère va avoir une incidence sur l'effet de l'HE [80].

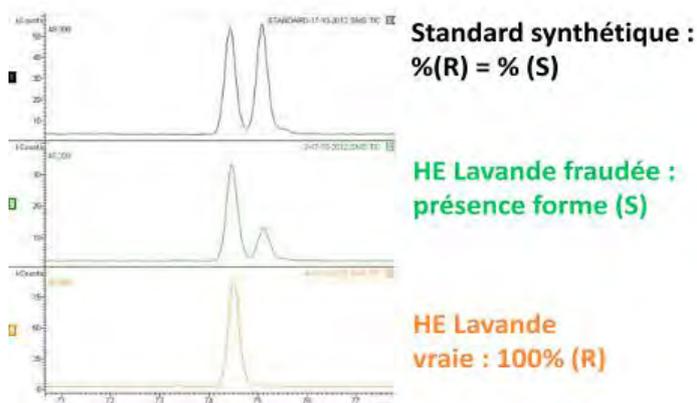


FIGURE 31 : ANALYSE PAR CPG CHIRALE DES ENANTIOMERES (R) ET (S) DE L'ACÉTATE DE LINALYLE [81]

Des analyses plus poussées en chromatographie chirale auraient pu permettre de différencier une huile essentielle naturelle d'une huile essentielle coupée ou synthétique. En effet, l'acétate de linalyle de toutes les espèces de lavande (*Lavandula spp*) est un énantiomère pur de configuration (R) [82]. En réalisant ce test, la falsification apparaît de manière évidente comme le montre la Figure 31. Cette technique s'adapte bien à la lavande mais toutes les molécules ne sont pas chirales. D'autres techniques de recherches de fraude peuvent alors être réalisées : analyses isotopiques (RMN), mesures infrarouge....[81]

II. ANALYSE REGLEMENTAIRE

A. LES DIFFICULTES RENCONTREES

A.1 LES STATUTS

Le problème majeur lié à la réglementation des huiles essentielles est l'absence de statut défini, laissant l'usage déterminer la réglementation applicable. De plus, comme il a été démontré, les exigences sont très variables en fonction des statuts (Tableau 19).

STATUT	Instance de déclaration	Instance de contrôle	Exigence de mise sur le marché	possibilité d'allégation	Echantillons concernés
Cosmétique	Commission Européenne	ANSM DGCCRF	efficacité sécurité	OUI	P4
Complément alimentaire	DGCCRF ANSES	DGCCRF	sécurité efficacité si allégation	OUI	P1 P3 G1 B3 P2 G2 B4 NS4
Arôme	EFSA	EFSA	sécurité	NON	G3 B1 NS3 A1 A3 I1 G4 B2 A2 A4
Produit chimique	ECHA	ECHA	sécurité	NON	NS1 NS2 I2 I4 I3

TABLEAU 19 : INFLUENCE DU STATUT SUR LA REGLEMENTATION DES ECHANTILLONS D'HE SELECTIONNES

Ainsi, seule la sécurité et l'innocuité du produit seront déterminant à la mise sur le marché d'un complément alimentaire (hors demande d'allégation), d'un arôme ou d'un produit chimique, alors que le médicament, le complément alimentaire avec allégation, le biocide et le cosmétique doivent apporter la preuve de l'efficacité des propriétés qu'ils revendiquent. Les propriétés concernent essentiellement le domaine du bien-être et de la beauté, et ne peuvent être thérapeutiques que si l'huile essentielle est un médicament, ce qui n'est jamais le cas. On retrouve alors toute l'ambiguïté liée à ces produits. L'aromathérapie est l'art de se soigner par les huiles essentielles, il s'agit d'un usage « médical ». Cela donne alors tout son sens au rôle du pharmacien : il apporte au patient ses connaissances pour lui permettre de trouver le produit adapté à ces maux.

Comme présenté ci-contre, le statut pourrait être une aide à la détermination de la qualité du produit. En effet, comme on a pu le constater, l'échantillon NS1 vendu pour la diffusion ne possède pas les critères satisfaisants à une utilisation en aromathérapie. Cependant, de nombreux laboratoires sérieux ont fait le choix de vendre leurs HE sous le statut de CA (sans pour autant faire de demande d'allégation) ou encore de bien de consommation courante (comme les HE pour diffusion justement). Ces laboratoires suivent diverses normes (AFNOR, Pharmacopée et normes internes) et élaborent des contrôles qualité de haut niveau, même si cela ne constitue pas une obligation. Cependant ces bulletins ne sont pas accessibles au public, comme le refus de communication de certains laboratoires a permis de le vérifier. Un consommateur lambda n'a donc pas accès à la vérification de la qualité des produits qu'il achète.

A.2 ANALYSE DU PACKAGING

• Enquête de la DGCCRF

De nombreux manquements à la réglementation sont notifiés concernant les huiles essentielles. En avril 2014, la DGCCRF a fait paraître son rapport sur l'étiquetage, la présentation, la nature et l'usage des huiles essentielles ayant pour statut celui de cosmétique. Sur 44 échantillons, un seul était conforme à la réglementation en vigueur. Parmi les points soulevés, on retrouvait : l'absence de traçabilité (numéro de lot), de date limite d'utilisation, de date d'utilisation après ouverture, l'absence d'autocontrôles, l'absence de mention d'allergènes à déclaration obligatoire, un défaut de détermination des usages, des mentions thérapeutiques... En réponse à cela, en novembre 2014, l'ANSM a rédigé un document sur la réglementation des cosmétiques destiné aux professionnels pour clarifier les obligations nécessaires [33]. Comme on a pu le constater lors de notre analyse, un quart des échantillons de menthe poivrée et de lavande fine n'était pas conforme au niveau de l'étiquetage selon les critères AFNOR, soulignant des efforts supplémentaires aux fournisseurs à réaliser (Tableau 10 et Tableau 11).

• Détermination difficile des statuts

Comme nous l'avons vu, c'est le statut de l'huile essentielle qui lui donne ses caractéristiques d'étiquetage. Mais ses statuts sont parfois difficilement identifiables : c'est le cas des HE considérées comme denrées alimentaires. Soit il est clairement inscrit « complément alimentaire », permettant

d'identifier directement la catégorie, soit on trouve des mentions telles que « peut être utilisé en cuisine » ou encore « usage alimentaire ». Quelquefois, seuls les conseils d'utilisation font référence à un usage alimentaire : « en tisane », « sur un sucre ». En effet, Les huiles essentielles pouvant être utilisées à plusieurs fins et de différentes manières, de nombreux professionnels ne choisissent aucune destination pour ce produit afin de laisser au consommateur le choix de leur usage. D'après un communiqué de la DGCCRF, "compte tenu de leur toxicité, les huiles essentielles peuvent présenter un risque pour le consommateur d'autant plus élevé que leur destination et les précautions d'emploi ne sont pas clairement indiquées sur leur étiquetage. En vue d'assurer la protection et l'information du consommateur, il est demandé aux professionnels d'indiquer, pour chaque huile, un usage unique, associé aux mode et précautions d'emploi appropriés. En fonction de son mode d'utilisation, chaque huile essentielle peut ainsi entrer dans une catégorie de produits soumise à une réglementation spécifique." [83]. On part alors du principe que si une huile essentielle d'usage alimentaire ne comporte pas la mention « complément alimentaire » sur son étiquetage, il s'agit d'un arôme [84].

- **Incompatibilités réglementaires**

On trouve des obligations qui ne sont pas adaptées au produit en question. Concernant les HE considérées comme denrée alimentaire, on peut se demander par exemple comment faire apparaître la liste d'ingrédient d'un produit en contenant plus d'une centaine, d'autant plus sur des flacons de si petite taille. De plus, les déclarations nutritionnelles (taux de fibres, glucides...) ne sont pas adaptées à ce type de produit. De plus, les posologies au sein d'une même catégorie, comme les arômes et les CA, varient de 1 goutte à 6 gouttes maximum par jour pour une même huile essentielle. On est en droit de se demander s'il existe un quelconque danger à consommer une HE recommandée à 1 goutte par jour à une dose plus élevée. De plus, certaines huiles essentielles n'ont aucune mention de posologie, ni sur leur emballage, ni sur le site d'achat (I3 et I4) car ce sont des biens de consommation courante [25]. Cela peut laisser croire à l'innocuité du produit, qui est pourtant à manier avec une grande prudence.

- **Autres observations gênantes**

Le terme 100% pure peut parfois constituer une duperie. Si l'huile essentielle est coupée avec une huile grasse, souvent tournesol ou sésame, elle-même pure, il est possible d'attribuer cette mention

au produit fini. Il est possible que ce soit le cas de l'échantillon I4 (Figure 32), pour lequel l'essai de la présence d'huile grasse s'est révélé positif (cf. Partie II Analyse qualitative et quantitative des HE B.2.4 Détection d'huile grasse).



FIGURE 32: CONDITIONNEMENT PRIMAIRE DE L'HUILE ESSENTIELLE I4

Certains éléments du packaging occultent la véritable origine du produit. En effet, l'origine de l'échantillon P4 mentionnée sur le conditionnement secondaire est « Europe ». Après avoir obtenu les bulletins d'analyse, on apprend l'origine exacte : la Bulgarie. D'après le règlement 1223/2009, il faut que ce soit le pays, et non un continent, qui soit inscrit sur l'emballage. Mais les huiles essentielles bulgares étant moins cotées que les françaises, il peut apparaître opportun au fabricant de noyer l'indication du pays d'origine sous un terme plus évasif. De plus, comme mentionné plus tôt, le biotope conditionne la composition de l'HE. C'est pourquoi il est important de renseigner le lieu d'origine et de ne pas mélanger des HE de différentes provenances, car cela pourrait modifier les propriétés des HE [25].

Cette notion permet de rebondir sur l'importance de la traçabilité. L'HE de menthe poivrée G1, issue de grande surface, ne comporte aucune indication de numéro de lot ou de date d'expiration. Pourtant la traçabilité est un des piliers de la qualité. Elle permet de contrôler le produit tout au long de son élaboration, de sécuriser son utilisation et de contrer les contrefaçons et falsifications. En cas d'effet indésirable suite à la consommation de cet échantillon, une déclaration de nutrivi-gilance devra être effectuée (G1 répond au statut de CA). Pour être pertinente, cette déclaration doit absolument contenir le numéro de lot du produit [85]. L'absence de traçabilité est donc rédhibitoire pour l'utilisation de ce produit.

B. VERS UNE HARMONISATION REGLEMENTAIRE

B.1 LES GROUPES DE TRAVAIL

Pour pallier au flou réglementaire, des efforts d'harmonisation sont réalisés par plusieurs instances en créant divers groupes de travail. L'ANSM a créé en 2013 un groupe de travail « médicaments à base de plantes et médicaments homéopathiques » composé d'une vingtaine d'expert. Une partie d'entre eux appartient au domaine concerné alors que l'autre y est externe, afin d'assurer l'indépendance et l'équité de l'expertise. Ils se réunissent près de 3 fois par an et communiquent des comptes rendus publics accessibles sur le site de l'ANSM. Tous les ordres du jour ne concernent pas les huiles essentielles, le dernier en date est celui du 16 novembre 2017. Il porte sur l'implication de l'ANSM dans l'élaboration de lignes directrices vis-à-vis notamment de la réglementation des HE ou encore de la surveillance des médicaments à base d'HE [86]. D'autre part, le ministère de l'agriculture alerte sur le fait de la nécessité de la création d'un groupe de travail, qui devrait avoir lieu courant 2018. Ce groupe de travail permettrait une collaboration des différents syndicats (Synadiet pour les CA, Prodarom pour la parfumerie, Europam pour les PPAM européennes, Esa pour les épices...) avec d'autres organismes interprofessionnels pour homogénéiser les réglementations et permettre l'édition de bonnes pratiques d'étiquetage [65].

B.2 INQUIETUDE DES CONTRAINTES LIEES AU REGLEMENT REACH

Le règlement REACH est piloté par le ministère de la transition écologique et solidaire, dont l'interlocuteur coordinateur est la Direction générale de la prévention des risques (DGPR). Il vise à protéger la santé humaine et l'environnement face aux risques liés aux substances chimiques. Les objectifs sont de la mise en place d'informations harmonisées au niveau européen sur la nature des substances chimiques et sur le risque lié à leur utilisation de la substance telle quelle ou dans un produit fini. Le pré-enregistrement des substances a commencé en 2008, laissant dix ans aux importateurs et producteurs pour enregistrer leurs substances. Depuis le 31 mai 2018, une substance non enregistrée ne peut plus être commercialisée au delà d'une tonne par an. Une fois le dossier déposé, la substance est analysée en fonction de son risque potentiel, pouvant restreindre voire interdire son utilisation. La limitation et l'interdiction concernent surtout les substances cancérigènes, mutagènes ou toxiques pour la reproduction (CMR), les substances persistantes, bioaccumulables et toxiques (PBT), les substances très persistantes et très bioaccumulables (vPvB) et celles considérées comme perturbateurs endocriniens ou sensibilisants respiratoires. Pour son

évaluation, la substance est d'abord soumise à un contrôle de conformité par l'ECHA²¹ (analyse des informations du dossier d'enregistrement, en regard des annexes I et VI à XI du règlement REACH) et à l'évaluation des propositions d'essai sur vertébré (si elle est commercialisée ou produite à plus de 100 tonnes par an). Les essais sont soumis à l'autorisation de l'ECHA afin de limiter la sur-expérimentation animale [87][88][89] .

En réaction aux contraintes imposées par ce règlement, de nombreux producteurs (de lavande essentiellement) se sont insurgés et ont créé une pétition²². Selon eux, ce règlement nuit aux petites structures, fragilisant leur économie avec des constitutions de dossiers nécessitant des études éco-toxicologiques, toxicologiques et physico-chimiques onéreuses. De plus, les producteurs craignent que le public fasse **l'amalgame** entre leurs produits d'origine naturelle issus de l'agriculture, mis dans la même case que les produits chimiques. Avec l'apposition de pictogrammes de danger sur les étiquettes, le consommateur pourrait ainsi perdre confiance en des produits naturels de qualité. Cette question a été soulevée dès 2014 par Mr Jean-Yves Roux, sénateur de la circonscription des Alpes de Haute Provence (Question orale n° 09705) [90]. Le secrétaire d'Etat de l'époque Mr Jean Marie Le Guen a alors confirmé la place des huiles essentielles au sein de ce règlement (caractère allergisant de certaines molécules). Ce règlement destiné à l'industrie chimique paraît effectivement mal adapté aux huiles essentielles, dont la composition chimique est variable. Un comité de suivi a donc été mis en place pour aider les producteurs dans leurs démarches [87].

