



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique
Université de Tissemsilt



Faculté des Sciences et de la Technologie
Département des Sciences de la Nature et de la Vie

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme
de Master académique en
Filière : **Biologie**
Spécialité : **Biochimie appliquée**

Présentée par : **MEKID Radjaa & GHANES Imen**

Thème

**Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à
base d'un extrait des cladodes d'*Opuntia ficus indica* de la
région de Tissemsilt**

Soutenu le,

Devant le Jury :

M. TALEB Amine	Président	M.C.B.	Univ-Tissemsilt
M. MOUSSAOUI Badreddine	Encadreur	M.C.B.	Univ-Tissemsilt
Mme. BENZAADI Nawal	Examinatrice	M.A.A.	Univ-Tissemsilt

Année universitaire : 2020-2021

Remerciements

Nous remercions tous d'abord ALLAH tout puissant qui nous a donné la santé, le courage et la patience afin de pouvoir accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à présenter nos sincères et chaleureux remerciements à notre honorable encadrant de mémoire M. MOUSSAOUI Badreddine, qui nous a entouré par sa patience et sa disponibilité tout au long de la réalisation de ce travail. Notre encadrant a été d'un soutien et d'une attention exceptionnels.

Nous profonds remerciements s'adressent aux membres du jury ; M. TALEB Amine et Mme. BENSAAZI Nawal , pour l'honneur qui nous ont fait en acceptant d'évaluer ce modeste travail.

Nous remercions encore l'ingénieur des laboratoires M. AFFER Mohamed.

Nos remerciements s'adressent aussi à tous nos enseignants qui ont participé à notre formation durant notre parcours universitaire.

Enfin, nous adressons nos remerciements à toutes les personnes qui nous ont aidé de proche ou de loin à réaliser ce travail.

Dédicace

A ma grand-mère

A ma très chère mère

Vous présentez pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.

Je vous dédie ce travail en témoignage de mon profond amour

A mon cher père :

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime et le respect que j'ai toujours eu pour vous

Ce travail est le fruit de vos sacrifices pour mon éducation et ma formation

A notre professeur monsieur MOUSSAOUI.B

A mes frères et sœurs : FETHI ; CHAIMAA ; LYNE et SEIF-EDDINE

A toute ma famille spécialement mon cher oncle : MOHAMED

A tous mes amis spécialement : SAHAR ; CHAIMAA ; AMINA ; SIHAM ; AMINA

et à mon binôme dans ce travail : RADJAA

A toute l'équipe de l'ADE de TISSEMSILT

A toutes les personnes qui m'ont aidé, soutenu ou m'encourager au long de mes études, je vous dédie ce modeste travail.

Imen

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à celle qui m'a donné la vie, qui s'est sacrifié pour mon bonheur et ma réussite, à ma mère. A mon père, qui a été mon ombre durant toutes les années des études, qui a veillé à me donner l'aide, à m'encourager et à me protéger,

Que dieu les gardes et les protèges.

A notre professeur monsieur MOUSSAOUI.B

A mes adorables sœurs : RIHEB, RAHAF et mon frère ABD EL KARIM

A toute ma famille, pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire et surtout à Ma tante MANSSOURA et mon oncle MOHAMED AZZAZ RAHMANI et son amie, mon oncle SI TAHERET et Ma tante NOURA et leurs enfants.

A mes très chers amis, AMINA; CHAIMAA ; SIHAM ;HAMADA;AMINE à tous ceux qui m'aiment, à tous ceux que j'aime, jedédie ce travail !

A mon binôme dans ce travail : IMEN.

Radjaa

Résumé

Cette étude a pour but de contribuer à la valorisation de mucilage du figuier de barbarie de Tissemsilt, en l'incluant comme principe actif dans une formulation cosmétique biologique. Le rendement d'extraction de mucilage était $0.27 \pm 0.08\%$. Les crèmes préparées à différentes formes et concentrations de mucilage ont des propriétés organoleptiques très appréciables notamment en termes de texture, couleur et odeur. La qualité physicochimique et fonctionnelle est plus qu'acceptable avec des crèmes en émulsion H/E non irritantes, facilement étalables, ayant des maximum d'occlusivité et de SPF de l'ordre de $19.19 \pm 1.64\%$ et $11.47 \pm 2.67\text{nm}$ respectivement. Le pH des quatre crèmes est alcalin (< 9) mais reste ajustable pour le ramener au pH dermique. L'exposition des crèmes aux agressions mécaniques et thermiques, ainsi qu'aux périodes de conservation moyenne font apparaître une bonne stabilité sensorielle malgré des variations en pH et conductivité électrique. De plus, la plupart des crèmes manifestent de l'innocuité microbiologique par des taux de FTAM touchant un minimum de 3.10^2 UFC/g. Des amendements mineurs sur la fabrication et un engagement en tests in vivo peuvent ouvrir la porte grande ouverte à l'investissement de mucilage dans le créneau cosmétique.

Mots clés : Cladode, mucilage, crème, cosmétique, organoleptique.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'*Opuntia ficus indica* de la région de Tissemsilt

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلي تقييم سلامة وفعالية مستحضر صمغ الشوكية الممزوجة بـمسيلت ، من خلال إدراج كمادة فعالة في تركيب مستحضرات جميل طبيعية. بلغ مردود استخراج الصمغ $0.27 \pm 0.08\%$ ، وقد أدى استعماله أشكال وتركيز مختلفة إلى الحصول على كريات ذات خواص حسنة مختلفة، خاصة من حيث اللمس واللون والرائحة. أثبتت نتائج اختبار الجلودة الفيزيائية والكيميائية للكريات المضرة خواصاً أكبر من مؤبولة ، مع تصنيفها كمسحبات زيت/ماء غري مهيجة و سهلة الانتشار على الجلد، زودة على قدرة الطباق ومعاملة محابة من اشعة الشمس بإعطاء حوايل $1.64 \pm 19.19\%$ و 2.67 ± 11.47 التورم على التوالي. إضافة لذلك، فإن درجة الحموضة في الكريات المرعة كانت < 9 ، لكنها تظل قابلة للتعديل إعادتها إلى درجة الحموضة الفسيولوجية لالسنعمال الجلدي. في المقابل، أظهرت الكريات المرعة نفاذاً جيداً ضد الضغوطات الميكانيكية وحرارية وذلك خلال فترات التخزين المتوسطة على الرغم من التخالفات في درجة الحموضة والتوصيل الكهربائي. في الخري، البنات معظم الكريات نوعية جيدة ميكروبيولوجياً من خلال أعداد البكتيريا الهوائية الكلية التي كانت ضمن الماعاري الوطرية بتسجيلها حداً أدنى مساوياً ل $10^2 \times 3$ وحدة عد لمسحبات/غ. الجلدي البكر ان إجراء تعديلات طفيفة على التصنيع و الانتالق في جريب هذه الكريات على الجسم البشري يمكن أن يفتح الباب على مصراعيه للثمار الصمغ في جمال مستحضرات الجمال.

الكلمات الأساسية : الفروع، الصمغ، الكرية، الجميل، الخصائص الفسيولوجية.

Abstract

The aim of this study was to valorize the mucilage extracted from the prickly pear of Tissemsilt, through its inclusion as active principle in organic cosmetic formulation. The mucilage extraction yield was $0.27 \pm 0.08\%$. Creams prepared using different forms and concentrations of mucilage have shown very appreciable organoleptic properties, particularly in terms of texture, color and odor. The physicochemical and functional quality was more than acceptable with non-irritating, easily spreadable O/W emulsion creams. The maximum values of occlusivity and SPF were around $19.19 \pm 1.64\%$ and $11.47 \pm 2.67\text{nm}$, respectively. The pH of the four creams was alkaline (<9) but remained adjustable to bring it back to the dermal pH. Exposure of creams to mechanical and thermal aggressions, as well as to medium storage periods shown a good sensory stability despite variations in pH and electrical conductivity. In addition, most creams shown a microbiological harmlessness where levels of FTAM were 3×10^2 CFU/gas minimum. Minor manufacturing amendments and a commitment to in vivo testing can open the door wide to investment of mucilage in the cosmetics crenel.

Key words: Cladode, mucilage, cream, cosmetic, organoleptic.

Liste des abréviations

Σ	Somme
BHA	Butyl Hydroxy Anisole
BHT	Butyl Hydroxylo Toluène
C 0.1g	Crème contenant 0.1g de poudre de mucilage
C 0.5%	Crème contenant la solution de mucilage concentrée à 0.5%
C 1%	Crème contenant la solution de mucilage concentrée à 1%
C°	Degré Celsius
Cm	Centimètre
E/H	Emulsion Eau/ Huile
FTAM	Flore mésophile aérobie totale
h	Heur
H/E	Emulsion Huile/Eau
H/L	Emulsion Hydrophile/Lipophile
L/H	Emulsion Lipophile/Hydrophile
m	Masse
mg	Milligramme
ml	Millilitre
nm	Nanomètre
OFI	<i>Opuntia Ficus Indica</i>
pH	Potentiel d'Hydrogène
R%	Rendement exprimé en pourcentage
S	Seconde
SPF	Facteur de protection solaire
T	Crème Témoin
T°	Température
UFC	Unité Formant Colonie
UV	Ultraviolet
λ	Longueur d'onde

Liste des tableaux

Tableau 01. Principaux composants des cladodes du figuier de barbarie (Stintzing et al., 2001)	04
Tableau 02. Composition générale d'un produit cosmétique (Ramiamanana, 2016)	16
Tableau 3. Appareillages, verres et réactifs chimiques utilisés	20
Tableau 4. Formules et ingrédients des quatre crèmes élaborées	23
Tableau 5. Corrélation entre l'effet érythémogénique (EE) et l'intensité de la radiation à chaque longueur d'onde	27
Tableaux 6. pH, Occlusivité et SPF des formulations	35
Tableau 7. Résultats des tests de stabilité préliminaires	38
Tableau 8. Résultats des tests de stabilité accélérée après 24h et 30 jours de conservation à 25°C.	40

Liste des figures

Figure 1. Photographie du figuier de barbarie avec ses a) cladodes, b) fleurs, c) fruits et d) graines (Habibi, 2004).	04
Figure 2. Structure proposée pour le mucilage d' <i>Opuntia</i> (Sáenz, 2004).	05
Figure 3. Structure de la peau humaine normale (Ramiaramanana, 2016)	07
Figure 4. Schéma de la structure de l'épiderme (Georgel, 2008)	09
Figure 5. Photo d'une crème (Ramiaramanana, 2016)	10
Figure 6. Schéma d'une émulsion montrant les deux phases dispersée et dispersante (Doumeix, 2001)	12
Figure 7. Les types d'émulsion (Doumeix, 2001)	13
Figure 8. La zone d'échantillonnage (Google, s.d).	19
Figure 9. Diagramme du protocole expérimental de l'étude (T : Témoin ; C 0.5% et C 1% : avec solution de mucilage concentrée à 0.5% et à 1% ; 0.1 g : avec 0.1g de poudre)	21
Figure 10. Image des cladodes utilisés et du mucilage en poudre extrait.	30
Figure 11. Mélange des deux phases d'émulsion	31
Figure 12. Radars représentant l'évaluation des propriétés organoleptiques des crèmes	32
Figure 13. Observation microscopique des quatre émulsions (Gx100)	33
Figure 14. Test de capacité d'étalement	34
Figure 15. Capacité d'étalement des formulations.	34
Figure 16. Résultats des tests de stabilités préliminaires	39
Figure 17. Résultats du dénombrement des FTAM des crèmes après 24 h et 30 jours à 25°C.	42

Table des matières

Remerciement
Dédicaces
Résumé
ملخص
Abstract
Liste d'abréviation
Liste des tableaux
Liste des figures

Introduction	01
<i>Etude Bibliographique</i>	
<i>Chapitre I</i>	
<i>Le figuier de barbarie et son mucilage</i>	
I.1. <i>L'Opuntia ficus indica</i>	03
I.2. Origine et distribution géographique	03
I.3. Composition biochimique des cladodes du figuier de barbarie	04
I.4. Le mucilage	05
I.4.1. Structure et composition chimique	05
I.4.2. Utilisation du mucilage	05
I.4.2.1. Usage alimentaire	06
I.4.2.2. Usage médical	06
I.4.2.3. Usage cosmétique	06
I.4.2.4. Usage industriel	06
<i>Chapitre II</i>	
<i>Les crèmes</i>	
II.1. La peau	07
II.1.1. L'épiderme	07
II.1.1.1. La couche basale (germinative) : stratum germinativum	08
II.1.1.2. La couche épineuse (ou corps muqueux de Malpighi) : stratum spinosum	08
II.1.1.3. Couche granuleuse : stratum granulosum	08

II.1.1.4. Couche claire (stratum lucidum)	08
II.1.1.5. La couche cornée : stratum corneum	08
II.1.2. Le derme	09
II.1.3. L'hypoderme	09
II.2. Le rôle physiologique de la peau	09
II.3. Les cosmétiques	10
II.4. Les crèmes	10
II.4.1. Les différents types des crèmes cosmétiques	10
II.4.2. Les rôles des crèmes	11
II.4.3. Les émulsions	12
II.4.3.1. Types d'émulsion	12
II.4.3.1.1. Une émulsion huile dans eau « H/L »	12
II.4.3.1.2. Une émulsion eau dans huile « L/H»	13
II.4.3.2. Les phases de l'émulsion	13
II.4.3.2.1. La phase aqueuse	13
II.4.3.2.2. La phase huileuse	14
II.4.3.3. Les tensioactifs	14
II.4.3.3.1. Propriétés des tensioactifs	15
II.4.3.3.2. Fonctions des tensioactifs	15
II.4.4. Formulation des crèmes cosmétiques	16
II.4.4.1. Principe actif	16
II.4.4.2. Excipient	17
II.4.4.3. Adjuvants	17
II.4.4.4. Additifs	17
<i>Partie expérimentale</i>	
<i>Chapitre I</i>	
<i>Matériels et méthodes</i>	
I.1. Objectif	19
I.2. Matériels	19
I.2.1. Matériel végétal	19

I.2.2. Matériel du laboratoire	20
I.3. Protocole expérimental	21
I.3.1. Extraction de mucilage	22
I.3.2. Préparation de la crème	22
I.3.2.1. Formulation	22
I.3.2.2. Préparation et ajout de mucilage aux formulations	24
I.3.3. Caractérisation de la crème	24
I.3.3.1. Caractérisation organoleptique	24
I.3.3.2. Caractérisation physico-chimique et fonctionnelle	25
I.3.3.2.1. Type d'émulsion	25
I.3.3.2.2. Capacité d'étalement	25
I.3.3.2.3. pH	25
I.3.3.2.4. Test d'irritation	26
I.3.3.2.5. Occlusivité	26
I.3.3.2.6. Le facteur de protection solaire (SPF)	26
I.3.4. Tests de stabilité	28
I.3.4.1. Tests de stabilité préliminaires	28
I.3.4.1.1. Stabilité après centrifugation	28
I.3.4.1.2. Stabilité au stress thermique	28
I.3.4.1.3. Stabilité aux cycles de congélation/décongélation	28
I.3.4.2. Tests de stabilité accélérés	28
I.3.5. Qualité microbiologique des crèmes : dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)	29
<i>Chapitre II</i>	
<i>Résultats et discussion</i>	
II.1. Rendement d'extraction	30
II.2. Caractéristiques organoleptiques	30
II.3. Caractéristiques physico-chimiques et fonctionnelles des crèmes	33
II.3.1. Type d'émulsion	33
II.3.2. La capacité d'étalement	33
II.3.3. Valeurs du pH	35

II.3.4. Test d'irritation	36
II.3.5. Test d'occlusivité	36
II.3.6. Détermination du SPF de la crème formulée	36
II.4. Stabilité des crèmes	37
II.4.1. Tests de stabilité préliminaires	37
II.4.1.1. Stabilité à la centrifugation	37
II.4.1.2. Stabilité au stress thermique	39
II.4.1.3. Stabilité aux cycles de congélation/décongélation	39
II.4.2. Tests de stabilité accélérés	40
II.5. Qualité microbiologique des crèmes	41
Conclusion	43
Références bibliographiques	44



Introduction

Introduction

Les plantes médicinales représentent une source inépuisable de substances naturelles bioactives. Les diverses propriétés connues des plantes sont liées à des sources importantes de biomolécules actives complexes, qui sont exploités par l'homme dans les domaines de l'alimentation, de la cosmétique, de la médecine et de la pharmacie (**Mouden et al., 2016**).

