REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES



Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de **Master**

En chimie

Spécialité : Normes et contrôle de qualité

Par :

Bouzina Malika & Laidi Faiza

Thème :

L'ETUDE DE FORMULATION D'UNE CREME HYDRATANTE

Soutenue publiquement le : 15 /06 /2017. Devant le jury composé de :

Dr. Lefnaoui S.	MCA	Université de Médéa	Président
Dr. Yahoum MM.	MCB	Université de Médéa	Examinateur
Dr. Arbia W.	MCB	Université de Médéa	Encadreur

Année universitaire 2016/2017

I. 1. Introduction

Le terme « cosmétique» a été créé au XVI siècle à partir du grec Kosméticos, la racine du mot étant Kosmos « ordre » (Marie et al., 1996). On a utilisé depuis toujours les produits cosmétiques, au début pour embellir, puis pour donner une apparence soignée, un sentiment de fraicheur et de bonne santé, ensuite, pour des soins cutanés et capillaires…etc.

On a utilisé pour leur confection des produits naturels surtout végétaux, plantes et extrait de plantes (fleur, feuilles ; fruits …etc.). Beaucoup de ces plantes matières premières sont aujourd'hui largement utilisées et pour certaines même irremplaçables, par exemple des huiles essentielles de certains colorants…etc.

Il en est ainsi de beaucoup d'autres substances, multipliant à l'infinie des dérivées, rendant plus complexe la formulation et le contrôle (Benouniche, 1989).

I. 2. Définitions

Selon la règlementation Algérienne, le décret exécutif n°10-114 du 18 avril 2010 modifiant et complétant le décret exécutif n° 97-37, on entend par produit cosmétique et produits d'hygiène corporelle, toute substance ou préparation, autre que les médicaments, destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain tels que l'épiderme, le système pileux et capillaire, les ongles, les lèvres, les paupières, les dents et les muqueuses, en vue de les nettoyer, de les protéger, de les maintenir en bon état, d'en modifier l'aspect, de les parfumer ou d'en corriger l'odeur (JO, 2010).

En droit français, les produits cosmétiques sont définis par l'article L.5131-1 du Code de la santé publique (modifié par Loi n°2011-12 du 5 janvier 2011 - art. 8) : « On entend par produit cosmétique 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 » (Camille, 2007 ; Leonhard, 2013).

I. 3. Les différentes formes cosmétiques

I. 3. 1. Les gels

Ce sont des solutions ou des dispersions épaissies grâce à des gélifiants. Les gels sont généralement faciles à étaler et sont appréciés pour la sensation de fraîcheur qu'ils procurent. Il existe des gels aqueux (hydrogels), huileux (oléo gels) ou alcooliques

(Seiller et Martini, 1996 ; le Hir et al., 2009).

I. 3. 2. Les pommades

Constituées de principes actifs dispersés dans un mélange monophasique d'excipients nommé « base », Elles sont plutôt épaisses et peuvent être hydrophobes ou hydrophiles.

I. 3. 3. Les cérats

Il s'agit de mélanges de cire et d'huile qui agissent comme barrière au niveau cutané en remplaçant le sébum qui peut manquer, L'un des plus connus est le cérat de Galien composé de cire blanche, d'huile d'amande douce, d'eau de rose et de borate de sodium.

I. 3. 4. Autres

*** Les mousses :** ce sont des émulsions particulières où un gaz est dispersé dans un liquide Elles sont très utilisées pour le nettoyage de la peau (Seiller et Martini, 1996).

*** Les sticks** : présentés sous forme de bâtons, ce sont en fait des pommades enrichies en cires, elles présentent alors une consistance semi-solide.

*** Les pâtes :** elles contiennent de fortes proportions de poudres (>40%), mais ne sont que peu utilisées, sauf dans les dentifrices.

Dans notre travail, on s'intéresse aux émulsions.

I. 3. 5. Les émulsions

Il s'agit de systèmes dispersés de deux liquides, au minimum, peu ou pas miscibles, On distingue la phase dispersée (fines gouttelettes) de la phase dispersante (autour des gouttelettes), comme le montre la figure.1.

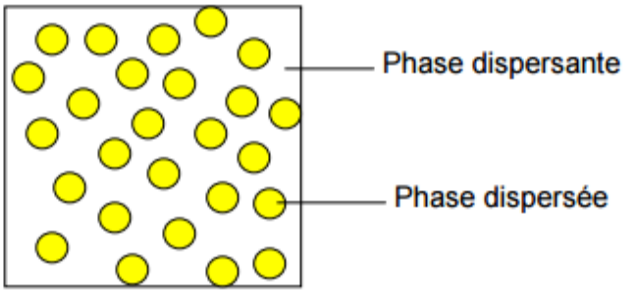


Fig. 1. Schéma représentant une émulsion

L'émulsion peut être huile dans eau ou eau dans huile, il existe aussi des émulsions multiples type eau/huile/eau ou huile/eau/huile (tableau 1.). L'ensemble est très instable et la stabilité de l'émulsion n'est possible que grâce à l'ajout d'excipients spécifiques : les surf actifs, selon les excipients utilisés et leurs proportions, on distingue trois types d'émulsions (de la plus à la

moins fluide) : les lotions, les laits et les crèmes, A noter que les lotions peuvent être de simples solutions (Poré, 1992).

Tableau 1. Les symboles utilisés pour désigner chacune des phases.

Phase lipophile		**Phase hydrophile**	
Symbole	Origine	Symbole	Origine
L	Lipophile (Lipophile)	H	Hydrophile (Hydrophilic)
H	Huile	E	Eau
O	Oïl	W	Water

I. 3. 5. 1. Différents types d'émulsions

- Les émulsions simples

En fonction des phases externes et internes, on peut avoir deux formats différents (Fig. 2)

- Emulsion directe « huile dans l'eau » notée H/E, Dans ce cas le milieu dispersant est l'eau et l'huile est la phase dispersée.
- Emulsion inverse « eau dans l'huile » noté E/H, Pour laquelle la phase dispersée est l'eau (Doumeix, 2011).

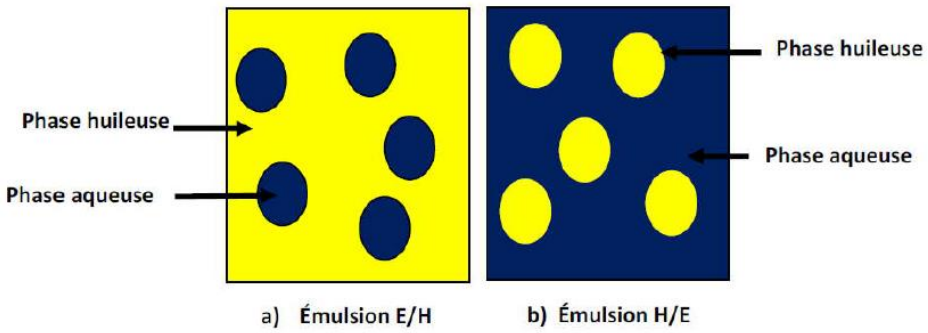


Fig. 2. Types des émulsions simple : a) : Eau dans huile E/H; b) : Huile dans eau H/E

- Les émulsions dites multiples

Décrites pour le premier foie en 1925, les émulsions multiples sont des émulsions dans lesquelles les gouttes d'huile dispersées dans l'eau contiennent elles-mêmes des gouttelettes plus petites d'huile, on parle d'émulsion E/H/E ou H/E/H (fig. 3) (Pal, 2011).

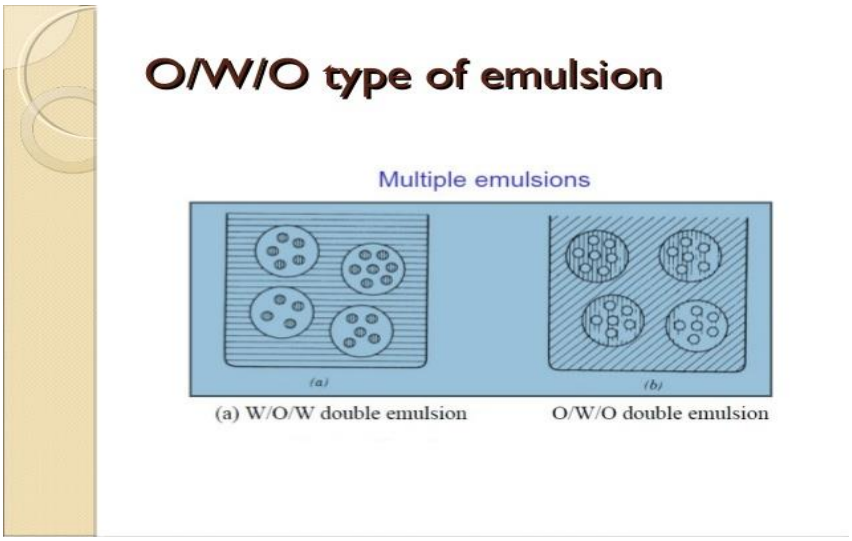


Fig. 3. Types des émulsions multiples

On distingue trois types d'émulsion multiples :

-le type A : pour les globules renferment une large gouttelette de phase interne ;

-le type B : pour lequel les globules renferment plusieurs petites gouttelettes de phase interne ;

-le type C : pour lequel le nombre de gouttelettes de phase interne est élevé (Florence et Whitehil, 1981; Garti, 1997; Garti et Benichou, 2001).

I. 3. 5. 2. Classification des émulsions

Selon la taille des particules qui les composent, les émulsions peuvent être classées en macro émulsion, mini émulsion (nano émulsion) et microémulsion (tableau 2). Les mots mini émulsion et nano émulsion sont utilisés fréquemment d'une façon interchangeable pour désigner toutes les émulsions dont la taille des particules est inférieure à celle des macro-émulsions. Une mini émulsion est obtenue en mélangeant deux liquides non-miscibles (exemples typiques : hexa décane avec hexadécanol) avec un tensioactif et un co-tensioactif. Le mélange se fait généralement par ultrasonification ou par homogénéisation à haute pression, contrairement aux émulsions listées précédemment qui correspondent à la dispersion d'une phase dans une autre sous forme de particules, une microémulsion (tableau 2) correspond à une seule phase où il n'y a pas de particules (Salager, 1999).

Tableau 2. Différente classification d'émulsion (Bouel, 1988).

	Macro émulsion	Miniémulsion (nanoémulsion)	Microémulsion
Nombre de tensioactifs	Au moins un	Au moins deux : un tensioactif et un co-tensioactif	Au moins deux : un tensioactif et un co-tensioactif
Pourcentage de tensioactif	Faible : < 5 %	Moyen : entre 5 et 10 %	Elevé : > 10 %
Méthode de fabrication	Agitation mécanique vigoureuse	Agitation vigoureuse par ultrason	Faible agitation
Couleur	Blanche laiteuse	Blanche bleuâtre ou incolore	Blanche bleuâtre ou incolore
Transparence	Opaque	Translucide ou transparente	Translucide ou transparente
Taille des particules	> 1 micromètre	<< 1 micromètre	< 0,1 micromètre
Polydispersité de la taille des particules	Moyenne	Basse	Basse
Stabilité thermodynamique	Instable	Instable	Stable
Mode d'augmentation de la taille des particules avec le temps	Coalescence et mûrissement d'Ostwald	Coalescence et mûrissement d'Ostwald	Ne contenant pas de particules, il n'y a ni coalescence ni mûrissement d'Ostwald

I. 3. 5. 2. 1. Miniémulsions

Il est possible d'obtenir des dispersions d'une très grande finesse, les mini-émulsions, avec des tailles de gouttes de l'ordre de 0.05 µm, grâce à des tensioactifs capables de former des phases lamellaires, à une concentration de l'ordre de 10% en masse (Midmore, 1998; Anton et al ., 2007).

I.3.5.2.2. Microémulsions

Il convient de bien distinguer les émulsions de ces systèmes particuliers que l'on appelle microémulsions, L'une des principales caractéristiques qui différencie les émulsions des microémulsions est que ces dernières sont des systèmes dispersés thermodynamiquement stables (formation spontanée, sans apport d'énergie contrairement aux émulsions), Les

microémulsions ont soulevé un grand intérêt dès leur introduction parHoar et al. (1943) et Schulman et son équipe (1959) qui ont proposé, pour la première fois, l'appellation de« microémulsions » (Salager et al., 2001;Fanun, 2009).

Ce sont des systèmes homogènes, transparents et peu visqueux, contenant de très fortes proportions d'huile et d'eau et en addition un mélange de tensioactifs.

I. 4. Composition générale d'un produit cosmétique : liste des substances possibles

De nombreux ingrédients entrent dans la composition des produits cosmétiques, on trouve des ingrédients hydrophiles et/ou lipophiles, des éventuels tensioactifs, des agents de textures des additifs (conservateurs, parfums, antioxydants, colorants) et, bien sûr, des actifs. La liste des ingrédients qui entrent dans la formulation d'un produit cosmétique est disponible sur son étiquetage. Ils sont retranscrits sous leur nom INCI défini par une nomenclature internationale publiée et mise à jour régulièrement (Charles, 2012).

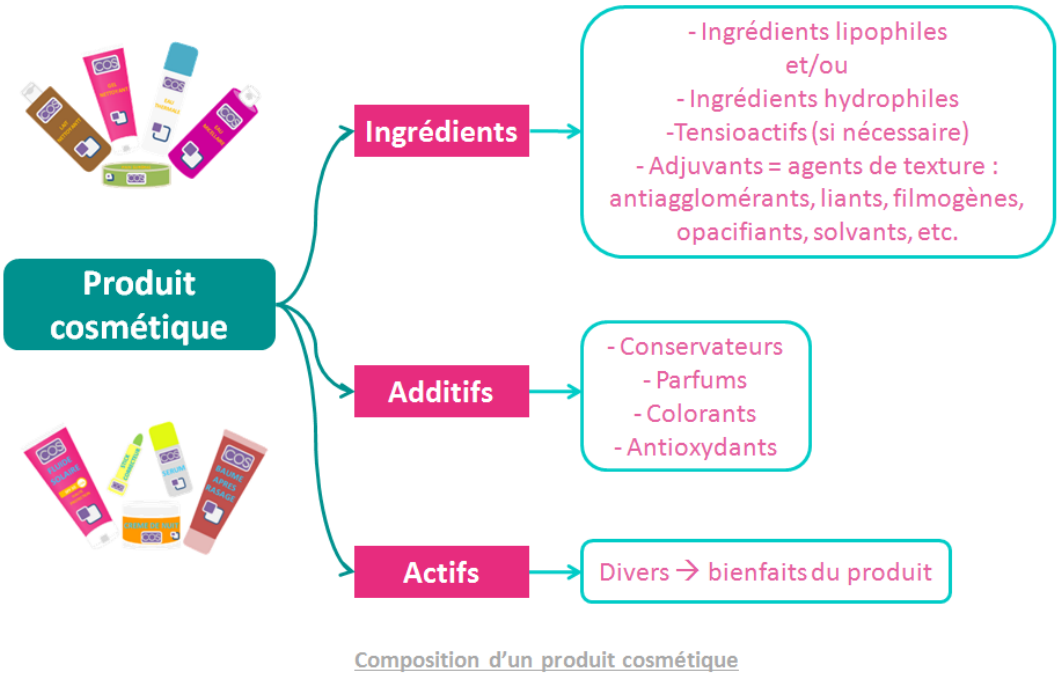


Fig. 4. Composition d'un produit cosmétique (Charles, 2012).

I. 4. 1. Le Principe Actif

A l'origine de tout cosmétique, il y a un principe actif, c'est-à-dire une substance minérale ou organique d'origine naturelle, synthétique ou biotechnologique qui possède un pouvoir correcteur (Dubois, 2007). Il existe trois sortes de principes actifs :

-Les principes actifs d'origine phyto-chimiques : c'est-à-dire issus des végétaux, La production industrielle est effectuée dans des usines agréées afin de s'assurer, de l'origine à l'utilisation de l'extrait définitif, de sa parfaite qualité et innocuité.

-Les principes actifs d'origine chimique : il y a fabrication de nouvelles molécules obtenues de manière synthétique.

-Les principes actifs d'origine biotechnologique : cela consiste à modifier partiellement le patrimoine génétique d'organismes vivants pour en optimiser une ou plusieurs fonctions.

On peut classer les principes actifs par type d'efficacité :

*hydratant : urée, acide lactique ;

* amincissante : caféine, fucus, laminaires ;

* antisolaire : filtre ;

* dépigmentant : acide Kojique ;

* Anti-âge : vitamine E et C ;

I. 4. 2. Les excipients

Le terme d'excipient désigne les substances autres que les actifs entrant dans la composition des cosmétiques, Leur ajout apporte une texture, une consistance ou encore de la stabilité au produit, Ils ont pour rôles de:

- véhiculer le principe actif ;
- aider à sa diffusion ;
- modifier la perméabilité de la peau de façon réversible ;
- modifier l'hydratation (Gayot, 2013).

I. 4. 3. Additifs

Un additifs ou adjuvant, est une matière première que l'on ajoute généralement en faible quantité (1%) pour améliorer ou modifier certaines propriétés du milieu, On distingue les additifs qui vont permettre d'améliorer la conservation (conservateurs antimicrobiens et antioxydants) et ceux qui sont destinées à améliorer les caractères organoleptiques (colorant, aromatisants), on entend par caractères organoleptique, tous les caractères sensibles aux sens (c'est-à-dire l'aspect, l'odeur, la couleur et la texture) (Roy, 2013).

I. 4. 4. Les conservateurs : Antimicrobiens (antibactériens et antifongiques)

Les conservateurs comme « des substances qui sont ajoutées comme ingrédient à des produits cosmétiques principalement pour inhiber le développement de micro-organismes dans ces produits **».** Leur rôle consiste à protéger le produit pendant la fabrication mais surtout au cours de l'utilisation. Leur présence est souvent indispensable puisque près de 80% des produits cosmétiques contiennent de l'eau en quantité plus ou moins importante. Le niveau tolérable de contamination est de 1000 UFC/g pour les produits courants et 100 UFC/g pour les produits pour les yeux et les produits pour bébés, mais il est imposé une absence totale de germes pathogènes comme les *Staphylococcies aureus, Pseudomonas aeruginosa, Escherichia coli, Candida albicans* et *Aspergillus niger.*

Le tableau 3, indique les limites de concentration à ne pas dépasser ainsi que les limites d'utilisation ou les interdictions d'emploi. Le conservateur est choisi en fonction de son spectre d'activité. La concentration minimale inhibitrice de la substance pour chaque germe est déterminée. Le milieu à protéger et le conditionnement vont influencer le choix (Martini, 2006).