B.3 NORMES, LABEL ET AUTRES MENTIONS

Une fois le statut auquel répondra son HE défini, le fabricant peut se référer à plusieurs types de normes. Tout d'abord on trouve les **normes réglementaires** (les lois, les décrets, arrêtés...) qui sont obligatoires. Elles vont concerner les obligations de sécurité ou bien encore les mentions à faire figurer sur l'étiquetage. Ensuite, il existe des normes que l'on qualifie de **volontaires**, publiées par une agence de normalisation, comme AFNOR dans le cas de la France. Il s'agit de normes qui sont élaborés sur un sujet par consensus entre les parties intéressées (syndicats, associations, entreprises, laboratoires, consommateurs...). C'est un document de référence, mais il se n'agit que de **recommandations**. Elles deviennent opposables dès qu'elles sont citées dans la réglementation.

²¹ European Chemical Agency

²² disponible sur https://secure.avaaz.org/fr/petition/Sauvons_la_lavande_et_les_plantes_a_parfum_aromatiques_et_medicinales//?launch

Ce cas est assez rare car moins de 1% des normes AFNOR le sont (dernier chiffre de 2016)²³. Cependant, bien que non obligatoires, lorsqu'elles sont suivies, ces normes permettent de garantir un certain niveau de qualité. Il en existe pas moins de 140 concernant les HE. Elles portent sur les techniques d'analyses utilisées pour s'assurer de la qualité du produit ainsi que sur les spécificités de chaque huile (caractères organoleptiques, physiques, chimiques et chromatographiques). Ces normes sont parfois un peu plus précises que la Pharmacopée. C'est le cas de la norme NF ISO 3515 portant sur l'HE de lavande fine qui tient compte des variations de composition liées aux origines géographiques de la lavande (France, Bulgarie, Russie, Australie...).

Malheureusement lors de son achat, le consommateur n'a pas accès à toutes ces données. Seules lui sont accessibles les informations figurant sur l'emballage, notamment sous la forme de label, de mention ou de marque. Le label est une marque collective qui se reconnaît par des signes distinctifs comme un nom et un logo. Il est utilisé par différentes marques qui doivent respecter le cahier des charges imposé correspondant. Il peut être officiel, reconnu par les autorités, ou bien être non officiel et dépendre d'un organisme privé. Son appartenance à l'une ou l'autre des catégories n'est pas un signe de distinction qualitative, tout dépend du cahier des charges qu'il défend. Parmi les informations d'intérêt, on va retrouver :

- **La recherche du naturel**

- Le label AB Agriculture Biologique et label bio européen

Créé en 1985, ce label officiel est la propriété du ministère français de l'agriculture. Il est basé sur l'interdiction d'utilisation de produits de synthèse. Il permet de garantir qu'au moins 95% des ingrédients sont issus de l'agriculture biologique. Ce label permet une certification indépendante selon la norme européenne EN 45011 par un organisme agréé par les pouvoirs publics. Depuis le 1^{er} janvier 2009, ses critères se sont rapprochés du label bio européen, considéré comme plus souple (ex : les traces d'OGM passent de 0,1% à 0,9%, leur présence étant considérée comme inévitable ou fortuite). Il tend à être remplacé à terme par ce dernier. Les modalités de cultures biologiques sont reprises dans le règlement CE n°834/2007 [91].

²³ La liste est disponible sur le site de légiFrance (<https://www.legifrance.gouv.fr/Droit-francais/Normes-AFNOR-d-application-obligatoire>) et aucune n'est en rapport avec les huiles essentielles à ce jour [96].

- Le label Bio Cohérence

En réaction à la souplesse engendrée par le label bio européen, un autre label a été créé en 2010 : Bio Cohérence. Il s'agit d'un label non officiel qui reprend le cahier des charges du label AB, en le durcissant davantage : aucune présence OGM n'est tolérée, les produits transformés doivent être composés de 100% d'ingrédients biologiques, la mixité de culture biologique/non biologique des fermes n'est pas autorisée (le label européen le permet tant que les espèces et variétés sont différentes entre la culture biologique et non biologique).

Les labels biologiques sont contrôlés par des organismes certificateurs comme Ecocert, Certipaq, Agrocert... Ces organismes sont agréés par le ministère de l'agriculture.

- La mention Nature et Progrès²⁴

Nature et Progrès se définit elle-même comme une mention plutôt qu'un label. Créé en 1964, elle repose sur une agriculture biologique réalisée à taille humaine, en réaction à l'industrialisation de l'agriculture. Chaque filière dispose d'un cahier des charges adapté. On en retrouve un pour les PPAM mais aussi pour l'apiculture, la boulangerie, la brasserie, les cosmétiques, les élevages (bovins, équins, ovins, caprins, porcins), la vinification... Parmi les exigences requises, on retrouve là aussi une interdiction stricte d'utilisation d'OGM ou encore des limites de pollution avoisinante (culture à une distance d'au moins 500 m d'une grande voie routière par exemple). Ce qui est plus intéressant encore, c'est l'appel au respect maximal du biotope de la plante. Il est clairement inscrit dans le cahier des charges que la **qualité dépend du biotope**, recommandant les cultures dans les zones de croissance spontanée, déconseillant les serres et tunnels. Enfin, les conditions d'extraction sont aussi codifiées, avec des recommandations de méthodes et matériaux. Toutefois, les recommandations ne sont pas totalement optimales : on retrouve par exemple l'autorisation de cuves en cuivre (possibilité de formation d'oxydes) ou encore l'extraction au CO₂ super critique (après demande préalable et justification, mais la méthode reste non validée par la Pharmacopée).

²⁴ La liste des professionnels agréés par Nature et Progrès est disponible sur leur site : http://www.natureetprogres.org/producteurs/professionnels_nature_progres.php.

Cette mention est certifiée par des organismes non officiels, les COMAC (commissions mixtes d'agrément et de contrôle) locales qui dépendent de la COMAC fédérale. Leurs membres sont aussi bien des producteurs que des consommateurs, ce sont eux qui proposent les sanctions et améliorations suite aux contrôles effectués [92].

- La marque SIMPLES

Issue d'un syndicat créé en 1982, elle compte à ce jour sous son nom une centaine d'exploitations, regroupant producteurs individuels et organisations de producteurs. Ce syndicat souhaite « structurer et professionnaliser les pratiques communes des petits producteurs de PPAM ». Il revendique la création d'un diplôme d'herboristerie, avec la possibilité de délivrer des plantes jusque là soumises à une restriction de vente, s'opposant alors au monopole pharmaceutique. Ce syndicat était d'abord un outil permettant de développer les zones montagneuses défavorisées. Cela permettait dans un premier temps de dynamiser des zones reculées mais surtout de trouver des plantes exemptes de pollution atmosphérique. Finalement, les zones de cueillette se sont étendues à de plus basses altitudes, considérant qu'aucune zone n'était désormais dépourvue de pollution. Ils combinent culture et cueillette, cette dernière représentant cependant la majeure partie de la récolte. Les plantes récoltées sont transformées en produit fini tels que des produits alimentaires (sorbet, confiture, tisane), des cosmétiques ou encore des huiles essentielles. Leurs huiles essentielles sont soumises au protocole REACH, avec l'onéreuse élaboration des dossiers d'évaluation toxicologiques. Des propositions ont alors été faites, comme la mutualisation des frais, la prise en charge par un organisme publique... Leur cahier des charges précise lui aussi toutes les étapes de la production jusqu'au produit fini. Il respecte l'obtention via la distillation mais autorise lui aussi des matériaux tels que le cuivre.

Les labels, mentions et marques recensées ci-dessus ne sont qu'une partie des attributs pouvant être donnés aux huiles essentielles. L'apposition d'un d'entre eux sur un emballage ne garantit pas forcément la qualité du produit. Par exemple, le label AB vise une obligation de moyen de production, et pas une obligation de qualité du produit fini. Si les plantes sont récoltées sous un mode de production biologique, transformées en huile essentielle puis coupée avec une huile de tournesol 100% naturelle et bio, le fabricant a le droit d'apposer le logo AB car tous les ingrédients sont biologiques.

- **La recherche de la qualité**

Des grands laboratoires producteurs d'HE ont créés les labels HEBBD (huile essentielle botaniquement et biochimiquement définie) et HECT (huile essentielle chémotypée²⁵).

- Label HEBBD

Il permet de garantir : l'espèce botanique de la plante, l'organe producteur, le contrôle du chimiotype, le procédé d'obtention (distillation à la vapeur et pression à froid, conforme à la pharmacopée), le contrôle par GC-MS, la pureté de l'HE (non diluée, non rectifiée, non déterpénée).

- Label HECT

Ce label garantit la certification de l'espèce botanique de la plante, de la partie distillée, du type de distillation (vapeur d'eau de qualité) et le chémotype. Il assure lui aussi la pureté de l'HE, ainsi que sa naturalité (non dénaturée par d'autres composants) et sa totalité (non rectifiée).

Cependant ces labels brevetés sont désormais publics et peuvent être réutilisés par d'autres fabricants. Comme il s'agit de labels privés non certifiés, il se peut que leur utilisation en dehors du laboratoire d'origine ne permette pas autant de garanties, et que les autres fabricants se cantonnent à la certification de l'espèce et du chimiotype.

- **La recherche d'autres critères**

- La démarche Censo

Créée en 2007 par une collaboration entre France Agrimer (ONIPPAM à l'époque) et le CIHEF²⁶, cette démarche concerne les HE françaises de lavande et de lavandin. C'est une démarche de **développement durable** dont les objectifs sont de développer leur production de façon pérenne tout en minimisant l'action sur l'environnement. Elle vise à responsabiliser la filière.

²⁵ Une HE dont la race chimique est déterminée.

²⁶ Comité interprofessionnel des huiles essentielles françaises

- Le label phytolia POP (Plante d'Origine Prouvée)

Ce label privé a été créé par la marque phytolia en 2006. Ce label privilégie les plantes d'origine française, sans OGM et sans solvants pétrochimiques. Il permet de garantir la **traçabilité** des plantes rentrant dans la composition de cosmétiques et de compléments alimentaires, que ce soit dans la filière de la santé, du bien-être et de la beauté [93].

Devant cette abondance de labels, mentions, marques et démarches, il est difficile pour le consommateur de s'y retrouver. Depuis une dizaine d'années de nouveaux labels fleurissent, visant à promouvoir des nouveaux critères de production, plus responsables, plus transparents et toujours plus naturels. En effet, la part de surfaces de production biologique des PPAM est environ de 15%, soit environ 6 000 hectares à l'heure actuelle. Le plan de la filière exposé par le ministère de l'agriculture énonce une volonté d'augmentation de cette part pour arriver à plus de 10 000 hectares d'ici 5 ans, afin de répondre à une demande toujours plus forte [65]. Certes, chacun met en avant des propriétés intéressantes mais la garantie d'une qualité suffisante pour pouvoir utiliser le produit en thérapeutique n'est pas fournie. C'est pourquoi, il serait plutôt intéressant de créer un label « aromathérapie ». Ce label devrait posséder un cahier des charges pointu, assurant la qualité du produit à toutes les phases de développement, en accord avec la Pharmacopée européenne. Cependant, ce type de label engendrerait un remaniement complet de la réglementation car des biens de consommation courante ou encore des denrées alimentaires ne peuvent faire allusion à un quelconque pouvoir thérapeutique, à moins que ce type de produit ne puisse être vendu qu'en pharmacie avec un statut de médicament allégé (avec des demandes d'AMM simplifiées). Bien qu'il faciliterait grandement l'identification de produit de qualité, ce label est encore loin de pouvoir être créé.

III. ANALYSE RESEAU

A. PRIX DES ECHANTILLONS

Le prix de l'HE est la valeur de ce produit exprimé en termes monétaires. La fixation du prix d'un produit est très importante. Si le prix est très bas, le consommateur aura d'emblée des doutes sur la qualité du produit. En effet, le prix va refléter la rareté du produit (rendement, accessibilité), la qualité du matériel et du savoir-faire (incluant le coût de la main d'œuvre) et le temps nécessaire à sa réalisation. A cela se rajoute les spécificités de la réglementation : ainsi, lorsqu'un produit est vendu comme CA, son taux de TVA est de 5,5% au lieu de 20% s'il était vendu comme produit chimique.

Certaines appellations font écho à une qualité supérieure du produit, comme c'est notamment le cas pour la lavande de Provence AOP²⁷. Elle est donc généralement vendue plus chère qu'une HE de lavande classique. Cependant, d'après cette étude, le prix ne va pas forcément renseigner sur la qualité. Bien que les huiles essentielles de moindre qualité I3 et I4 soient les moins chères, NS3 et NS4 sont au-dessus de la moyenne des prix pour une qualité incompatible avec l'emploi en aromathérapie. Le consommateur ne peut donc pas se baser sur le prix pour l'aider à distinguer des huiles essentielles de qualité.

B. MOTIVATION DU CHOIX : QUALITE DU RESEAU

D'après l'étude menée sur les habitudes d'achats des HE dans le département de la Vienne, les motivations sur le choix du lieu d'achat étaient les suivantes : la sécurité (44%), la facilité (36%) et la proximité (20%) [2]. On voit donc que les acheteurs d'HE cherchent avant tout un produit dont la qualité permet une sûreté d'utilisation. C'est sans doute pour cette raison que la pharmacie reste aujourd'hui le réseau privilégié des acheteurs, car ils savent que les HE qu'ils pourront y trouver sont d'un haut niveau qualitatif. Le pharmacien a accès aux bulletins de contrôle, auxquels il peut se référer à tout moment pour vérifier la conformité des produits dont il a la responsabilité. Lors de l'analyse de ces bulletins, le statut de la personne signant les bulletins a été vérifié. Les diplômes des personnes ayant validés les bulletins sont tous issus de l'ingénierie. On retrouve des ingénieurs en génie biologique, en biochimie, en chimie des substances naturelles... En revanche, la signature sur

²⁷ Appellation d'origine protégée

les bulletins des HE provenant d'internet n'apparaît pas, ce qui ne veut pas dire qu'ils ne sont pas signés car les lots ont tout de même été délivrés. Un des deux laboratoires dont sont issus les échantillons de pharmacie fait délivrer quant à lui les lots par des pharmaciens après que ceux-ci aient été signés par un ingénieur, garantissant un haut niveau de qualité, et donc de sécurité.

Les analyses menées ont permis de conclure que parmi les échantillons de qualité pharmaceutique, on retrouvait l'intégralité des échantillons issus de pharmacie (P1, P2, P3 et P4), ainsi qu'une des deux gammes issue d'un magasin biologique (B1 et B2). Une étude similaire de 2013 avait été réalisée sur 16 échantillons de lavande fine, dont six provenant du réseau officinal et les dix autres de circuits de distribution autres (non spécifiés). Un seul des échantillons officinaux comportait une valeur hors norme (taux de 1,8-cinéole trop élevé), les cinq autres étant conformes à la Pharmacopée. Pour les HE provenant des autres circuits de distribution, **la moitié** des échantillons n'était pas conforme, dont un qui atteignait un taux de camphre de près de 9%. La conformité était basée sur une analyse GC-FID seule, d'autres tests auraient pu révéler d'autres défauts qualitatifs [72]. Cela conforte l'idée que le réseau officinal reste à ce jour le réseau le plus sûr.