Le figuier de barbarie, scientifiquement appelé *Opuntia ficus indica*, est un cactus tropical ou subtropical qui pousse dans les climats arides tels que les zones méditerranéennes et d'Amérique centrale (**Ginestra et al., 2009**). Le climat de notre pays, ses ressources phylogénétiques et ses terrains le convertissent en zone parfaitement adaptée à la culture de ce cactus dont l'arsenal phytochimique se redécouvre avec un intérêt grandissant par la recherche médicale moderne pour des effets multiples ; pharmacologiques, alimentaire et cosmétique (**Guoet al., 2003 ; Ginestra et al., 2009 ; Cherif, 2016**)

Le développement de la cosmétologie a connu ces dernières années un essor exponentiel, notamment par le nombre de nouvelles substances et de nouvelles formulations qui apparaissent et par la pression croissante de leur réglementation. Elle est devenue une science, basée sur des faits précis d'ordre biologique et physicochimique et ce nouveau concept s'impose absolument (**Elkassouani, 2013**)

A l'égard du volet de l'évolution technique en cosmétique, la sortie de ce domaine de l'hégémonie chimico-synthétique et l'intégration de matière première naturelle ou même biologique présente un autre axe de commutation de cette industrie, au quelle l'obtention d'un produit fini labelé bio est devenue une obligation imposée par l'exigence d'une clientèle qui ne cesse d'être de plus en plus difficile à satisfaire.

Cette étude s'insère dans ce concept d'exploitation des produits de terroir à l'instar du mucilage des cladodes du figuier de barbarie de Tissemsilt, comme une source biologique pour la formulation d'un produit cosmétique.

Ce mémoire est porté à traiter deux grandes parties. La première partie est consacrée à la recherche bibliographique qui est scindée en deux chapitres, dont l'un d'entre eux décrit le

***Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes
d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt***

figuier de barbarie, ses cladodes et son mucilage, alors que le second concerne les cosmétiques et les crèmes. La deuxième partie s'intéresse à l'étude expérimentale représentée par les formulations et les analyses expérimentales réalisés, ainsi que les principaux résultats obtenus et discutés. Ce travail se fini par une conclusion générale et des propositions à réaliser en perspective.



Etude

Bibliographique



Chapitre I

*Le figuier de barbarie et son
mucilage*

L'Opuntia ficus indica

Le figuier de barbarie connu sous l'appellation mexicaine d'origine Aztèque *Opuntia ficus indica* ou nopal, est une plante xérophyte arborescente solide appartenant à la famille des cactacées, l'ordre des Caryophyllales (Neffar, 2012). Les cactacées sont des végétaux phanérogames, font partie à la classe des angiospermes, dicotylédones, polypétales (Schweizer, 1997). Les espèces d'*Opuntia* les plus courants en Algérie sont : *Opuntia cylindrica*, *Opuntia mieckleyi*, *Opuntia vulgares*, *Opuntia schumanni*, *Opuntia megacantha*, *Opuntia maxima* et *Opuntia ficus indica* (Arba, 2000)

Avec un tronc en bois épais de forme ovoïdale et une couleur verte obscure, ce cactus peut atteindre 3 à 5 m de haut. Ses tiges modifiées de forme aplatie nommées cladodes ou raquettes (Figure 1), ayant une longueur de 30 à 50 cm, une largeur de 15 à 30 cm et une épaisseur de 1.5 à 3 cm, subrogent les feuilles dans leur fonction photosynthétique. Elles sont recouvertes d'une cuticule cireuse qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs, et leur surface est parsemée de petites aréoles et d'épines (Stintzing et al., 2005 ; Feugang et al., 2006 ; Neffar, 2012). La capacité des Cactaceae à maintenir l'eau même dans des circonstances climatiques défavorables est une propriété attribuée à la capacité de mucilage qu'elles produisent à capter l'eau (Sàenz, 2004).

Au printemps, les fleurs verdâtres ou jaunes à maturité sont succédées des fruits pourvus d'épines sur la surface la plus exposée au soleil des cladodes. La forme du fruit, nommé figue de barbarie ou tuna, varie selon la variété et le temps de formation ; les premiers sont ronds et les tardifs sont allongés (Belkacem et Hammiche, 2015).

Origine et distribution géographique

L'Opuntia est une plante abondante, splendide, originale et très utile, avec une sobriété et une incroyable vitalité qui lui permettent de fleurir dans des zones désertiques et péri-désertiques souvent inhospitalières (Schweizer, 1997 ; Neffar, 2012)

Le genre *Opuntia* est infus du Mexique et il s'est ensuite immergé géographiquement d'une manière très étendue pour atteindre Sicile, Chili, Brésil, Turquie, Corée du Sud, Argentine et Afrique du Nord (Orwa et al., 2009). Après son introduction au 16ème siècle en

Afrique du nord, il s'est répandu rapidement dans le bassin méditerranéen et y a été naturalisé pour devenir une caractéristique du paysage de la Tunisie, l'Algérie et le Maroc (Le Houerou, 1996; Erre et al., 2009 ; Bensalem et al., 2002; Alba, 2009).

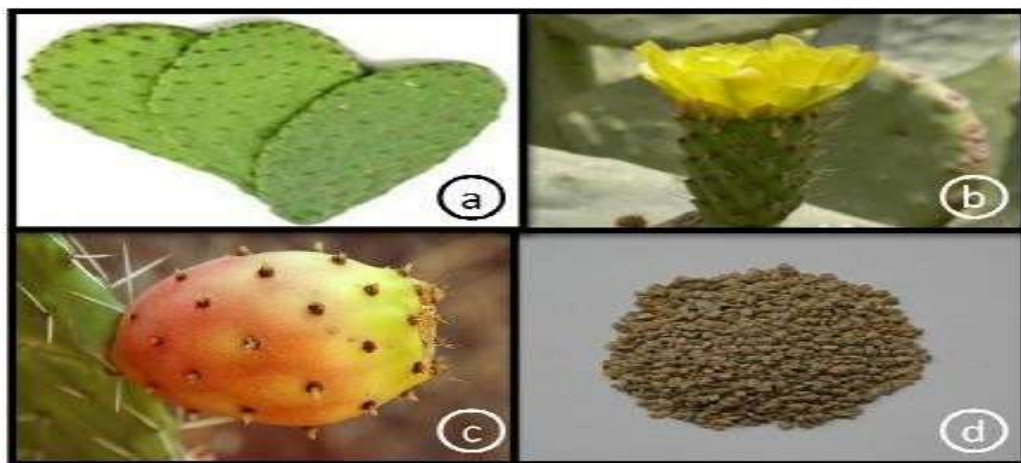


Figure 1. Photographie du figuier de barbarie avec ses a) cladodes, b) fleurs, c) fruits et d) graines (Habibi, 2004).

Composition biochimique des cladodes du figuier de barbarie

Les principaux composants des cladodes de *l'Opuntia ficus indica* sont mentionnés dans le Tableau 1.

Tableau 01. Principaux composants des cladodes du figuier de barbarie (Stintzing et al., 2001)

Composants	Matière sèche (g /100g)	Poids frais (g/100g)
Eau	-	88-95
Glucides	64-71	3-7
Cendres	19-23	1-2
Fibres	18	1-2
Protéines	4-10	5-1
Lipides	1-4	0.2

Le mucilage

Structure et composition chimique

Le mucilage d'*Opuntia ficus-indica* est une substance épaisse et gommeuse et est ce qui fournit la capacité naturelle des cactus à stocker de grandes quantités d'eau. Le mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* contient des résidus de D-galactose, D-xylose, L-arabinose, L-rhamnose et acide D-galacturonique (Figure 2) (Habibi, 2004).

Les études indiquent que la structure du mucilage est essentiellement ramifiée et formé par un noyau contenant de l'acide galacturonique, du rhamnose et du galactose, auxquels le xylose et l'arabinose sont attachés dans des positions périphériques (Peters et al., 2015).

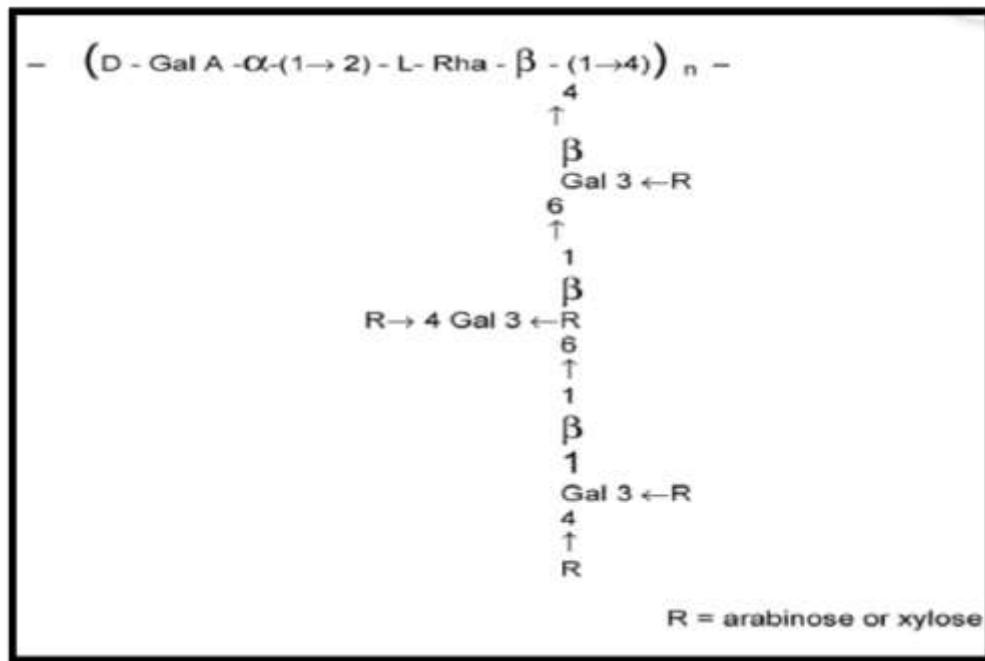


Figure 2. Structure proposée pour le mucilage d'*Opuntia* (Sáenz, 2004).

Utilisation du mucilage

Le mucilage peut être économiquement très rentable en raison de son faible coût, de sa disponibilité et de son efficacité pour renforcer les propriétés mécaniques :

Usage alimentaire

Dans la technologie alimentaire, le mucilage à un caractère très important de viscosité, de stabilisation, de gélification et d'épaississement, sans oublier ses propriétés émulsifiantes (Bernardino-Nicanor *et al.*, 2013 ; Malviya, 2011 ; Sepulveda *et al.*, 2007 ; Stintzing *et al.*, 2001).

D'autre part, il est utilisé comme un biomatériau durable pour le développement des films comestibles (Gheribi *et al.*, 2018).

Usage médical

Künzle (1996) a observé qu'en Inde, les thérapeutes traditionnels utilisent le mucilage pour combattre le diabète et traiter la tuberculose, arrêter le saignement et prévenir l'infection, traiter la diarrhée, les coliques et la dysenterie. Il a d'ailleurs un effet sédatif sur l'angine, les crampes cardiaques, les maux de tête et d'estomac, en plus d'une action psychologique soulageant l'anxiété, la peur, l'inquiétude chronique, la spasticité (Schweizer, 1997). Ce polysaccharide est exploité aussi comme un système d'administration de médicament (Malviya *et al.*, 2011).

Usage cosmétique

Pour soigner leurs mains maltraitées par les rudes travaux auxquels elles sont soumises, les Indiennes apprêter du savon et des onguents à base de mucilage de Nopal. Elles l'utilisent aussi pour protéger leurs visages agressés par le soleil et pour la formation de fards et de rouges à lèvres (Fernandez *et al.*, 1990). Le mucilage est utilisé dans la fabrication des assouplissants, des shampoings des cheveux, des laits hydratants et des crèmes dermiques. (Arba, 2009).

Usage industriel

Selon Cuba par Lopez (2000), le mucilage est utilisé comme agent de purification de l'eau. Il permet d'éliminer les métaux (Fe^{2+} , Al^{3+} , Mn^{2+}) et les coliformes totaux, sans laisser une mauvaise odeur (Stintzing *et al.*, 2005).



Chapitre II

Les crèmes

La peau

La peau est l'un des organes complexes recouvrant le corps humain. Son poids est d'environ 15% du poids totale du corps adulte, sa surface peut atteindre jusqu'à 2 m², son épaisseur varie entre 1,5 mm à 4 mm selon la région anatomique. La peau humaine (Figure 3) se compose de trois compartiments différents : l'épiderme, le derme et l'hypoderme (**Girotti-Chanu, 2006**)

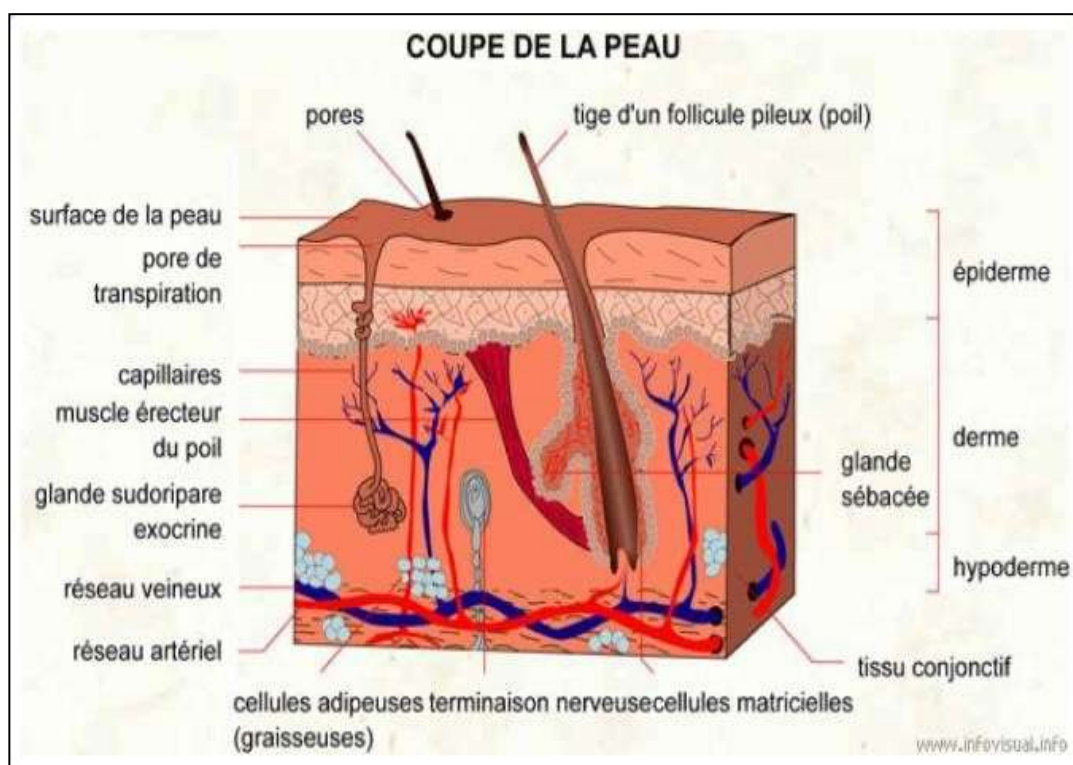


Figure 3. Structure de la peau humaine normale (**Ramiaramanana, 2016**)

L'épiderme

C'est la couche superficielle de la peau, de nature épithéliale. Il est composé de quatre types cellulaires. Les kératinocytes représentent la grande majorité 80% de la population cellulaire de l'épiderme. Un kératinocyte migre de la profondeur vers la superficie et subit le processus de la reproduction et de la différenciation pour donner à l'épiderme sa morphologie (**Peyrefite, 1995**).