Les conservateurs jouent plusieurs rôles dans la protection des produits cosmétiques Ils permettent tout d'abord la protection des produits cosmétiques des contaminations pouvant être apportées lors de leur production par :

-les matières premières (principes actifs, eau, colorants...)

-les articles de conditionnement ;

-l'atmosphère des locaux ;

-le personnel ;

Or, les contaminations génèrent la dégradation anticipée du produit cosmétique, le rendant inapte à l'utilisation, voire dangereux pour le consommateur, ils ont également un rôle de protection lors de l'utilisation du produit par le consommateur qui le pollue lors du prélèvement, La majorité des produits cosmétiques doivent donc contenir des conservateurs

Néanmoins, selon leur nature, composition ou packaging, leur présence et concentration peuvent être très différentes, Certains produits font exception et ne nécessitent pas de conservateur, c'est le cas par exemple des lotions alcooliques dont la concentration en alcool est supérieure à 20 % (Audrey, 2014).

Tableau 3. Principaux conservateurs utilisés (Martini, 2006).

Classe chimique	Dénomination	Activité	Concentration maximale
Acide et esters	Acide sorbique	Fongistatique	0.6%
	Acide propionique	Fongistatique	
	Parabens méthyl, éthyl, propyl, butyl	Bactéricides et Fongicides	0.4 à 0.8%
Alcools	Benzylique	Bactériostatique	1%
	Phénoxétol	Bactériostatique	
Donneurs de formol	Bronopol	Large spectre	0.1%
	Bronidox		0.1%(produits rincés)
	Germall 115		0.6%
	DMDM		0.05%
Organomercuriels	Thiomersal	Très large spectre	0.007% en Hg
	Acétate phényl Hg		
Divers	Triclosan	Bactéricide	0.3%
	Kathon CG	Très large spectre	0.00015%
	Méthyl dibromo Glutaronitrile	Très large spectre	0.1%
			0.025% (antisolaires)
Mélanges	Euxyl K 100	Très large spectre	
	Euxyl K 400		

I. 4. 5. Antioxydants

Les antioxydants utilisés en cosmétiques devront répondre à des critères de choix sévères, En effet, ils doivent protéger de l'oxydation due à l'air, mais aussi des dégradations photo-induites, ne pas altérer l'aspect, l'odeur ou la couleur du produit, ne pas être toxique ou allergisant (Martini, 2006). A la différence des conservateurs antimicrobiens, leur présence n'est pas toujours indispensable, ils ne sont présents que lorsque la formulation contient des corps gras insaturés ou des actifs oxydables. Les antioxydants présents dans les produits cosmétiques sont soit d'origine naturelle soit d'origine synthétique. Les mélanges sont Plus efficaces qu'une substance isolée et la présence d'un complexant est indispensable,Leur concentration d'utilisation est généralement 10 fois plus faible que celles des conservateurs et se situe entre 0.02% et 0.05% (tableau 4).

Tableau 4. Caractéristiques des principaux agents antioxydants utilisés en cosmétologie.

	Hydrophile		Lipophile	
Origine	Acide ascorbique	Concentration usuelles (%)	Agents	Concentrations usuelles (%)
Naturelle	Acide ascorbique	0,1 - 0,5	Tocophérols	0,25 - 0,75
Synthétique	MétabisuIfite ou bisulfite de sodium	0,1 - 1,5	Butylhydroxy-Toluène	0,05 - 0,2
	Propyl gallate	0,1 - 1,5 Butylhydroxy- - 0,2 1	Butylhydroxy-anisol	0,02 - 0,05
	Agentscomplexants EDTA et ses sels	0,25 - 0,75	Gallate d'octyle ou de dodécyle	0,5 – 1

I. 4. 6. Les colorants

Un colorant est une substance capable d'absorber certaines longueurs d'onde du spectre de la lumière et d'en réfléchir d'autres, D'origine synthétique minérale ou encore végétale, les colorants sont reconnaissables dans une formule par la dénomination CI (color Index). Les colorants peuvent être classés en différentes catégories en fonction de leurs solubilité (Estelle, 2013) .

- colorants hydrosolubles
- colorant liposoluble
-Les pigments
-Les laques

I. 4. 7. Aromatisants

Les aromatisants sont des matières premières ajoutées au cosmétique afin de masquer ou d'améliorer la saveur et/ou l'odeur du produit, Il existe différents type d'aromatisants (Coiffard et Couteau, 2014).

-**Les aromes naturelles :** correspondent à des produit obtenus à partir de plantes ou de parties de plantes (jus de fruit, eaux distillées aromatiques, huiles essentielles).

- Les substances aromatiques naturelles ou synthétiques : molécules pures chimiquement définies (menthol).

- Les substances aromatisants artificielles : éthylvanilline, éthylemaltol à saveur de caramel, lactone…

I. 4. 8. Les Tensioactifs

Les tensioactifs abaissent la tension superficielle entre deux surfaces. D'un point de vue pratique, les tensioactifs sont solubles dans l'eau, ils sont donc ajoutés à la phase aqueuse, Exemples de tensioactifs :

-L'huile de ricin sulfatée (alors qu'une huile est généralement hydrophobe, l'apport de groupements sulfates à la molécule d'huile de ricin lui permet de présenter des parties hydrophiles et ainsi d'avoir un rôle de tensioactif).

-La « mousse de sucre® » qui est un tensioactif très doux avec un excellent pouvoir moussant (Lardeau, 2011).

I. 5. Les dangers cosmétiques sur la santé humaine

Tous ces composants nocifs ont de nombreuses conséquences plus ou moins graves sur l'organisme. Ces composants ont une toxicité différente selon leur type (Tipono.wixsite.com/danger-cosmétique/Lans-dangers).

Ils peuvent être la cause de :

I. 5. 1. Toxicité aiguë : apparait au bout de quelques semaines. Elle se manifeste sous forme d'eczéma d'urticaires, de taches pigmentées (CNRS, 2007).

I. 5. 2. Toxicité chronique : apparait au bout de plusieurs années. Elle se manifeste sous forme d'irritations, de cancers ou de perturbations endocriniennes

I. 5. 2. 1. Irritations : est due à l'emploi d'un produit inadapté au type de peau. Son délai d'apparition est immédiat ou après quelques applications. En cas d'irritation, la réaction reste limitée à la zone de contact avec le produi. Elle induit des picotements, des tiraillements, des rougeurs, des fissures, des ampoules et des sensations de brûlure.

I. 5. 2. 2. Cancérogenèse

Les substances sont définies comme cancérogènes si elles induisent des tumeurs, une augmentation de leur incidence et/ou de leur caractère malin ou encore si elles diminuent le délai de d'apparition des tumeurs. De manière conventionnelle, les agents cancérogènes sont divisés en deux catégories selon leur mode d'action :

- génotoxique : provoquant des altérations génétiques par une interaction directe du produit avec l'ADN ;
- non génotoxique : provoquant des changements epigénétiques, c'est-à-dire des effets qui n'impliquent pas des altérations de l'ADN, mais qui influencent l'expression génique, la communication entre cellules ou d'autres facteurs du processus cancérogène (Crestey, 2011).

I. 5. 2. 3. Perturbateurs endocriniens

Sont appelées ainsi tous les produits qui perturbent le système endocrinien, ces substances peuvent altérer différents processus tels que la production, l'utilisation, le stockage de l'énergie et plus largement la régulation du métabolisme et pour finir le développement.

Certaines de ces substances peuvent par ailleurs avoir d'autres effets toxiques, notamment sur la reproduction, et nuire à la fertilité ou perturber le développement du fœtus, Les travaux réalisés montrent, en outre, que la sensibilité aux perturbateurs endocriniens peut varier selon les périodes de la vie. C'est notamment le cas de la période du développement foeto-embryonnaire, des nourrissons, et des jeunes enfants qui présentent une sensibilité accrue à

ces substances. Il est ainsi nécessaire de prendre en compte la période d'exposition à ces substances dans l'analyse de leurs effets.

Les perturbateurs endocriniens adoptent plusieurs tactiques pour déjouer les hormones

- Ils imitent les hormones naturelles en se fixant, comme elles, sur les récepteurs des cellules, déclenchant ainsi des réactions non souhaitables ;
- Ils bloquent certains récepteurs des cellules, ce qui empêche les hormones naturelles de s'y fixer et de communiquer leurs messages aux cellules ;
- Au cours de la formation des embryons, ils modifient le nombre de récepteurs normalement prévus sur les cellules, causant ainsi des dommages irréversibles ;
- Ils interfèrent dans le travail de certaines protéines chargées de réguler les taux d'hormones qui circulent dans le sang ;
- Ils agissent directement sur la synthèse des hormones ainsi que sur leur transport dans l'organisme et sur leur élimination naturelle.

I. 6. Les ingrédients des produits cosmétiques remis en cause

I. 6. 1. Les parabènes

La structure chimique des parabènes correspond à des esters de l'acide parahydroxybenzoïque le terme « parabène » provient de la compression du nom parahydroxybenzoate) (Fig. 5). Dans leur forme pure, ils se présentent sous la forme de cristaux incolores sans odeur et sans goût, ou d'une poudre cristalline incolore et inodore, Les parabènes sont préparés synthétiquement, par réaction d'estérification de l'acide parahydroxybenzoïque avec l'alcool correspondant, en présence d'un catalyseur acide.

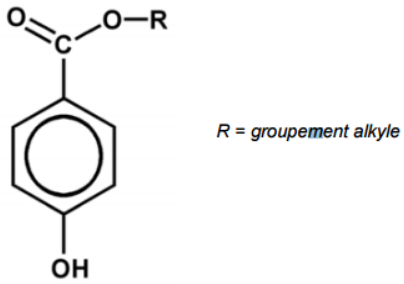


Fig. 5. Structure chimique d'un parabène

Ils résistent à l'hydrolyse, sont stables en fonction du pH (leur efficacité se situe entre 4,5-7,5) et peuvent résister à de fortes températures (leur point d'ébullition étant supérieur à 270°C), ce qui permet aux produits qui contiennent des parabènes de pouvoir être autoclaves

en toute sécurité car ils gardent leur pouvoir antimicrobien, De plus, leur faible cout a facilité leur diffusion industrielle (Lacharme, 2011).

Les parabènes sont des conservateurs essentiellement utilisés pour leurs propriétés antibactériennes et antifongiques dans les produits cosmétiques qui sont en général présentés comme non stériles.

Les parabènes les plus fréquemment retrouvés dans les produits cosmétiques sont le methylparaben, l'ethylparaben, le propylparaben et le butylparaben, Il est à noter que le methylparaben et l'ethylparaben sont le plus typiquement utilisés, Les produits qui contiennent des parabènes peuvent être appliqués sur la peau, les cheveux, le cuir chevelu, les lèvres, les muqueuses et les ongles, occasionnellement ou quotidiennement, et leur utilisation peut s'étendre sur une période de plusieurs années. Ainsi, la fréquence et la durée d'application (et donc l'exposition aux parabènes) peuvent être continues. Ils sont utilisés individuellement associés entre eux, ou en combinaison avec d'autres types de conservateurs afin de protéger la formulation contre une large variété de micro-organismes, concernant la métabolisation des parabènes, ils sont convertis en acide parahydroxybenzoïque par les estérases présentes dans la peau (métabolisme de phase I). Ils sont rapidement absorbés, métabolisés et excrétés par l'organisme, mais la présence dans l'urine, de parabènes à l'état « non métabolisé », suggère que de faibles taux de parabènes « non métabolisés » peuvent rester en circulation dans le corps pendant des longues périodes de temps.

Des études in vivo ont montré que les parabènes pouvaient avoir une activité ostrogéniques, sembleraient impliqués à la fois dans le cancer du sein et l'appareil reproducteur mâle, et pouvaient aussi avoir une action sur les sulfotransférases, Dans l'ensemble, notre connaissance de l'effet perturbateur endocrinien des parabènes est insuffisante et beaucoup plus de travail est nécessaire afin de déterminer si ces conservateurs mettent réellement en danger la santé humaine (Monteiro, 2015). Lors d'une étude de Dr. Philippa DARBRE réalisée sur vingt échantillons issus de tumeurs cancéreuses du sein, il a été retrouvé des traces de parabènes dans 18 entre eux (Lacharme, 2011).

I. 6. 2. Le triclosan

Le triclosan aussi appelé 5-chloro-2-(2,4-dichlorophénoxy) phénol est un biocide (pesticide organochloré proche des chlorophénols). Il s'agit d'un composé chloré biphénolique, sa structure chimique est similaire à celle du bisphénol A et des dioxines, et il est dégradé par la chaleur ou les irradiations UV en dibenzo-p-dioxins chlorées. De plus, le triclosan possède une structure chimique semblable à celle des hormones thyroïdiennes. Le triclosan est un

composé aux propriétés antibactériennes, fréquemment utilisée depuis la fin des années 1960, dans les savons, dentifrices, déodorants et cosmétiques. Le triclosan est surtout actif contre les bactéries à Gram positif comme le staphylocoque, il n'est que très modérément actif contre les bacilles à Gram négatif, les champignons et les virus. L'homme est exposé au triclosan par le biais de sources à potentiel d'exposition comme les produits de consommation traités avec des composés contenant du triclosan, dont les produits cosmétiques, mais aussi par l'ingestion d'eau potable contaminée par le triclosan, L'homme y est donc surtout exposé par la voie cutanée, et la voie orale, Une étude menée en 2007-2008 par le « National Health And Nutrition Examination Surveys » (NHANES) a consisté en une série d'enquêtes américaines sur les conditions de santé et d'alimentation de la population, Dans les résultats obtenus, environ 82 % des échantillons d'urine (provenant de la population ayant plus de 6 ans) présentaient des niveaux détectables de triclosan, ce qui indique qu'une majeure partie de la population américaine était exposée à ce composé antimicrobien, D'après une étude menée par (Zorrilla et al., 2008), le triclosan a un pouvoir de bioaccumulation et des effets endocriniens chez les poissons et les amphibiens. Dans le poisson medaka (*Oryziaslatipes*), des changements dans la longueur des nageoires, et des tendances dans le sexe-ratio, ont porté à croire que le triclosan pourrait être un androgène faible (Monteiro, 2015).

I. 6. 3. Les phtalates

Les diester de l'acide 1,2-benzene dicarboxylique (acide phtalique), plus communément connus sous le nom de phthalates, représentent une grande classe chimique qui comporte des composés à bas poids moléculaire, tels que le diéthylphthalate (DEP), et des composés à haut poids moléculaire tels que le diethylhexylphthalate (DEHP) (Fig. 6) et le butylbenzylphthalate(BBZP). A une température de 25°C, les phthalates sont des liquides organiques visqueux et incolores. Leur affinité pour les lipides et les alcools lourds est forte, tandis que leur solubilité dans l'eau est très faible.

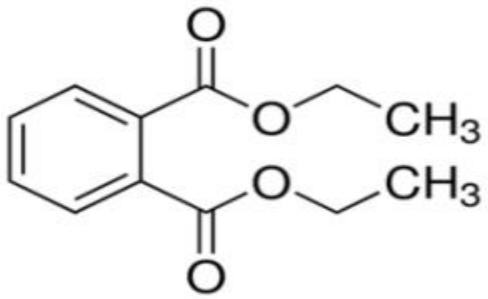


Fig. 6. structure chimique du diethylphthalate

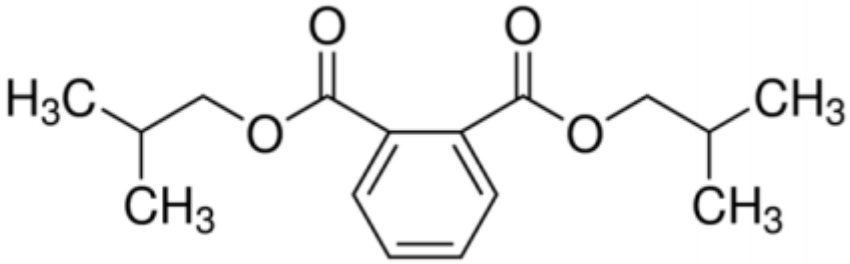


Fig. 7. structure chimique de diisobutylphthalate

Les phthalates à bas poids moléculaire, et notamment le DEP, sont ceux qui sont le plus couramment utilisés dans les produits cosmétiques (parfums, lotions, laques, vernis et dans les produits de soin) en tant qu'agents fixateurs. Le DIBP (diisobutylphthalate) (Fig. 7) et le DMP (diméthylphthalate) font également partie des phthalates qui sont fréquemment utilisés dans les produits cosmétiques. L'Union Européenne a interdit à ce jour dans les produits cosmétiques, les phthalates suivants : Phthalate de n-pentyle et d'isopentyle, Phthalate de di-n-pentyle, Phthalate de diisopentyle, Phthalate de butyle benzyle (BBP), Phtalate de dibutyle (DBP), Diéthylhexylphtalate (DEHP), Phtalate de bis(2-méthoxyéthyle) (Monteiro, 2015).

Des études supplémentaires in vivo chez l'homme, et qui soient plus d'autant plus précises, seraient nécessaires afin de déterminer si l'exposition aux phthalates altère la qualité du sperme, la fonction des spermatozoïdes et la fertilité masculine. Malgré tout, prendre le soin de choisir d'utiliser des produits cosmétiques sans phthalates, peut nettement contribuer à réduire l'exposition générale à ces substances et permet de rassurer le consommateur (Monteiro, 2015).