Malheureusement, la présence d'HE totalement falsifiées accessibles au consommateur permet de pointer du doigt les limites de l'encadrement de ces produits. Ces HE sont passés à travers les contrôles et sont distribués sur certains réseaux. On peut espérer qu'avec la mise en place de réglementations plus poussées telles que REACH, ou encore les efforts d'harmonisation réglementaire, l'accès à ce type de produit sera restreint voire irréalisable.

De plus, bien que certains sites internet mettent à disposition des guides d'utilisation (livrés ou non avec les produits), que les magasins biologiques et certains magasins non spécialisés disposent des ouvrages sur l'aromathérapie à proximité (de plus ou moins bonne qualité), cela ne peut se substituer au conseil pharmaceutique. Le pharmacien est l'interlocuteur privilégié pour dispenser ces produits : il sait quelle huile essentielle utiliser selon la pathologie ou l'état physiologique, et a accès au dossier pharmaceutique du patient et peut donc évaluer les éventuelles contre-indications et interactions médicamenteuses (Tableau 20). Aucun guide et aucune notice ne fait référence à un traitement et les contre-indications avec des états pathologiques comme l'épilepsie ne sont pas toujours renseignées. Il n'y a pas de personne mieux placée pour les délivrer que celle connaissant l'impact des médicaments et l'anamnèse du patient.

HE	Médicament	Mécanisme
Gaulthérie*, Matricaire, Tanaïse annuelle	Warfarine	Le méthylsalicylate inhibe l'aggrégation plaquettaire, de plus il est transformé en acide salicylique par des estérases et peut ainsi se lier fortement aux protéines plasmatiques et augmenter le taux de warfarine libre dans le sang
Ravintsara* (bois), sassafras*, Thym à géranol, Verveine citronnée	Substrats du CYP1A2 (ex. clozapine, théophylline,...)	Le saffrole inhibe le CYP1A2 et potentialise donc ses substrats
Lemongrass*, Myrte citronnée*	Substrats du CYP2B6 (ac. valproïque, efavirenz, propofol,...)	Inhibition du CYP2B6
Matricaire	CYP2C9 (phénytoïne, warfarine,...)	Inhibition du CYP2C9
Matricaire*, Tanaïse annuelle*	CYP2D6 (flécainide, propafénone, métoprolol)	Inhibition du CYP2D6
Ravintsara* (bois), sassafras*	Substrats du CYP2E1 (paracétamol, éthanol, halotane,...)	Inhibition du CYP2E1
Matricaire, Sassafras, Tanaïse annuelle	Substrats du CYP3A4 (ergotamine, amiodarone, ciclosporine, IPDE5s, ITKs,...)	Inhibition du CYP3A4
Ajowan, Badiane de chine, Cannelle, Giroflier, Fenouil, Ail, Oignon, Lavandin, Thym, Gaulthérie	Aspirine Héparine Warfarine	Ces HEs peuvent exercer une action antiagrégante plaquettaire et augmentent donc le risque hémorragique.
Menthe pouliot	Paracétamol	Déplétion en Glutathion, toxicité du paracétamol augmentée
Menthe pouliot	Phénobarbital	Le phénobarbital est inducteur enzymatique et ainsi il augmente l'hépatotoxicité de la pulégone
Anis, Badiane de chine, Cannelle, Fenouil, Géranium, Lemongrass, Marjolaine, Verveine citronnée	Médicaments antidiabétiques (glibenclamide, metformine)	Les constituants de ces HEs peuvent faire varier la glycémie.
Cannelle, Giroflier	IMAOs	Les composants de ces HEs inhibent la Monoamine Oxydase (MAO)
	ISRS	Augmentation du taux de sérotonine. Risque de syndrome sérotoninergique

TABLEAU 20 : INTERACTIONS MÉDICAMENTEUSES AVEC LES HE PAR VOIE ORALE (T. POIROT [94])

CONCLUSION

La multitude de réglementations auxquelles peuvent répondre les HE entretient la difficulté d'encadrement de ses produits. La prise de conscience des différentes instances effectuée, on se retrouve dans l'attente prochaine de résultats. Des aides au décryptage de la qualité de ces produits sont déjà présents (labels, normes et mentions) mais restent insuffisants à ce jour pour harmoniser toutes les exigences requises pour un usage thérapeutique. Les huiles essentielles sont bienvenues pour l'ambiance qu'elles créent en diffusion, mais elles restent avant tout de solides alliés à utiliser en prévention et traitement de petits maux du quotidien. Au même titre que les médicaments, un usage en dehors des recommandations est susceptible de provoquer une toxicité, il est donc important de connaître les limites de leur utilisation (posologie, populations à risque). Des produits ainsi utilisés devraient répondre à une qualité pharmaceutique.

Les expériences menées au cours de cette thèse permettent de conclure que les échantillons sélectionnées en pharmacie étaient d'une qualité conforme pour un emploi en aromathérapie. Il est très important pour le pharmacien de s'assurer de la qualité de ses produits car il est la personne responsable de la délivrance, aussi bien pour les médicaments que pour les huiles essentielles. Sur notre échantillonnage, il a déjà été possible de détecter plusieurs HE frauduleuses, ce qui n'est pas pour rassurer le consommateur. Il serait intéressant de réaliser ces expériences avec des répliques pour s'affranchir des erreurs de mesures et de multiplier le nombre d'échantillons afin d'effectuer un balayage de l'offre à plus grande échelle, car la faible quantité d'échantillons analysés constitue une limite à ces résultats. Nous avons déjà pu mettre en avant que le consommateur trouve alors à sa disposition des produits de qualité très disparate, parfois inappropriés à l'usage qu'il souhaite en faire. En se tournant vers son pharmacien, il s'assure une certaine sécurité par une qualité des produits contrôlée et un conseil approprié à sa situation. Il est bon de rappeler que le code de déontologie du pharmacien lui interdit de délivrer un produit qu'il estime pouvoir être dangereux pour une personne du fait d'une situation physiologique ou pathologique et/ou de traitements existants. C'est la sécurité du patient et sa santé qui doivent primer sur son jugement.

Bibliographie

- [1] Issaadi-Hamitouche Tassadit, « Etude de l'autovaporisation instantanée dans l'intensification de l'extraction de l'huile essentielle du bois de santal ». Discipline : génie des procédés. La Rochelle, 2016, 224 p.
- [2] B. Gaborieau, « Etat des lieux sur l'aromathérapie dans les officines : enquête sectorielle dans le département de la Vienne », Discipline : pharmacie. Poitiers, 2015, 98 p.
- [3] A.-C. Degryse, I. Delpla, et V. Marie-Alix, « Risques et bénéfices possibles des Huiles Essentielles ». Discipline : génie sanitaire. EHESP Rennes, 2008, 87 p.
- [4] M. Lis-Balchin, *The genus Lavandula*. London : Taylor & Francis, 2002, 1^{re} éd., vol. 29, 283 p.
- [5] D. Mosquin, « Mentha x piperita », *UBC Botanical Garden*, 2009. [En ligne]. Disponible sur: https://botanypphoto.botanicalgarden.ubc.ca/2009/03/mentha_piperita/. [Consulté le: 30/08/2018].
- [7] M.-E. Lucchesi, « Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes : Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles ». Discipline : pharmacie. La Réunion, 2005, 128 p.
- [8] Z. Fadi, « Le romarin : rosmarinus officinalis le bon procédé d'extraction pou un effet thérapeutique optimal ». Discipline : pharmacie. Rabat, Maroc, 2011, 210 p.
- [9] G. Chabert, « Myrtacées et aromathérapie ». Discipline : pharmacie. Grenoble, 2013, 120 p.
- [10] A. D. Samate, « Composition chimiques d'HE extraites de plantes aromatiques de la zone soudanienne du Burkina Faso : valorisation ». Discipline : chimie organique. Ouagadougou, Burkina Faso, 2002, 264 p.
- [11] ANSM, « Huile essentielle de bermagote », *Pharmacopée française XIe édition*, 1991. [En ligne]. Disponible sur: https://www.ansm.sante.fr/var/ansm_site/storage/original/application/b0cf55dc7aadb8465beb1b7ad8472063.pdf. [Consulté le: 04/07/2018].
- [12] R. Deschepper, « Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie ». Discipline : pharmacie. Marseille, 2017, 173 p.

- [13] Y. Fillatre, « Produits phytosanitaires : Développement d'une méthode d'analyse multi-résidus dans les huiles essentielles par couplage de la chromatographie liquide avec la spectrométrie de masse en mode tandem ». Discipline : pharmacie. Angers, 2011, 288 p.
- [14] L. Lagunez Rivera, « Etude De L'Extraction De Metabolites Secondaires De Differentes Matieres Vegetales En Reacteur Chauffe Par Induction thermomagnétique directe ». Discipline : sciences des agroressources. Toulouse, 2006, 335 p.
- [15] Maroua Abadlia et Aicha Hana Chebbour, « Etude des huiles essentielles de la plante mentha piperita et tester leurs effets sur un modèle biologique des infusoires ». Discipline : biologie du végétal. Constantine, Algérie, 2014, 90 p.
- [16] A. Mazollier, « Développement de méthodologies analytiques et statistiques pour le contrôle de la naturalité de matières premières pour la cosmétique et la parfumerie ». Discipline : chimie. LYON, 2013, 330 p.
- [17] M. Khodjet, « Étude de marché : consommation des huiles essentielles en guyane française ». Discipline : chimie organique et analytique. Matoury, 2015, 215 p.
- [18] AFSSAPS, « Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles, Contribution pour l'évaluation de la sécurité des produits cosmétiques contenant des huiles essentielles », 2008. [En ligne]. Disponible sur: <http://dune.univ-angers.fr/fichiers/20060671/2014PPHA1680/fichier/1680F.pdf><http://dune.univ-angers.fr/fichiers/20060671/2014PPHA1680/fichier/1680F.pdf>. [Consulté le: 07/11/2017].
- [19] S. JOUAULT, « La Qualite Des Huiles Essentielles Et Son Influence Sur Leur Efficacite Et Sur Leur Toxicite ». Discipline : pharmacie. Lorraine, 2012, 146 p.
- [20] A. CHRISTOPHE, « Limites et risques de la Phytothérapie ». Discipline : pharmacie. Limoges, 2014, 108 p.
- [21] Y.-O. M. Hay, « La complexité des simples - caractérisation chimique et biologique de combinaisons hydrolats-huiles essentielles et huiles essentielles-huiles essentielles pour l'objectivation d'effet conservateurs de produits phytothérapeutique ». Discipline : sciences en agroressources. Toulouse, 2015, 196 p.
- [22] L. Barlier, « Etat des lieux de l'utilisation des huiles essentielles au CHU d'Angers (de 2000 à 2013) ». Discipline : pharmacie. Le Mans, 2014, 87p.
- [23] J. Zahalka, *Dictionnaire complet d'aromathérapie*, Dauphin. 2017, 511p.

- [24] Omega Pharma, « Cahier de formation phytosun aroms printemps été 2017 », 2017.
- [25] A. Baules, « Les huiles essentielles - bien les connaître, bien les choisir pour mieux les conseiller ». Discipline : pharmacie. Toulouse, 2016.
- [26] J. Kaloustian et F. Hadji-Minaglou, *La connaissance des huiles essentielles : qualité et aromathérapie*. Springer, 1^{re} éd. 2012, 226 p.
- [27] Site internet du CHU de Lille, « Intoxication aux huiles essentielles », 2012. [En ligne]. Disponible sur: <http://cap.chru-lille.fr/GP/magazines/111380.html>. [Consulté le: 01/08/2018].
- [28] J. Kaibeck, « Huile Essentielle : définitions », 2011. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.lessentieldejulien.com/2011/04/huile-essentielle-definitions/> [Consulté le: 15/01/2018].
- [29] C. Baudot, « Aromathérapie à l'officine : traitement des maux de l'hiver ». Discipline : pharmacie. Lorraine, 2013, 206 p.
- [30] Anonyme, « Fiches plante essentielle ». [En ligne]. Disponible sur: <https://plante-essentielle.com/wp-content/uploads/2015/08/fiches-plante-essentielle.pdf>. [Consulté le: 08/07/2018].
- [31] V. Couderc, « Toxicité des huiles essentielles ». Discipline : pharmacie. Toulouse, 2001, 84 p.
- [32] A. Mongreville, « Aromathérapie : législation et toxicologie en France et en Europe , appliquées à la pédiatrie ». Discipline : pharmacie. Rouen, 2017, 206 p.
- [33] ANSM, « Questions / Réponses : réglementation des produits cosmétiques », 2017. [En ligne]. Disponible sur: http://ansm.sante.fr/var/ansm_site/storage/original/application/6733575728ba78af0829d41102651e82.pdf. [Consulté le: 07/07/2018].
- [34] Le Parlement Européen et le Conseil De L'Union Européenne, *Règlement (CE) N° 1223-2009*, n° 4. France, 2009, 151 p.
- [35] Légifrance, « Décret n°2006-352 du 20 mars 2006 relatif aux compléments alimentaires », 2018. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT00000638341>. [Consulté le: 20/06/2018].
- [36] Journal de l'Union Européenne, *Règlement n°1924/2006*. 2006, 16 p.

[37] C. Mainguet, « Evolutions réglementaires en matières d'arômes ». [En ligne]. Disponible sur: https://www.economie.gouv.fr/files/directions_services/dgccrf/manifestations/colloques/aromes_alimentaires/04_mainguet.pdf. [Consulté le: 23/05/2018].

[38] Commission Européenne, «La Directive du Conseil 88/388/CEE du 22 juin 1988, relative au rapprochement des législations des États membres dans le domaine des arômes destinés à être employés dans les denrées alimentaires et des matériaux de base pour leur production», vol. 29. 1991, p. 1-11.

[39] European Food Safety Authority, « Arômes », 2008. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.efsa.europa.eu/fr/topics/topic/flavourings>. [Consulté le: 21/06/2018].

[40] Commission Européenne, *Règlement n°872/2012*. France, 2012, 161 p.

[41] S. Brunengo-Basso, « Quel cadre juridique pour les huiles essentielles ? », Aix en Provence, 2011, 6 p.

[42] EFEO/IFRA, « Directives relatives à l'identification de substances et à la similitude des substances naturelles complexes (SNC) en vertu des règlements REACH et CLP », 2015, 28 p.

[43] Commission Européenne, *Règlement (CE) N°1907/2006*. France, 2006, 849 p.

[44] Commission Européenne, *Règlement (CE) N°1272/2008*. France, 2006, 71 p.

[45] Commission Européenne, *Annexe VI CLP*. France, 2016, 1559 p.

[46] Service national d'assistance réglementaire REACH, « FAQ sur les huiles essentielles REACH et CLP », 2016, 16 p.

[47] CIHEF, « REACH : les aides », 2016. [En ligne]. Disponible sur: http://www.cihef.org/images/documents/plaquette_version_site__recto_verso_avril_2016.pdf. [Consulté le: 24/05/2018].