Les mélanocytes sont la deuxième grande population cellulaire de l'épiderme. Leur fonction est la synthèse des mélanines (**Tobar et Blair, 2009**). Les cellules de Langerhans représentent la troisième population de l'épiderme avec 3 à 8 % des cellules épidermiques, ces cellules sont situées au-dessus de la couche basale, comme les mélanocytes (**Tobar et Blair, 2009**).

Les cellules de Merkel sont des cellules qui se trouvent généralement dans certaines parties du corps : le bout des doigts, les lèvres. Les cellules de Merkel sont considérées comme des récepteurs tactiles responsables de sens du toucher (**Tobar et Blair, 2009**).

En sens histologique, l'épiderme est constitué des différentes couches superposées (Figure 4) (**Tobar et Blair, 2009**):

La couche basale (germinative) : stratum germinativum

C'est la couche la plus profonde de l'épiderme, elle est formée d'une seule assise de cellules cubiques implantées sur les papilles du derme superficiel

La couche épineuse (ou corps muqueux de Malpighi) : stratum spinosum

Elle est constituée de 5 à 6 couches de cellules de forme de polygone qui s'aplatissent dans les couches les plus superficielles.

Couche granuleuse : stratum granulosum

Elle se présente comme une bande sombre, elle est constituée de 3 à 5 de kératinocytes aplatis.

Couche claire (stratum lucidum)

Elle correspond à une phase de transition entre la couche granuleuse et la couche cornée.

La couche cornée : stratum corneum

C'est la couche la plus superficielle de l'épiderme. Elle est composée de cellules mortes, les cornéocytes (**Galizra, 2013**)

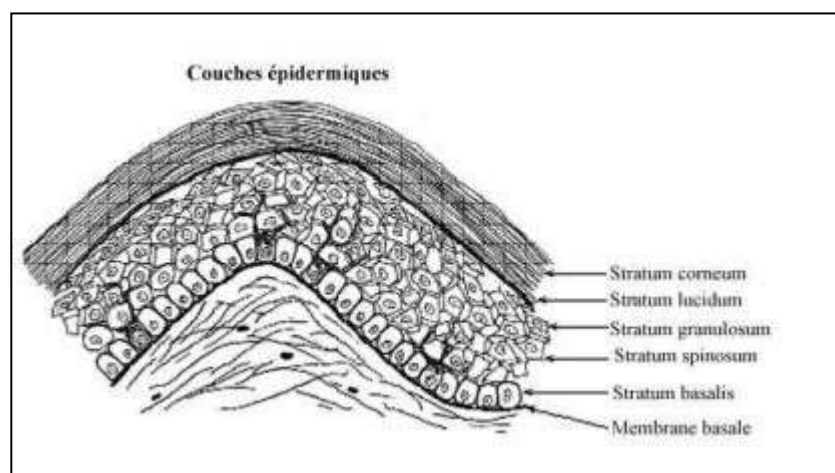


Figure 4. Schéma de la structure de l'épiderme (Georgel, 2008) consulté à l'adresse (<http://mapageweb.umontreal.ca/cabanat/bio2412/images/pageh084.jpeg>)

Le derme

Le derme est un tissu conjonctif, constituée de fibres de collagène qui confèrent à la cellule sa résistance, et son élasticité. Ce tissu est constitué de vaisseaux sanguins et lymphatiques, terminaisons nerveuses, glandes sébacées et sudoripares ainsi que des follicules pileux (Tobar et Blair, 2009).

L'hypoderme

C'est la couche la plus profonde de la peau ayant la particularité de retrouver des adipocytes regroupés en lobes graisseux qui forme une couche de réserve. Il a plusieurs fonctions importantes pour le corps à l'instar du rôle de réserve énergétique, la fonction de la sécrétion et la spécialisation dans la fonction de thermorégulation (Girotti-Chanu, 2006).

Le rôle physiologique de la peau

La peau est un organe à multiples facettes. C'est une institution importante à la protection du corps contre les agressions extérieures de l'environnement, en plus de sa fonction comme étant un organe de contact sensoriel et d'échanges thermiques, hydriques, essentiels pour maintenir l'homéostasie. Cependant, il participe à la communication sociale (Poelman, 1992)

Les cosmétiques

Les cosmétiques désignent les substances ou préparations destinées à entrer en contact avec diverses parties superficielles du corps humain ; en particulier la peau « l'épiderme », le système pileux et capillaire, les ongles, les lèvres et les organes génitaux externes ou les dents et les muqueuses buccales. Leur but principal est de les nettoyer, ajouter du parfum, changer d'apparence, protéger-les, garder-les en bon état ou corriger l'odeur corporelle (**Code de la santé publique, 2007**)

Les crèmes

Les crèmes sont des préparations multi-phases ou des émulsions constituées d'une phase lipophile et d'une phase aqueuse à cohérence qui varie entre les liquides et les solides. Avec l'aide d'additifs tels que agents émulsifiants et techniques plus récentes, la préparation des crèmes est devenue facile (**Derras et Bechlaghem, 2017 ; Sharma et al., 2018**)



Figure 5. Photo d'une crème (**Ramiaramanana, 2016**).

Les différents types des crèmes cosmétiques

Il existe de nombreux types des crèmes cosmétiques, mais ce sont toutes des crèmes hydratantes, auxquelles on ajoute différents additifs en fonction de l'effet recherché (**Galizra, 2013**):

- Crème hydratante pour le visage, il y'a crème de jour et crème de nuit.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

- La crème légère rend votre peau uniforme et naturelle, elle coordonne, grâce à des substances végétales sélectionnées, le processus d'hydratation et de production de sébum. Grâce à son pouvoir légèrement couvrant, elle lisse les manifestations cutanées, typiques des peaux sensibles et réactives.
- Crème contour des yeux.
- Crème antirides ou anti-âge.
- Crème pour le corps, crème pour le buste.
- Crème pour les mains, crème pour les pieds.
- Crème solaire, qui possède des filtres ultraviolets.
- Crème après-soleil.
- Crème amincissante ou raffermissant, crème anticellulite.

Les rôles des crèmes

L'importance des crème cosmétiques peut se résumer en trois actions ; améliorer l'hydratation de la couche cornée, restaurer le Film Hydrolipidique (FHL) car la sécrétion sébacée diminue avec l'âge et favorise l'activité épidermique, pour corriger l'amincissement de l'épiderme (**Galizra, 2013**).

Le film hydrolipidique qui recouvre la peau est un mélange de sébum, de substance grasse et de sueur. Une crème hydratante a une composition inspirée de celle du film hydrolipidique. Cette émulsion, ce mélange homogène d'huile et d'eau joue un double rôle d'hydratation, d'abord amener de l'eau ; hydrater, ensuite éviter qu'elle ne reparte trop rapidement ; c'est la fonction de la phase huileuse (**Marie-Claude, 2006**)

Au-delà de ce rôle de protection, la crème nourrit la peau en lui apportant les éléments extérieurs, qu'elle ait été fabriquée ou non (oligo-éléments, vitamines, acides gras essentiels qui composent la crème). Le marketing agressif nous l'annonce régulièrement, mais la vérité est plus simple, il suffit de vous connaître, de prendre le temps de comprendre les bases du

fonctionnement de votre organisme et de la peau dans cette situation, et de compléter vos besoins. Les éléments principaux ne sont pas nombreux et avec moins d'une dizaine de vitamines, d'Oligo-éléments et d'acides gras essentiels, vous pouvez satisfaire votre peau (Galizra, 2013)

Les émulsions

Une crème est avant tout une émulsion, un peu comme la mayonnaise. On mélange une phase aqueuse (eau) avec une phase huileuse (grasse), un émulsifiant faisant ensuite la liaison entre les deux phases pour assurer la stabilité de l'émulsion (Poelman, 1992).

Une émulsion (Figure 6) est formée de deux liquides non miscibles, dont l'un est finement réparti dans l'autre en gouttelettes, généralement supérieur à 0.10 μm de diamètre. La phase dispersée est aussi appelée interne ou discontinue, et la phase dispersante peut être appelée phase externe ou continue (Everett et Koopal, 2001)

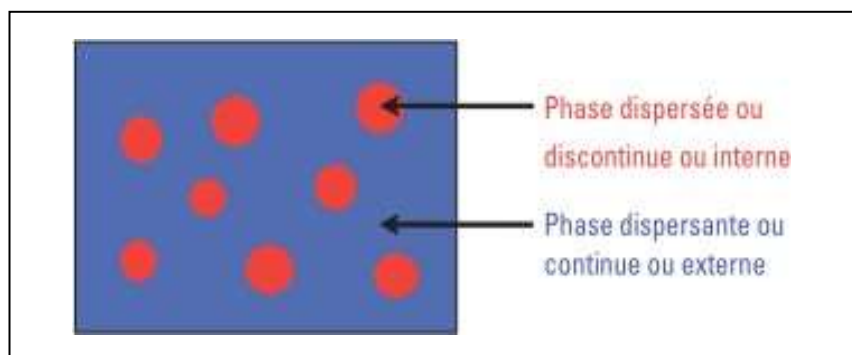


Figure 6. Schéma d'une émulsion montrant les deux phases dispersée et dispersante (Doumeix, 2001)

Types d'émulsion

Il existe deux types d'émulsion (Figure 7):

Une émulsion huile dans eau H/L :

Ici, des gouttelettes d'huile sont en suspension dans l'eau. L'eau forme donc une phase continue qui contient des gouttelettes d'huile, constituant la phase discontinue. La phase

continue est aqueuse, cette émulsion à un fort pouvoir nourrissant et hydratant, facile à appliquer et rapidement absorbée ; c'est une excellente crème du jour (Everett et Koopal, 2001).

Une émulsion eau dans huile « L/H »

Les gouttelettes d'eau sont piégées dans l'huile, cette dernière formant la phase continue. Un film lipidique se forme sur la peau. Une telle émulsion couvre les besoins de la peau en graisse et en eau, c'est la plus adaptée aux soins de nuit (Poelman, 1992)

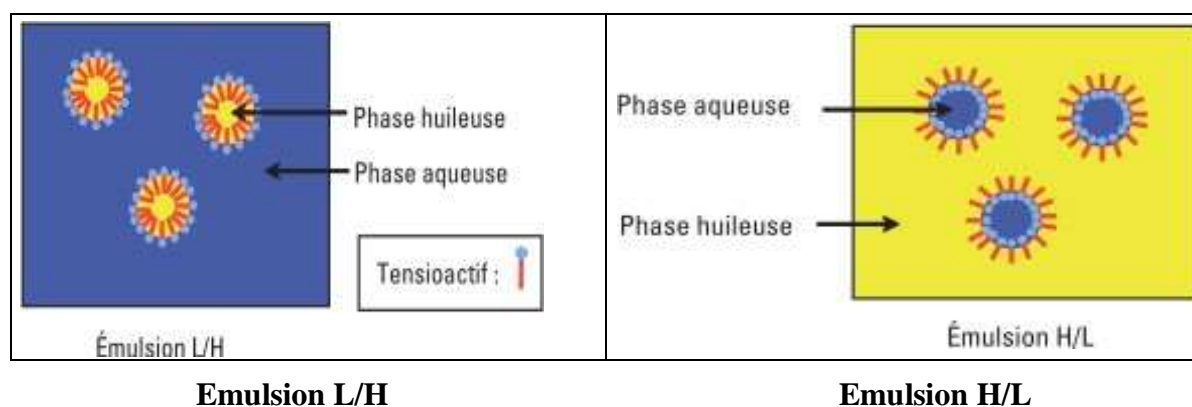


Figure 7. Les types d'émulsion (Doumeix, 2001)

Les phases de l'émulsion

II.4.3.2.1. La phase aqueuse

Cette phase peut accueillir les ingrédients suivants :

- Eau déminéralisée.
- Agents de consistance : ce sont des polymères ayant la capacité de modifier le comportement rhéologique des formulations.
- Séquestrant : molécule spécialisée dans la capture et l'immobilisation des espèces ioniques issues des eaux de rinçage pour diminuer les risques d'oxydation.
- Humectant : il est ajouté afin de limiter la perte en eau du produit.
- Régulateur de pH : il permet d'ajuster le pH de la formule.
- Hydratant : il provoque un effet immédiat et à long terme d'hydratation cutanée.

Sa fonction réunit la formation de l'une des phases émulsionnées, l'accueil des actifs, conservateurs et colorants qui sont hydrosolubles, la restauration d'hydratation de l'épiderme par apport direct d'eau et d'agents hydratants pouvant fixer l'eau dans la couche cornée ainsi que de permettre le développement de polymères viscosants.

La phase huileuse

Cette phase peut recevoir les composés suivants :

- Emollient : il nourrit la peau et joue sur le toucher et la texture du produit fini.
- Conditionneur : il forme un film sur la peau ou le cheveu pour limiter l'agression des tensioactifs.
- Emulsionnant : molécule amphiphile permettent la formulation de l'émulsion.
- Phase parfum : antioxydant, conservateur, solubilisant.

En plus de former l'une des phases émulsionnées, son rôle est de d'accueillir les actifs, conservateurs, colorants liposolubles, de participer à la reconstruction du film hydrolipidique favorisant le maintien de l'hydratation de l'épiderme et de donner un toucher particulier à la formule (**Galizra, 2013**).

Les tensioactifs

Un tensioactif ou agent de surface est un composé qui peut modifier la tension superficielle entre deux surfaces. Les composés tensioactifs sont des molécules amphiphiles, ce qui signifie qu'il y a deux parties avec des polarités différentes, l'une est lipophile et apolaire, l'autre est hydrophile et polaire (**Binks, 1993**).

Les deux phases non miscibles peuvent le devenir en interagissant avec celle apolaire par la partie hydrophobe du tensioactif et l'autre polaire avec sa partie hydrophile (**Binks, 1993**).

On distingue quatre types de composés tensioactifs, regroupés selon la nature de la partie hydrophile (**Binks, 1993**) :

- Tensioactifs anioniques : leur partie hydrophile est chargée négativement
- Tensioactifs cationiques : leur partie hydrophile est chargée positivement

- Tensioactifs zwitterioniques : ou amphotères : leur partie hydrophile contient une charge positive et une charge négative, la charge globale est nulle.
- Tensioactifs non ioniques : la molécule ne comporte aucune charge nette.

Propriétés des tensioactifs

Les propriétés des tensioactifs sont dues à leur structure amphiphile. Cette structure leur confère une affinité particulière aux interfaces de type huile/eau et eau/huile, donc par là encore, il leur permet de réduire l'énergie libre de ces interfaces (**Forester et al., 1995**).

En tant qu'agents tensioactifs, leurs actions peuvent être divisées en trois points (**Forester et al., 1995**):

- Ils facilitent la formation de gouttes en réduisant la tension superficielle, du fait de l'énergie nécessaire à leur formation est proportionnelle à la tension de surface.
- Ils stabilisent les gouttes formées en réduisant le gradient de pression de l'interface.
- Ils stabilisent les gouttes vis-à-vis de l'agrégation, en provoquant un rejet d'électricité statique ou /et stérique entre les gouttes.