I. 6. 4. Les filtres ultraviolets

Les filtres UV sont des substances avec un grand domaine d'utilisation, ils sont utiles en tant qu'écrans solaires, pour aider à la protection de la formule dans un produit, ou encore comme additifs dans les plastiques. La benzophénone-3 ou oxybenzone (Fig. 8), est utilisée dans les produits cosmétiques de protection solaire à une concentration maximale autorisée de 10% au sein de l'UE, mais qui peut aussi être utilisée dans d'autres types de cosmétiques en tant que protecteur de formule (photoprotection). Le 3-(4-methylbenzylidene) camphor (4-MBC) est un utilisé dans les écrans solaires et les produits cosmétiques à des concentrations allant jusqu'à 4% au sein de l'UE. Enfin, l'ethylhexylmethoxycinnamate, ou encore octylmethoxycinnamate (OMC), est utilisé dans les produits cosmétiques de protection solaire à une concentration maximale de 10%.

Etant donné sa structure chimique, avec un groupement carbonyl situé entre deux phényls, la benzophénone-3 absorbe fortement la lumière UV. Cette substance est peu soluble dans l'eau mais facilement soluble dans les solvants organiques. Enfin, elle est lipophile avec un coefficient de partage octanol/eau supérieur à 3,7.

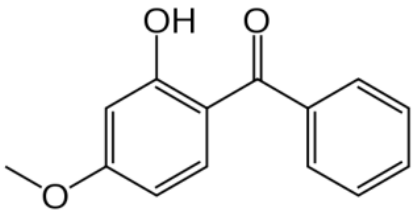


Fig. 8. structure chimique de la benzophénone-3

Le 3-(4-methylbenzylidene) camphor (Fig. 9), aussi connu sous l'abréviation de 4-MBC, se présente sous la forme d'une poudre blanche cristalline, Ce filtre est peu soluble dans l'eau, légèrement soluble dans l'éthanol et les huiles végétales, et très légèrement soluble dans le chloroforme.

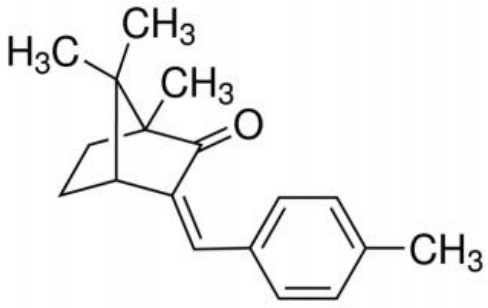


Fig. 9. Structure chimique de 3-(4-methylbenzylidene) camphor

L'ethylhexylmethoxycinnamate (Fig. 10) se présente sous la forme d'un liquide visqueux de couleur jaune clair, Ce filtre est très peu soluble dans l'eau, miscible dans l'éthanol et dans certains lipides.

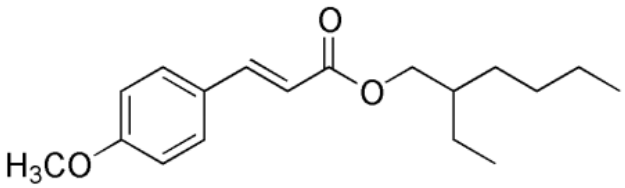


Fig. 10. structure chimique de l'ethylhexylmethoxycinnamate

Des études expérimentales ont montré que certains filtres UV, dont la benzophénone-3, le 4-MBC et l'OMC, pouvaient pénétrer rapidement à travers la peau et pouvaient être détectés dans le plasma 1-2 h suite à l'application cutanée. Concernant la benzophénone-3, elle est absorbée par la peau et peut être accumulée par l'organisme humain et animal. Des études ont démontré que cette substance avait été détectée dans l'urine et le lait maternel, chez l'homme.

Des études in vitro et in vivo chez l'animal ont montré que les filtres UV présents dans les produits cosmétiques solaires pouvaient avoir des effets indésirables sur l'organisme, Au jour d'aujourd'hui, les composés BP-3, 4-MBC et OMC sont considérés comme étant des substances alarmantes vis-à-vis de leur risque pour la santé humaine. Comme vu précédemment, il a été décrit dans la littérature que l'application cutanée de cosmétiques présentant ces substances, induisait une absorption de ces filtres UV dans la circulation systémique humaine, Cependant il est essentiel de prendre en compte le fait que la plupart des effets indésirables étudiés dans le cas des filtres UV, ont été évalués après une exposition par voie orale. Or, l'homme est principalement exposé aux filtres UV par voie cutanée. De plus, les doses utilisées ne sont pas représentatives des doses auxquelles l'homme est exposé par voie cutanée, et la durée de la plupart des études est bien trop courte pour pouvoir être concluante (Lacharme, 2011).

I. 6. 5. Les huiles minérales

Les paraffines dérivées du pétrole sont très avantageuses pour l'industrie cosmétique, Elles sont à la fois simples à travailler et très bon marché, par contre ces huiles artificielles empêchent la peau de respirer puisqu'elle a tendance à boucher les pores de la peau tout en piégeant les toxines, l'OMS a prouvé que ces huiles minérales comme la *Paraffinum liquidum* pouvaient être stockées dans l'organisme et endommager le foie, ou entrainer une inflammation des valvules du cœur (Lacharme, 2011).

I. 6. 6. Les huiles et cires de silicone

Ces substances entièrement synthétiques, dérivées du silicium et contenant des atomes d'oxygène, sont employées dans une multitude de produits. La dimethicone est l'une des matières premières les plus utilisées pour les formules de protection de la peau, de soins capillaires et de rouges à lèvres, on trouve aussi la Cetyldimethiconecopolyol, la Phenyltrimethicone, la Stearyldimethicone.

Les huiles de silicone sont douces et s'étalent bien sur la peau. Elles sont de loin préférables aux huiles minérales, mais elles ont un grave inconvénient, elles sont très peu biodégradables

et nocives pour l'environnement et donc indirectement pour notre santé. Par ailleurs, dans les shampooings, elles auraient tendance à étouffer le cuir chevelu.

I. 6. 7. Les SLS Comme Sodium-laureth-sulfate ou le sodium-lauryl-sulfate, agressifs pour les muqueuses, responsables d'irritations cutanées et allergiques au niveau de la peau, des yeux et de muqueuses.

I. 6. 8. Les éthers de glycols (éthylène glycol et propylène glycol)

Ce sont des solvants miscibles à l'eau et aux substances lipophiles qui permettent de mélanger entre elles des substances non miscibles, Ils sont présents dans de nombreux produits, y compris les médicaments et les cosmétiques, La toxicité des éthers glycols est complexe et varie en fonction du produit utilisé.

I. 6. 9. Les monoéthanolamine, diéthanolamine et triéthanolamine (MEA, DEA et TEA)

Qui peuvent déclencher l'apparition de nitrosamines (cancérigènes) la DEA est facilement absorbé par la peau et s'accumule dans les organes, tels que le cerveau, où elle induit des effets toxiques chroniques, De fortes concentrations d'agent moussant à base de DEA sont couramment utilisés dans une large gamme de cosmétiques et de toilette, des shampoings, les teintures capillaires, des lotions, des crèmes, des liquides vaisselles, Utiliser régulièrement ces produits pose ainsi clairement les principaux risques de cancer inévitable pour la grande majorité des consommateurs en particulier les nourrissons et jeunes enfants.

I. 6. 10. Butylhydroxytoluène (BHT) et Butylhydroxyanisol (BHA)

Utilisés comme antioxydants, A forte dose, ils ont des effets cancérigènes sur l'estomac (d'où leur interdiction dans les produits alimentaires).

I. 6. 11. Sels d'aluminium

Employés dans les déodorants, Peut provoquer des réactions inflammatoires, Les glandes sudoripares peuvent être endommagées par une utilisation répétée, Les recherches en cours en font un ingrédient polémique car ils pourraient se fixer dans certains organes dont le cerveau.

I. 7. Voies de pénétration cutanée

Trois voies distinctes permettent la pénétration des substances (Fig. 11)

- la voie transépidermique intercellulaire : la diffusion à travers la couche cornées s'effectue majoritairement par passage intercellulaire dans les espaces libres intercornéocytaires (les substances parcourent une longueur de 880 µm, soit 40 à 80 fois l'épaisseur de la couche cornées).
- la voie transcellulaire (directement à travers les cornéocytes),

- la voie transannexielle (via les follicules pilosébacés et/ou les glandes sudoripares), notamment pour les molécules ionisées (Laure, 2011).

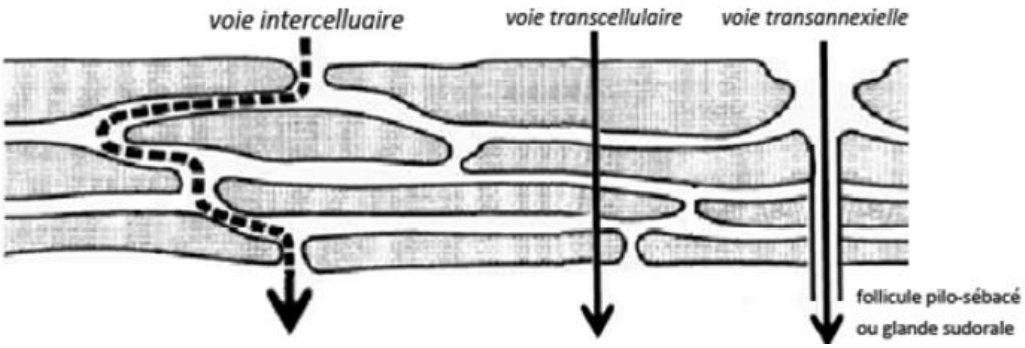


Fig. 11. Les voies de pénétration transe cellulaire et intercellulaire au niveau du stratum corneum

I. 7. 1. La couche cornée ou stratum corneum

La composition biochimique et la couche cornée diffèrent totalement des couches sous-jacentes de l'épiderme.

Le stratum corneum est constitué, suivant la localisation, de quatre à vingt couches de cellules aplaties complètement kératinisées, Ces cellules, appelées cornéocytes, sont dépourvues de noyau et remplies de kératine, on retrouve cependant un certain nombre d'enzymes qui participent aux phénomènes de métabolisation (Laurence, 2013).

Le passage de substances à travers la peau fait intervenir deux éléments principaux (Bourrillon, 2008) :

- les facteurs liés à la substance comme sa taille, sa solubilité, sa concentration ou encore la nature du véhicule ;
- les facteurs liés à la peau comme son hydratation, son intégrité, les conditions d'application (sous pansement occlusif) ou l'épaisseur de la couche cornée.

II. 1. Définition d'un produit cosmétique biologique

Il n'existe pas de définition officielle des produits cosmétiques biologiques, Ce que l'on appelle communément les « cosmétiques bio » désigne une famille de produits composés d'ingrédients naturels ou d'origine naturelle (en proportion plus ou moins importante selon les marques), contrairement aux produits cosmétiques « classiques » fabriqués en grande majorité à partir d'ingrédients synthétiques, La cosmétique bio limite ou exclut l'utilisation de substances pouvant entrainer des effets nocifs sur l'utilisateur (allergies, cancer…) ou sur la nature (tests sur les animaux, utilisation de procédés de fabrication polluants…) (Morillon, 2008).

Les produits cosmétiques naturels sont très proches des produits « natifs », comme la phytothérapie traditionnelle, qui utilise des matières premières quasiment brutes, Ils subissent essentiellement des transformations mécaniques et chimiques primaires, telles que distillation, extraction, cuisson ou filtration, fermentation et oxydation, percolation, dessiccation, laissant peu de résidus, qui sont aisément recyclables et biodégradables, Schématiquement, on trouve dans les produits cosmétiques naturels et bio par extension une majorité d'ingrédients issus du monde végétal (plantes, fruits, fleurs…) exploités sous différentes formes (huiles essentielles, huiles végétales, poudres…), mais aussi des substances d'origine animale produites naturellement et sans maltraitance pour les obtenir (miel, cire d'abeille, lait, œufs) et quelques ressources minérales (argiles, silices…)

Pour se voir attribuer l'appellation biologique, les produits cosmétiques doivent répondre à plusieurs critères relatifs à leur production, fabrication et conservation (Audrey, 2014).

II. 2. Composition des produits cosmétiques naturels

La principale différence de composition entre les produits cosmétiques « classiques » et les produits cosmétiques « biologiques », est l'excipient, Un produit cosmétique conventionnel est majoritairement constitué de cette base, chargée de véhiculer (entre autres) les principes actifs responsables des effets souhaités pour la peau, Dans un produit bio, ce sont des ingrédients naturels comme les huiles végétales d'argan, de noisette, d'amande ou les beurres de karité qui vont jouer ce rôle. Or, ce sont de véritables mines de vitamines et d'acides gras

essentiels qui agissent en synergie avec les actifs naturels ajoutés au produit (Demange, 2007).

La cosmétique biologique revendique donc une forte teneur en matières premières Actives : de nombreux composants auront un rôle premier d'excipient mais apporteront Également une activité bénéfique supplémentaire au cosmétique, On distinguera trois types d'ingrédients classiques entrant dans la composition des Produits cosmétiques biologiques :

- les matières premières issues du règne végétal.
- les matières premières issues du règne animal.
- les matières premières issues du règne minéral.

Il ne sera cependant pas possible de lister tous les composants pouvant apparaître dans la composition des produits cosmétiques biologiques, les industriels utilisant couramment des Composants « exotiques».

II. 2. 1. Les matières du règne végétal

Les plantes sont un réservoir énorme de principes actifs utilisés depuis des millénaires, Ces principes actifs sont bénéfiques pour l'homme et surtout compatibles avec la peau Humaine contrairement aux matériaux chimiques synthétiques retrouvés dans les produits Cosmétiques classiques, Les propriétés varient suivant la partie de plante utilisée : tige, Feuilles, fleurs, bourgeons …Ces extraits, ou drogues doivent être traités de la manière la plus Douce possible pour préserver leurs qualités naturelles. Leur fabrication est tout un art et un savoir-faire hérités de la médecine par les plantes (Rita, 2009). De plus, il est important de montrer la différence entre une huile végétale naturelle et une huile végétale provenant d'une production industrielle : le cocktail de principes actifs précieux présent dans les véritables huiles végétales naturelles est composé de vitamines, d'acides gras polyinsaturés et de substances végétales secondaires comme les flavonoïdes et les phytostérols (qui ont une action vitalisant et régénérant). Les huiles de production industrielle (huiles estérifiées) sont d'origine naturelle mais diffèrent fondamentalement des huiles végétales purement naturelles en ce sens qu'elles résultent de la chimie des acides gras : elles sont le produit d'une réaction entre des acides gras (acide stéarique, acide oléique, acide palmitique) et des polyols (glycérol) (Stiens, 2006). Il faut distinguer :

-les huiles : elles sont constituées en majeure partie de triglycérides, formés par Condensation d'acide gras et de glycérol ;

-les beurres : ce sont des triglycérides de consistance pâteuse parce qu'une partie des Acides gras estérifiant est constituée d'acides gras saturés ;

-les cires : ce sont des substances solides, de caractère lipophile, constituées d'esters gras supérieurs.

II. 2. 1. 1. Les huiles végétales

Les huiles végétales sont également des extraits naturels pouvant influencer la conservation des produits cosmétiques *via* une activité antioxydant, Ces produits sont Obtenus par un procédé mécanique traditionnel de pression, appliqué à des graines ou fruits issus de plantes oléagineuses. La pression dite « à froid » donne une huile qualifiée de vierge, et peut être ensuite traitée par centrifugation ou filtration, Un procédé de Chauffage peut être appliqué aux graines en amont de la pression, dans ce cas, les huiles doivent être raffinées afin d'être nettoyées de toutes impuretés pour leur commercialisation (Fernandez et Merck, 2012). Les huiles végétales sont naturellement plus ou moins riches en antioxydants, composés Protégeant contre l'oxydation. Parmi les huiles les plus utilisées en cosmétique naturelle (Stiens, 2006 et Demange et all., 2007) on cite :

*** L'huile d'argan (extraite de la noix)**

oNom latin : *Arganiaspinosa*

oINCI : ArganiaSpinosaKernelOil

Cette huile du Sud-ouest du Maroc est exceptionnellement riche en acide gras insaturés (plus de 80%) et plus particulièrement en acides oléiques et linoléiques, Elle se Distingue par son taux inhabituel de tocophérol (vitamine E) qui protège les cellules de l'attaque des radicaux libres, Idéale pour lutter contre le desséchement de la peau, elle prévient activement le vieillissement cutané.

*** L'huile de l'amande d'abricot**

o Nom latin : *Prunus armeniaca*

o INCI : Prunus ArmeniacaKernelOil

Connue depuis bien longtemps pour ses vertus thérapeutiques en cas de problèmes gastriques et intestinaux, elle peut aussi rendre la peau douce et lisse, L'huile de l'amande d'abricot est parfaite pour lisser les petites rides du contour des yeux, Elle est adaptée aux peaux sèches et dévitalisées grâce à son pouvoir régénérant. Les noyaux d'abricot finement moulus sont utilisés comme abrasif dans les exfoliants.

II. 2. 1. 2. Les beurres végétaux

Comme les huiles végétales, les beurres végétaux s'obtiennent par expression mécanique des noix ou amandons Ils sont fréquemment incorporés aux bases des produits cosmétiquesBio- auxquelles ils confèrent une texture fondante et apportent de nombreuses propriétés bénéfiques pour la peau (Demange et Ghesquiere, 2007).

*** Le beurre de karité**

o Nom latin : *Butyrospermumparkii*

o INCI : ButyrospermumParkii Butter

Le beurre de karité est une substance hybride qui se situe entre la cire et l'huile, il est doté de formidables vertus soignantes, grâce à son taux élevé d'insaponifiables : 15%, alors que les huiles dans leur grande majorité n'en contiennent que 1 à 2%, Ces insaponifiables sont très précieux : ils pénètrent bien dans la peau, qu'ils assouplissent, fixent l'eau et favorisent l'absorption des autres principes actifs.

*** Le beurre de coco**

o Nom latin : *Cocos nucifera*

o INCI : COCOS NUCIFERA OIL

Ce triglycéride, issu du lait et de la pulpe de la noix de coco, est solide à température ambiante (sous nos climats), riche en actifs non gras, il est de qualité supérieure à l'huile de coprah, qui ne provient que de la pulpe de coco Il protège des agressions extérieures comme le soleil, le vent, le froid, On le recommande pour les peaux sèches, irritées ou sensibles comme celle des bébés.