[48] ANSM, « Médicaments à base de plantes Comment un médicament à base de plantes est-il autorisé ? », 2016. [En ligne]. Disponible sur: [https://ansm.sante.fr/Activites/Medicaments-a-base-de-plantes/Comment-un-medicament-a-base-de-plantes-est-il-autorise/\(offset\)/1](https://ansm.sante.fr/Activites/Medicaments-a-base-de-plantes/Comment-un-medicament-a-base-de-plantes-est-il-autorise/(offset)/1). [Consulté le: 12/07/2018].

[49] Les cahiers de l'ordre national des pharmaciens, « Plantes medicinales et medicaments a base de plantes », *Le J.*, n° 04/06/11, 2011, p. 7-9.

[50] A. Feroyard, « Constitution d'un dossier d'autorisation de mise sur le marché d'un médicament à usage humain et ses différentes procédures d'enregistrement en Europe ». Discipline : pharmacie. Rouen, 2014, 183 p.

[51] ANSM, « Médicaments à base de plantes : Comment un médicament à base de plantes est-il autorisé ? », 2016. [En ligne]. Disponible sur: [https://ansm.sante.fr/Activites/Medicaments-a-base-de-plantes/Comment-un-medicament-a-base-de-plantes-est-il-autorise/\(offset\)/1](https://ansm.sante.fr/Activites/Medicaments-a-base-de-plantes/Comment-un-medicament-a-base-de-plantes-est-il-autorise/(offset)/1). [Consulté le: 12/07/2018].

[52] Commission Européenne, « Règlement (UE) N° 528/2012 », 2012, 123 p.

[53] Legifrance, « Arrêté du 19 mai 2004 relatif au contrôle de la mise sur le marché des substances actives biocides et à l'autorisation de mise sur le marché des produits biocides », 2004. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.legifrance.gouv.fr/eli/arrete/2004/5/19/DEVP0430135A/jo>. [Consulté le: 03/10/2018].

[54] Commission Européenne, *Règlement (UE) N° 1169/2011*. France, 2011, 46 p.

[55] Code de la santé publique, « Article L5111-1 », 2007. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.legifrance.gouv.fr/affichCodeArticle.do?cidTexte=LEGITEXT000006072665&idArticle=L EGIARTI000006689867&dateTexte=20100225>. [Consulté le: 11/09/2018].

[56] M. Salle, « Contrôle des composés parfumants dans les cosmétiques et les détergents », DGCCRF, Oullins, 15 p.

[57] Parlement Européen, *Directive 2003/15/CE du Parlement Européen et du Conseil du 27 février 2003 modifiant la directive 76/768/CEE du Conseil concernant le rapprochement des législations des états membres relatives aux produits cosmétiques*. France, 2003, 10 p.

[58] T. Leclair, « L'incorporation d'huiles essentielles dans les cosmétiques : quels en sont les intérêts et les risques? ». Discipline : pharmacie. Nantes, 2013, 128 p.

[59] AFNOR Normalisation, « Publications Huiles Essentielles Normes Iso – Normes Afnor – Normes Nf Iso », 2006. [En ligne]. Disponible sur: https://www.doc-developpement-durable.org/file/Huiles-essentielles/FICHES_PLANTES&HUILES/Normes_AFNOR_HE.pdf. [Consulté le: 20/11/2017].

[60] Pharmacopée européenne 9.0, « *Menthae piperitae aetheroleum* », 2012, p. 1539-1540.

[61] Pharmacopée européenne 9.5, « *Lavandulae aetheroleum* », 2018, p. 1999-2000.

- [62] Franceagrimer, « PPAM, note de conjoncture », Montreuil, 2017.
- [63] X. Fernandez, R. Monge, et C. Chailan, « La production des huiles essentielles en France », Nice, Aix en Provence, 2013.
- [64] Franceagrimer, « les huiles essentielles bulgares en 2017 », Volx, 2017, 3p.
- [65] Ministère de l'Agriculture, « Plan de la filière des Plantes à Parfum , Aromatiques et Médicinales », 2017. [En ligne]. Disponible sur: https://www.google.fr/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&ved=2ahUKEwi2y7f_oevdAhUR1hoKHYVSD58QFjABegQICRAC&url=http%3A%2F%2Fagriculture.gouv.fr%2Ftelecharger%2F88413%3Ftoken%3D14e8b4ac644a7bef5c891f49d4bda200&usg=AOvVaw0jfAdvxd5BEUt9AW84HFIS. [Consulté le: 12/07/2018].
- [66] KE Boren, DG Young, CL Wolley and al. « Detecting Essential Oil Adulteration », *Journal of Environmental Analytical Chemistry*, vol. 02, n° 02, 2015, 3p. DOI:10.4172/2380-2391.1000132
- [67] F. AGRIMER, « rapport d'activité 2017 », Montreuil, 2017, 24 p.
- [68] H. Fargeon, C. Granozio, H de la Laurancie, and al. « État des lieux et perspectives des débouchés des petits producteurs de plantes à parfum , aromatiques et médicinales », Paris, 2016, 118 p.
- [69] Franceagrimer, « Le marché de l'aromathérapie en pharmacie », Montreuil, 2018, 12 p.
- [70] P. Grand, « Lavandula angustifolia Mill et son huile essentielle », Discipline : pharmacie. Nantes, 2009, 104 p.
- [71] M. Belmont, « Lavandula angustifolia M., Lavandula latifolia M., Lavandula x intermedia E. : études botaniques, chimiques et thérapeutiques », Discipline : pharmacie. Grenoble, 2013, 154 p.
- [72] F. Harnist, « L'huile essentielle de lavande officinale : état des connaissances sur ses potentialités thérapeutiques », Discipline : pharmacie. Strasbourg, 2013, 247 p.
- [73] D. Cohen, « Les huiles essentielles à l'officine : dangers pour la femme et le nouveau né », Discipline : pharmacie. Grenoble, 2013, 112 p.
- [74] Commission des normes de l'équité de la santé et de la sécurité du travail (CNESST), « D-limonène ». [En ligne]. Disponible sur: http://www.csst.qc.ca/prevention/reptox/Pages/fiche-complete.aspx?no_produit=248898. [Consulté le: 01/07/2018].

- [75] M. Benbouali, « Valorisation des extraits de plantes aromatiques médicinales de “*Mentha rotundifolia* & *Thymus vulgaris*” », Discipline : génie chimique. Chlef, Algérie, 2006, 176 p.
- [76] Anonyme, « Peppermint vs cornmint », *Lotus spring*, 1900. [En ligne]. Disponible sur: <https://lotuspringessentialoils.com/peppermint-versus-cornmint/>. [Consulté le: 30/09/2018].
- [77] Ventura, « Brief report on Mentha oil », Mumbai, 2007, 9 p.
- [78] D. Baudoux ML. Breda, *Huiles essentielles chémotypées*, JOM. 2016, 98 p.
- [79] Y. Guitton, « Diversité des composés terpéniques volatils au sein du genre *Lavandula*: aspects évolutifs et physiologiques », Discipline : biologie et physiologie végétales. Saint Etienne, 2010, 255 p.
- [80] S. Lafhal, « Caractérisation, traçabilité et contrôle qualité des huiles essentielles de lavandes et de lavandins : Apports des signatures chromatographiques et spectroscopique », Discipline : chimie. Aix Marseille, 2015, 288 p.
- [81] E. Bongard, « Authenticité des huiles essentielles et des extraits de plantes », Compiègne, 2016, 21 p.
- [82] H. Fan, Q. Wu, J.E. Simon and al., « Authenticity analysis of citrus essential oils by HPLC-UV-MS on oxygenated heterocyclic components », *Journal of Food and Drug Analysis*, vol. 23, n° 1, p. 30-39, 2015.
- [83] DGCCRF, « Huiles essentielles », 2014. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.economie.gouv.fr/dgccrf/huiles-essentielles-0>. [Consulté le: 30/09/2018].
- [84] DGCCRF, « Fiche pratique : Les huiles essentielles », 2016. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.economie.gouv.fr/dgccrf/Publication/Vie-pratique/Fiches-pratiques/Huiles-essentielles>. [Consulté le: 14/11/2017].
- [85] ANSES, « Déclaration d'effet indésirable susceptible d'être lié à la consommation d'un complément alimentaire », 2 p.
- [86] Groupe de travail médicaments a base de plantes et médicaments homeopathiques, « Compte rendu de séance 16 novembre 2017 », Saint-Denis, 2017, 5 p.
- [87] CIHEF, « Le règlement REACH & les huiles essentielles », 2018, 19 p.

[88] R. Tessier, « Mise en place d'un comité de suivi de la réglementation REACH appliquée aux plantes à parfum », 2015, 30 p.

[89] Ministère de la transition écologique et solidaire, « La réglementation REACH », 2018. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.ecologique-solidaire.gouv.fr/reglementation-reach#e2>. [Consulté le: 15/07/2018].

[90] J. Roux et H.- Provence, « Conséquences du règlement européen Reach sur la production de plantes à parfum françaises et la production de lavande », 2015. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.senat.fr/questions/base/2014/qSEQ14120970S.html>. [Consulté le: 12/07/2018].

[91] Commission Européenne, *Règlement (Ce) N° 834/2007*, vol. 2004. France, 2013, 39 p.

[92] Nature et progrès, « Cahier des charges Plantes Aromatiques Et Médicinales », Ales, 2005, 33 p.

[93] Phytolia, « Un label traçabilité pour garantir l'origine des plantes dans vos produits », Angers, 3 p.

[94] T. Poirot, « Bon usage des huiles essentielles, effets indésirables et toxicologie », Discipline : pharmacie. Lorraine, 2016, 97 p.

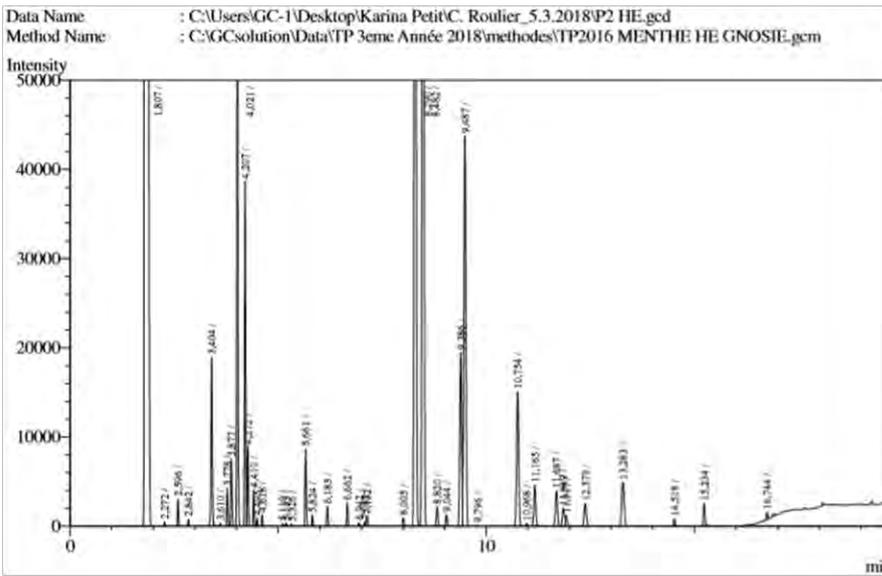
[95] Unilever Food Solution, « Les 14 allergènes alimentaires les plus courants ». [En ligne]. Disponible sur: http://www.unilever-pro-nutrition-sante.fr/wp-content/uploads/2017/01/UFS-poster_14-allergenes-les-plus-courants.pdf. [Consulté le: 17/07/2018].

[96] AFNOR Normalisation, « norme AFNOR : opposabilité », 2016. [En ligne]. Disponible sur: <https://normalisation.afnor.org/actualites/la-norme-est-elle-obligatoire/>. [Consulté le: 15/06/2018].