Fonctions des tensioactifs

Les tensioactifs sont parfois nommés selon leur fonction. Un détergent est un composé chimique généralement dérivé du pétrole à propriétés tensioactives, ce qui lui permet d'enlever les salissures. La détergence est un élément essentiel d'hygiène, car elle élimine la plupart des bactéries qui sont présentes sur les surfaces nettoyées, en particulier sur la peau, les ustensiles utilisés à la préparation et à la consommation des repas (**Galizra, 2013**).

L'agent moussant forme de la mousse, en dispersant une grande quantité de gaz dans un faible volume de liquide, mais il nécessite la présence d'agents tensioactifs adsorbés à l'interface eau-air (**Galizra, 2013**).

L'agent mouillant permet un meilleur étalement du liquide sur un solide en diminuant la tension superficielle (**Galizra, 2013**).

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

L'agent dispersant permet de fixer les particules hydrophobes contenues dans une solution, telle que l'eau, pour produire une dispersion, ce qui signifie une solution aqueuse contenant des particules en suspension. Ces agents empêchent la floculation des particules et leur sédimentation dans le fond de la solution (**Galizra, 2013**).

Un émulsifiant permet de mélanger deux liquides non miscibles, tels que de l'eau et de l'huile. Un des liquides est dispersé dans le second liquide sous forme de petites gouttelettes (**Galizra, 2013**).

Formulation des crèmes cosmétiques

Quelles que soient leurs formes galéniques (gels, crèmes, etc.), les produits cosmétiques ont à peu près tous la même structure (Tableau 2).

Tableau 02. Composition générale d'un produit cosmétique (**Ramiaramanana, 2016**)

	Composants	Pourcentage
Excipient ou base	Eau + corps gras (eau et/ou huile végétale ou leurs combinaisons)	80 - 90%
Principe(s) actif(s)	Composants à activité bénéfique : Vitamines, Elastine, protéines, acides de fruits...	10 – 19%
Additifs	Colorants, moussants, conservateurs ou parfums	1-10%

Principe actif

C'est une substance active qui assure l'efficacité du produit. Les experts en beauté définissent par principe actif toute molécule qui a une action positive sur la peau. C'est donc le principe actif qui rend les produits cosmétiques efficaces, le rôle des principes actifs est de donner à la peau une bonne élasticité, douceur, beauté,...

Il faut faire appel à des corps dépourvus de toxicité et de pouvoir allergisant. Les principaux principes actifs utilisés à composer les produits cosmétiques sont l'argile, l'élastine, l'acide hyaluronique, les vitamines, certains fruits et légumes, etc. (**Razafindrakoto, 2015**).

Excipient

L'excipient est le vecteur ou véhicule du principe actif responsable de l'arrivée du principe actif là où il est censé agir. Les excipients possèdent parfois certaines propriétés cosmétiques et peuvent alors jouer le rôle de substance active. L'excipient est toujours bien plus grand en volume que les principes actifs et c'est lui qui définit la consistance (crème, gel,...) et l'aspect du produit. Les excipients les plus utilisés sont les huiles, l'eau et l'alcool (**Devlieghere et al., 2004 ; Moller et al., 2004 ; No et al., 2002 ; Coma et al., 2003**)

Adjuvants

Molécules qui renforcent la fonction de l'excipient et du principe actif. Les adjuvants sont le plus souvent indispensables sachant qu'ils ont le rôle de stabilisant, de conservateur et d'humectant (**Ramiaramanana, 2017**). Parmi leurs rôles, on peut citer :

- Texturants : consistance du produit
- Conservateurs : protection bactérienne (parabène, huile essentielle de romarin, de lavande)
- Antioxydants : protection contre l'oxydation (vitamine C, vitamine E, BHA, BHT)
- Parfums : agrément olfactif
- Colorants : agrément visuel
- Humectant : Ils sont présents seulement dans les produits cosmétiques dont l'excipient est composé d'une phase aqueuse.

Additifs

Généralement, les additifs, qui peuvent s'agir des adjuvants, sont très variés et ils sont ajoutés en petites quantités. On peut distinguer comme principaux additifs (**Ramiaramanana, 2017**):

- Les émulsifiants, appelés aussi émulsionnants, stabilisent l'émulsion.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

- Les colorants utilisés pour obtenir une couleur à un objet à teinter.
- Les antioxydants qui réduisent ou empêchent l'oxydation d'autres substances chimiques.
- Les parfums pour donner une odeur spécifique aux produits cosmétiques



Partie expérimentale



Chapitre I

Matériels et méthodes

Objectif

Notre travail a pour objectif de :

- Extraire le mucilage à partir des cladodes du figuier de barbarie de la région de Tissemsilt.
- Préparer une crème cosmétique à base du mucilage extrait comme principe actif,
- Evaluer les propriétés physicochimiques, organoleptiques, fonctionnelles et microbiologiques des crèmes formulées.

Matériels

Matériel végétal

La récolte des cladodes matures du figuier de barbarie ayant des dimensions de 30-50 cm de longueur et de 15-30 cm de largeur, a été faite aléatoirement en Février 2021 à partir de plusieurs arbres vivants de la région de Bordj Bounaama (35° 51' 00" nord, 1° 37' 00" est) située à 55 km au nord-ouest de Tissemsilt.

Les échantillons ont été nettoyés et leurs épines éliminées, pour être ensuite lavés par l'eau contenant de l'eau de javel à 10%, rincés à l'eau distillée puis séchés et congelés jusqu'à leur utilisation.



Figure 8. La zone d'échantillonnage (Google, s.d).

Matériel du laboratoire

Le Tableau 3 illustre les produits chimiques, la verrerie et l'appareillage utilisés pour mettre en œuvre la partie pratique de ce travail.

Tableau 3. Appareillages, verres et réactifs chimiques utilisés

Appareils et Verreries	Réactifs
- Bain marie	-Acide stéarique
- Ballons	-Beurre de karité
- Barreaux magnétiques	- Carbonate de Sodium (Na_2CO_3)
- Bêchers différents volumes	- Cire d'abeille
- Centrifugeuse (HeTTich)	- Colorant rouge
- Conductimètre (HANNA)	-Eau distillée
- Eprouvettes	-Emulsifiant
- Erlenmeyers	-Ethanol
- Etuve	- Glycérine
- Micropipettes réglable	- Glycérol
-Microscope optique	- Huile d'amande
- Mixeur	- Huile d'olive
-Mortier	-Huile de jojoba
- Papier filtre, tissu de mousseline	- Huile de lentisque pistachier
-pH-mètre (HANNA)	- Huile de Lavande
- Plaque chauffante	- Hydroxyde de potassium (KOH)
-Pompe à vide	- Stéarate de potassium
- Réfrigérateur	- Vitamine E
-Rotavap (Heidolph)	
-Spectrophotomètre UV-VI(JENWAY 7305)	
- Verres de montre	

Protocole expérimental

La Figure 9 résume l'ensemble des étapes suivies durant la partie pratique de notre étude. Chaque analyse est effectuée au moins trois fois.

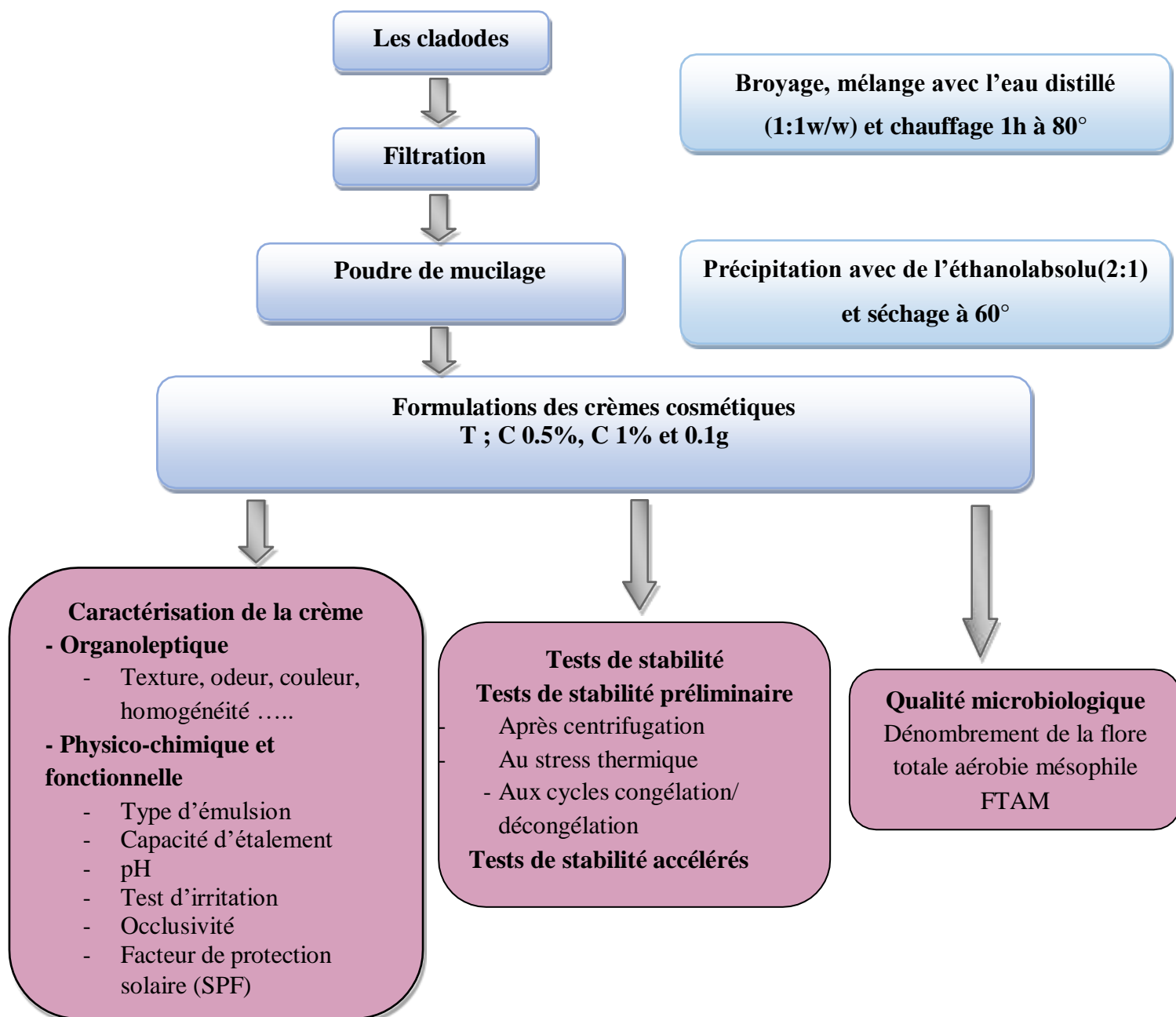


Figure 9. Diagramme du protocole expérimental de l'étude (T : Témoin ; C 0.5% et C 1% : avec solution de mucilage concentrée à 0.5% et à 1% ; 0.1 g : avec 0.1g de poudre)

Extraction de mucilage

L'extraction a été réalisée selon la méthode d'**Espino-Diaz et al.(2010)**. Les cladodes ont été broyés après leur découpage dans un mélangeur, placés dans un récipient en verre contenant l'eau (1:1 ; p/p), puis chauffés pendant 1 h à 80 °C pour séparer le mucilage des fibres et éviter la dégradation enzymatique. Le récipient a été placé dans un bain de glace pour baisser la température à 25 °C, et le mélange obtenu a été filtré par un tissu de mousseline. Le mucilage a été précipité avec de l'éthanol absolu dans un rapport de (2:1 ; v/v) pendant 20 h à 4 °C.

Le précipité a été filtré à l'aide d'une pompe à vide pour être séché dans des boîtes de Pétri à l'étuve pendant 24 h à 60°C. Le mucilage pur sec a été broyé en poudre fine et conservé dans un récipient hermétique à l'abri de la lumière et de l'humidité (**Gheribi et al., 2018 ; Gonz et al., 2019**).

Le calcul du rendement d'extraction vise à déterminer l'efficacité du procédé d'extraction. Il est identifié comme le pourcentage de poids (g) de l'extrait sec de mucilage obtenu à partir de 100g de cladodes frais selon la formule suivante (**Zhang et al., 2007**) :

$$R\% = \frac{M}{M_0} \times 100$$

Avec :

R% : rendement exprimé en pourcentage%,

M : masse de l'extrait sec de mucilage (g),

M₀: masse de cladode d'*OFI* fraîche (g).

Préparation de la crème

Formulation

Quatre crèmes type huile dans l'eau (H/E) contenant différentes formes ; dissoute ou en poudre, de différentes concentrations de mucilage des cladodes d'*Opuntia* de Tissemsilt comme étant un principe actif ont été formulées selon la composition du Tableau 4 et la méthode décrite par **Luxminarayan et al. (2017)**. Les proportions des deux phases huileuse et aqueuse et de l'émulsifiant citées dans le tableau, sont la résultante de plusieurs tentatives d'optimisation de

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'*Opuntia ficus indica* de la région de Tissemsilt

la formulation, de sorte à avoir une crème avec les caractéristiques organoleptiques les plus satisfaisantes.

Les huiles végétales, l'émulsifiant formé par un mélange de stéarate de glycérol et de stéarate de potassium, à côté des autres composants liposolubles ont été dissous dans la phase huileuse (partie B) et chauffés à 75°C. Les autres composants hydrosolubles ont été dissous dans la phase aqueuse (partie A) et chauffés à 75°C. Il faut prendre en considération que chaque phase se prépare dans un récipient à part.

Tableau 4. Formules et ingrédients des quatre crèmes élaborées

Crème				
Ingrédients	Témoin	C1%	C 0.5%	C0.1g
Phase Aqueuse A				
Eau	65%	60%	60%	64.9%
Glycérine	3.7%	3.7%	3.7%	3.7%
Mucilage	/	5%	5%	0.1%
Phase Huileuse B				
Emulsifiant	20%	20%	20%	20%
Sodium carbonate	0.5%	0.5%	0.5%	0.5%
Amande	3%	3%	3%	3%
Jojoba	3%	3%	3%	3%
Les huiles (10%)				
Beurre de karité	1%	1%	1%	1%
Olive	1%	1%	1%	1%
Lentisque pistachier	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%
La ruche	0.5%	0.5%	0.5%	0.5%
Additifs				
Parfum (huile de lavande)	0.5%	0.5%	0.5%	0.5%
Vitamine E	0.3%	0.3%	0.3%	0.3%

Après fusion complète des différents ingrédients, la phase aqueuse a été ajoutée par portions à la phase huileuse sous agitation continue à 75°C. une fois le transfert terminé, on a laissé les formulations refroidir pour revenir à température ambiante.

Le parfum et la vitamine E ont enfin été ajoutés à l'émulsion lorsque la température a chuté à 45 °C juste avant que le produit fini ne soit transféré dans un récipient approprié.

Préparation et ajout de mucilage aux formulations

On procède à la préparation de quatre crèmes différentes ; les deux premières contiennent 5 mL de solutions de mucilage concentrées à 0.5 et 1% respectivement, la troisième comporte 0.1g de poudre, tandis que la dernière crème exempte de mucilage représente le témoin.

Les solutions de mucilages concentrées à 0.5 et 1%, ont été préparées par mélange des quantités appropriés de poudre dans l'eau distillée, suivi par une agitation de 5 à 6 h pour assurer la désintégration de mucilage. Un volume de 5 mL à partir de chaque solution a été ajouté à la phase aqueuse des deux formules nommées crèmes 0.5% et 1% avant l'émulsification.

La troisième formulation comporte 0.1 g de poudre ajoutée à la crème déjà élaborée après refroidissement à 45°C. La quatrième formulation sans mucilage représente la crème témoin.