II. 2. 1. 3. Les cires

Le mot cire (keros en grec, cera en latin) ne désignait à la base que la cire d'abeille (la seule utilisée depuis l'antiquité). Actuellement, la définition s'est précisée et désigne de façon plus générale les produits constitués par des esters d'acides gras et d'alcools supérieurs, Il existe des cires animales, végétales, fossiles et maintenant synthétiques. Les cires permettent de donner de la texture au produit en épaississant voire en durcissant la préparation. Elles ont également un rôle de protection de la peau contre la déshydratation grâce à leur effet filmogène. Elles sont utilisées dans les baumes, les rouges à lèvres ou encore les crèmes types cérat ou cold cream (le Hir, 2009).

II. 2. 1. 4. Les gommes

Les gommes sont des exsudats de plantes se solidifiant par dessiccation. Ce sont des polyholosides mixtes d'où leur capacité de donner avec l'eau des gels, des solutions ou des dispersions colloïdales plus ou moins visqueuses. Elles se caractérisent selon :

- le pouvoir gélifiant : faible, moyen, fort ;
- la température de gélification : à froid ou à chaud
- l'aspect du gel obtenu (Le Hir et al ., 2009).

II. 2. 1. 5. Les argiles

Les argiles sont des ingrédients d'origine minérale, aux propriétés naturellement purifiantes, apaisantes et adoucissantes. Elles sont fréquemment utilisées dans des masques ou des cataplasmes pour les soins du visage et du corps. Les argiles telles que le kaolin ou la bentonite sont constituées de silicates d'aluminium parfois mélangés à des traces d'autres métaux. Elles sont riches en minéraux et oligoéléments. Comme certaines autres substances minérales (talc, oxyde de titane, silice), elles ont la capacité de fixer les huiles et sont utilisées comme absorbants (Martini, 2006).

II. 2. 1. 6. Les huiles essentielles

La Pharmacopée européenne décrit l'huile essentielle comme étant « un produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entrainement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit

par un procédé mécanique sans chauffage ». Les huiles essentielles sont les essences volatiles extraites de plantes aromatiques. L'entrainement à la vapeur d'eau et l'expression à froid pour les essences des fruits du genre *Citrus* sont les deux techniques d'extraction principalement utilisées. Une huile essentielle doit être certifiée par sa composition et son origine. En effet, une même plante peut fournir plusieurs huiles essentielles en fonction de l'organe utilisé. Ainsi par exemple, l'oranger amer (*Citrus aurantium*) est à l'origine de l'essence d'orange amère à partir du fruit, de l'essence de Néroli avec la fleur et de l'essence de petit grain bigaradier lors de l'hydro distillation de la feuille, des ramilles et des petits fruits.

Beaucoup d'huiles essentielles peuvent être utilisées, elles sont choisies selon leurs propriétés et leur parfum, la quantité utilisée dans la formule cosmétique varie de une à quelques gouttes. Ce sont des liquides huileux plus ou moins colorés et parfumés. Cependant, bien que naturelles, les huiles essentielles ne sont pas dépourvues de toxicité. Certaines (celles présentant un spectre d'absorption compris entre 290 et 400 nm), et ainsi tout particulièrement les essences d'agrumes peuvent être photo sensibilisantes. Il faut donc veiller à ne pas utiliser un soin qui en contient avant une exposition solaire (Bruneton, 2009).

II. 2. 1. 7. Les hydrolats

L'eau d'évaporation recondensée durant la distillation constitue l'hydrolat. Cet hydrolat, plus communément appelé « eau florale », contient les mêmes composés volatils présents dans les huiles essentielles mais en quantité moindre (Moins de 5%), en plus des composés hydrosolubles, ces eaux florales constituent fréquemment la partie aqueuse des bases de produits bio mais peuvent également s'appliquer directement sur le visage comme tonique avant la crème. Elles sont très douces et sans alcool et l'on peut donc les utiliser comme eau de toilette, notamment pour les jeunes enfants. Selon les plantes, les eaux florales possèdent de nombreuses propriétés : rafraichissante, astringente, anti-inflammatoire, équilibrante, purifiante, apaisante … En voici un exemple (Hampikian, 2007) :

- L'eau de rose

o Nom latin : *Rosa centifolia*

o INCI : ROSA CENTIFOLIA FLOWER WATER

est un sous-produit (phase aqueuse ou hydrolat) de la distillation de pétales de roses pour la fabrication d'essence de rose, possédant une saveur très parfumée et un parfum de rose concentré

-Les avantages L'eau de rose

- ✓ Maintient l'équilibre du PH de la peau ;
- ✓ Hydratantes, revitalise et lisse la peau ;
- ✓ Aide à guérir les cicatrices, les coupures et les blessures ;
- ✓ Tonifié la peau, hydrate et nourrit la peau

II. 2. 1. 8. Les exfoliants : Les ingrédients exfoliants sont de petits grains abrasifs, contenus dans les cosmétiques, qui servent à éliminer les peaux mortes de l'épiderme. Ainsi, la peau étant plus lisse, l'absorption des crèmes ou produits utilisés après le gommage est favorisée. En fonction de la taille et de la dureté des particules, les exfoliants végétaux peuvent être classés selon leur degré d'exfoliation (fig. 12). Les plus doux seront utilisés pour le visage, les autres pour le corps ou les soins des pieds.



Fig. 12. classification de divers exfoliants

Les exfoliants sont obtenus par broyage pour certains (racine d'iris, coque de noix…), ou simplement par prélèvement au niveau du fruit pour d'autres (pépins de fraise, pulpe de coco). Enfin, une autre méthode d'obtention est utilisée pour les perles de jojoba, la cire du végétal est transformée en microbilles puis colorée.

Les exfoliants peuvent être incorporés dans des gels, des savons, des baumes, des crèmes ou encore des beurres, La seule condition est d'adapter la dureté des grains au type de peau et à la zone concernée, Autre notion à prendre en compte, le soin dans lequel est intégré

l'exfoliant doit être assez visqueux, afin de bien répartir l'ensemble des grains dans la préparation.

II. 2. 1. 9. Les émulsifiants

Les émulsifiants permettent la dispersion de la phase liquide et donc la stabilisation des émulsions, En effet, sans émulsifiant une émulsion risque de présenter rapidement une séparation de phases, De plus, la texture de la préparation varie avec la nature et la quantité d'émulsionnant, Ils seront choisis selon :

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

Parmi les émulsifiants utilisés dans la cosmétique naturel ou écologique on cite :

- Les cires auto-émulsifiantes

Les cires auto-émulsifiantes, comme celle connue sous le nom de Polawax®, servent à la réalisation d'émulsions huile/eau, plus ou moins épaisses et relativement stables. Elles sont simples d'utilisation. D'un point de vue pratique, elles s'emploient à chaud et sont dissoutes dans la phase huileuse. Selon le type d'agitateur, il est possible d'obtenir des textures variées, du fluide à la mousse en passant par la crème onctueuse, et les produits obtenus peuvent être utilisés pour tous les types de peaux. Polawax® a pour dénomination internationale «Cetearylalcohol, polysorbate 60».

II. 2. 1. 10. Les co-émulsifiants

Utilisés seuls, les co-émulsifiants ne suffisent pas à stabiliser une émulsion, Ils agissent en synergie entre eux ou avec les auto-émulsifiants, Ils peuvent aussi apporter d'autres caractéristiques au produit. Par exemple, l'alcool cétylique, en plus d'épaissir et enrichir les crèmes, assouplit et prévient la déshydratation de la peau. Ils sont le plus souvent introduits en phase huileuse à chaud, c'est le cas de l'alcool cétylique et la lécithine de soja

II. 2. 1. 11. Les émulsifiants à froid

Les émulsifiants à froid par excellence, ce sont les sucroesters, association d'un sucre et d'acides gras issus d'une huile végétale. Selon les sucres et les acides gras associés, peuvent être obtenus divers sucroesters : saccharose stearate, saccharose lactate… Ils peuvent être présentés sous forme de poudre ou de liquide huileux (lorsqu'ils sont dispersés dans un mélange glycérine/huile végétale). Pour préparer une émulsion à froid, le sucroester est ajouté à la phase huileuse et de la gomme xanthane est nécessaire en phase aqueuse, L'ajout de cette dernière permet de garantir la stabilité de l'émulsion et également d'améliorer le glissant de la préparation sur la peau. La mise en présence des deux phases aboutit à l'obtention d'un gel laiteux, fluide, Il faut noter que ce type d'émulsifiant peut très bien s'utiliser à chaud, selon la méthode classique.

II. 2. 1. 12. Les conservateurs et anti-oxydants

Si l'on souhaite conserver une préparation cosmétique pour une durée supérieure à quelques jours, il faut la protéger des contaminations bactériennes et fongiques, d'autant plus que la phase aqueuse est importante. Les soins riches en huiles et beurres doivent être protégés du rancissement par l'ajout d'antioxydants. La préparation doit contenir entre 0,3 et 1 % de conservateur pour éviter la contamination, souvent la concentration nécessaire est de 0,6 %. Le conservateur est ajouté dans la formule finie à froid. La capacité à limiter les contaminations microbiennes grâce à un conservateur est mesurée par un challenge test : une formule-type contenant hydrolat, huile végétale et le conservateur à tester est soumise à l'attaque de diverses bactéries et champignons (*Staphyloccocus aureus, Pseudomonas aeruginosa, Candida albicans, Aspergillus niger*); la préparation est considérée acceptable lorsqu'il n'y a pas de prolifération microbienne ou fongique, en référence à la Pharmacopée Européenne. Le système de conservation (conservateurs proprement dits + substances pouvant participer à la conservation) du produit doit être capable de développer au sein du produit cosmétique, des propriétés microbiostatiques et microbicides étendues, sans toutefois interférer avec la flore cutanée normale. Les conservateurs principaux sont :

- **L'extrait de pépin de pamplemousse (EPP)**, Il s'agit d'un produit visqueux, orangé, obtenu à partir des pépins et de la pulpe de pamplemousse, donc 100% naturel. Son ajout n'a aucune influence sur le pH des préparations.

-Cosgard®, conservateur synthétique (complexe alcool benzylique/acide déhydroacétique/eau) sous forme liquide, incolore à jaune. L'ajout de ce produit peut diminuer légèrement le pH de la préparation.

- **Naticide®**, conservateur aussi connu sous le nom « Plantaserv Q », ayant à l'origine un rôle de fragrance dû à son parfum sucré vanille/amande, mais qui présente aussi des propriétés antibactériennes et antifongiques, Il se trouve sous forme d'un liquide fluide incolore à jaune. L'ajout de plantaserv Q ne modifie pas le pH des préparations mais son action est favorisée lors d'une utilisation à un pH acide compris entre 4 et 7.

- **Huiles essentielles**, l'activité antimicrobienne de nombreuses huiles essentielles dans la conservation de produits fabriqués a été confirmée. Celles qui possèdent le spectre d'activité antibactérienne le plus large sont : la cannelle, l'eucalyptus, le niouli, l'origan et le pin sylvestre.

II. 2. 1. 13. Un antioxydant naturel et majeur

La vitamine E Liquide visqueux d'origine végétale (mélange de tocophérols naturels issus du tournesol, dilués dans de l'huile de tournesol) de couleur orangé à brun, réputé pour son action anti-oxydante. Cet actif protège les huiles et beurres végétaux du rancissement et il est donc recommandé d'en ajouter dans toutes les préparations qui en contiennent. La vitamine E a également un rôle anti-âge en bloquant l'action des radicaux libres sur la peau, surtout en limitant les effets néfastes de l'exposition solaire. Cet actif est soluble dans l'huile mais est inclus dans la formule finie, à froid. Il faut compter 0,02 à 0,2 % de vitamine E pour assurer une bonne action antioxydants. L'alpha-tocophérol est l'antioxygène liposoluble le plus important dans la composition de la vitamine E. Il inhibe la peroxydation des lipides membranaires et réagit avec les radicaux libres pour former une substance stable (le radical tocophéryle), ce qui arrête les réactions en chaîne

II. 2. 1. 14. Les agents de texture, émollients

- Huile de coco fractionnée, cette base huileuse au toucher sec, très pénétrante permet un très bon étalement de la préparation sur la peau, il améliore la pénétration des actifs liposolubles, sans laisser de film gras. C'est également un très bon solvant pour la préparation de macérats par exemple, puisqu'il se présente sous forme d'un liquide huileux incolore et inodore.

- Glycérine, est un composé hydratant, qui retient l'eau à la surface cutanée, c'est aussi un agent adoucissant, très apprécié pour les émulsions, les gels douche ou encore les shampooings. Elle se présente sous forme d'un liquide sirupeux limpide et incolore, Le glycérol est un des humectants (agent évitant le desséchement des préparations) les plus anciennement utilisés et dont l'activité à ce propos est indéniable. Il joue un rôle dans l'extensibilité et la souplesse de la peau. Il est ainsi tout particulièrement l'allié des peaux sèches, Il s'accumule au niveau du stratum corneum où il inhibe la transformation des cristaux liquides en cristaux au sein des espaces intercellulaires, augmentant ainsi la fluidité des bicouches et le piégeage de l'eau.

- Substitut végétal de lanoline, la lanoline animale, mélange complexe d'esters d'alcools gras, est extraite de la laine du mouton et présente des propriétés hydratantes et émollientes très appréciées. Son inconvénient majeur est un risque d'intolérance cutanée chez certains sujets prédisposés aux allergies. C'est pourquoi l'utilisation d'un substitut végétal de lanoline, présentant les mêmes propriétés bénéfiques sans les inconvénients, est préférable, La lanoline végétale est sous forme liquide, de couleur brun orangé, soluble dans l'huile et peu soluble dans l'eau, elle s'insère donc dans la phase huileuse. Il faut noter également que tout comme son homologue d'origine animale, le substitut végétal de lanoline a un pouvoir lissant sur les rides et ridules, d'où son utilisation comme actif anti-âge. Le substitut végétal de lanoline est obtenu par synthèse à partir du tournesol, il est retrouvé sous la dénomination internationale « Oleic/Linoleic/Linolenicpolyglycerides » et est utilisé comme émollient.

II. 2. 1. 15. Les dispersants

Ils sont utilisés pour disperser les huiles essentielles dans l'eau, où elles sont normalement insolubles. Ceci permet par exemple de solubiliser les huiles essentielles dans l'eau du bain ou encore de les inclure dans des préparations riches en phase aqueuse. Il existe des dispersants à

base d'alcool ou de glycérine, ces derniers étant en quantité majoritaire, ils permettent la solubilisation des huiles essentielles. D'un point de vue dosage, il faut compter 4 gouttes de dispersant pour 1 goutte d'huile essentielle.

III. Formulation des produits cosmétiques biologiques et analyse de formules

III. 1. Les différences entre la cosmétique traditionnelle et la cosmétique biologique

Les différences entre les produits cosmétiques biologiques et les produits cosmétiques conventionnels proviennent (tableau 5) (Lacharme, 2011) :

- De l'origine des ingrédients choisis : la cosmétique bio s'appuie sur l'utilisation de matières premières naturelles comme les huiles végétales, les huiles essentielles, les eaux florales, les cires, les beurres… qui n'ont quasiment pas subi de transformation (distillation, filtration…). Ces ingrédients sont facilement recyclables et biodégradables. La cosmétique conventionnelle, elle, utilise bien souvent des produits d'origine synthétique, qui ont été obtenus selon des procédés chimiques et physiques lourds.
- De l'exclusion d'un certain nombre d'ingrédients jugés potentiellement à risque pour l'homme et l'environnement : OGM, matières issues de la pétrochimie, silicones, PEG, nanoparticules, parabènes, phénoxyéthanol, colorants et parfums de synthèse …
- De la diversité d'ingrédients : la cosmétique naturelle utilise des composants d'une grande richesse et la plupart des formules qui en découlent sont « épurées », contrairement à la cosmétique conventionnelle dans laquelle il n'est pas rare de retrouver une cinquantaine de produits dans la formule.
- De la méthode de fabrication du produit : en respectant l'environnement, en interdisant toutes les pratiques polluantes (pesticides, engrais chimiques), en limitant les déchets, la cosmétique biologique annonce clairement son objectif de protéger l'homme et sa planète.