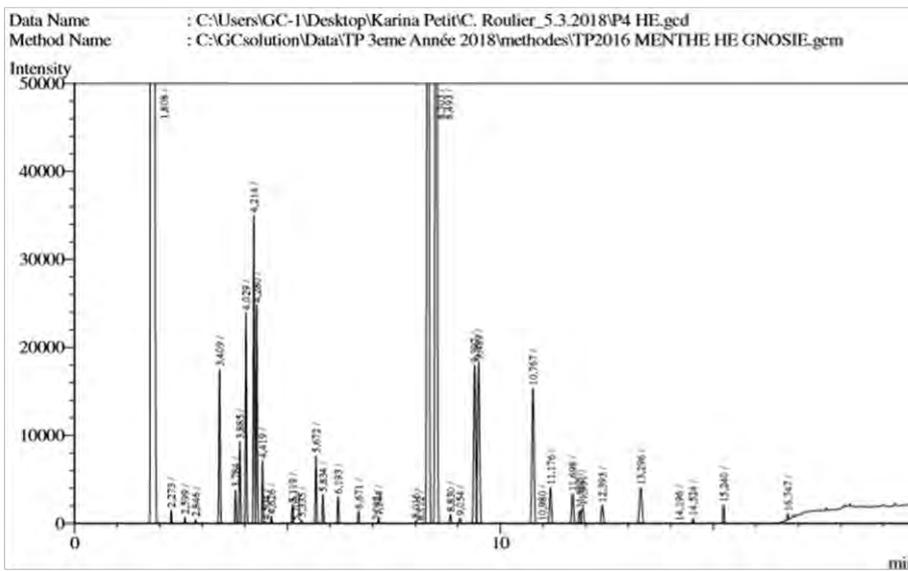
Annexes

ANNEXE 1 : CHROMATOGRAPHIE DES ECHANTILLONS DE LAVANDE FINE EN CG-FID

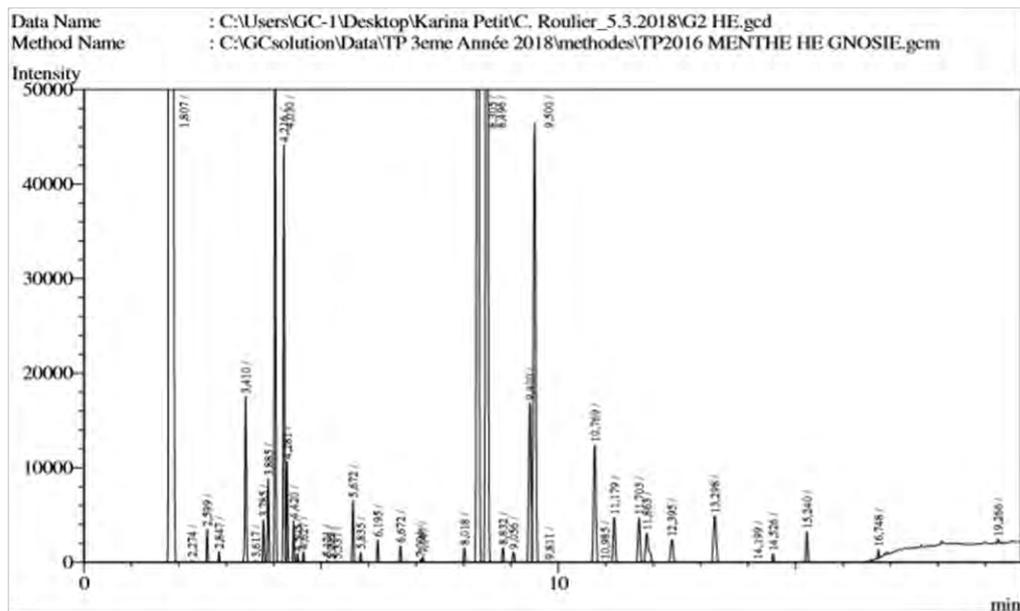
P2



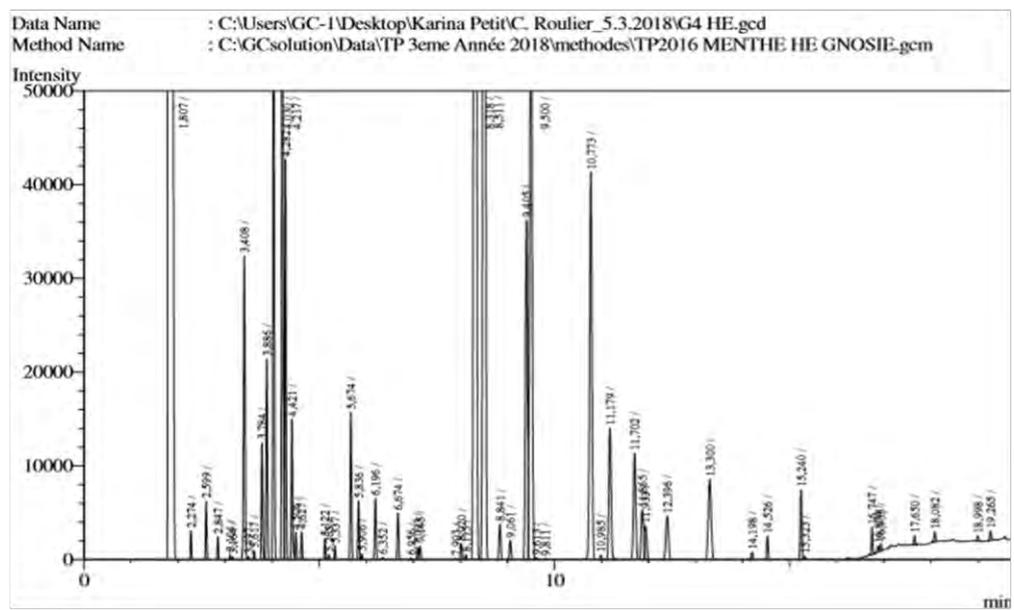
P4



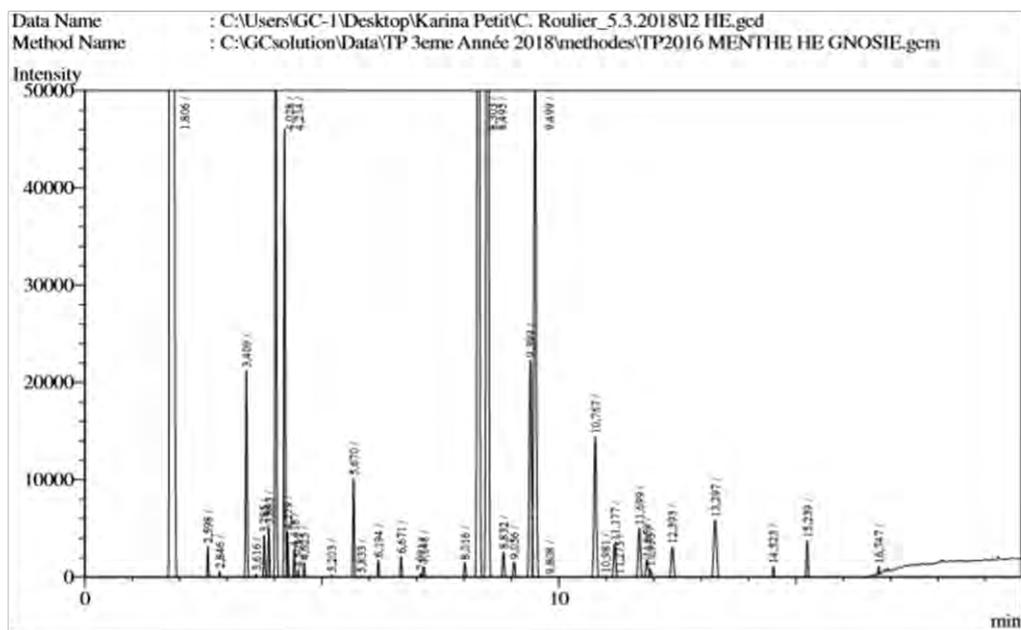
G2



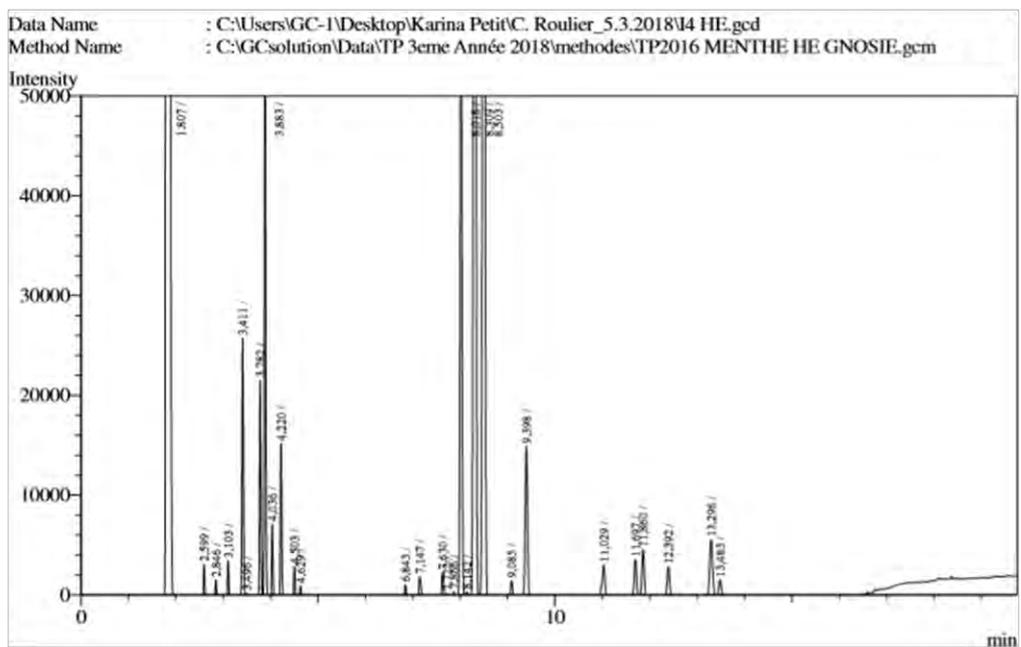
G4



12

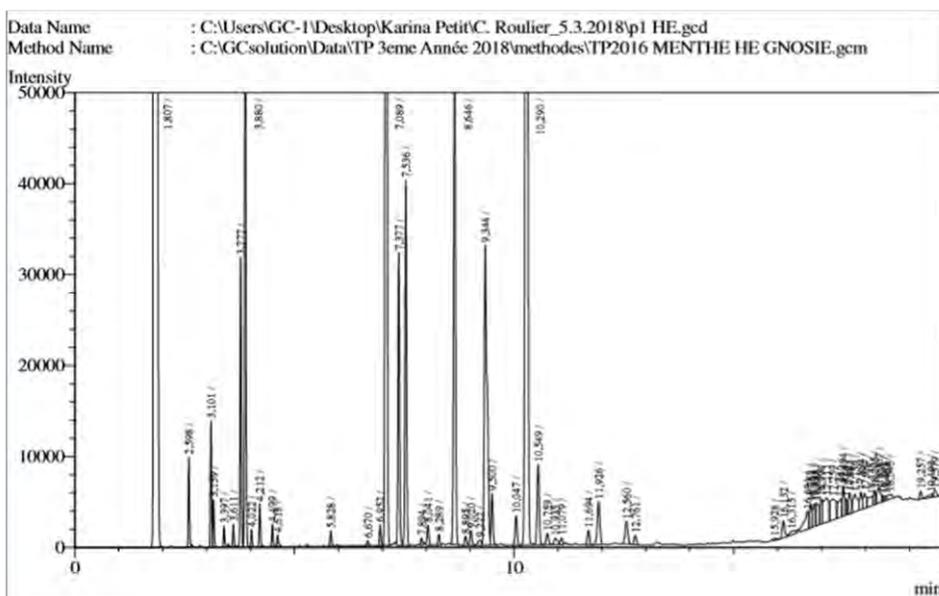


14

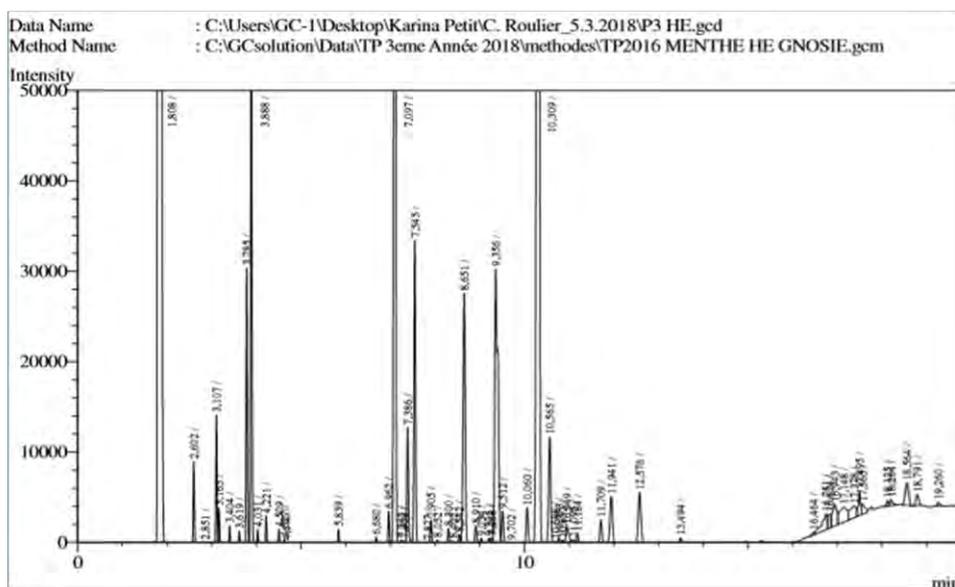


ANNEXE 2: CHROMATOGRAPHIE DES ECHANTILLONS DE MENTHE POIVREE EN CG-FID

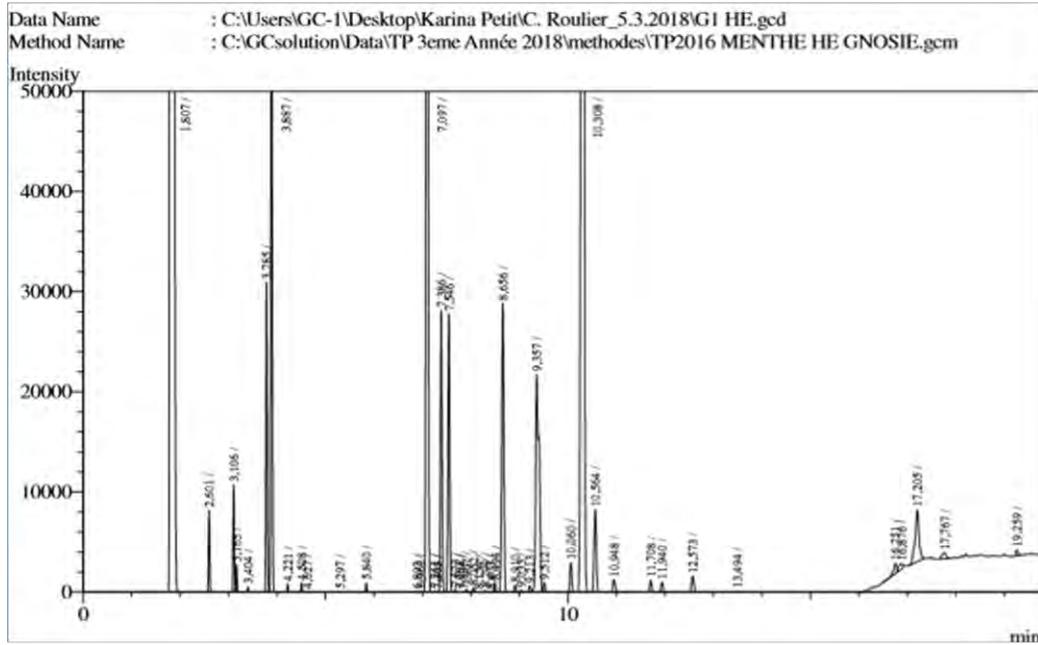
P1



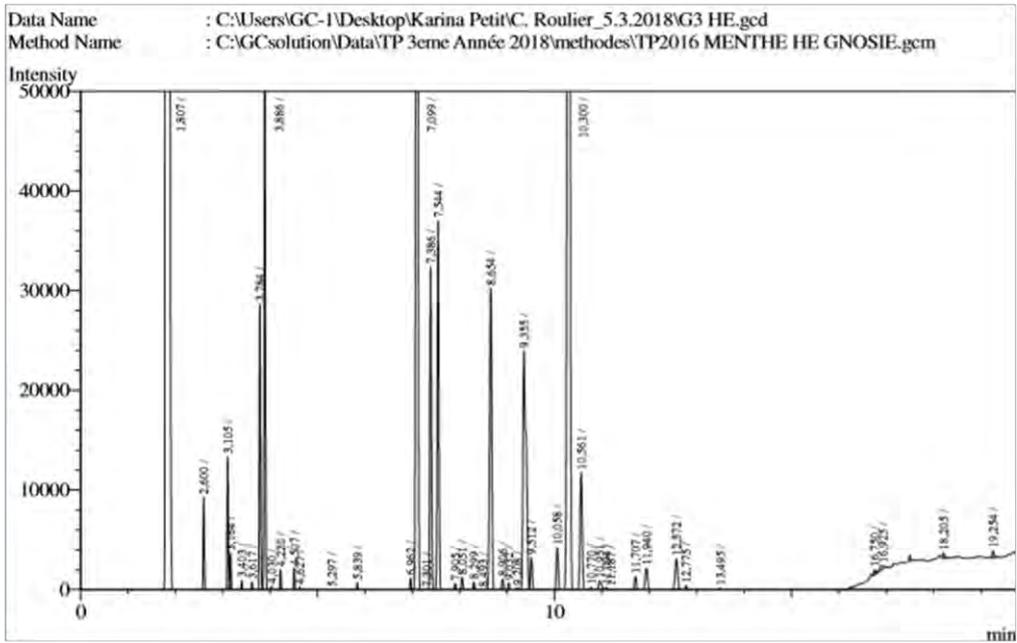
P3



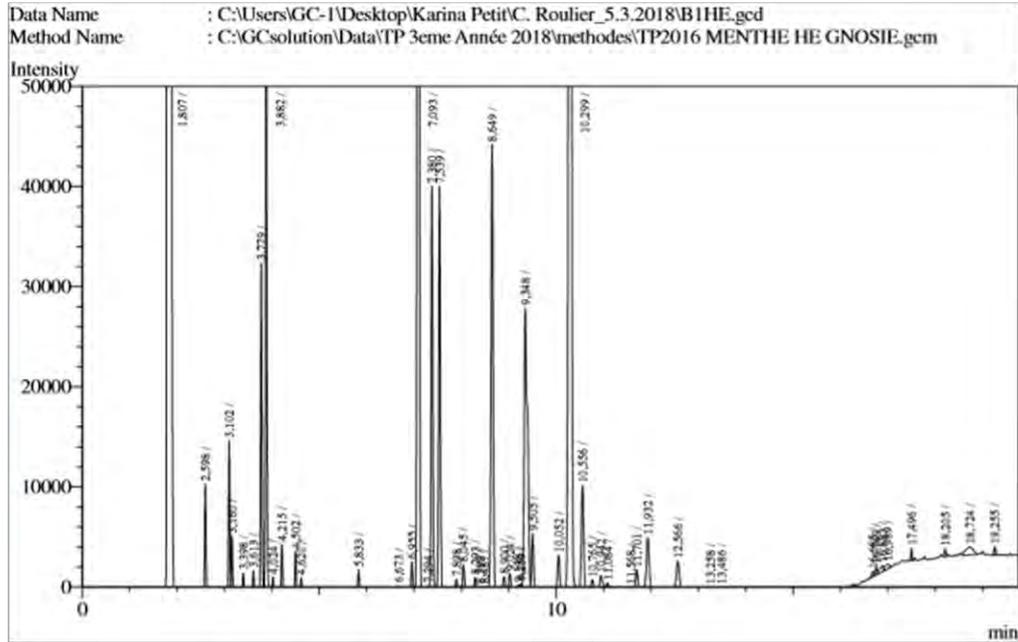
G1



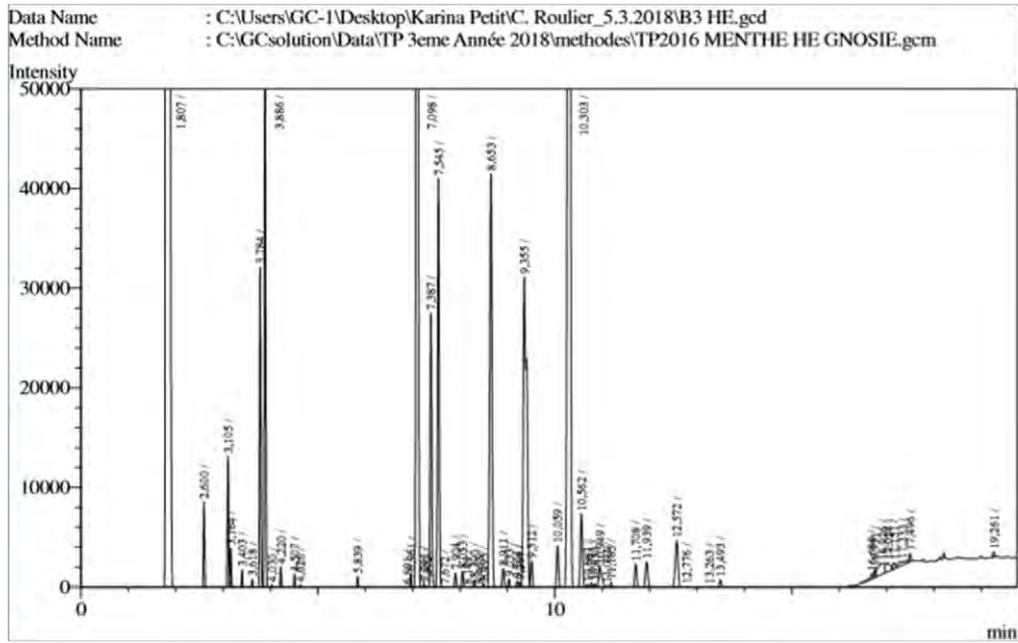
G3



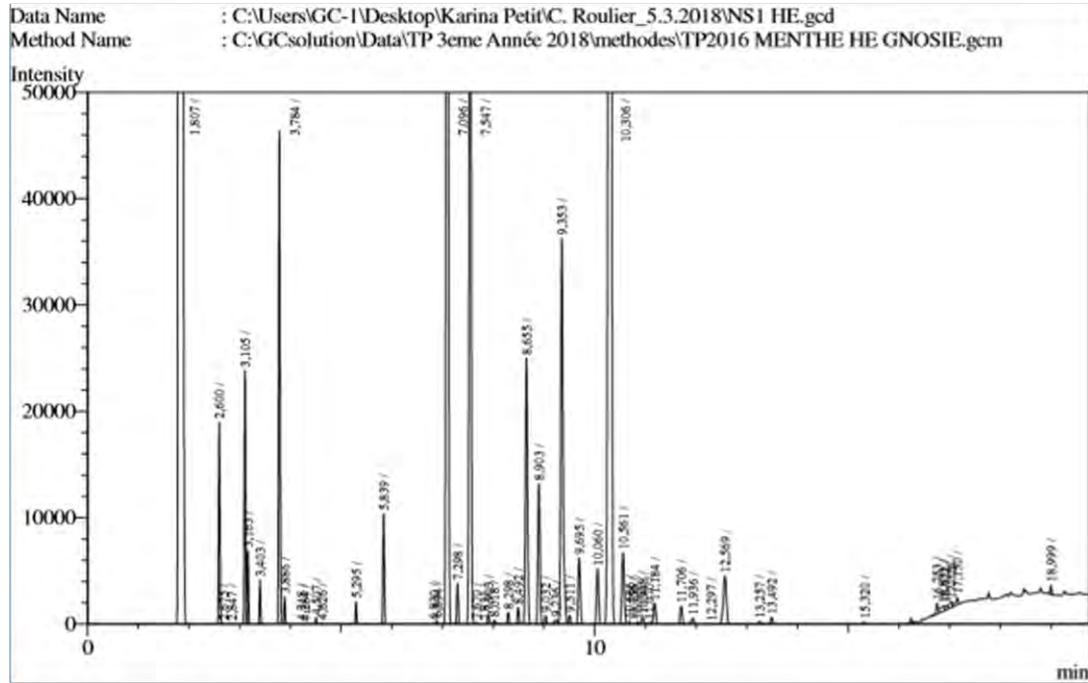
B1



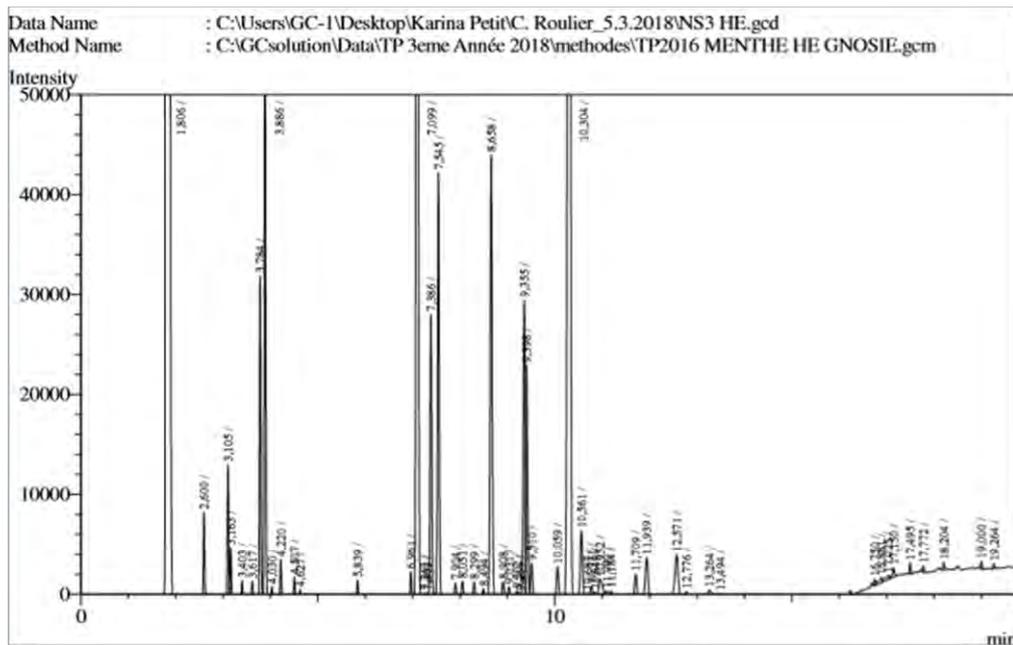
B3



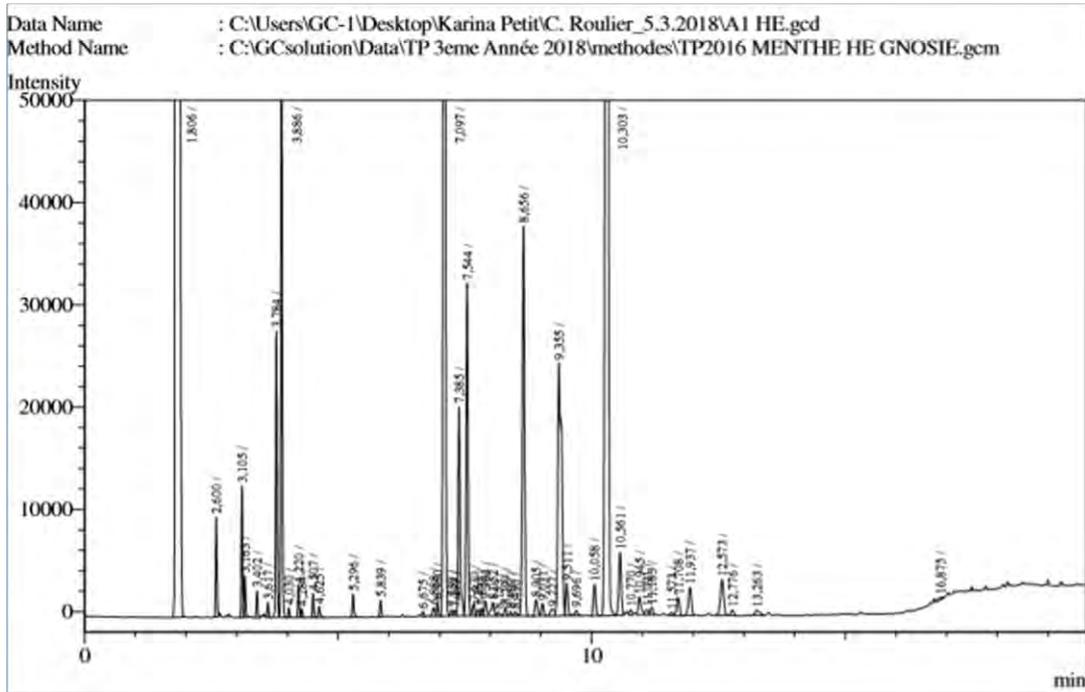
NS1



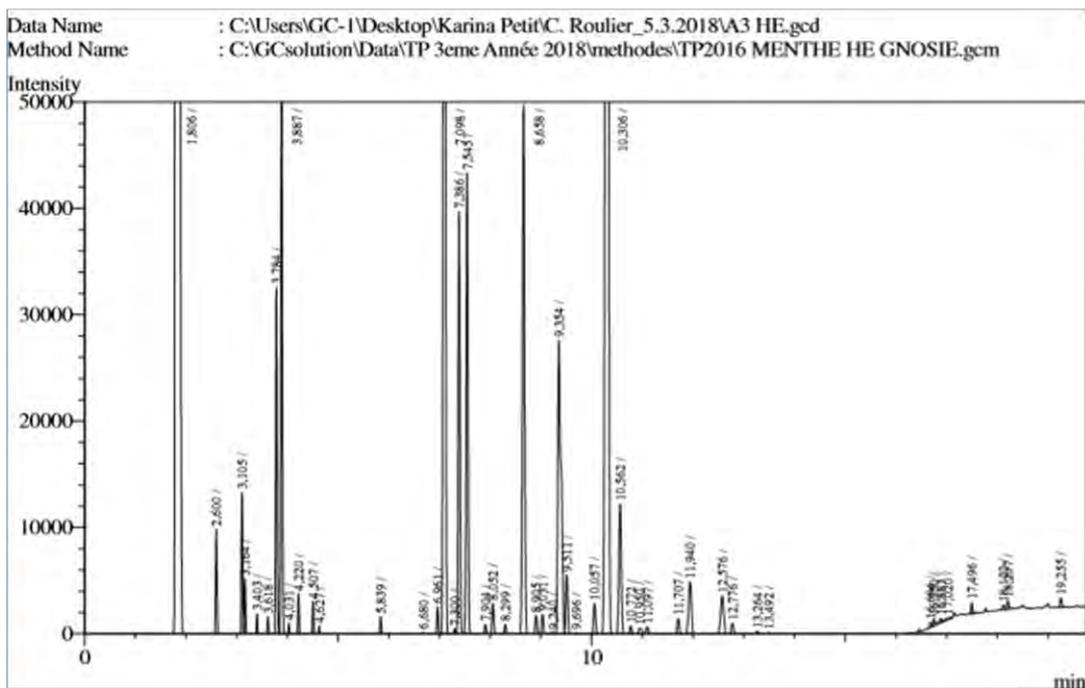
NS3



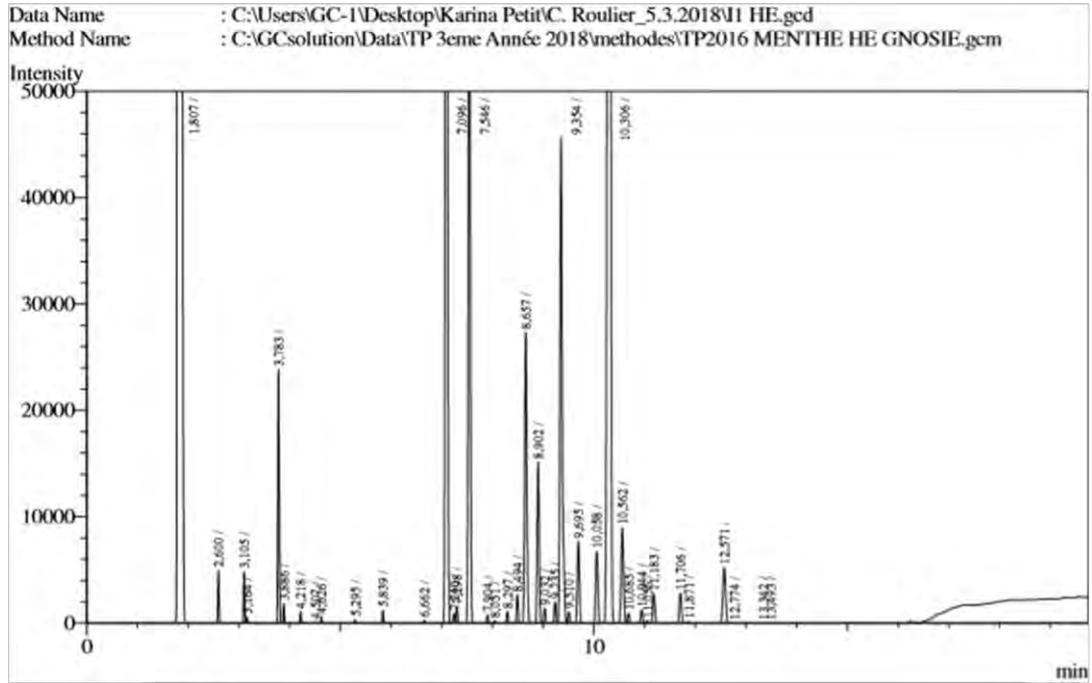
A1



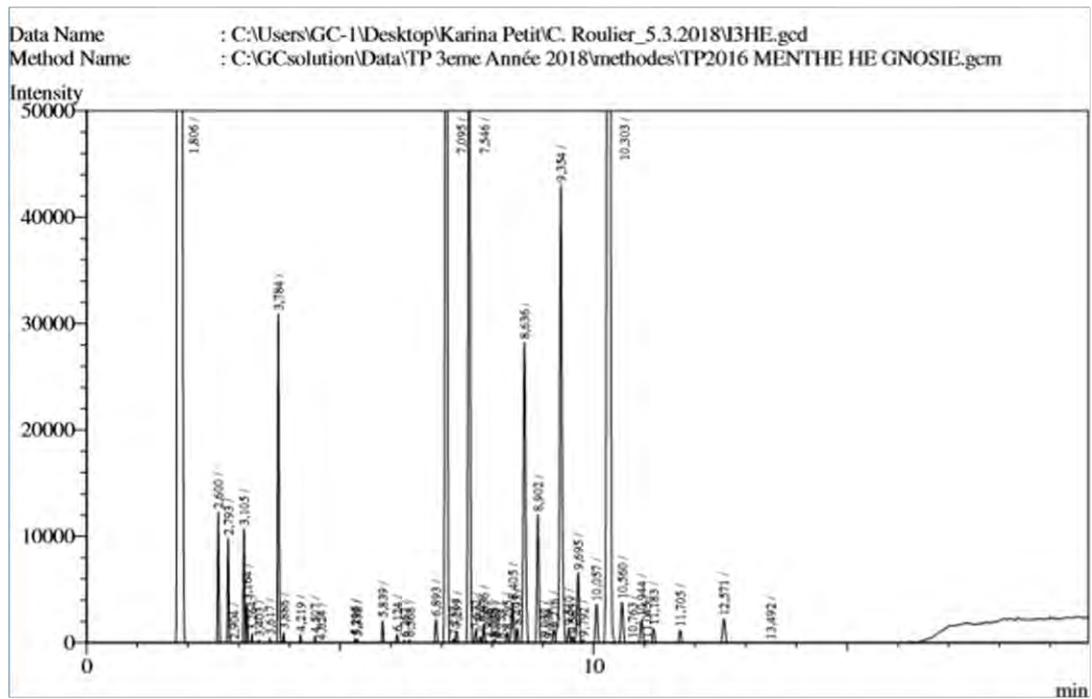
A3



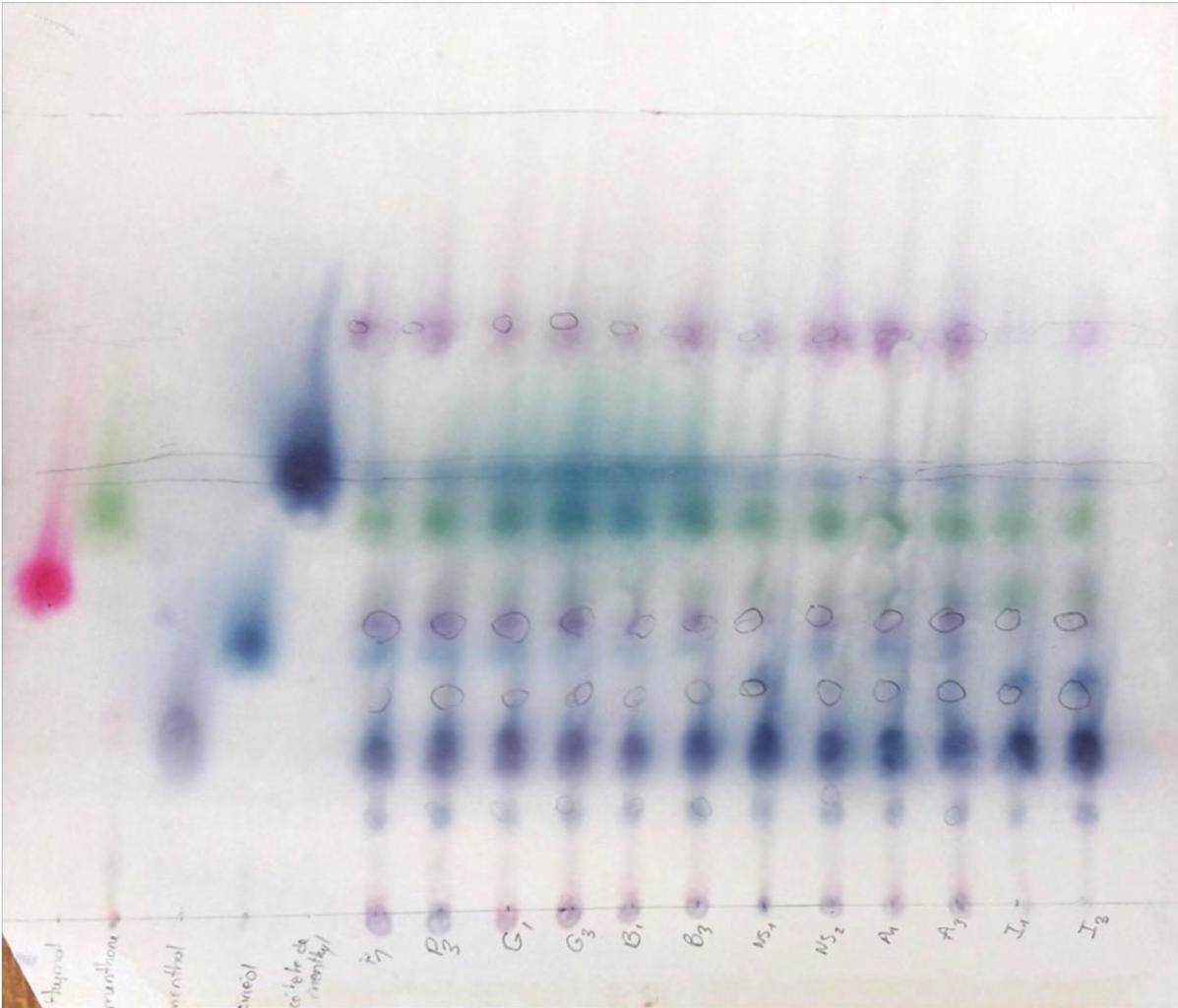
11



13

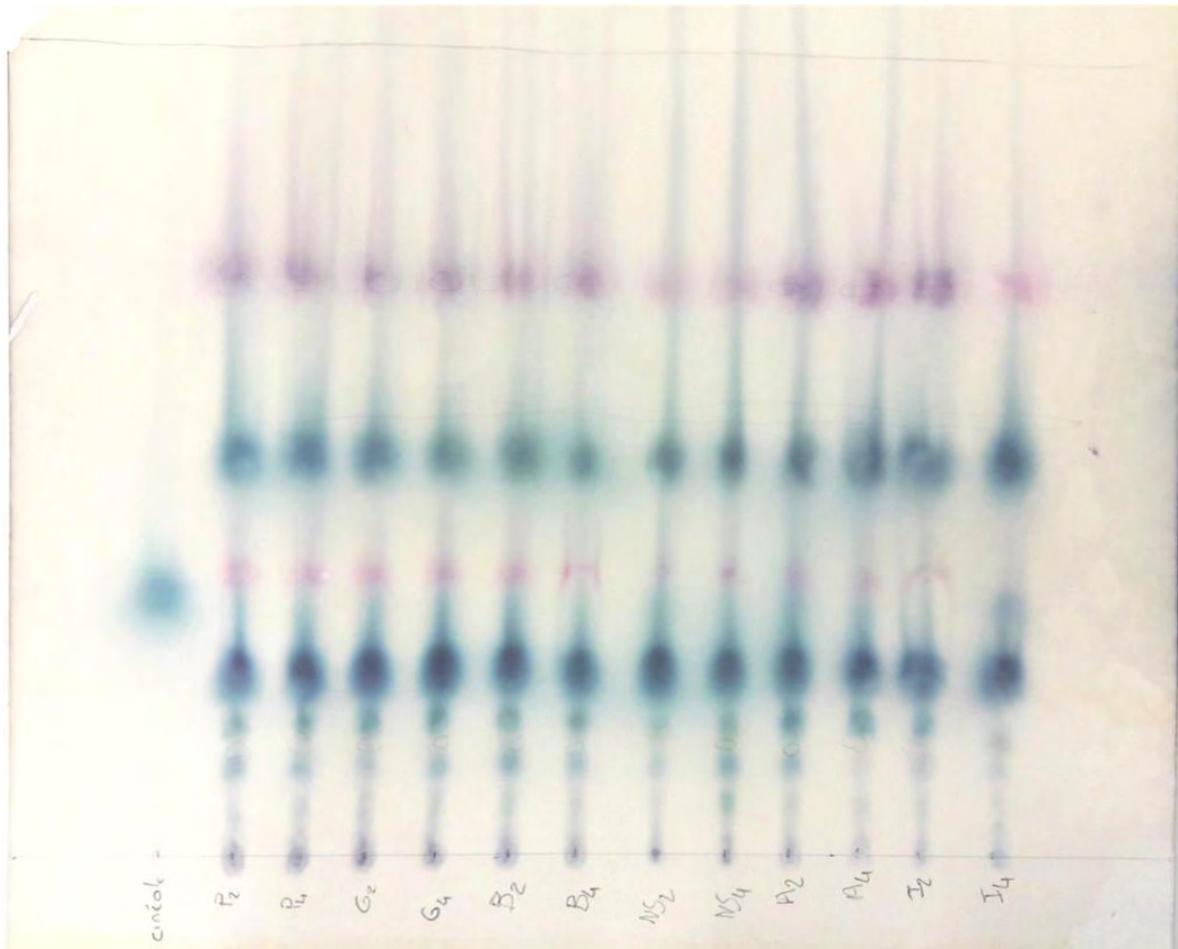


ANNEXE 3: CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE DES ECHANTILLONS DE MENTHE POIVREE



○ Détection de bande fluorescente à 254 nm

ANNEXE 4: CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE DES ECHANTILLONS DE LAVANDE FINE



ANNEXE 5: MAIL ENVOYE AUX FOURNISSEURS

“Madame Monsieur bonjour,

Je me permets de vous contacter afin d’obtenir les bulletins d’analyse de produits que j’ai acheté au sein votre établissement. Il s’agit de l’huile essentielle de menthe poivrée lot XXX expirant le XX/XX et l’huile essentielle de lavande lot XXXXX expirant le XX/XX.