Caractérisation de la crème

Caractérisation organoleptique

Les propriétés organoleptiques d'un produit jouent un rôle primordial dans sa perception avant usage ou consommation et dans son appréciation lorsqu'il est consommé ou utilisé (**Jacquemain, 1961**). L'analyse sensorielle de toutes les formulations a été effectuée selon le protocole de (**Mishra et al., 2014 ; Chen et al., 2016**).

Les caractéristiques : aspect physique (opaque, transparente), la couleur, l'odeur, la texture (lisse, rugueuse..), la séparation de phase (oui ou non), la sensation immédiate de la

peau (Hydratante, granuleuse ou non, légère, grasse ou non, rafraîchissante, fraîche, film formé après séchage...) et l'homogénéité (oui ou non), ont été évaluées par observation visuelle.

L'homogénéité et la texture des crèmes ont été testées en pressant une petite quantité de la crème entre le pouce et l'index. Après l'application de la crème, le type de film formé sur la peau a été vérifié. La facilité d'élimination de la crème appliquée a été examinée en lavant la partie appliquée avec de l'eau de robinet.

Caractérisation physico-chimique et fonctionnelle

Type d'émulsion

Une goutte de chaque crème mélangé à un colorant rouge hydrosoluble a été examinée au microscope. Si les globules dispersés apparaissent incolores sur un fond rouge, la crème est de type H/E. La condition inverse se produit dans la crème de type E/H (Mishra *et al.*, 2014).

Capacité d'étalement

Elle a été déterminée en mesurant le diamètre d'étalement de 1 g d'échantillon entre deux plaques de verre horizontales (10 cm × 20 cm) après une minute, sous un poids standard de 200g appliqué à la plaque supérieure. Chaque formulation a été testée trois fois (Chen *et al.*, 2016 ; Gollavilli *et al.*, 2020).

$$S = \frac{m \cdot l}{t}$$

Où :

S : aptitude à l'étalement (g.cm.s⁻¹), m : poids (200 g), l : surface de crème étalée sur la lame,
t : temps (60 s).

pH

1g de chaque formulation a été dispersé dans 25 mL d'eau distillée, et le pH a été déterminé à l'aide d'un pH-mètre étalonné avec des solutions tampons standard (pH 4,7 et 10) avant chaque utilisation. Les mesures ont été effectuées en triple (Chen *et al.*, 2016).

Test d'irritation

La crème a été appliquée sur une zone de 1 cm² de la surface dorsale gauche et l'heure a été notée. L'irritation, l'érythème et l'œdème de la zone spécifiée ont été contrôlés et rapportés à intervalles réguliers jusqu'à 24 h (Mishra et al., 2014).

Occlusivité

Le facteur d'occlusion (F) a été utilisé pour évaluer l'occlusivité de la crème sur la base d'un modèle in vitro. Un bûcher au diamètre de 5,5 cm et une hauteur de 7 cm, contenant 50g d'eau distillée a été recouvert de papier filtre de laboratoire. Une aliquote de 200 mg de crème a été uniformément étalée sur la surface du papier filtre de fermeture de 23,8 cm². Le récipient a été laissé dans une étuve à 33 °C et 58% HR pendant une période de 72 h. Un montage similaire sans la crème a servi de témoin de référence (Vringer, 1997 ; Gollavilli et al., 2020)

Toutes autres conditions étant maintenues égales, la perte de poids de l'eau de la cuve (flux d'eau) après 72 heures dépend exclusivement de l'occlusivité de la préparation testée. Un facteur d'occlusion de zéro indique l'absence d'effet d'occlusion par rapport à la référence (Vringer, 1997 ; Gollavilli et al., 2020). Le facteur d'occlusion, F a été calculé à l'aide de la formule suivante (Gollavilli et al., 2020):

$$F = \frac{100 [(A - B)]}{A}$$

Où :

A : perte d'eau sans crème (témoin), B : perte d'eau avec crème.

Le facteur de protection solaire (SPF)

Le SPF de la crème formulée a été analysé sur la base de la dose érythémale minimale (MED) produite par l'exposition à l'énergie UV. Pour déterminer le SPF, 1% (p/v) de la crème a été dissous dans un mélange éthanol/eau (40:60). Ensuite, une dilution appropriée a été préparée et l'absorbance du produit a été enregistrée à un intervalle de 290 à 320 nm à chaque 5 nm (Poulose et al., 2020).

$$\text{SPF} = \text{CF} \sum_{290}^{320} \text{EE}(\lambda)I(\lambda)\text{abs}(\lambda)$$

Selon **Reis Mansur et al. (2016)** :

CF : facteur de correction (=10),

EE (λ) : l'effet érythémogène du rayonnement sur la longueur d'onde λ ,

I (λ) : l'intensité de la lumière solaire avec la longueur d'onde,

abs (λ) : est la valeur d'absorbance spectrophotométrique de l'échantillon à la longueur d'onde λ .

La SPF est la corrélation entre l'effet érythémogène (EE) et l'intensité du rayonnement à chaque longueur d'onde (I) (Tableau 5) et sont ajustées en fonction de l'équation précédente.

Tableau 5. Corrélation entre l'effet érythémogénique (EE) et l'intensité de la radiation à chaque longueur d'onde (**Reis Mansur et al., 2016**)

$\lambda(\text{nm})$	EE (λ) x I(λ)
290	0.0150
295	0.0817
300	0.2874
305	0.3278
310	0.1864
315	0.0839
320	0.0180

Tests de stabilité

Tests de stabilité préliminaires

Ces tests permettent de choisir la formule idéale :

Stabilité après centrifugation

La centrifugation a été réalisée sur des préparations de 24 h à 3000 tr/min pendant 30min à température ambiante. L'aspect, l'homogénéité et les caractéristiques organoleptiques ont été évaluées par des analyses macroscopiques (**Ostrosky et al., 2015**).

Stabilité au stress thermique

Les crèmes ont été soumises à un bain thermostatique chauffé réglé pour une plage de 40 à 80 °C, avec augmentation de température à des intervalles de 5 °C et un maintien de 30 min pour chaque température. Les caractéristiques organoleptiques, la détermination du pH et les mesures de conductivité électrique ont été obtenues pour évaluer les formulations avant et à la fin de chauffage à 80 °C, après le refroidissement naturel des échantillons à température ambiante (25 ± 2 °C) (**Ostrosky et al., 2015**).

Stabilité aux cycles de congélation/décongélation

Les échantillons ont été soumis à 4 ± 2 °C/24 h puis à 45 ± 2 °C/24 h et $75\% \pm 5\%$ HR, complétant ainsi un cycle (**Ostrosky et al., 2015**). Les caractéristiques organoleptiques, la détermination du pH, les mesures de conductivité électrique ont été évaluées avant et après les tests de stabilité préliminaires (**Ostrosky et al., 2015**).

Tests de stabilité accélérés

Les changements des paramètres macroscopiques (aspect, homogénéité, couleur, odeur) et du pH, ont été enregistrés pendant 45 jours à température ambiante (25°C), après 24 h de la préparation des formulations et au 45e jour de conservation (**Misar et al., 2020**).

Qualité microbiologique des crèmes : dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM)

Le dénombrement des FTAM a été réalisé en mettant une gamme de dilutions décimales pour chaque crème. L'ensemencement se fait en mélangeant 200 µl d'inoculum à 18 ml de la gélose PCA préalablement fondue et refroidie à 45°C. Les boîtes ont été laissées se refroidir et

*Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes
d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt*

se solidifier sur la palliase. La flore est dénombrée après 72 heures d'incubation à 30°C (Guiraud, 1998).



Chapitre II

Résultats et discussion

Rendement d'extraction

Le rendement d'extraction du mucilage (Figure 10) des cladodes *d'Opuntia ficus indica* de Tissemsilt été égale à 0.35%. Ce rendement est inférieur à celui de 0.68 % noté par **Espino-Diaz et al. (2010)**, mais dépasse le pourcentage 0.07% enregistré par **Càrdenas et al. (1997)**.

Le rendement d'extraction de mucilage dépend de plusieurs paramètres incluant les caractéristiques génétiques où il est plus abondant dans les cladodes de cactus, l'origine géographique, les conditions de stockage, le temps de récolte et la méthode d'extraction (**Goldstein, 1991 ; Petera et al., 2009**).

En effet, afin de protéger les plantes, la teneur en mucilage des cladodes augmentera avec la sécheresse. La teneur en mucilage des cladodes plus anciens est également plus élevée que celle des jeunes cladodes (**Sáenz et al., 2004**).



Figure 10. Image des cladodes utilisés et du mucilage en poudre extrait.

Caractéristiques organoleptiques

D'après la Figure 12, l'évaluation des volontaires a démontré que les quatre crèmes étaient homogènes et opaques, de couleur blanche, sans séparation de phases ni formation de film après application, avec une facilité d'élimination par lavage.

La crème témoin a démontré exceptionnellement une odeur de l'huile de lentisque pistacher déplaisante, et une difficulté d'élimination comparée aux crèmes avec mucilage. Son

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

point fort restait sans doute la texture très lisse et onctueuse, un aspect physique très cohérent, en plus d'une sensation immédiate hydratante puis légère après application.

La crème de 0.5% était la plus appréciable en termes d'odeur, avec une essence de lavande très remarquable, couplé à une sensation hydratante puis grasseuse après application vraiment adorée par les panélistes. Son inconvénient était sa texture rugueuse.

L'avis prédominant des jurys sur la crème de 1% était très positif avec une odeur de lavande, une texture lisse et une sensation immédiate très recherchée de fraîcheur par application. C'est le meilleur type de crème en facilité de lavage.

La crème de 0.1g a présenté aussi une bonne consistance et une texture lisse, sans oublier leur odeur de lavande assez acceptable. Cette crème a globalement une appréciation moyenne pour la totalité des propriétés testées.

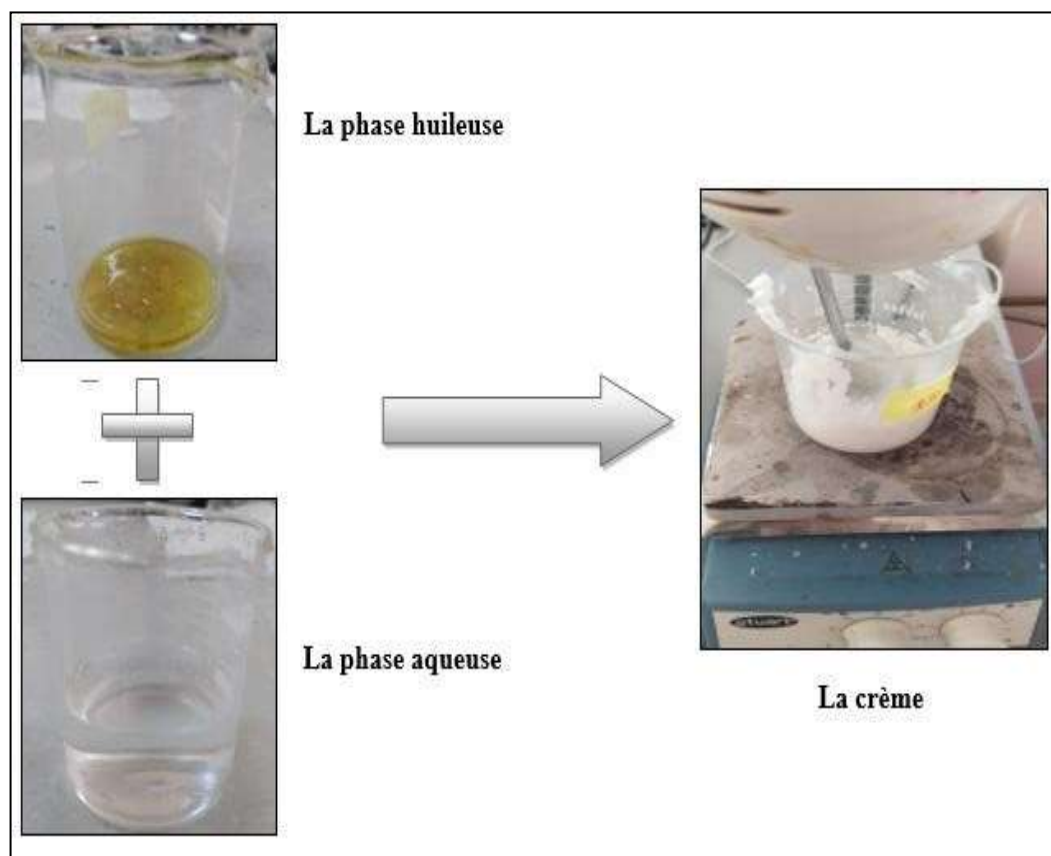


Figure 11. Mélange des deux phases d'émulsion

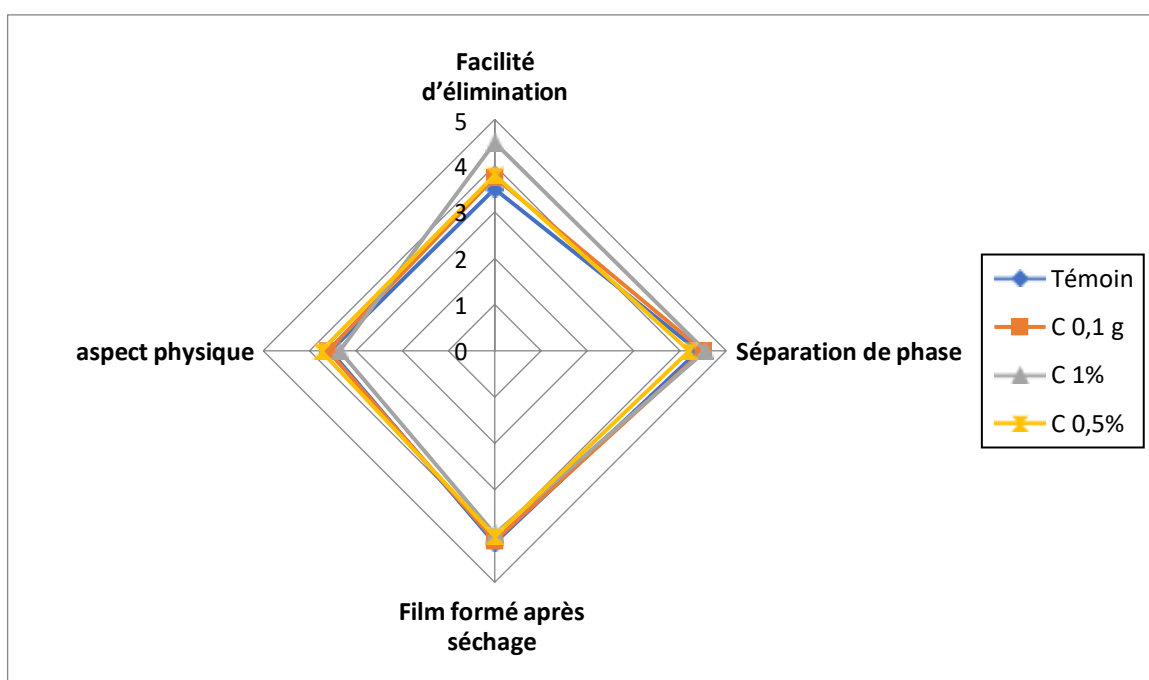
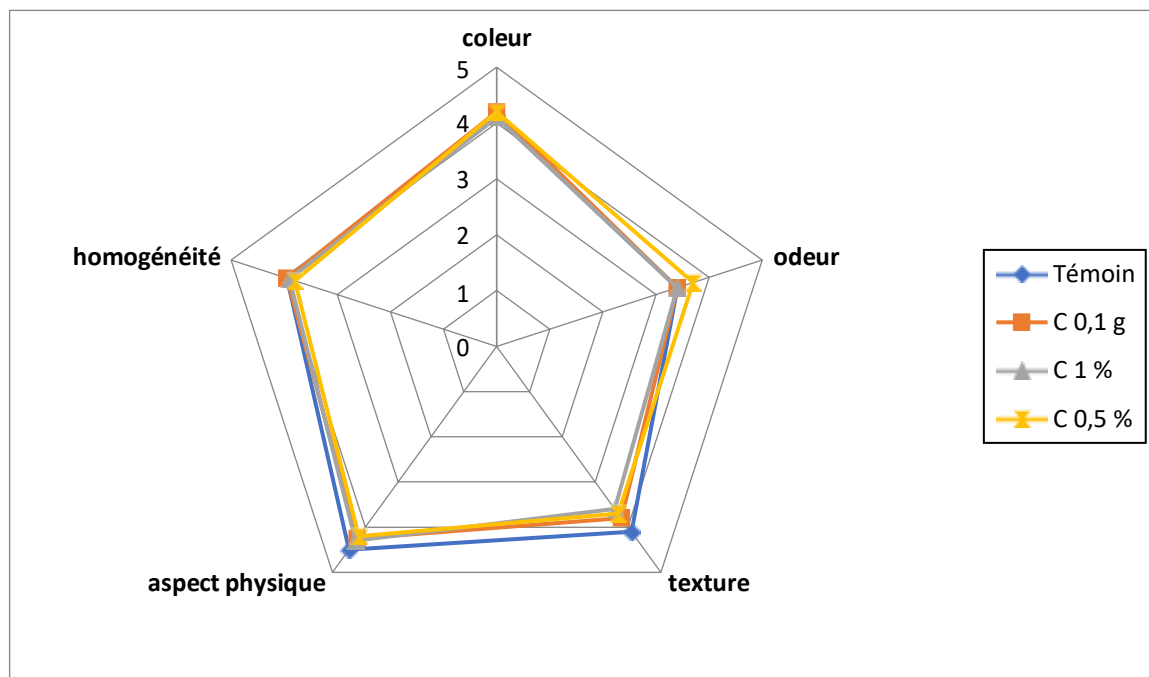


Figure 12. Radars représentant l'évaluation des propriétés organoleptiques des crèmes

Notre résultat est comparable aux résultats de **poulose et al. (2020)**, qui montrent que la texture des crèmes contenant le mucilage comme principe actif a été similaire à celle de la crème témoin en termes de cohésion et de consistance.