Tableau. 5. Comparaison entre produit cosmétique classique et un produit cosmétique naturel (ou biologique) (Morillon, 2008)

Exemple d'émulsion	Produit cosmétique Classique	Produit cosmétique bio
Phase aqueuse De 60 à 90 %	- Eau, eau distillée	- Hydrolats chargés de principes actifs provenant des plantes
Phase grasse De 5 à 30 %	- Esters de synthèse - Paraffine liquide - Substances minérales issues du pétrole - Silicones - Huiles végétales extraites à chaud et par un solvant	Huiles végétales de première pression à froid - Cires naturelles (abeille, carnauba) - Triglycérides issus d'huiles végétales (coco, palme) - Insaponifiables d'huiles végétales et oléorésines végétales - Esters et acides gras d'origine végétale
Emulsionnant/tensioactif De 2 à 8 %	- Dérivés de PEG	- Dérivés de sucre, de matières premières végétales, transformés au moyen de réactions chimiques douces - Glucolipides issus de l'huile de coco, de glucose de maïs et de céréales - Lécithines végétales
Agents de texture lipophiles	- Alcool gras et silicones	- Alcool gras - Cires végétales (carnauba, candelilla) - Cire d'abeille - Beurres végétaux (karité, cacao)
Actifs	olécule isolée par extraction ou synthèse - D'origine synthétique ou naturelle	- Actifs naturels : extraits huileux, hydroalcooliques, plantes, hydrolats, huiles essentielles, vitamines…

Humectant, adoucissant	- PEG - Glycérol synthétique - Silicone	- Glycérol végétal - Gel d'aloévera - Acide hyaluronique
Agents de texture hydrophiles	- Polymère acrylique, synthétique - Amidon synthétique modifié	- Gomme de xanthane, guar - Argile - dérivés cellulosiques - Amidon naturel (mais et riz)
Antioxydants	- Polymère acrylique, synthétique - Amidon synthétiquemodifié	- Tocophérol (vitamine E naturelle) - Insaponifiables d'huiles végétales - Extrait de romarin
Conservateurs	- Parabènes (méthyl-, éthyl-, propyl-, butyl-) - Phénoxyéthanol - Formaldéhyde - Chlorophénésine - Bromure ou chlorure de cétrimonium (ammonium quaternaire)	- Conservateurs doux autorisés par les labels : acide sorbique, acide déhydroacétique, acide citrique, benzoate de sodium - Extrait de propolis ou de pamplemousse - Autoconservation des produits par les huiles essentielles ou l'alcool
Parfum	- Synthétique	- Huiles essentielles - Hydrolats
Colorants	- Synthétiques	- Colorants naturels à base de minéraux, fruits, légumes, plantes
% d'ingrédients d'origine Naturelle	- Inférieur à 5 %	- Minimum 95 %, jusqu'à 100 %
% d'ingrédients bio	- 0 % en général	- Minimum 10 %

En analysant ces deux formules, il est évident que la cosmétique classique et la cosmétique bio n'ont pas la même manière de formuler leurs produits, Dans la première formule, on constate une prédominance de produits d'origine synthétique et on retrouve ceux qui ont été sujets à polémique (phénoxyéthanol, chlorphénésine, EDTA…). Dans la deuxième formule, des produits issus de l'agriculture (biologique) apparaissent et on remarque la présence de produits d'origine animale ou végétale, Le système de conservation est différent, puisqu'il utilise des produits synthétiques « doux » autorisés par Cosmébio (ici le benzoate de sodium).

Les difficultés de formulation des produits cosmétiques biologiques : Comment faire des produits à bon pouvoir moussant sans utiliser de tensioactifs classiques ? Jouer avec l'infinie palette d'odeurs des huiles essentielles sans franchir le seuil de l'agression olfactive ? Octroyer la même douceur, le même velouté aux produits en l'absence de silicones ? C'est toute la problématique qui se pose aux formulateurs de produits cosmétiques bio, qui doivent composer en tenant compte de nombreuses contraintes (Morillon, 2008).

- **Exigence de texture**, quand on supprime 95% des matières premières utilisées en cosmétique classique (substances minérales, silicones, tensioactifs, émulsifiants, conservateurs et parfums de synthèse), les producteurs doivent refaire leurs gammes, et faire abstraction des substances « bonnes à tout faire » dont ils connaissent parfaitement le comportement à l'usage et en toutes circonstances. Les gels, crèmes, shampoings au toucher doux, ont une stabilité et une viscosité faciles à obtenir en chimie de synthèse mais beaucoup plus difficiles à réaliser en bio. Exemple type, les silicones, qui ont été très largement représentés depuis vingt ans en cosmétique pour leur aspect multifonctionnel (toucher soyeux, démêlage et brillance des cheveux…), sont interdits dans le cadre des labels bio et doivent être remplacés par des molécules offrant des facultés semblables. On s'en rapproche par l'association de différentes matières premières, dont de très fines poudres de riz, par exemple, qui peuvent s'apparenter au même toucher, De même, la mousse inscrite dans nos habitudes d'hygiène telle qu'on la connaît, généreuse, abondante et qu'on peut générer à souhait, reste pour l'instant un casse-tête pour les fabricants de cosmétique bio car il n'existe pas encore de substitution naturelle aussi performante. La communication et la publicité des produits cosmétiques conventionnels mettent toujours en avant un principe actif, sur lequel repose tout

le succès du produit cosmétique. Cet acharnement n'existe pas dans le bio, car tous les composants de ces produits cosmétiques (huiles essentielles, huiles végétales, beurres et cires, eaux florales…) sont eux-mêmes chargés de principes actifs qui se potentialisent entre eux. On assemble, on conjugue les ingrédients en synergie pour trouver la meilleure adéquation possible afin d'améliorer l'acceptabilité, la texture, le plaisir à utiliser, l'efficacité.

- **Exigence d'odeur,** dans les produits cosmétiques biologiques, tout commence par les réflexions sur l'odeur. C'est souvent la première réaction des clientes qui essayent pour la première fois un baume, une crème, une huile de massage… en version bio. Habitués et conditionnés aux odeurs de synthèse qui ont formaté nos récepteurs olfactifs, notre nez a du mal à apprécier d'emblée les odeurs issues du naturel sans une petite phase de transition. Dans un sens ou dans l'autre, le corps doit s'habituer et se réadapter. Passé ce premier effet de surprise, les organes sensoriels s'ouvrent, intègrent ces nouveaux codes senteurs et la molécule naturelle reprend sa place dans nos récepteurs.

- **Exigence de stabilité dans le temps** : s'il est vrai que la mention « sans parabène » est recherchée par le consommateur, il n'est pas toujours aisé pour le formulateur de travailler avec de nouveaux systèmes de conservation : (Stiens, 2006)

✓ On se heurte tout d'abord au problème de la compatibilité entre les ingrédients de la formule et les conservateurs, avec le risque de provoquer des instabilités ou une séparation des phases ;

✓ Ensuite il faut vérifier par des tests très exigeants que le nouveau système de conservation protège bien le produit de la dégradation microbiologique ;

✓ Puis, il faut tester précisément la concentration en conservateurs pour éviter le surdosage (et les irritations qui peuvent l'accompagner), tout en garantissant la sécurité microbiologique ;

✓ En ce qui concerne la tolérance, des tests dermatologiques devront être effectués. Les systèmes de conservation des produits cosmétiques naturels impliquent de bien penser le contenu et le contenant, ce qui suppose à la fois (fourniat, 2006).

- De choisir des substances qui ont des propriétés conservatrices (huiles essentielles, alcool) ;

- De se pencher sur le conditionnement du produit (ex : système de pompe « airless ») ;
- De travailler sur l'activité de l'eau : la présence d'eau dans le milieu environnant est indispensable pour la multiplication des micro-organismes. Cependant, dans les solutions aqueuses très concentrées, la croissance microbienne est ralentie ou inhibée selon la nature des substances dissoutes. Ceci est expliqué par le fait que, dans ces solutions concentrées, les molécules d'eau ne sont pas directement disponibles pour les micro-organismes, étant complexées par des liaisons hydrogène avec les molécules en solution. Dans la plupart des cas, une activité de l'eau réduite permet de diminuer la concentration nécessaire en conservateurs pour obtenir une activité décontaminante.
- De travailler sur le pH : la plupart des micro-organismes ont leur pH optimum de croissance aux environs de la neutralité (pH 6-8), Un pH inférieur à 4.5-5 ou supérieur à 8-8.5 peut inhiber la multiplication de la majorité des bactéries et participer à la protection du produit. Cependant un pH acide peut permettre la croissance de champignons microscopiques.

Après l'analyse de ces différentes formules, il parait clair que la formulation galénique des produits cosmétiques biologiques est totalement différente de celle de nos produits cosmétiques conventionnels. Dans une formule d'un produit cosmétique biologique, quasiment tous les ingrédients apportent une action réelle à notre peau : si bien qu'il est parfois compliqué de repérer le ou les principe (s) actif (s) ! L'excipient ne se résume plus à son rôle de base mais devient par ses qualités propres un principe actif de la formule. Cependant, il faut noter que la cosmétique biologique conserve quelques ingrédients indésirables (certains tensioactifs anioniques par exemple, ou encore des conservateurs pouvant être allergisants), Les huiles essentielles sont nombreuses dans certains produits cosmétiques bio, et malgré leurs nombreuses vertus, il est possible que les peaux sensibles, les peaux réactives ou encore les peaux des nourrissons, puissent mal réagir après application de ce type de produit (rougeurs, échauffement, voir allergie cutanée). De ce fait, il faudra également porter une attention toute particulière aux femmes enceintes, chez qui l'emploi d'huiles essentielles est fortement déconseillé. Les périodes après ouverture (PAO) des produits cosmétiques biologiques sont comparables à celles des produits cosmétiques

classiques, Compte tenu des contraintes imposées en terme de choix des systèmes de conservation, il est tout à fait remarquable de trouver des produits qui se conservent aussi longtemps (jusqu'à 12 mois après ouverture) que les produits cosmétiques classiques. En diminuant au maximum l'activité de l'eau, en utilisant les conservateurs synthétiques autorisés par les labels ou en optant pour des conditionnements primaires « airless », la cosmétique biologique a réussi à éliminer le problème de la conservation de ses produits. Les huiles essentielles sont souvent employées en tant que conservateur, mais elles ne sont pas inscrites sur la liste positive officielle des conservateurs, liste qui ne concerne que les molécules de synthèse. Bien que beaucoup d'entre elles possèdent une activité antimicrobienne et antifongique indéniables, elles échappent à la réglementation. D'autre part, certains produits cosmétiques biologiques présentent des formules « chargées » (jusqu'à 41 ingrédients!) et cela n'est pas sans rappeler la cosmétique classique. Pourtant, au commencement de la cosmétique biologique, les laboratoires mettaient en avant leurs produits avec comme argument des formules « épurées ». Ce n'est plus toujours le cas actuellement. Pour finir, l'analyse de ces formules montre que les produits cosmétiques biologiques ne sont pas toujours inoffensifs, et le pharmacien d'officine aura donc un rôle important à jouer en termes de conseil, afin de dispenser un produit adapté à la typologie cutanée du patient.

IV. Les qualités requises chez les cosmétiques

Pour la mise sur le marché, le produit cosmétique ne requiert pas d'autorisation de mise sur le marché (AMM) mais nécessite l'élaboration d'un dossier technique qui a pour but d 'assurer l'absence de nocivité pour la santé ainsi que sa conformité avec la législation (Singer, 2011).

IV. 1. Processus de fabrication

La fabrication d'un produit cosmétique doit être irréprochable au niveau de la qualité Les fabricants doivent donc se soumettre aux règles des bonnes pratiques de fabrication. Celles-ci définissent l'achat des matières premières, la production, le conditionnement, le stockage, la distribution du produit ainsi que tous les contrôles correspondants à ces diverses étapes, afin d'avoir un système d'assurance qualité satisfaisant, le personnel doit être qualifié et en nombre suffisant pour exécuter l'ensemble des tâches qui lui incombe, les locaux et le matériel doivent être conçus, adaptés et entretenus afin d'y effectuer sereinement les

opérations convenues, ils doivent être faciles d'entretien et d'utilisation afin d'éviter toute atteinte à la qualité du produit. Les matières premières sont analysées et doivent être conformes à la qualité prévue, leur origine doit être certifiée. L'eau est une des matières premières les plus utilisées mais elle doit être contrôlée, car il faut éviter toute contamination bactérienne. Les systèmes d'alimentation en eau doivent être décontaminés et correctement rincés. Les opérations de fabrication et de conditionnement respectent des procédures préétablies. Ainsi, des organigrammes de préparation sont souvent nécessaires afin de répertorier les différentes étapes de fabrication ainsi que les contrôles qui s'y rapportent (Lardeau, 2011). En résumé les bonnes pratiques de fabrication doivent répondre à la règle des 5 M (Singer, 2011) :

- Matériel utilisé ;
- Méthodes appliquées ;
- Milieu ;
- Main d'œuvre ;
- Matières premières.

IV. 2. Sécurité

Avant toute demande d'autorisation de mise sur le marché, et *a fortiori,* avant toute commercialisation, le fabricant du produit cosmétique doit s'assurer de la sécurité d'utilisation de celui-ci, Pour ce faire, il doit fournir des études toxicologiques, des informations sur le mode de production et les contrôles effectués (Soulie, 2013).

IV. 3. Mentions obligatoires concernant l'étiquetage

La liste des composants d'un produit est obligatoire sur l'étiquetage du cosmétique, en cas de conditionnement trop petit, cette liste doit être fournie à disposition du consommateur par le biais d'une notice jointe, Les constituants sont alors répertoriés par ordre décroissant de leur concentration, en dessous d'une concentration inférieure à 1%, aucun ordre n'est obligatoire. Certains d'entre eux, comme les parfums, seront représentés sous les appellations « parfums » ou « aromes » alors que les colorants sont indiqués par les dénominations « CI », pour Color Index, suivi d'un nombre à 5 chiffres, En ce qui concerne le produit fini, il est à la responsabilité du fabricant d'évaluer les données relatives à la toxicité de chaque constituant

selon la structure chimique, le niveau et la surface d'exposition, ainsi que la population concernée**(**Le Craz, 2009).

Les récipients et emballages doivent mentionner en caractères indélébiles, facilement lisibles et visibles :

- le nom ou la raison sociale et la ou les adresses du fabricant ou du responsable de la mise sur le marché ;
- la masse ou le volume du produit au moment du conditionnement s'il est supérieur à 5 g ou 5 ml ou s'il ne s'agit pas d'échantillons gratuits ou de conditionnement à usage unique;
- la date de durabilité minimale pour les produits dont la durabilité minimale est inférieure à 30 mois, Elle se définit comme étant la date jusqu'à laquelle ce produit, conservé dans des conditions appropriées, continue à remplir sa fonction initiale, Elle est annoncée par la mention "A utiliser de préférence avant fin", suivie soit de la date elle-même, soit de l'indication de l'endroit de l'étiquetage où elle figure ; en cas de besoin, ces mentions sont complétées par l'indication des conditions dont le respect permet d'assurer la durabilité indiquée ; la date se compose en clair et dans l'ordre, du mois et de l'année ou du jour.
- la durée d'utilisation après ouverture pour les produits dont la durabilité minimale est supérieure à 30 mois (indiqué par un symbole représentant un pot de crème ouvert), elle est exprimée en mois et/ou année ;
- le numéro de lot de fabrication ou la référence permettant l'identification du produit Pour des raisons pratiques, il peut être limité à l'emballage.
- la fonction du produit, sauf si elle est claire dans la présentation du produit.
- la liste des ingrédients, est précédée du terme « ingrédients ».Sont exclus de la liste des ingrédients : les arômes, les impuretés du matériel d'origine, les substances techniques utilisées dans la préparation mais absentes du produit fini, les substances utilisées en quantité strictement nécessaires comme solvant ou comme porteuses de parfums ou d'arômes (Vigan, 2004).

IV. 4. Conditionnement ou emballage ou packaging

On parle de conditionnement primaire pour désigner l'élément en contacte directe avec le produit (pot, tube ou flacon) et de conditionnement secondaire suremballage quand il n'y a pas de contact direct (boite carton) (Coiffard et Couteau, 2014).

IV. 4. 1. Rôle de l'emballage

L'emballage joue un rôle dans la protection, ce rôle s'exerce vis-à-vis de l'oxygène, des UV et de divers contaminants (poussières, bactéries). Il joue également un rôle fonctionnel car il doit être pratique à utiliser, et s'ouvre et se ferme facilement … être adapté au consommateur (exclure le verre pour les gammes Bébé)

IV. 4. 2. Principaux matériaux utilisés

- **Verre**

Parmi les avantages de l'utilisation du verre est sa dureté, sa résistance à la lumière, son imperméabilité, sa transparence, et le fait qu'il s'agit d'un excellent isolant thermique. En revanche, les récipients en verre sont fragiles, souvent lourds et encombrants.

- **Matières plastiques**

C'est surtout le polyéthyène qui est utilisé dans l'industrie cosmétique, On peut mentionner également le polyéthylène téréphtalate (PET). Ce type de matériau présente l'avantage d'être incassable, Parmi les inconvénients nous rappellerons que les matières plastiques sont incompatibles avec les solvants organiques et avec différents ingrédients cosmétiques tels que les huiles essentielles (Couteau et Coiffard, 2014).

III. 1. Introduction

L'objectif de ce travail est de formuler une crème cosmétique et de la caractériser sur les plans physicochimique et microbiologique. Cette crème est formulée à base d'huile et de beurre végétale.

III. 2. Matériel de préparation et de caractérisation

Le matériel utilisé pour la réalisation de notre travail est présenté dans le tableau (6).

Tableau 6. Matériel de laboratoire utilisé

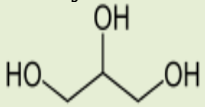
Matériels	Caractères
chauffage et agitateur magnétique	de type Heidolph, MR Hei-standard et IKA®-LABORTEC HNK RH basic
l'homogénéiseur	l'homogénéiseur (Ultra-turrax) de type IKA® T18 basic est utilisé il est constitué par des filières à chicanes
Balance de précision	la précision des pesées nécessitent une balance très précise qui est utilisée pour toutes les expériences
agitateurs à hélice	il est constitué par un axe muni à son extrémité par des pales inclinées provoquant un écoulement axial avec des composantes radicales et reliés à un moteur électrique. la vitesse de rotation de l'axe central est comprise entre 100 et 1000 tours/min
pH mètre	le pH mètre utilisé pour les mesures de pH des formules préparée est de type : METRHOM
Centrifugeuse	elle fonctionne avec une vitesse de rotation comprise entre 1000 et 10000tr/min
Microscope	on a utilisé un microscope optique(Olympus) qui permet un grossissant jusqu'à 1000 fois

III. 3. Matières premières

Les essais de formulation réalisés dans notre travail ont été faits en utilisant les matières premières naturelles présentées dans le tableau (7) .