Par avance je vous remercie,

Cordialement,

Mathilde Teruin”



07/2018:1338 **Indice d'acide** (2.5.1) : au maximum 1,0, déterminé sur 5,00 g d'huile essentielle de lavande dissoute dans 50 mL du mélange de solvants prescrit.

LAVANDE (HUILE ESSENTIELLE DE)

Lavandulae aetheroleum

DÉFINITION

Huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau des sommités fleuries de *Lavandula angustifolia* Mill. (*Lavandula officinalis* Chaix).

CARACTÈRES

Aspect : liquide limpide, incolore ou jaune pâle.

Odeur : complexe, rappelant celle de l'acétate de linalyle.

IDENTIFICATION

Première identification : B.

Seconde identification : A.

A. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Prélevez 20 µL d'huile essentielle de lavande et complétez à 1 mL avec du toluène R.

Solution témoin. Mélangez 10 µL de cinéole R, 5 µL de linalol R et 5 µL d'acétate de linalyle R puis complétez à 1 mL avec du toluène R.

Plaque : plaque au gel de silice F_{254} pour CCM R (5-40 µm) [ou plaque au gel de silice F_{254} pour CCM R (2-10 µm)].

Phase mobile : acétate d'éthyle R, toluène R (5:95 V/V).

Dépôt : 6 µL [ou 2 µL] en bandes de 10 mm [ou 8 mm].

Développement : sur un parcours de 10 cm [ou 6 cm].

Séchage : à l'air.

Détection : traitez avec de la solution d'aldéhyde anisique R et chauffez à 100 °C pendant 5 min ; examinez immédiatement à la lumière du jour.

Résultats : voir ci-après la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
	Une bande violette