Caractéristiques physico-chimiques et fonctionnelles des crèmes

Type d'émulsion

La Figure 13 montre les résultats de l'observation microscopique des crèmes testées après solubilisation d'un colorant rouge hydrophile. On a clairement remarqué que les quatre types de crème appartiennent à l'émulsion H/E, suite à la présence de gouttelettes incolore représentant la phase discontinue sur un fond rouge jouant le rôle de phase continue.

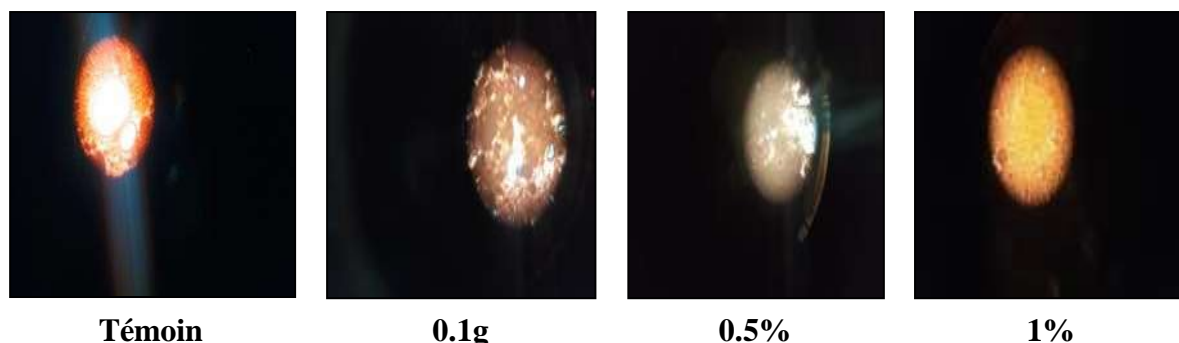


Figure 13. Observation microscopique des quatre émulsions (Gx100)

L'appartenance au type d'émulsion H/E peut faciliter le lavage à l'eau, ce qui permet une meilleure conformité du client (**Mishra et al., 2014**). Cette interprétation s'accorde avec nos résultats et explique la facilité d'élimination par lavage notée pour toutes les formulations de notre étude.

La capacité d'étalement

Le test d'étalement (Figure 14) est une indication de la facilité d'application de la crème sur la peau. Les résultats résumés dans la Figure 15 confirment que la meilleure formulation en étalement était le témoin suivi de celle additionnée de poudre à 0.1g, celle contenant la solution de mucilage 0.5% et finalement la formulation avec la solution 1%.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

Nos résultats sont supérieurs à ceux de 22.03 ± 0.81 à 26.79 ± 1.28 g.cm².s⁻¹ trouvés par (Gollavilli, 2020), qui considèrent déjà que cette fourchette est bonne. On peut dire alors que nos formulations ont une excellente capacité d'étalement, et peuvent alors être très appréciées par les consommateurs.

L'étalement joue un rôle considérable dans l'acceptabilité du consommateur et assure une application uniforme de la crème sur une plus grande surface de la peau. L'étalement joue aussi un rôle important dans l'administration d'une dose standard d'une formulation médicamenteuse sur la peau et par ailleurs sur l'efficacité du traitement topique (Chen et al., 2016).



Figure 14. Test de capacité d'étalement

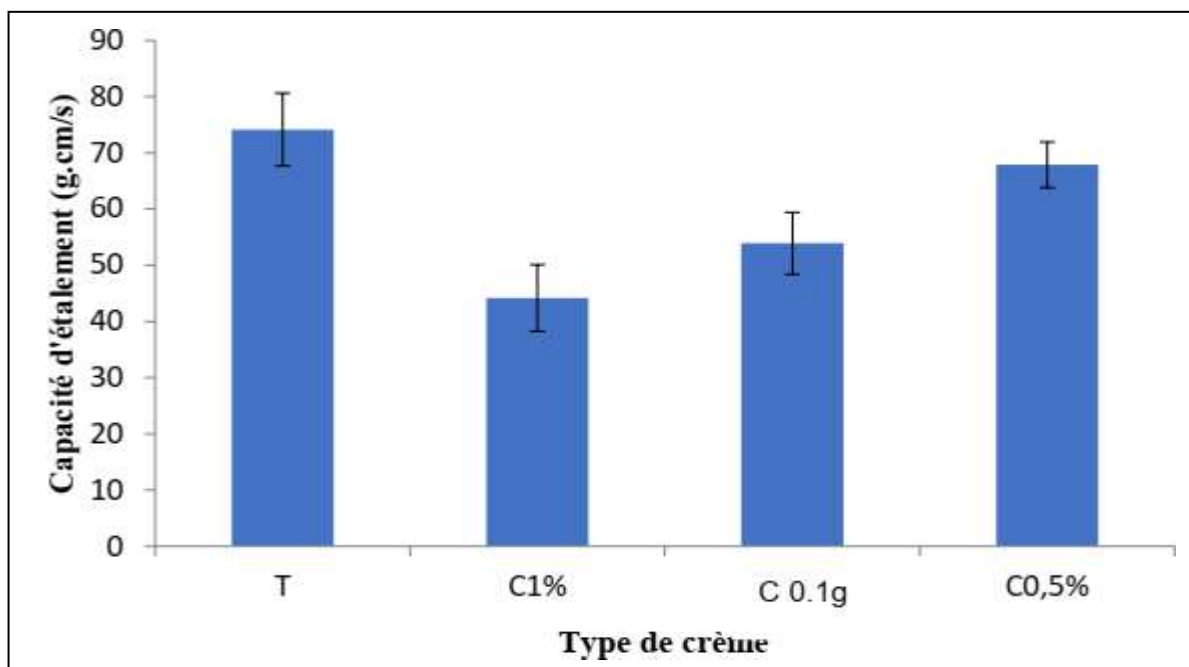


Figure 15. Capacité d'étalement des formulations.

Valeurs du pH

Les valeurs du pH des formulations sont réunies dans le Tableau 6, où elles étaient toutes basiques. Nos pH surpassent la valeur de 3.07 ± 0.02 citée par **Chen et al. (2016)**, et le pH de la peau qui varie normalement entre 4 à 6 (**Dreno, 2009**).

Tableau6. pH, Occlusivité et SPF des formulations

Crème	Témoin	0.5%	1%	0.1g Poudre
pH	9.2 ± 0.07	9.55 ± 0.07	9.25 ± 0.07	9.55 ± 0.07
Occlusivité (%)	21.29 ± 0.4	18.42 ± 0.59	18.25 ± 0.36	17.47 ± 0.52
SPF (nm)	13.15 ± 0.21	12.04 ± 0.06	7.52 ± 0.028	12.94 ± 0.057

Le manteau acide joue un rôle de barrière protectrice pour la peau, puisqu'il neutralise les agresseurs alcalins tels que les nettoyants de surface agressifs, inhibe la croissance bactérienne et maintient et régénère un environnement acide optimal, afin que la flore naturelle de la peau puisse bien se développer (**Dreno, 2009**).

Si le pH de la peau monte dans la gamme alcaline, son équilibre naturel est perturbé, les lipides naturels du derme ne peuvent pas se former, la peau perd de l'eau et se dessèche. Dans cette condition, la couche externe de la peau est incapable d'agir comme une barrière protectrice et devient sensible ou hypersensible aux infections et aux maladies telles que la dermatite atopique et les affections telles que la rosacée, ce qui affaiblit globalement sa capacité à protéger le corps **Southwell Diane et al. (1984)**.

De ce fait, il est très important pour un produit cosmétique, qu'il a pour but de nourrir ou de nettoyer, d'approcher un pH le plus compatible avec celui de l'épiderme (**Georgel, 2008**).

Le pH alcalin de nos préparations cosmétiques peut facilement se corriger par l'ajout de quelques gouttes d'acide citrique ou lactique. La régulation du pH finale aux valeurs convenables est une pratique courante dans l'industrie cosmétique.

Test d'irritation

L'irritation cutanée est caractérisée par l'apparition de lésions réversibles sur la peau (OCDE, 2017). Dans notre étude, toutes les formulations étaient inoffensives envers la peau par application topique et n'avaient exercé aucun effet irritant apparent. Nos crèmes peuvent être utilisées en toute sûreté par les consommateurs.

Test d'occlusivité

L'occlusivité des formulations est indiquée dans le Tableau 6. La crème témoin a été la plus occlusive, suivie de la crème 0.5%, de celle à 1% et finalement de la crème à 0.1g de poudre. Nos résultats ont été largement inférieurs à l'intervalle 84-90% trouvé par **Gollavilli et al. (2020)**.

Le test d'occlusivité indique la capacité de la crème à contrer la perte d'eau. Plus l'occlusivité est élevée, plus le système empêche la perte d'eau de la peau et vice-versa. Dans le cas des crèmes hydratantes, des humectants comme la glycérine joue un rôle important dans la rétention d'eau dans la peau (**Maru et Lahoti, 2018**).

Détermination du SPF de la crème formulée

Le Tableau 6 représente les résultats de ce test qui évalue l'efficacité des formulations à protéger la peau contre les rayons solaires. Le SPF détermine la quantité de rayons UV qui entre en contact avec la peau après l'application d'une crème solaire (**Gollavilli et al., 2020**).

La crème témoin a donné le SPF le plus élevé par rapport aux autres formulations avec mucilage. Ces derniers se classent comme suit : crème avec mucilage en poudre 0.1g, crème avec solution 0.5% et crème avec solution 1%. Nos résultats sont inférieurs aux résultats de **Poulose (2020)** qui étaient 18.373 ± 1.45 .

On peut proposer suite à la relation inversement proportionnelle entre la présence du mucilage et le SPF, que ce polysaccharide est un mauvais absorbant des rayons solaires UV.

Stabilité des crèmes

Tests de stabilité préliminaires

Les tests de stabilité sont nécessaires en raison de leur capacité prédictive. Pour cela, les formulations sont soumises à des situations visant à accélérer les changements qui peuvent survenir dans les conditions de marché. Les résultats des tests de stabilité ne sont pas absolus, mais ont une bonne probabilité de succès et permettent de choisir la formule idéale (**Agência et al., 2005 ; Casteli et al., 2008**)

Stabilité à la centrifugation

Les quatre formulations de notre crème présentent une parfaite stabilité après la centrifugation (Tableau 7, Figure 16). Elles gardent le même pH et conductivité électrique, homogénéité, couleur et texture. Nos résultats sont très comparables aux résultats de l'étude de **Casteli et al. (2006)** qui ne montre aucune modification des caractéristiques d'une crème hydratante.

En plus, l'absence de séparation de phase après ce traitement est un facteur très positif dans l'évaluation de la stabilité, étant donné que lorsque la séparation de phase se produit, toutes les caractéristiques des émulsions sont affectées (**Casteli et al., 2008**)

La détermination de la conductivité électrique est la procédure la plus courante pour étudier le renversement des phases. Lorsque ce processus se produit sur une émulsion H/E, la conductivité diminue fortement (**Junyaprasert, 2009**).

La conductivité électrique est la capacité d'une solution, d'un métal ou d'un gaz, autrement dit de tous les matériaux, à faire passer un courant électrique. Dans une solution, ce sont les anions et les cations qui transportent le courant (**SAS, 2004**).

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'*Opuntia ficus indica* de la région de Tissemsilt

Tableau 7. Résultats des tests de stabilité préliminaires

		T		C 1%		C 0.5%		C 0.1 g	
		Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
Centrifugation	Caractéristiques organoleptiques	Blanche -homogène -lisse- odeur de Lentisque	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable
	pH	9.1±0.14	9.0±0.54	9.45±0.24	9.41±0.82	9.59±0.55	9.64±0.07	9.15±0.39	9.08±0.86
	Conductivité électrique (µs)	0.22±0.08	0.21±0.06	0.45±0.14	0.43±0.04	0.26±0.06	0.24±0.07	0.34±0.04	0.33±0.06
Stress thermique	Caractéristiques organoleptiques	Blanche -homogène -lisse- odeur de Lentisque	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable
	pH	9.45±0.64	9.43±0.46	9.27±0.38	9.25±0.78	9.28±0.40	9.25±0.91	9.43±0.61	9.43±0.88
	Conductivité électrique (µs)	0.29±0.01	0.11±0.08	0.40±0.09	0.26±0.07	0.30±0.14	0.17±0.07	0.25±0.04	0.16±0.03
Congélation /décongélation	Caractéristiques organoleptiques	Blanche -homogène -lisse- odeur de Lentisque	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable	Blanche -homogène -lisse- odeur de lavande	Stable
	pH	9.75±0.36	8.58±0.12	9.63±0.49	8.51±0.51	9.84±0.16	8.18±0.64	9.71±0.44	8.60±0.28
	Conductivité électrique (µs)	0.25±0.03	0.23±0.04	0.36±0.07	0.31±0.06	0.22±0.07	0.20±0.07	0.27±0.05	0.26±0.02



Figure 16. Résultats des tests de stabilités préliminaires.

Stabilité au stress thermique

Comme signalé dans le Tableau 7, Les crèmes testées étaient instables au stress thermique, où on avait noté une séparation de phases à des températures supérieures à 60 °C (Figure 16). **Komaiko, (2014)** a aussi obtenu des crèmes instables thermiquement par inversion de phase.

Le pH reste stable après chauffage contrairement à la conductivité électrique qui a connu une chute notable dans les quatre formulations.

Il a été conclu que les émulsions produites par des méthodes à faible énergie et avec des tensioactifs non ioniques sont susceptibles d'être thermosensible en raison des propriétés des tensioactifs (**Komaiko, 2014**).