Tableau 7. Matières premières utilisées

Matières premières	Propriété	Les bienfaits
huile d'amande	**Aspect** : liquide huileux fluide, **Couleur** : légèrement jaune, **Odeur** : douce et discrète, **Toucher** : gras, **Densité** : 0.91-0.92, **Indice de saponification :** 189-196	-améliorer La pénétration dans la peau ; -c'est l'une des meilleures et des plus douces huiles de base pour les crèmes ; -agent hydratante (Stiens, 2006 et Demange et all., 2007)
huile de coco	**Aspect** : solide, **Couleur** : blanc à ivoire nacré, **Odeur** : odeur sucrée, **Toucher** : assez sec, **Densité** : 0.91, **Indice de saponification** : 248-265	- Il protège des agressions extérieurescomme le soleil, le vent, le froid ; - nourrit la peau et apaise les irritations ; -Antioxydant, elle lutte contre le vieillissement de la peau ; - Riche en vitamine E, en vitamine K et en fer ; -donne une texture douce et lisse. (Stiens, 2006 et Demange et all., 2007)
vitamine E	C'est une grosse molécule de type alcool, elle est d'origine végétal :(huile végétale, germe de céréales organe vert de végétaux…) Elle est hydrosoluble, stable, employée sous forme d'acétate, elle contribue au bon état de tissus conjonctifs en protégeant la protéine, elle peut être un produit protecteur du derme	-effet énergique contre les radicaux libre qui sont la cause du procédé de vieillissement des cellules et de la peau ; -effet antioxydant - Il joue un rôle dans l'extensibilité et la souplesse de la peau. Il est ainsi tout particulièrement l'allié des peaux sèches. (martini, 2006)
Propolis	La propolis est un produit de la ruche, fabriqué Par les abeilles grâce à leurs sécrétions et à divers produits naturels trouvés dans les plants Et arbres, Composition de 40à50de résine de 25à30°/₀et	-Antibiotique naturel et antioxydant puissant -action efficace contre le vieillissement de la peau -renforce la peau (Fernandez et Merck, 2012).

	Autre acides gras et 5à15%d'huile essentielle Et d'un Couleur : noir, **Odeur** : odeur sucré	
Glycérine  	Le glycérine se présente sous la forme d'un liquide transparent, visqueux, incolore, inodore, faiblement toxique, au goût sucré	-Le lissage de la peau :la glycérine est dotée de propriétés tensioactives qui lissent la peau -protection et barrière contre les agressions -la restauration des défenses naturelles - Hydratant(le Hir, 2009).
Beur de karité	**Aspect** : beurre solide d'aspect cireux à température ambiante ; huileux au-delà de 34°C **Couleur** : jaune clair à beige **Odeur** : caracteristique de graine aux notes d'amande, **Toucher** : riche et fondant, **Densité** : 0.90 (la densité correspond à la masse volumique à20°C ;0.89à40°C, **Point de fusion :** à 35°C, **indice de saponification :** 160-200	-IL assoupli la peau et l'hydrate en profondeur. -permet de soulager la peau grâce à ses vertus apaisantes et relaxantes -action préventive contre les vergetures(Demange et Ghesquiere, 2007).
Eau de romarin 	**Aspect :** liquide, **odeur** : bon odeur, **Couleur :** transparent	- Le romarin fait des miracles sur les peaux à problèmes qu'elle nettoie en profondeur. - vous débarrasse en quelques minutes de tous vos comédons, ces "points noirs" disgracieux qui peuvent s'infecter très vite - Antioxydant, il aide la peau à se régénérer et à lutter contre les effets du vieillissement.

III. 4. Les tensioactifs

III. 4. 1. Emulsifient 1 : lécithine de soja

La lécithine de soja est un émulsifiant végétal très intéressant pour ses propriétés émollientes, elle en augmentera la stabilité des émulsion tout en conservant une texture plutôt fluide, au toucher très soyeux. De plus, c'est un émulsifiant très bien toléré par les peaux sensibles(Ghesquiere, 2007).

III. 4. 2. Emulsifient 2 : la cire auto-émulsifiante

Cette cire auto-émulsifiant très facile d'emploi permet la réalisation de belles crèmes lisses et onctueuses c'est un émulsifiant très polyvalent, qui peut formes une large gamme De textures stables, du lait à la crème épaisses en fonction de son dosage, il donne des touches non gras, plutôt fraîches.

III. 5. Méthodes

La formulation de la crème est effectuée suivant les étapes décrites sur la figure 13. Le mode opératoire suivi est effectué sous les conditions d'hygiène et les bonnes pratique de fabrication de façons à garantir une crème de bonne qualité hygiénique exempte de contaminants microbiologiques. La phase aqueuse est formée des ingrédient hydrophiles dans la quelles les agents humectant ont été ajoutés, La phase huileuse composée d'un mélange d'huile, beurre et/ou cire d'abeille pour donner une bonne consistance et l'onctuosité et la douceur de la crème, un et/ou des agents émulsifiants, agents antimicrobiens pour la conservation et antioxydants.

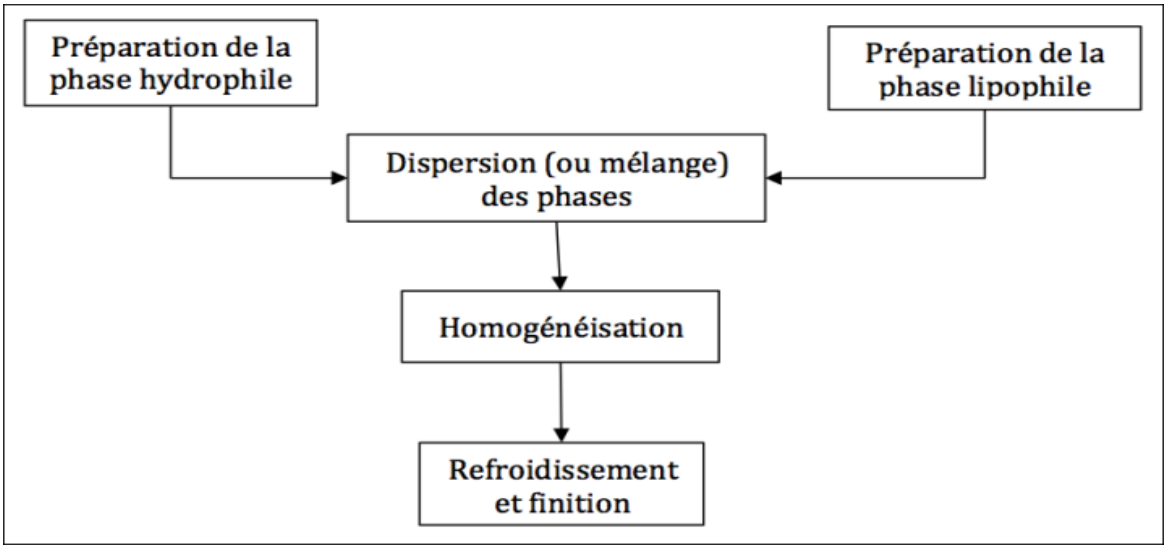
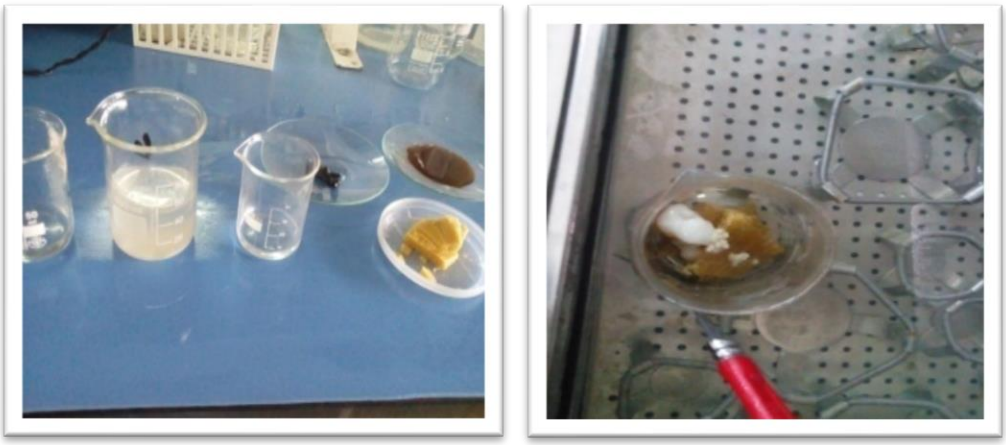


Fig. 13. Procédé de préparation des émulsions

III. 5. 1. Formulation d'émulsion H/E

Il s'agit de peser dans récipients séparés les ingrédients de chaque phase. Les récipients seront portés au bain-marie, à une température de l'ordre de 80°C (Fig.14.)



(a) **(b)**

Fig. 14. Préparation des phases (a) aqueuse et (b) huileuse

Après la fusion de la phase huileuse y compris l'émulsifiant, incorporer sous agitation vigoureuse la phase huileuse progressivement dans la phase aqueuse. Quand l'émulsion commence à prendre, diminuer la vitesse d'agitation et mettez le récipient dans un bain d'eau froide pour accélérer le refroidissement et la formation de l'émulsion



Fig. 15. Préparation de l'émulsion

Après 24h, on procède à la caractérisation physicochimique et microbiologique de la crème préparée.

Dans notre travail, différentes formules ont été testées (tableau8) afin de trouver la formule la plus stable en utilisant que des produits naturels et sans avoir recours aux ingrédients cosmétiques chimiques.

Tableau 8. Les différentes formules étudiées

La formule	La phase aqueuse	la phase huileuse
1	4g d'eau minérale 4g de glycérine 50 g solutions de chitosane	15 g huiles d'amande 14g huiles de coco 9 g Emulsifiant (1) (lécithine de soja) 2g vitamine E
2	4g de glycérine 55g d'eau de romarin	12.5g huile de coco 12.5g huile d'amande 1g beur de karité 10g Emulsifiant (1) (lécithine de soja) 5g Emulsifiant (2) (auto-Emulsifiant) 1g de vitamine E
3	5g de glycérine 35g d'eau de romarin	15g Huile de coco 28g huile d'amande 5g beurre de karité 2g de propolis 10g Emulsifiant (2) (auto-Emulsifiant)
4	5g de glycérine 35g d'eau de romarin	35g huile de coco 10g huiles d'olive 5g beurre de karité 10g émulsifiant (2) (auto-Emulsifiant)
5	5g de glycérine 35 g d'eau de rose	37,5g Huile d'amande 12,5g cire d'abeille 10 g Emulsifiant (2) (auto-Emulsifiant)

III. 5. 2. Contrôle qualité des crèmes préparées

Le contrôle de qualité est une opération destinée à déterminer, avec des moyens appropriés si le produit préparé est conforme ou non à des spécifications ou exigences.

III. 5. 2. 1. Caractères organoleptiques, il s'agit de contrôler l'aspect, l'odeur et la couleur de l'émulsion.

III. 5. 2. 2. Examen physico- chimique

L'étude physico- chimique à prépare de température ambiante

III. 5. 2. 3. Mesure de pH

La mesure du pH se fait en solubilisant 1g de la crème préparée dans 10ml d'eau distillée et bien homogénéisez. Introduisez l'électrode dans cette solution et lisez le pH sur l'écran de l'appareil.

III. 5. 2. 4. Test de stabilité à la centrifugation

Cette étude est utilisée comme test de stabilité, en fixant une limite d'un certain nombre de tours/mn. Ce test consiste à soumettre la crème pendant 15 minute à des vitesses de centrifugation successives 3000 tours/mn et 6000tours/mn et on note chaque fois l'apparition ou non des phénomènes de crémage sédimentation ou déphasage.

III. 5. 2. 5. Test de stabilité à la température de stockage

La température est un facteur principal dans l'étude de stabilité et pour cela on a choisi des conditions limites de température pour voir l'influence du changement de température sur la crème. La détermination de la température critique du changement d'état sera très utile pour préciser les précautions éventuelles de stockage. Les températures testées sont 4, 25 et 40°C.

III. 5. 2. 6. Examen microscopique

Cet examen est réalisé en plaçant une petite quantité de la crème entre lame et lamelle d'un microscope photonique et de faire une observation au grossissement X 40.

III. 5. 2. 7. Calcul de l'indice de crémage

Après la préparation des émulsions, on met des échantillons dans des tubes à essai, pour contrôler leur stabilité. Les émulsions instables sont identifiées par observation d'une séparation de leurs phases (Fig.16) quantifiée par un paramètre qui est l'indice de crémage. Ce dernier a pour formule (Kanko et all 2004)

La formule est = $$I\text{-}C=\frac{H_{aq}}{H_T}.100$$

I-C : l'indice de crémage

H_{aq} : la hauteur de la phase aqueuse (la phase inferieur)

Après la centrifugation, prenez le tube ou s'est produit le déphasage et mesurez, à l'aide d'une règle, la phase aqueuse (la phase inferieure) et diviser sur la hauteur totale de l'émulsion (Fig. 16)

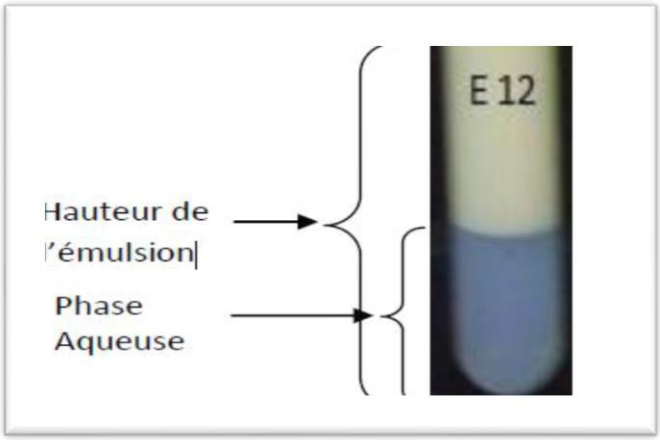


Fig. 16. Les différentes phases de déphasage

III. 4. 2. 5. Sens de l'émulsion

Pour déterminer le sens de l'émulsion, on a utilisé les deux méthodes :

A. Coloration au bleu de méthylène : en ajoutant quelques gouttes de bleu de méthylène (hydrosoluble) à la crème :

- Si le colorant diffuse dans l'émulsion, c'est-à-dire que les bords de la goutte de colorant ne sont pas nets, c'est que la phase continue de l'émulsion est de même nature que la solubilité du colorant c'est-à-dire si la coloration est homogène, la phase continue de l'émulsion est aqueuse, donc "émulsion L/H"

- Si le colorant ne diffuse pas dans l'émulsion, c'est-à-dire que la coloration est hétérogène, c'est que la phase continue de l'émulsion n'est pas de même nature que la solubilité du colorant choisi.

B. La méthode de la conductivité

À l'aide d'un conductimètre ou à l'aide de tout autre dispositif permettant de vérifier le passage du courant. La phase aqueuse, qui contient généralement des électrolytes, se caractérise par une conductivité élevée, tandis que la phase huileuse, par sa nature apolaire, présente une très faible conductivité. Une émulsion L/H aura une conductivité

élevée et toujours supérieure à celle de la phase dispersante, alors qu'une émulsion H/L aura une conductivité nulle.

III. 5. Examen microbiologique

Il est fondamental afin d'éviter l'altération ou l'intolérance après application des préparations cosmétiques. Il consiste en une recherche et une numération des germes bactériens éventuellement présents dans la préparation et en une recherche de germes dits pathogènes (*Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*), qui ne doivent pas se retrouver dans les préparations dermatologiques. Dans le but de maintenir une propreté microbienne satisfaisante, il est recommandé, en plus de la propreté du matériel et des matières premières utilisés, de l'hygiène au travail, d'ajouter un conservateur antimicrobien efficace (Toé, 2004).

Protocole

Recherche de *Pseudomonas aeroginosa*, de *Staphylococcus aureus*, la flore mésophile aérobie totale et les entérobactéries :

- Préparer une solution de 1 g du produit à examiner dans 9ml d'eau physiologique ; (solution A)
- Agiter jusqu'à homogénéisation complète

Remarque : Si le produit à analyser (Pommade) est dure à faire fondre dans l'eau physiologique on le met dans un bain marie à 45°C pour faire fondre.

- Ensemencer 100 ml de milieu TSB (milieu liquide aux peptones de caséines et de soja) avec 10ml de la solution A déjà préparée, homogénéiser et incuber à 37°C pendant 18 à 24 h

- Agiter le flacon puis repiquer sur gélose Baird Parker 0,1 ml du milieu liquide TSB et incuber à 37°C pendant 18 à 72 h pour la recherche des *Staphylococcus aureus*
- Agiter le flacon puis repique sur gélose PCA 0.1ml du milieu liquide TSB pour la recherche de la *flore totale mésophile*
- Agiter le flacon puis repiquer sur gélose VRBG 0.1ml de milieu liquide TSB pour la recherche des *coliformes fécaux*
- Mêmes préparation pour le milieu VRBL de 0.1ml de milieu liquide TSB pour la recherche des entérobactéries

- Incuber à 37°C pendant 24 h.

IV. 1. Introduction

Dans notre travail on a tenté de préparer une crème cosmétique à base d'ingrédients cosmétiques naturels à savoir : des huiles et beurre végétales, de l'eau minérale, de l'eau florale et la cire d'abeille. Chaque formule a été caractérisée pour déterminer ses propriétés physicochimiques.

IV. 2. Contrôle de qualité de la crème formulée

La stabilité des produits cosmétiques est l'un des paramètres clé pour une garantie de qualité d'un produit et la satisfaction du consommateur.

IV. 2. 1. Caractère organoleptique

L'évaluation de la texture de produits cosmétiques, types crème ou lait, peut être divisée en 4 étapes, correspondant à l'ensemble des sensations perçues au fur et à mesure qu'elles apparaissent lors de l'évaluation d'un produit **(tableau 9)**

- **L'apparence** : comprenant les propriétés visuelles d'un produit avant toute manipulation
- **Avant application : Le pick-up** : correspondant aux propriétés sensorielles du produit perçues avant application, lorsque le produit est prélevé dans son contenant;
- **L'application ou pénétration** : comprenant les propriétés du produit développées durant son application sur la peau :
- **L'apparence résiduelle et la sensation au toucher** : correspondant aux effets visuels du produit sur la peau, après application.