Acétate de linalyle : une bande violette	Une bande violette intense (acétate de linalyle) Une bande rose
1,8-Cinéole : une bande violette ou brune	Éventuellement, une bande brun-violet de faible intensité (1,8-cinéole)
Linalol : une bande violette	Une bande violette intense (linalol) Une bande grisâtre ou brunâtre
Solution témoin	Solution à examiner

B. L'huile essentielle de lavande satisfait aux limites de l'essai du profil chromatographique.

ESSAI

Densité (2.2.5) : 0,878 à 0,892.

Indice de réfraction (2.2.6) : 1,455 à 1,466.

Angle de rotation optique (2.2.7) : - 12,5° à - 6,0°.

Profil chromatographique. Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28) : utilisez le procédé de normalisation.

Solution à examiner. Prélevez 200 µL d'huile essentielle de lavande et complétez à 10,0 mL avec de l'heptane R.

Solution témoin (a). Prélevez 200 µL d'huile essentielle de lavande pour identification des pics ERV et complétez à 10,0 mL avec de l'heptane R.

Solution témoin (b). Prélevez 5 µL de limonène R et complétez à 50,0 mL avec de l'heptane R. Prélevez 0,5 mL de cette solution et complétez à 5,0 mL avec de l'heptane R.

Colonne :

- **matériau** : silice fondue,
- **dimensions** : $l = 60$ m, $\varnothing = 0,25$ mm,
- **phase stationnaire** : macrogol 20 000 R (épaisseur du film 0,25 µm).

Gaz vecteur : hélium pour chromatographie R.

Débit : 1,5 mL/min.

Rapport de division 1:50.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 - 15 15 - 70	70 70 → 180
Chambre à injection		220
Détecteur		220

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 1 µL.