Stabilité aux cycles de congélation/décongélation

Les données du Tableau 7 concernant les propriétés des crèmes soumises aux cycles de congélation-décongélation affirment la présence des modifications substantielles (Figure 16). Malgré l'aspect homogène des échantillons et la stabilité des caractéristiques sensorielles, le pH pré et post test était différent de plus d'une unité pour les quatre formulations.

D'une manière générale, on peut dire que les crèmes élaborées durant ce travail étaient stables aux différentes conditions de stockage, à l'exception de quelques changements négligeables qui doivent en tout cas être rectifiés.

Tests de stabilité accélérés

Dans le développement d'un produit cosmétique, il est important de prendre en considération la stabilité de l'apparence de la formulation et de ses propriétés physiques (Lima, 2008).

Les formulations différentes ont presque gardé leurs propriétés organoleptiques initiales après 24h et 30 jours. En contrepartie, il y avait une diminution de la valeur du pH durant les 30 jours de conservation. Nos résultats sont similaires aux résultats de **Bernardi et al. (2011)**, avec la diminution des valeurs du pH des émulsions H/E après stockage à 40 ± 2 °C pendant 30 jours. Ces chercheurs associent ce fait à un processus d'hydrolyse probable provoqué par la température. Selon **Gallarate(2013)**, ce changement du pH pourrait être associée à la dégradation de certains composants de la phase huileuse produisant des acides gras libres.

Tableau8. Résultats des tests de stabilité accélérée après 24h et 30 jours de conservation à 25°C.

Temps de conservation	Aspect	Homogénéité	Couleur	Odeur	pH
Témoin					
24h	Opaque	Homogène	Blanche	Lentisque pistacher	9.2
30j	Opaque	Homogène	Blanche	Lentisque pistacher	8.5
C 1%					
24h	Opaque	Homogène	Blanche	Lavande	9.5
30j	Opaque	Homogène	Blanche	Lavande	9.1
C 0.5 %					
24h	Opaque	Homogène	Blanche	Lavande	9.5
30j	Opaque	Homogène	Blanche	Lavande	9
C 0.1 g					
24h	Opaque	Homogène	Blanche	Lavande	9.2
30j	Opaque	Homogène	Blanche	Lavande	8.8

Qualité microbiologique des crèmes

L'analyse microbiologique permet de déterminer la qualité hygiénique qui caractérise le risque pour la santé du consommateur. L'étude spécifique de la flore totale apporte des informations sur la salubrité du produit et sa qualité commerciale qui caractérise l'existence ou l'absence du risque d'altération (**Bougeois et Leveau, 1996**).

La flore mésophile aérobie totale FMAT est un indicateur d'hygiène important. En effet, elle permet d'évaluer le nombre d'UFC (Unité Formant colonie) présent dans un produit ou sur une surface (**Dennaï et al., 2001**).

Les résultats de la qualité microbiologique des crèmes sont selon les normes indiquées dans les critères microbiologiques des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle citées dans le **Journal officiel de la République Algérienne (2020)**, le seuil d'acceptabilité est $\leq 2.10^3$ UFC/g.

Après 24h de la préparation, les crèmes analysées étaient toutes stériles avec des taux au-dessous de la norme. Or, après 30 jours de conservation à température ambiante, les crèmes à g de poudre de mucilage et à la solution 0.5% restaient stériles puisqu'on ne note pas plus de 3.10^2 et 7.10^2 UFC/g, mais la crème à la solution de mucilage 1% ainsi que le témoin contenaient des taux respectifs de $4.8.10^3$ et 7.10^3 UFC/g qui dépassent les normes.

D'après les résultats obtenus, on peut suggérer un effet antimicrobien pour le mucilage des cladodes du figuier de barbarie de Tissemsilt. La disposition de polyphénols dans le mucilage est aussi citée comme argument de cette action ; où de nombreuses études sur les raquettes de figuier de barbarie ont montré une activité antimicrobienne certaine contre plusieurs germes pathogènes (**Jeandet et al., 2002 ; Razy et Baby-Collin, 2011**). Néanmoins, la crème à solution de mucilage 1% a subi éventuellement une contamination qui a causé son taux de germes inacceptable.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

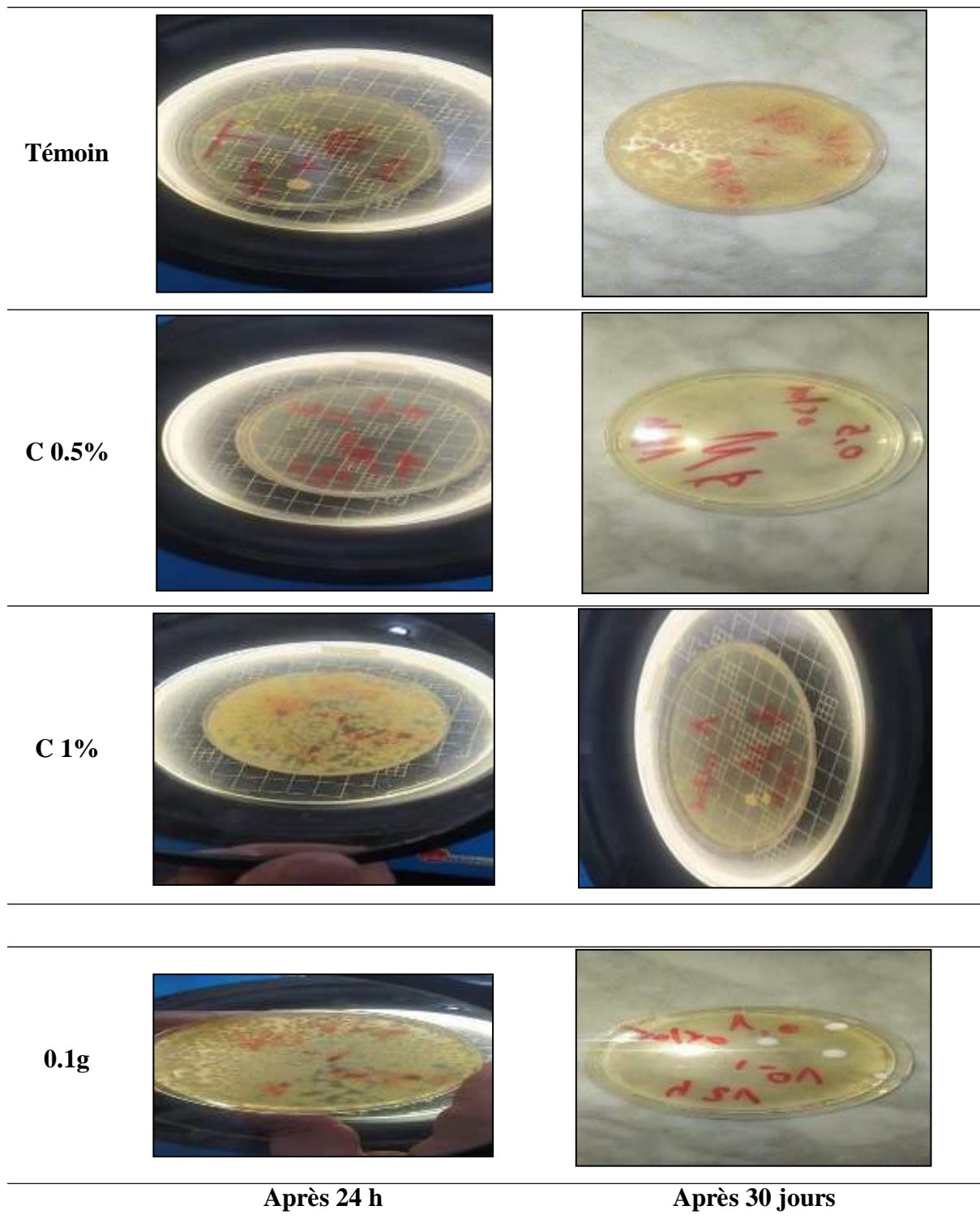


Figure 17. Résultats du dénombrement des FTAM des crèmes après 24 h et 30 jours à 25°C.



Conclusion générale

Conclusion générale

Le défi de la cosmétique biologique consiste à proposer des produits issus de filières naturelles ou biologiques, sans dépasser l'exigence d'une qualité et d'une efficacité équivalente à des produits de cosmétique traditionnelle, tout en n'ayant pas le droit d'utiliser certains produits facilitant la formulation comme certains tensioactifs, conservateurs, colorants ou parfums (**Lionne, 2015**).

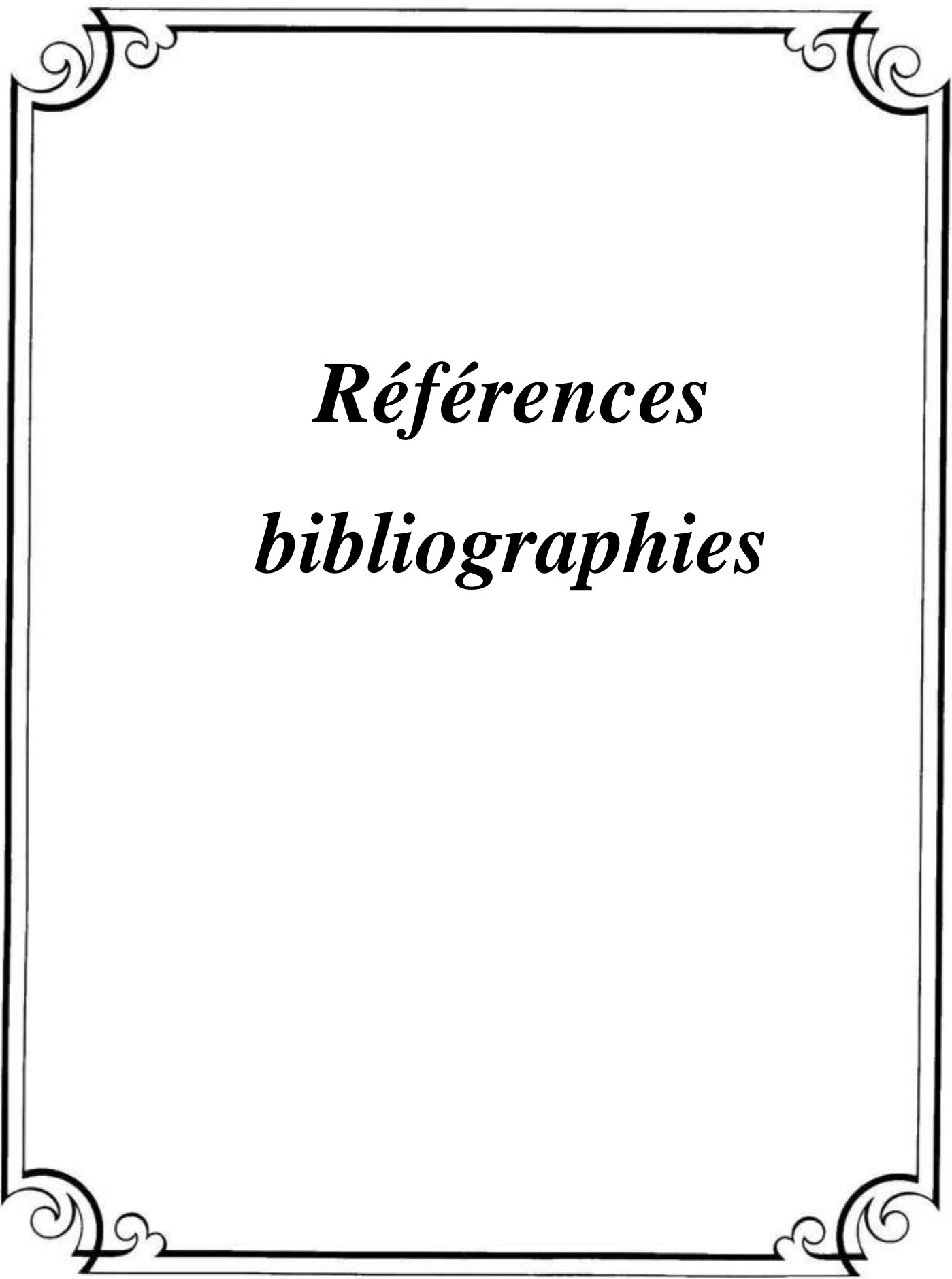
Cette étude visait alors à exploiter le mucilage du Figuier de barbarie local, pour produire une crème hydratante d'ordre biologique. La formulation adoptée dans cette étude a abouti vers des crèmes à caractères organoleptiques contrastés appréciables, mais qui nécessitent toujours une certaine amélioration.

L'évaluation des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles à son tour, mène à conclure que les crèmes étaient des émulsions de nature H/E, facilement étalables, sans effet irritant sur la peau et qui acquièrent une bonne action filtrante des rayons UV. Dans cette catégorie, le pH alcalin des crèmes présentait leur seul inconvénient car inconfortable avec le pH acide de la peau.

Pour le potentiel des crèmes formulées à maintenir leurs attributs sous l'action des différentes conditions de stockage à courte et moyenne durée, les tests de stabilité préliminaires et accélérés ont été d'une grande utilité en dévoilant que les crèmes répondaient bien aux multiples assauts auxquels elles étaient exposées, malgré quelques affectations non négligeables de leurs pH et conductivités électriques.

Finalement, la présence du mucilage comme ingrédient et principe actif dans la confection des crèmes a garanti une qualité microbiologique de commercialisation selon les normes Algériennes.

L'ajustement du pH, l'application des crèmes in vivo et leurs examens sur des volontaires humains consentants, présenteront les perspectives les plus urgentes à réaliser pour assurer une continuité aboutissante économiquement de ces produits.