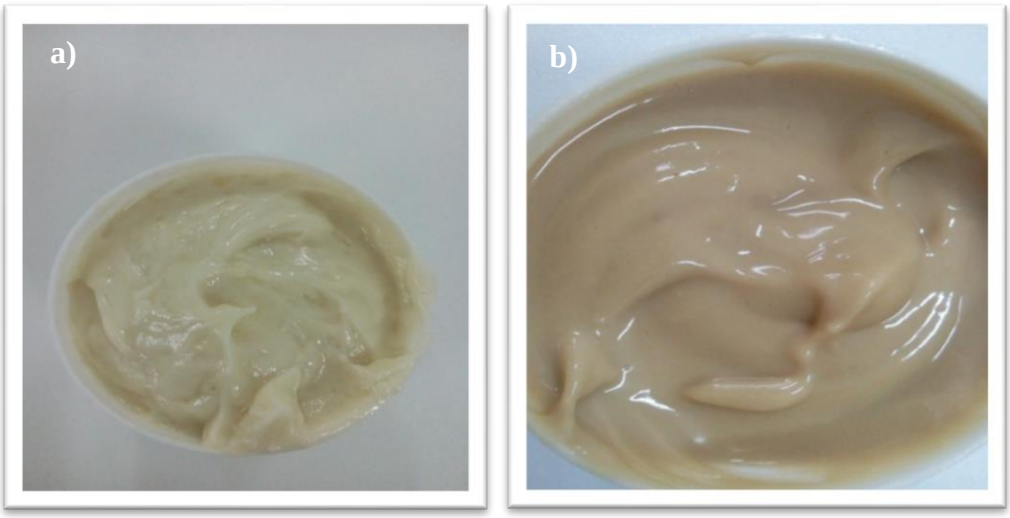


Fig. 17. L'apparence des deux crèmes préparées (a) formule (4) (b) formule (3).

Tableau 9. Caractère organoleptique des différentes formules.

	Formule 1	Formule 2	Formule3	Formule 4	Formule 5
Couleur	Beige	Jaune	Jaune	blanche	blanche
L'odeur	Odeur agréable (odeur d'huile de coco)	Odeur agréable (romarin)	Odeur agréable (propolis)	Odeur d'huile d'olive (romarin)	Odeur agréable (l'odeur de l'eau de rose)
Apparence (forme et brillance)	Crème fluide, légère, brillante au toucher doux et soyeux	Crème épaisse, sèche et brillante (apparence pas très agréable)	Crème fluide, légère, luisante au toucher doux et soyeux	Crème fluide, légère, brillante au toucher doux et soyeux	Crème épaisse et onctueuse (aspect d'une pommade) et luisante
Avant application (Pick-up)	Ferme et non collant				
Application ou pénétration	Humide, s'étale facilement et rapidement absorbée par la peau				
Après application (immédiatement)	une texture plutôt légère avec une bonne sensation d'hydratation fraîche après étalement pour toutes les formules prépare.				Laisse un film protecteur et brillant sur la peau

L'analyse des propriétés organoleptiques des différentes formules étudiées dans notre travail montre que en général l'utilisation des huiles et des beurres végétales et de cire donnent des crèmes légère à épaisse, de toucher soyeux et doux et laissent une sensation de fraicheur agréable. Ces textures sont obtenues en fonction de la composition et la richesse de la crème en huiles et des beurres végétales et de cire ainsi que le type de l'émulsifiant utilisé.

IV. 2. 2. Examen physico- chimique

L'étude physico- chimique à prépare de température ambiant

IV. 2. 2. 1. Mesure de pH

Les émulsions formulées dans ce travail ont des valeurs de pH légèrement acide comprises entre 5.83 et 6.64 à des températures ambiant.

Tableau 10. Propriétés physicochimiques des crèmes préparées.

	Formule1	Formule 2	Formule 3	Formule 4	Formule 5
pH	5.87	6.64	6.36	6.45	5.83
Masse (g)	87.4	95	95.6	95	95

Le pH des préparations à usage dermique doit être compris entre 5 et 6pour les soins appliqués sur la peau (Ibrir et Baba chikh, 2015) car la surface de la peau est légèrement acide donc on peut dire que notre crème est conforme et idéal pour la peau.

IV. 2. 2. 2. Test de stabilité à la centrifugation.

Ce test consiste à mettre la préparation sous l'effet d'une centrifugation. Les résultats Sont résumés dans le tableau.

Tableau 11. Etude de la stabilité à la centrifugation.

	1000(rpm)/t=15min	2000(rpm)/t=15min	3000(rpm)/t=15min	6000/15min
Formule 1	Stable	Stable	Stable	n'est pas stable (crémage)
Formule 2	Stable	Stable	Stable	n'est pas stable (crémage)
Formule 3	Stable	Stable	stable	Stable
Formule 4	Stable	Stable	stable	stable
Formule 5	Stable	Stable	stable	stable

Le tableau 11, montre que toutes les formules préparées sont stables à une vitesse de centrifugation de 3000 rpm pendant 15minutes (Fig. 18) et seulement les formules 3, 4 et 5 qui sont stable à une vitesse de 6000 rpm pendant 15min.

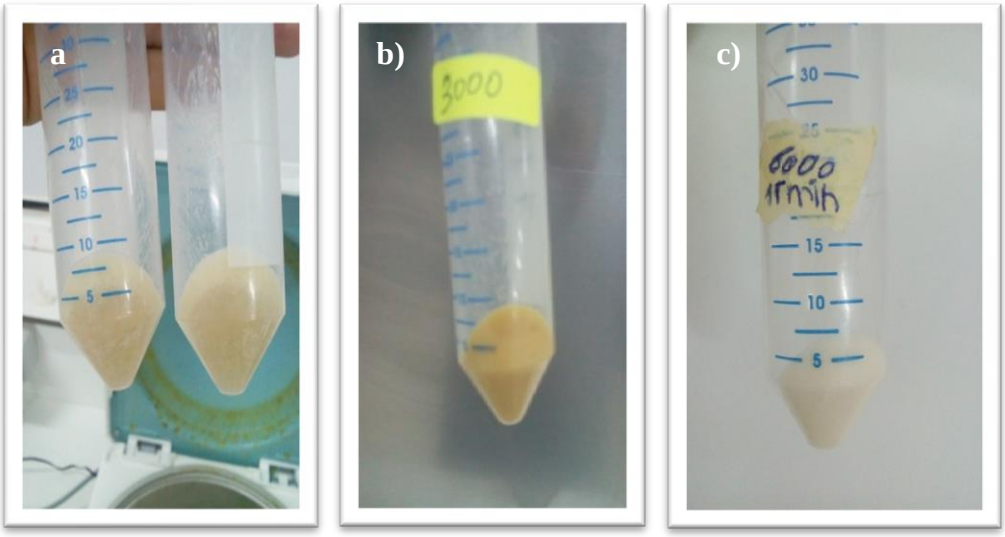


Fig. 18. La formule (2) présentant (a) une séparation de phase à 6000 rpm, (b) absence de déphasage de la formule (4) à 3000 rpm, (c) absence de déphasage de la formule (5) à 6000 rpm.

L'instabilité physique de ces émulsions est due au fait que le volume de la phase aqueuse était plus important par rapport à la phase huileuse en plus des tensioactifs utilisé : lécithine de soja pour la formule 1 qui a besoin d'un co-émulsifiant et lécithine de soja et la cire émulsifiante pour la formule 2 qui sont des émulsifiants liposolubles et étaient insuffisant pour bien stabiliser l'émulsion.

La réduction de la phase aqueuse et l'augmentation de la phase huileuse nous a permis d'avoir des émulsions stables (formule 3, 4) avec la cire auto-émulsifiante. Avec l'ajout de la cire d'abeille on a obtenu une crème plus ferme et onctueuse qui a un l'aspect d'une pommade mais très agréable à l'application.

IV. 2. 2. 3. Test de stabilité à la température de stockage.

Pour connaitre l'influence de la température des échantillons ont été stockés à différentes températures : température ambiant et 4°C et 20°C et 40°C pendant 5 jours.

On a remarqué que toutes les formules perdent leurs aspects brillant et présentent un déphasage à 40°C. Par contre elles conservent leurs propriétés à 4°C et 20°C, et elles ont montré une très bonne stabilité physique –chimique à température ambiante.

IV. 2. 2. 4. Examen microscopique

L'analyse par le microscope photonique de la première formule avant et après stockage aux différentes températures, nous a permis d'obtenir les résultats présentés dans la figure 20.

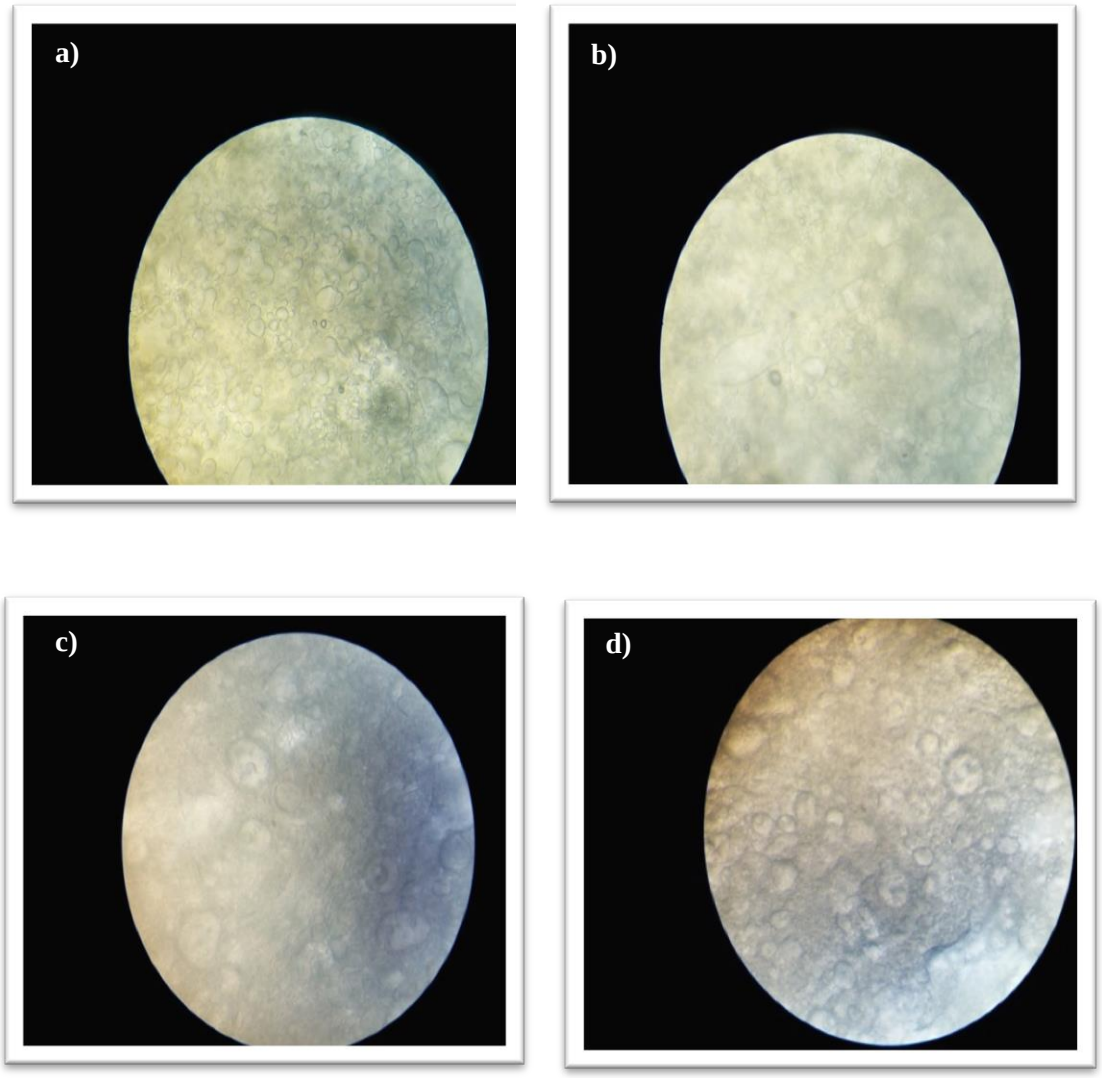


Fig. 19. Examen microscopique de la formule 1 (a) après 24 heures, (b) après 2 semaines à température ambiante (c) à 4°C pendant 5 jours (d) 20°C pendant 5 jours (e) 40°C pendant 5 jours

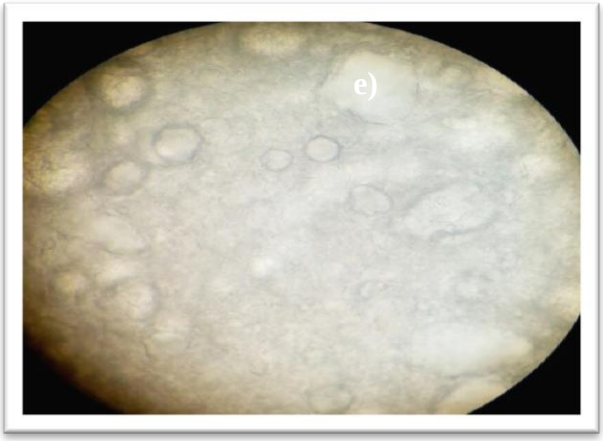


Fig. 19. Examen microscopique de la formule 1 (a) après 24 heures, (b) après 2 semaines à température ambiante (c) à 4°C pendant 5 jours (d) 20°C pendant 5 jours (e) 40°C pendant 5 jours

La figure 19 montre que :

A température ambiante : la crème conserve les caractères physico-chimiques l'aspect, l'odeur et la couleur ;

A 20°C : on remarque que le nombre de globules n'est pas grands ce qui montre que la crème a résisté à l'effet de cette température ;

A 4°C : on remarque l'absence des globules montre que la crème a conservé sa forme.

A 40°C : on remarque que les globules sont plus grosses et se sont déformées peut être sous l'effet de la température**.**

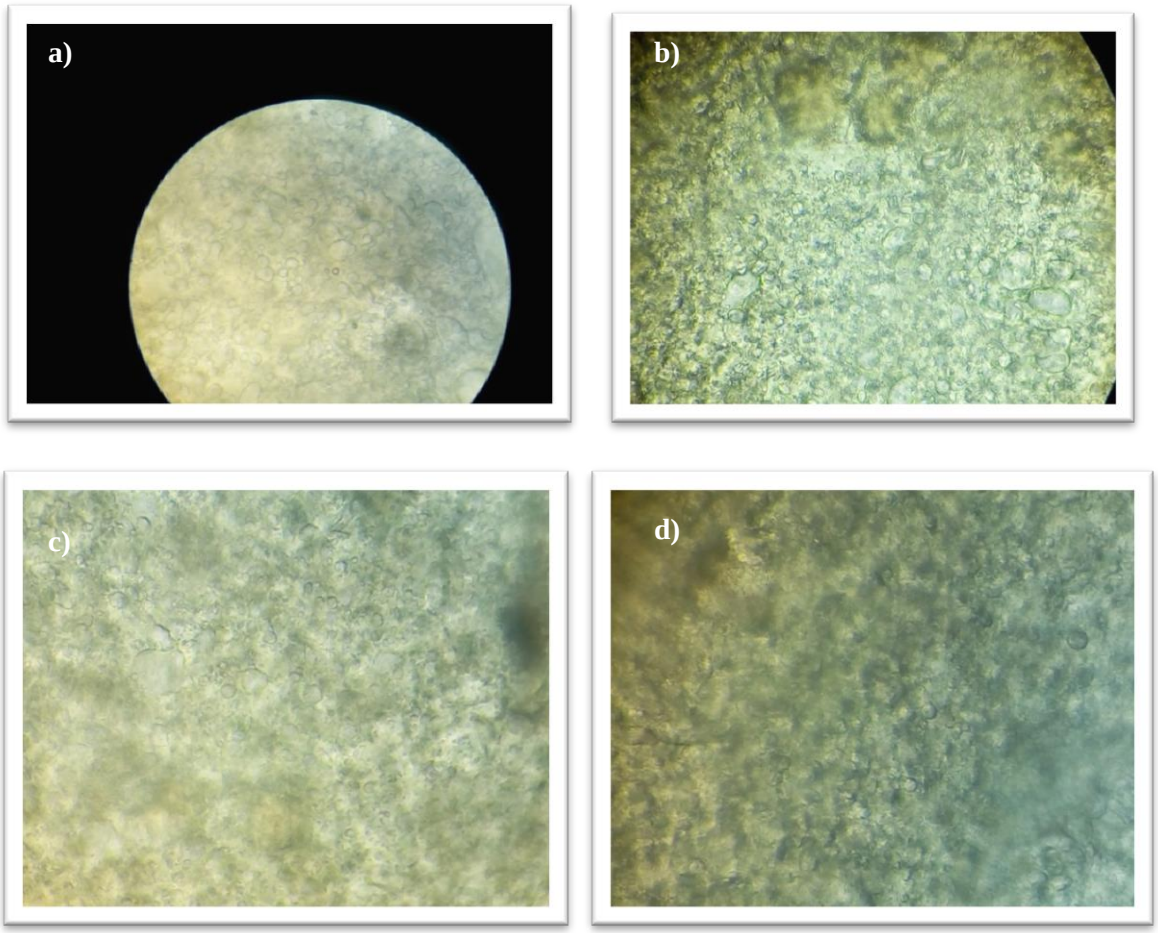


Fig. 20. Examen microscopique (a) 2ème formule (b) 3ème formule (c) 4ème formule à 20°C et (d) pour 5ème formule, pendant 24 heure.

L'analyse microscopique montre bien la présence des globules dispersés d'une façon hétérogène et une granulométrie variable pour les crèmes (2), (3) et (4). Par contre pour la formule 5 on remarque que les globules sont plus petits et l'aspect est presque homogène.

IV. 2. 2. 5. Calcul de l'indice de crémage

On mesure l'indice de crémage des formules (1) et (2) qui présentent un déphasage (tableau 15). L'indice de crémage de formule (3) et (4) et (5) égale zéro (l'absence de déphasage), plus la valeur de I-C est proche de 0 cela indique une bonne émulsion.

Tableau 12. L'indice de crémage des formules (1) et (2)

La formule	L'indice de crémage (%)
Formule 1	15
Formule 2	13

On remarque que l'indice de crémage est faible pour les deux formules cela signifie que leur amélioration est possible peut être en ajoutant un agent stabilisant tel que l'agar agar ou carraghénnane ou un émulsifiant hydrosoluble**.**

IV. 2. 2. 6 Sens d'émulsion

A. Coloration au bleu de méthylène

On remarque qu'il y a eu solubilisation du bleu de méthylène dans tous les échantillons préparés **(Fig.21)**, donc on peut dire que nos émulsions sont de sens H/E.