Ordre d'élution : limonène, 1,8-cinéole, 3-octanone, camphre, linalol, acétate de linalyle, terpinén-4-ol, acétate de lavandulyle, lavandulol, α -terpinéol.

Identification des pics : utilisez le chromatogramme fourni avec l'huile essentielle de lavande pour identification des pics ERV et le chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a) pour identifier les pics dus au limonène, au 1,8-cinéole, au 3-octanone, au camphre, au linalol, à l'acétate de linalyle, au terpinén-4-ol, à l'acétate de lavandulyle, au lavandulol et à l' α -terpinéol.

Conformité du système : solution témoin (a) :

- **résolution** : au minimum 1,4 entre les pics dus au terpinén-4-ol et à l'acétate de lavandulyle.

Déterminez la teneur pour cent de chacun des composants suivants. Ces teneurs sont comprises entre les valeurs suivantes :

- **limonène** : au maximum 1,0 pour cent,
- **1,8-cinéole** : au maximum 2,5 pour cent,
- **3-octanone** : 0,1 pour cent à 5,0 pour cent,
- **camphre** : au maximum 1,2 pour cent,
- **linalol** : 20,0 pour cent à 45,0 pour cent,
- **acétate de linalyle** : 25,0 pour cent à 47,0 pour cent,
- **terpinén-4-ol** : 0,1 pour cent à 8,0 pour cent,
- **acétate de lavandulyle** : au minimum 0,2 pour cent,
- **lavandulol** : au minimum 0,1 pour cent,
- **α -terpinéol** : au maximum 2,0 pour cent,
- **seuil de déclaration** : la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (b) (0,05 pour cent).

Pureté chirale. Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28).

Solution à examiner. Prélevez 0,02 g d'huile essentielle de lavande et complétez à 10 mL avec du pentane R.

Solution témoin. Dissolvez 5 mg de bornéol R dans du pentane R, ajoutez 10 µL de linalol R (mélange de (R)-linalol et de (S)-linalol) et 10 µL d'acétate de linalyle R (mélange d'acétate de (R)-linalyle et d'acétate de (S)-linalyle) puis complétez à 10 mL avec du pentane R.

Colonne :

- *matériau :* silice fondue,
- *dimensions :* $l = 25$ m, $\varnothing = 0,25$ mm,
- *phase stationnaire :* β -cyclodextrine modifiée pour chromatographie chirale R (épaisseur du film 0,25 µm).

Gaz vecteur : hélium pour chromatographie R.

Débit : 1,3 mL/min.

Rapport de division : 1:30.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 - 65	50 → 180
Chambre à injection		230
Détecteur		230

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 1 µL.

Ordre d'élution : (R)-linalol, (S)-linalol, bornéol, acétate de (R)-linalyle et acétate de (S)-linalyle ; selon les conditions opératoires et l'état de la colonne, le bornéol peut éluer avant ou après le (S)-linalol.

Conformité du système : solution témoin :

- *résolution :* au minimum 5,5 entre les pics dus au (R)-linalol et au (S)-linalol ; au minimum 2,9 entre les pics dus au (S)-linalol et au bornéol et au minimum 2,0 entre les pics dus à l'acétate de (R)-linalyle et à l'acétate de (S)-linalyle.

Calculez la teneur pour cent en énantiomères (S) spécifiés à l'aide de l'expression suivante :

$$\frac{A_S}{A_S + A_R} \times 100$$

A_S = surface du pic dû à l'énantiomère (S) correspondant,

A_R = surface du pic dû à l'énantiomère (R) correspondant.

Limites :

- (S)-linalol : au maximum 12 pour cent,
- acétate de (S)-linalyle : au maximum 1 pour cent.

CONSERVATION

A une température ne dépassant pas 25 °C.



07/2012:0405

MENTHE POIVRÉE (HUILE ESSENTIELLE DE)

Menthae piperitae aetheroleum

DÉFINITION

Huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau, à partir des parties aériennes fleuries récemment cueillies de *Mentha × piperita* L.

CARACTÈRES

Aspect : liquide incolore, jaune pâle ou jaune-vert pâle.

Odeur et saveur caractéristiques, suivies d'une sensation de fraîcheur.

Solubilité : miscible à l'éthanol à 96 pour cent et au chlorure de méthylène.

IDENTIFICATION

Première identification : B.

Seconde identification : A.

A. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai A de *Mentha arvensis*.

Résultats A : voir ci-après la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner.

Haut de la plaque	
Thymol : une bande d'atténuation de fluorescence	Des bandes d'atténuation de fluorescence peuvent être présentes (carvone, pulégone)
Solution témoin	Solution à examiner

Résultats B : voir ci-après la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes moins colorées peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
Acétate de menthyle : une bande bleu-violet	Une bande rouge-violet intense (près du front de solvant) (hydrocarbures) Une bande jaune-brun (menthofurane)
Thymol : une bande rose	Une bande bleu-violet (acétate de menthyle) Une bande bleu-vert (menthone)
1,8-Cinéole : une bande bleu-violet ou brune	Des bandes rose pâle, bleu-gris ou vert-gris peuvent être présentes (carvone, pulégone, isomenthone) Une faible bande bleu-violet ou brune (1,8-cinéole)
Menthol : une bande bleue ou violette intense	Une bande bleue ou violette intense (menthol)
Solution témoin	Solution à examiner

B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai du profil chromatographique.

Résultats : les pics caractéristiques du limonène, du 1,8-cinéole, de la menthone, du menthofurane, de l'isomenthone, de l'acétate de menthyle et du menthol dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner sont semblables, quant à leur temps de rétention, à ceux du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a). L'isopulégol, la pulégone et la carvone peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

ESSAI

Densité (2.2.5) : 0,900 à 0,916.

Indice de réfraction (2.2.6) : 1,457 à 1,467.

Angle de rotation optique (2.2.7) : - 30° à - 10°.

Indice d'acide (2.5.1) : au maximum 1,4, déterminé sur 5,0 g d'huile essentielle à examiner diluée dans 50 mL du mélange de solvants prescrit.

Huiles grasses et huiles essentielles résinifiées (2.8.7).

L'huile essentielle à examiner satisfait à l'essai des huiles grasses et huiles essentielles résinifiées.

Mentha arvensis

A. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Mélangez 0,1 g d'huile essentielle à examiner avec du toluène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Solution témoin. Dissolvez 50 mg de menthol R, 20 µL de cinéole R, 10 mg de thymol R et 10 µL d'acétate de menthyle R dans du toluène R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Plaque : plaque au gel de silice F₂₅₄ pour CCM R (5-40 µm) [ou plaque au gel de silice F₂₅₄ pour CCM R (2-10 µm)].

Phase mobile : acétate d'éthyle R, toluène R (5:95 V/V).

Dépôt : 10 µL [ou 1 µL] de solution témoin et 20 µL [ou 2 µL] de solution à examiner, en bandes de 10 mm [ou 8 mm].

Développement : sur un parcours de 15 cm [ou 6 cm].

Séchage : à l'air.

Détection A : examinez en lumière ultraviolette à 254 nm.

Détection B : traitez avec de la solution d'aldéhyde anisique R et chauffez à 100-105 °C pendant 5-10 min ; examinez immédiatement à la lumière du jour.

Résultats B : le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner ne présente pas de bande bleue entre les zones dues au 1,8-cinéole et au menthol.

B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai du profil chromatographique.

Résultats : le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner ne présente pas de pic correspondant au temps de rétention de l'isopulégol et dont la surface est supérieure à 0,2 pour cent de la surface totale.

Profil chromatographique. Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28) : utilisez le procédé de normalisation.

Solution à examiner. Mélangez 0,20 mL d'huile essentielle à examiner avec de l'heptane R et complétez à 10,0 mL avec le même solvant.

Solution témoin (a). Dissolvez 10 µL de limonène R, 20 µL de cinéole R, 40 µL de menthone R, 10 µL de menthofurane R, 10 µL d'(+)-isomenthone R, 40 µL d'acétate de menthyle R, 20 µL d'isopulégol R, 60 mg de menthol R, 20 µL de pulégone R, 10 µL de pipéritone R et 10 µL de carvone R dans de l'heptane R et complétez à 10,0 mL avec le même solvant.

Solution témoin (b). Dissolvez 5 µL d'isopulégol R dans de l'heptane R et complétez à 10,0 mL avec le même solvant. Prélevez 0,1 mL de solution et complétez à 5,0 mL avec de l'heptane R.

Colonne :

- matériau : silice fondue,
- dimensions : $l = 60$ m, $\varnothing = 0,25$ mm,
- phase stationnaire : macrogol 20 000 R (épaisseur du film 0,25 μm).

Gaz vecteur : hélium pour chromatographie R.

Débit : 1,5 mL/min.

Rapport de division : 1:50.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 - 10	60
	10 - 70	60 → 180
	70 - 75	180
Chambre à injection		200
Détecteur		220

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 1 μL .

Ordre d'éluion : ordre donné pour la préparation de la solution témoin (a) ; notez les temps de rétention de ces substances.

Identification des pics : à l'aide des temps de rétention déterminés à partir du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a), localisez sur le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner les composants de la solution témoin (a).

Conformité du système : solution témoin (a) :

- résolution : au minimum 1,5 entre les pics dus au limonène et au 1,8-cinéole ; au minimum 1,5 entre les pics dus à la pipéritone et à la carvone.

Déterminez la teneur pour cent de chacun des composants suivants. Ces teneurs sont comprises dans les limites suivantes :

- limonène : 1,0 pour cent à 3,5 pour cent,
- 1,8-cinéole : 3,5 pour cent à 8,0 pour cent,
- menthone : 14,0 pour cent à 32,0 pour cent,
- menthofurane : 1,0 pour cent à 8,0 pour cent,
- isomenthone : 1,5 pour cent à 10,0 pour cent,
- acétate de menthyle : 2,8 pour cent à 10,0 pour cent,
- isopulégol : au maximum 0,2 pour cent,
- menthol : 30,0 pour cent à 55,0 pour cent,
- pulégone : au maximum 3,0 pour cent,
- carvone : au maximum 1,0 pour cent,
- limite d'exclusion : la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (b) (0,05 pour cent).

Le rapport entre la teneur en 1,8-cinéole et la teneur en limonène est au minimum de 2.

CONSERVATION

A une température ne dépassant pas 25 °C.

01/2008:1605
corrigé 6.0

MÉNYANTHE

Menyanthis trifoliatae folium

DÉFINITION

Feuille séchée, entière ou fragmentée, de *Menyanthes trifoliata* L.

CARACTÈRES

Saveur très amère et persistante.

IDENTIFICATION

A. La feuille est longuement pétiolée, trifoliée et munie de longues gaines partant de la base ; le pétiole peut atteindre 5 mm de diamètre et comporte des stries longitudinales marquées. Le limbe est divisé en folioles égales, sessiles, obovales pouvant atteindre 10 cm de long et 5 cm de large, aux bords entiers, parfois sinueux, avec des hydathodes brunâtres ou rougeâtres et à la base spatulée ; il est glabre, vert foncé sur sa face supérieure et vert plus pâle sur sa face inférieure, avec une nervure médiane saillante blanchâtre, large et finement striée.

B. Réduisez le ményanthe en poudre (355) (2.9.12). La poudre est vert-jaune. Examinez au microscope en utilisant de la solution d'hydrate de chloral R. La poudre présente des fragments d'épiderme supérieur à cellules polyédriques et à parois minces, ondulées ; des fragments d'épiderme inférieur à parois sinueuses ; des stomates anomocytiques (2.8.3) sur les deux faces, avec des cellules annexes présentant des stries radiales ; des cellules épidermiques papillées à paroi droite provenant des nervures ; des fragments du parenchyme du mésophylle avec de larges espaces intercellulaires (aérenchymé) ; des cellules irrégulières renfermant de rares sclérites ; des fragments de vaisseaux spiralés ou annelés.

C. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. A 1,0 g de drogue pulvérisée (355) (2.9.12), ajoutez 10 mL de méthanol R. Chauffez, en agitant, dans un bain-marie à 60 °C pendant 5 min. Laissez refroidir et filtrez. Evaporez à siccité sous pression réduite dans un bain-marie à 60 °C. Dissolvez le résidu dans 2,0 mL de méthanol R.

Solution témoin. Dissolvez 5 mg de loganine R dans 15 mL de méthanol R.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R.

Phase mobile : eau R, méthanol R, acétate d'éthyle R (8:15:77 V/V/V).

Dépôt : 30 μL , en bandes.

Développement : sur un parcours de 15 cm.

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez du réactif à la vanilline R. Chauffez à l'étuve à 100-105 °C pendant 10 min. Examinez à la lumière du jour.

Résultats : voir ci-après la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes sont présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

ANNEXE 8: CALCULS DES RESOLUTIONS SELON LA METHODE 1 (R1) ET LA METHODE 2 (R2)

$$R_1 = 2 \times \frac{20,44 - 19,79}{(0,3 + 0,31)} = 2 \times \frac{0,65}{0,61} = 2,13$$

$$R_2 = 2 \times \frac{15,63 - 15,32}{(0,24 + 0,27)} = 2 \times \frac{0,31}{0,51} = 1,2$$

Vu, le Président du jury,

Vu, le Directeur de thèse,

Vu, le Directeur de l'UFR,

Nom - Prénoms : Teruin Mathilde, Laure

Titre de la thèse : Qualité des huiles essentielles en fonction des réseaux de distribution : focus sur la menthe poivrée et la lavande fine

Résumé de la thèse :

La consommation d'huiles essentielles en France est en perpétuelle hausse depuis ces dernières années. Les distributeurs répondent à cette demande par le biais d'une multitude de réseaux différents, tels que les pharmacies, les magasins biologiques, les magasins de grande distribution (GMS), internet ou encore des magasins dont la vocation première ne se porte pas sur la santé ou même le bien-être. Leurs produits sont vendus sous des statuts variés, impliquant des différences de contraintes de mise sur le marché et surtout des différences d'exigences en termes de qualité.

L'objectif principal de cette thèse a été de comparer des huiles essentielles en fonction des réseaux desquelles elles provenaient, et ce, à divers niveaux. L'analyse a été réalisée sur la qualité intrinsèque du produit, sur le respect de la législation ou encore sur les conseils disponibles. Nous nous sommes focalisées sur deux huiles essentielles, parmi les plus utilisées en France : la menthe poivrée et la lavande fine.

MOTS CLÉS : HUILE ESSENTIELLE, QUALITE, MENTHE POIVREE, LAVANDE FINE, PHARMACIEN

JURY

PRÉSIDENT : Mme Christine HERRENKNECHT, Professeur des universités de chimie analytique

Faculté de Pharmacie de Nantes

ASSESEURS : Mme Catherine ROULLIER, Maître de Conférences de Pharmacognosie et Phytothérapie

Faculté de Pharmacie de Nantes

Mme Aurélie NOBLET, Pharmacien

44750 Camphou

Adresse de l'auteur : 12 rue Jenner, 44100 Nantes