Références
bibliographies

Références bibliographiques

1. Agência Nacional de Vigilância Sanitária—Anvisa. Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos ; Anvisa: Brasília, DF, Brazil, 2005; Volume 1. 39.
2. Alba, T. Nopal Cactus (*Opuntia ficus-indica*) as a Source of Bioactive Compounds for Nutrition, Health and Disease. *Molecules* 2009, 19, 14879-14901.
3. Arba, M. (2000). Les opuntia fruits, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. *Agriculture durable en région Méditerranéenne AGDUMED*. Rabat. MAROC.215-223.
4. Arba, M. (2009, May). Le cactus Opuntia, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. In *Actes du Symposium International AGDUMED-durabilité des systèmes de culture en zone méditerranéenne et gestion des ressources en eau et en sol* (pp. 14-16). Rabat: Cana Print.
5. Belkacem, S. et Hammiche, H. (2015). Une ressource territoriale à valoriser : cas du figuier de barbarie..
6. Bensalem H., Nefzaoui A. & Bensalem L., 2002. Sup-plementation of Acacia cyanophyllaLindl foliage-based diets with barley or shrubs from arid areas (*Opuntia ficus-indica* f. inermis L. Mill and *Atriplex nummularia* L.) on growth and digestibility in lambs. *Animal Feed Sciences and Technology*, 96: 15-30.
7. Bernardi, D. Pereira, T. Maciel, N. Bortoloto, J. Viera, G.; Oliveira, G. Rocha-Filho, P.A. (2011). Formation and stability of oil-in-water nanoemulsions containing rice bran oil: In vitro and in vivo assessments. *J. Nanobiotechnol.*
8. Bernardino-Nicanor et , A.B., Ortiz-Moreno, A., Martinez Ayala, A. L. & Davila-Ortiz, G.(2013). Guava seed protein isolate: functional and nutritional characterization. *J. Food Biochem.*, 25, 77-90.
9. Binks, B. P. (1993). Relationship between microemulsion phase behavior and macroemulsion type in systems containing nonionic surfactant. *Langmuir*, 9(1), 25-28.
10. BOUGEOIS C. M. et LEVEAU J. Technique d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaires. Paris: Lavoisier TEC et DOC, 1996, 331 p.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

11. Cárdenas, A., Higuera-Ciapara, I., & Goycoolea, F. M. (1997). Rheology and aggregation of cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage in solution. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, 2, 152-159.
12. Casteli, V. C., Mendonça, C. C., de Campos, M. A. L., Ferrari, M., & Machado, S. R. P. (2008). Desenvolvimento e estudos de estabilidade de preliminares de emulsões O/A contendo Cetoconazol 2, 0%. *Acta Scientiarum. Health Sciences*, 30(2), 121-128.
13. Chen, M. X. Alexander, K. S. et Baki, G. (2016). Formulation and Evaluation of Antibacterial Creams and Gels Containing Metal Ions for Topical Application. *Journal of Pharmaceutics*, 2016, 1–10. <https://doi.org/10.1155/2016/5754349>
14. Cherif, E. (2016). figue de barbarie : un cactus source de richesse. L'essentielle de l'agroalimentaire et l'agriculture N°100. Agro-ligne. 68p
15. Code de la santé publique. (2007). Chapitre Ier : Produits cosmétiques. (Articles L5131-1 à L5131-11)
16. Coma, R., Bensoussan, N., Garrabou, J., Bally, M., Chevaldonné, P., Cigliano, M., et Cerrano, C. (2009). Mass mortality in Northwestern Mediterranean rocky benthic communities : effects of the 2003 heat wave. *Global change biology*, 15(5), 1090-1103.
17. Cuba. L 2000 : Utilization ó n agroindustrialdel nopal in Carmen Saenz (p.51 – 69), Bulletin Des Services Agricoles de la FAO N°162
18. Dennaï N. et Kharrati B., El yachioui M., 2001. Appréciation de la qualité microbiologique des carcasses de bovins fraîchement abattus, Département de Biologie. Faculté des Sciences. Université Ibn Tofaïl. Kénitra, Maroc.
19. Derras, M. I. Bechlaghem, M. (2017). Essais de mise au point de formulations d'une crème cosmétique hydratante anti âge .
20. Devleighere, 2004. Moller, H. 2004 H.k.No et al ,2003 :of aquatic food product technology.(1995) 27-52
21. Doumeix, O. (2001). Les émulsions. *Opérations unitaires en génie biologique Scéren CNDPCRDP*.
22. Dreno ,B, Monia, K, and Stephane B, Centre Hospitalier Universitaire (CHU) de Nantes, Po'le de Biologie, Service de Gé'ne'tique Mé'dicale, Nantes, France; 2 Centre Hospitalier Universitaire (CHU) de Nantes, Po'le de Mé'decine, Service de Dermatologie, Nantes, France; 3 Ho^pital Charles Nicolle, Service de Dermatologie, Tunis, Tunisia.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

23. El-kassouani, N. (2013). Les produits cosmétiques pour les soins du visage.
24. Erre P., Chessa I., Nieddu G. & Jones P.G., 2009. Diversity and spatial distribution of *Opuntia* spp. in the Mediterranean Basin. *Journal of Arid Environments*, doi: 10.1016/j.jaridenv.2009.05.010.
25. Espino-Diaz, M., Ornelas-Paz, J. J., Martinez-Tellez, M. A., Santillan, C., Barbosa-Canovas, G. V., Zamudio-Flores, P. B., et al. (2010). Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). *Journal of Food Science*, 75(6), E347–E352.
26. Everett, D. H., et Koopal, L. K. (2001). international union of pure and applied chemistry. *Polymer*, 31(8), 1598-1598.
27. Fernandez, E., Martinez, M., Miquel, R., Mir, L. I. M., Orteu, S., Pacheco, A., Perlas, J. A., Tubau, E., Catanesi, M. G., de Palma, M., Farilla, A., Iaselli, G., Maggi, G., ... Tarle, J. C. (1990). ALEPH: A detector for electron-positron annihilations at LEP. *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A*, 294, 121-178. [https://doi.org/10.1016/0168-9002\(90\)91831-U](https://doi.org/10.1016/0168-9002(90)91831-U)
28. Feugang, J.M. Konarski, P. Zou, C. (2006). Nutritional and medicinal use of cactus pear (*Opuntia* spp) cladodes and fruits. *Frontiers in Bioscience*, 11, 2574-2589.
29. Förster, T., Von Rybinski, W., & Wadle, A. (1995). Influence of microemulsion phases on the preparation of fine-disperse emulsions. *Advances in colloid and interface science*, 58(2-3), 119-149.
30. Galizra, I. (2013). Formulation d'une crème hydratant à base de chitosane et l'étude de stabilité .
31. Gallarate, M. Chirio, D. Bussano, R. Peira, E. Battaglia, L. Baratta, F. Trotta, M. (2013). Development of O/W nanoemulsions for ophthalmic administration of timolol. *Int. J. Pharm.* 2013.
32. Georgel, A. (2008). *Pénétration transcutanée des substances actives: application en dermocosmétologie* (Doctoral dissertation, UHP-Université Henri Poincaré).
33. Gheribi, R. Puchot, L. Verge, p. J. Grayaa, N. Mezni, M. Habibi, Y. et kwaldia, K. (2018). Developement of plasticized edible films from *Opuntia Ficus-indica* mucilage : A comparative study of various polyol plasticizers carbohydrate polymers, 190 (February 2018).
34. Ginestra, G. Parker, M. L. Bennet, R.N. Robeston, J. Mandalari, G. Narbad, A. Locurto, R.B. Bisignano, G. Faulds, C.B. and Waldron, K.W. (2009). Anatomical, chemical,

***Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes
d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt***

and biochemical characterization of cladodes from prickly pear [Opuntia ficus indica (L.) Mill] journal of agricultural and food chemistry, 57(21):10323-10330.

35. Girotti-Chanu, (2006). Etude de la lipolyse et de la synthèse de composé du derme sous l'effet de la cirsimarine, Flavone extraite de micoteaDebilis. Thèse doctorant. Institut national des sciences appliquées de Lyon.

36. Goldstein, G., Andrade, J. L., & Nobel, P. S. (1991). Differences in water relations parameters for the chlorenchyma and the parenchyma of Opuntia ficus-indica under wet versus dry conditions. *Functional Plant Biology*, 18(2), 95-107.

37. Gollavilli, H. Hegde, A. R. Managuli, R. S. Bhaskar, K. V. Dengale, S. Reddy, M. S. Kalthur, G. & Mutalik, S. (2020). *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 111122. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2020.111122>

38. González Sandoval, D. C., Luna Sosa, B., Martínez-Ávila, G. C. G., Rodríguez Fuentes, H., Avendaño Abarca, V. H., & Rojas, R. (2019). Formulation and characterization of edible films based on organic mucilage from Mexican Opuntia ficus-indica. *Coatings*, 9(8), 506.

39. Google (s.d.). [Google Maps: La commune de bordj bounaama, daïra de bordj bounaama, wilaya de Tissemsilt-Algérie]. Récupéré le 28 juin 2021, de

40. Guirard, B M *Journal of Biocatalysis* <https://maps.google.com/>

41. *Journal of Biocatalysis* 260 (11), 6738-6746, 1998

42. Guo, C. yang, J. Wei, J. Li, y. Xu, J. and Jiang, Y. (2003). Antioxidant activities of peel, pulp and seed fractions of common fruits as determined by FRAP assay. *Nutrition research*, 23(12):1719-1726.

43. Jacquemain. (1961). Examens organoleptiques. *Rev. Belg. Ferm. Ind. Alim.*, 6, 147-168.

44. Jeandet, P., Douillet-Breuil, A. C., Bessis, R., Debord, S., Sbaghi, M., & Adrian, M. (2002). Phytoalexins from the Vitaceae: biosynthesis, phytoalexin gene expression in transgenic plants, antifungal activity, and metabolism. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(10), 2731-2741.

45. Journal officiel de la République Algérienne. (2020). Arrêté interministériel du 21 Safar 1441 correspondant au 21 octobre 2019 portant règlement technique fixant les critères microbiologiques des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

46. Junyaprasert, V. B., Teeranachaideekul, V., Souto, E. B., Boonme, P., & Müller, R. H. (2009). Q10-loaded NLC versus nanoemulsions: stability, rheology and in vitro skin permeation. *International journal of pharmaceutics*, 377(1-2), 207-214.
47. Komaiko, J., & McClements, D. J. (2014). Optimization of isothermal low-energy nanoemulsion formation: Hydrocarbon oil, non-ionic surfactant, and water systems. *Journal of colloid and interface science*, 425, 59-66
48. Künzle (H.) :Heilpflanzen und Medizin, Dresden, 1901.
49. Le Houerou H.N., 1996. The role of cacti (Opuntia spp.) in erosion control, land reclamation, rehabilitation and agricultural development in the Mediterranean Basin. *Journal of Arid Environments*, 33: 135-159.
50. Lima, C.G. Vilela, A.F.G. Silva, A.A.S. Piannovski, A.R. Silva, K.K. Carvalho, V.F.M. de Muisis, C.R. Machado, S.R.P. Ferrari, M. (2008). Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de emulsões O/A contendo óleo de babaçu (Orbignya oleifera). *Rev. Bras. Farm.* 2008.
51. Lionne, C. (2015). La cosmétique biologique, un retour aux ressources?. Thèse doctorat.
52. Luxminarayan, L. Neha, S. Amit, V. & Khinchi, M. P. (2017). *Asian Journal of Pharmaceutical Research and Development*, 5(2), 1–8.
53. Malviya, Hesta, (2011). Performance, meat and carcass traits of fattening pigs with organic versus conventional housing and nutrition. *Livest. Prod. Sci.*, 87, 109–119.
54. Marie-Claude, M (2006). Introduction à dermatopharmacie et à la cosmétologie 2ème édition, la voisier, 2006.
55. Martin, P., et Guizard, S. (1997). Daguzan Ph., Petite G., D'Oliveira P., Meynadier P., Perdrix M., "Subpicosecond study of carrier trapping dynamics in wide-band-gap crystals,". *Phys. Rev. B*, 55(9), 5799.
56. Maru, A. D., et Lahoti, S. R. (2018). Formulation and evaluation of moisturizing cream containing sunflower wax. *Int J Pharm Pharm Sci*, 10, 54-9.
57. Misar, K. S. Kulkarni, S. B. Gurnule, W. B. (2020). Materials Today : Proceedings Formulation and evaluation of antiacne cream by using Clove oil. *Materials Today: Proceedings*, xxxx. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.06.106>

***Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes
d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt***

58. Mishra, A. P. Saklani, S. Milella, L. & Tiwari, P. (2014). Formulation and evaluation of herbal antioxidant face cream of Nardostachysjatamansi collected from Indian Himalayan region. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 4(Suppl 2), S679-S682. <https://doi.org/10.12980/AJTB-2014-0223>.
59. Mouden, M. Boujnah, M. Salmaoui, S. Zantar, S. Douira, A. (2016). effect of two extraction methods and harvest period and performance there statement of fatty oils of figs pear seed, *Int.J, pure App Biosci*,2016, 4(1):1-8.
60. Neffar, S. (2012). Etude de l'effet de l'âge des plantations de figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica* L. Miller) sur la variation des ressources naturelles (sol et végétation) des steppes algériennes de l'Est .cas de souk-ahras et Tbessa.
61. Orwa, C.; Mutua, A.; Kindt, R.; Jamnadass, R.; Anthony, S., 2009. Agroforestry Database: a tree reference and selection guide version 4.0. World Agroforestry Centre, Kenya
62. Ostrosky, E. A. Rocha-filho, P. A. & Veríssimo, L. M. (2015). Production and Characterization of Cosmetic Nanoemulsions Containing *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill Extract as Moisturizing Agent. 2492–2509. <https://doi.org/10.3390/molecules20022492>.
63. Peter A Kavsak, Andrew R MacRae, Marie-Jeanne Yerna, Allan S Jaffe *Clinical Chemistry*, Volume 55, Issue 3, 1 March 2009, Pages 573–577, <https://doi.org/10.1373/clinchem.2008.116020>
64. Petera, B., Delattre, C., Pierre, G., Wadouachi, A., Elboutachfaiti, R., Engel, E., ... & Fenoradosoa, T. A. (2015). Characterization of arabinogalactan-rich mucilage from *Cereus triangularis* cladodes. *Carbohydrate Polymers*, 127, 372-380.
65. Peyrefitte, G. (1995). *Biologie de la peau*. Simep.
66. Poelman, M.C. (1992). *Initiation à la cosmetology pratique* (4e tirage)
67. Poulouse, N. Sajayan, A. Ravindran, A. Sreechithra, T. V. Vardhan, V. Selvin, J. & Kiran, G. S. (2020). Photoprotective effect of nanomelanin-seaweed concentrate in formulated cosmetic cream: With improved antioxidant and wound healing properties. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 205(November, 2019). 111816. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2020.111816>.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

68. Ramiaramanana, L.J. (2016). Amélioration des produits cosmétiques à base de bois de santal.
69. Razafindrakoto, F.N.R. (2015). Contribution à la mise en place d'une gamme de produit cosmétique à vertus anti-age à partir des huiles essentielles et de l'extrait de l'Aphloia the aeformis.
70. Razy, E., & Baby-Collin, V. (2011). La famille transnationale dans tous ses états. *Autrepart*, (1), 7-22.
71. Reis Mansur, M. C. P. P. Leitão, S. G. Cerqueira-Coutinho, C. Vermelho, A. B. Silva, R. S. Presgrave, O. A. F. Leitã, A. A. C. Leitão, G.G. Ricci-Junior, E. & Santos, E. P. (2016). In vitro and in vivo evaluation of efficacy and safety of photoprotective formulations containing antioxidant extracts. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 26(2), 251-258. <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2015.11.006>.
72. Sàenz. (2004). Cactus pear fruit and cladodes : A source of functional components for foods. *Acta hort* 581,253-263
73. Sas, S. A. (2004). L'interprétation dans le trans-sujetif. *Psychothérapies*, 24(4), 207-213.
74. Schweizer, M. (1997). Docteur Nopal, Le médecin du bon dieu. *Edition APB (Aloe Plantes et Beauté)*. Paris (France).
75. Sepulveda, M.A., Suárez-Belloch, J., Guada, J. A. & Fondevila, M. (2007). Effect of replacing barley by increasing levels of olive cake in the diet of finishing pigs: Growth performances, digestibility, carcass,
76. Sharma, G. K. Gadliya, J. Dhanaurat, M. (2018). Textbook of cosmetic formulations.
77. Southwell, D., Bodenlenz, M. , Augustin, T. , Birngruber, T. Variability of Skin Pharmacokinetic Data: Insights from a Topical Bioequivalence Study Using Dermal Open Flow Microperfusion (1984) *Pharmaceutical Research*.
78. Stintzing A. A. & Zakaria, S.M. (2001). Influence of guava by product, enzyme supplementation, and gamma irradiation on performance and digestive utilization of fattening rabbits. *Egypt. J. Radiat. Sci. Applicat.*, 13, 139-149. eat and fat quality. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 197, 185-193.

Formulation et caractérisation d'un produit cosmétique à base d'un extrait des cladodes d'Opuntia ficus indica de la région de Tissemsilt

79. Stinzing, F.C. and Carle, R. (2005). Cactus stems (opuntia spp):A review on their chemistry , technology, and uses, *Molecular nutrition and food research*,49.175-194.
80. Tabor, A., & Blair, R. M. (Eds.). (2009). *Nutritional cosmetics: beauty from within*. William Andrew.
81. Vringer, D.(1997). United States Patent 19.
82. Zhang, S. Q., Bi, H. M., & Liu, C. J. (2007). Extraction of bio-active components from Rhodiolasachalinensisunderultrahighhydrostatic pressure. *Separation and Purification Technology*, 57(2), 277-282.