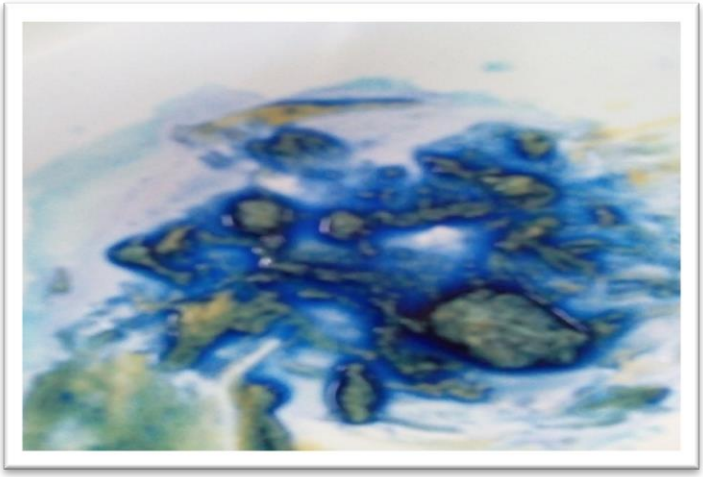


Fig. 21. Le test bleu de méthylène.

B. La méthode de la conductivité

Les résultats de la mesure de la conductivité de différentes formules préparées sont présentés dans le tableau. .

Tableau 13. Le résultat de mesuré la conductivité**.**

	Formule1	Formule 2	Formule 3	Formule 4	Formule 5
Conductivité (µs/cm)	11.7	70.6	98.3	142	104

On remarque que la conductivité de la formule (1) et (2) est de 11,7 µs/cm et 70,6 µs/cm, respectivement. Ceci est due au fait que ces deux formules sont instables (tableau test de stabilité). Avec l'amélioration des formules, on remarque que cette valeur augmente de 98,3 µs/cm pour la formule (3), 104 µs/cm pour la formule (5) et 142 µs/cm pour la formule (4). Cette augmentation de la conductivité est due à la stabilité de ces émulsion (6000rpm/15min) et que les crèmes préparées sont de type émulsion huile dans eau. Notre résultat corrobore avec celui de Ibrir et Baba chikh (2015) qui ont préparé une crème à base de gel d'aloe vera et la bave d'escargot et ont obtenu une émulsion de conductivité de 105,02µs/cm.

IV. 2. 2. 7. Mesure de la viscosité :

La détermination de la viscosité est effectuée en utilisant un viscosimètre Brookfield (DV II + modèle Pro). Le numéro de broche 4 à un régime de 20 à une température de 25° C. Elle a été réalisée en triple et la moyenne de trois lectures est enregistrée.

Ce test consiste à étudier la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à température ambiante, SP = R7. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure(22).

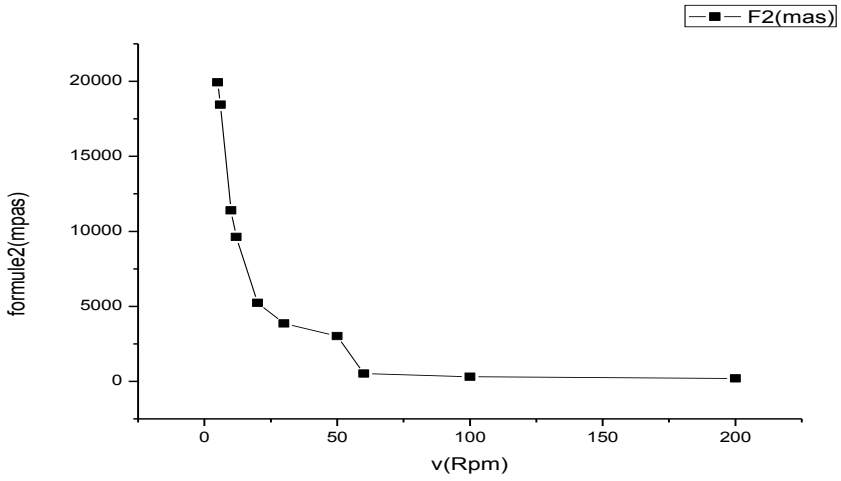


Fig. 22. Évolution de la viscosité (a) formule 2 (b) formule 3 (c) formule 4

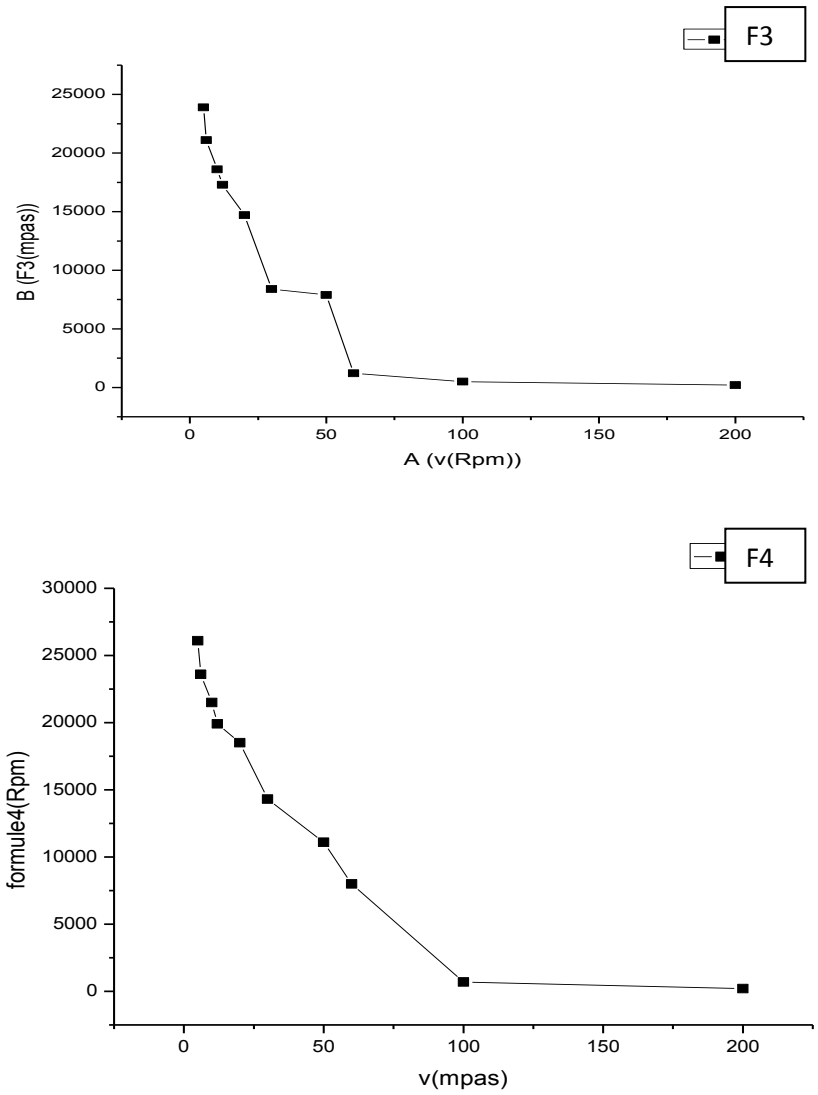


Fig. 22. Évolution de la viscosité (a) formule 2 (b) formule 3 (c) formule 4

Les résultats montrent que la viscosité est de 19934mPa.s, 23900mPa.s et 26100 mpa.s pour la formule 2, 3 et 4 à 5rpm, respectivement. Ce résultat montre que nos formules sont à améliorer car la norme d'acceptation qui est située entre 30 000 et 60 000 mpa.s.

Cette figure montre également que la viscosité de toutes les formulations diminue en fonction de la vitesse de cisaillement. De ce fait nous pouvons conclure que les émulsions obtenues sont de type fluide non-newtonien d'un comportement pseudo-plastique (rhéofluidifiant). Sachant que le comportement le plus fréquemment rencontré pour les émulsions de types crème cosmétiques est le comportement rhé fluidifiant, permettant notamment de faciliter leur application sur la peau. Ces caractéristiques correspondent à une rhéologie particulière des crèmes et lotions cosmétiques, définies et optimisées lors de la formulation ; elles donnent ainsi des informations intéressantes sur les propriétés d'écoulement du produit, qui affectent

par exemple la façon dont le technicien doit pomper le produit en usine ou encore l'impression sensorielle perçue par le consommateur lorsqu'il utilisera le produit (Gilbert, 2014).

IV. 2. 2. 8. Examen microbiologique

Le résultat de l'analyse microbiologique est présenté dans le tableau .

Tableau. 14. Résultats des analyses microbiologiques

	Coliformes fécaux	Les entérobactéries	La flore mésophile aérobie totale	*Staphylococcus aureus*
UFC/ml	0	0	15	0

Le tableau montre l'absence des coliformes fécaux et les entérobactéries (la norme algérienne≤ 50 UFC/g). Ainsi on note que le nombre de la flore mésophile aérobie totale présente un nombre négligeable (15UFC/ml) (la norme algérienne ≤ 500UFC/g) et l'absence de *Staphylococcus aureus* qui répond aux exigences de la norme algérienne qui exige l'absence de ce germe.

Conclusion générale

L'objectif de notre travail est de formuler une crème cosmétique à base d'ingrédients naturels partant du principe actif jusqu'à l'émulsifiant. Le type de l'émulsion utilisé huile dans eau et les émulsifiants naturels choisis sont la lécithine de soja et la cire auto-émulsifiante (à base de cire d'abeille naturelle) tous les deux solubles dans l'huile. La stabilité des crèmes est l'un des paramètres clé pour garantir la qualité du produit avec la conservation des caractères physico-chimique après une période déterminée.

Les crèmes réalisées dans notre travail présentent un bon caractère organoleptique :

- odeur agréable, qui est celle de phase aqueuse utilisée (eau de rose et eau de romarin) ;
- un aspect lisse, brillant au toucher doux et soyeux ;
- ferme et non collant ;
- humide, s'étale facilement et rapidement absorbée par la peau ;
- une texture plutôt légère avec une bonne sensation d'hydratation fraîche après étalement pour toutes les formules prépare.

L'examen physico-chimique a montré que toutes les crèmes préparées ont un pH légèrement acide (5.83 et 6.64) avec une conductivité comprise entre 98 et 142(µs/cm).

Le test de stabilité par centrifugation a montré que les formules 3, 4 et 5 (40% de phase aqueuse et 60% de phase huileuse) sont stables à 6000rpm pendant 15min et à 4°C, à température ambiante et à 20°C.

La viscosité des formules 2, 3 et 4 sont 19934mPa.s, 23900mPa.s et 26100 mPa.s à 5rpm, respectivement. Ceci nous laisse conclure que la cire auto-émulsifiante peut remplacer les émulsifiants chimiques.

La variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à température ambiante a montré que la viscosité diminue en fonction de la vitesse de cisaillement. De ce fait nous pouvons conclure que les émulsions obtenues sont de type fluide non-newtonien d'un comportement pseudo-plastique (rhéofluidifiant).

L'analyse microbiologique a montré que nos formulations ont été réalisées en respectant les bonnes pratiques de fabrication.

En perspectives, on propose de :

- améliorer la viscosité des formules en ajoutant un agent épaississant ;
- augmenter la phase aqueuse et diminuer la phase huileuse en ajoutant un émulsifiant hydrosoluble pour stabiliser l'émulsion ;
- trouver un bon conservateur naturel qui peut remplacer les conservateurs chimiques pour prolonger la durée de conservation de cette crème.

DEDICACE

Merci Allah (mon dieu) de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir, la force de croire, la patience d'aller jusqu' 'au bout du rêve et le bonheur

Je dédie ce travail à

Mon père, pour ses encouragements

Ma mère, pour sa patience

Les deux les plus chères au monde pour toute leur Tendresse et les sacrifices consentis à mon éducation et ma formation et

qu' ils trouvent ici e témoignage de ma profonde reconnaissance

A mon chèr fiancé (Ayach sabour), ta présence et ton soutien m'ont été très précieux, dans les moments de joie comme dans les instants de doute merci pour m'avoir apporté tes connaissances, pour ta patience et tes précieux conseils

A mon frère Foudhil et ma sœur Laila

sans oublier ma grande mère

A toute la famille bouzina et sarhouni

A ma plus chère amie Fidjli f/z

A mes collègues et amies

(Imen, Djamila, Yasmina, Siham, Somia, Fayza, Hadjer, Zahra, Fadhila) et à toute la section NCQ

Malika

Dédicace

Merci Allah (mon dieu) de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir, la force d'e croire, la patience d'aller jusqu' 'au bout du rêve et le bonheur je dédie ce travail à :

A mes chers parents qui m'ont toujours éclairé mon chemin et que dieu me les garde,

Ma chère mère Aycha pour son amour, sa gentillesse, son affection sa douceur, sa tendresse, ses encouragements et sans elle rien n'aurais être possible.

Mon chère père mouhamed pour son encouragement, sa patience son aide continuelle le long de mon chemin d'étude et soutien financier.

A mes chère frères : Chafik, Abedlah, Noureldine, Brahim, Aabdelkader qui m'ont toujours soutenu.

A mes très chère sœurs : Fatma, Zahiya, Rokaya, Fatiha et Khyra, qui étaient toujours présentent quand j'avais besoin d'elles.

A Mes grands-pères, mes grandes mères que Dieu lui accorde une longue vie

A mes tantes et Mes oncles et leurs épouses. A toute mes cousins, mes cousines et toute ma famille (laidi) pour toute la sympathie que vous m'accordez.

A tous mes enseignants depuis mes premiers années d'étude, leur générosité et leur soutien m'oblige de leurs témoigner mon profond respect et ma loyale considération.

A mes ami (e) s : Bouchra, Malika ,Wafa ,Hayat, Lwiza, Amani, Djamila, Nahla, et docteur Moukhbat

En témoignage de l'amitié qui nous uni et des souvenirs de tous les moments que nous avons passé ensemble, je vous dédie ce travail et je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur

A ma chère binôme : Malika qui a contribué à la réalisation de ce modeste travail

A tous les membres de ma promotion : 2016/2017

Enfin à tous ceux qui ont participé à la réalisation de ce travail

Merci à tous...

fayza

Introduction générale

L'histoire de l'humanité semble indissociable des produits cosmétiques. De tout temps, ceux-ci ont été les alliés des femmes et souvent aussi des hommes. Au fil des époques, les Mœurs et les habitudes se sont bien sûr montrées très différentes, mais les produits cosmétiques ont toujours été présents (Morillon, 2008).

La révolution industrielle ainsi que les découvertes de la chimie ont permis aux hommes de s'affranchir progressivement des contraintes imposées par la nature. Ainsi, la synthèse de nouvelles molécules a permis de faire évoluer les cosmétiques afin qu'ils répondent de mieux en mieux aux attentes des consommateurs. Effectivement, les cosmétiques ainsi crées se conservent plus longtemps, ont des textures et des parfums plus agréables, et renferment des actifs plus efficaces. Cependant ces avancées ont leur contrepartie. En effet, ces nouvelles molécules s'avèrent parfois nocives pour l'organisme et l'environnement : en quantité trop importante dans le cosmétique, certaines molécules de synthèse s'avèrent immédiatement nocives. De façon plus insidieuse, la toxicité de certains ingrédients d'origine synthétique ne se révèle qu'à long terme, après accumulation dans le corps humain. Désormais conscients de ces risques, les consommateurs se tournent de plus en plus vers une nouvelle génération de cosmétiques qui garantit leur innocuité : les cosmétiques écologiques et biologiques. Le succès grandissant des cosmétiques écologiques et biologiques s'explique par le fait que leur formulation (matières premières directement puisées dans la nature et très peu transformées) permet d'écarter les risques sanitaires induits par l'usage de certains ingrédients dont l'innocuité à long terme n'a pas encore été clairement démontrée (Audrey, 2014).

Ce mémoire se divise en deux parties : une partie théorique et une partie expérimentale.
La partie théorique se divise en deux chapitres : le chapitre I présente les différents produits cosmétiques conventionnels et leur composition générale et l'effet néfaste de ces derniers sur la santé humaine. Dans le chapitre II on a présenté la cosmétique naturelle et ses principaux composants.
La partie expérimentale, constituée de deux chapitres, dans le premier on présente tout le matériel et les méthodes utilisés, et dans le chapitre II on présente les résultats obtenus au cours de notre travail ainsi que sa discussion.

Les annexes

Les solutions préparées

- **La Solution de chitosane à 1%**

  - On prépare solution acide acétique à1% (1ml de d'acide acétique et on complète à 100ml avec de l'eau distillée) ;

  - faites dissoudre 1g de chitosane dans 100ml d'acide acétique (1%) sous agitation.

- **La solution NaOH à 40%**

  - pesez 40g de NaOH et mettez la dans une fiole de 100ml et complétez le volume à 100ml avec de de l'eau distille.

- **Préparation de propolis**

  - pesez 20g de poudre de propolis, ajoutez 180g de éthanol ;

  - fermez le bécher et laissez macérer 2 à 3 semaines;

  -filtrez la solution préparée et laissez évaporer ;

  - après évaporation totale de l'éthanol, pesez l'extrait récupéré.

L'eau physiologique 9‰

- pesez 2.25g de NaCl, mettez la dans une fiole et ajustez le volume à 250 ml avec de l'eau distille ;

- agitez et stérilisez à l'autoclave à 120°C pendant 20 minutes.

LISTE DES ABRIVIATION

ADN	acide désoxyribonucléique
°C	degré Celsius
CI	Colore Index
EDTA	éthylène Diamine Tétracémate de sodium
E/H	l'eau dans huile
E/H/E	Eau dans Huile dans Eau
H/E	Huile dans l'eau
H/E/H	Huile dans Eau dans Huile
HLB	micro mètre Hydrophile lypophile balance.
INCI	International Nomenclature for Cosmétique ingrédients
mPas	milli pascale
nm	nano mètre
pH	potentielle d'hydrogène
PAO	périodes après ouverture
rpm	Colonie rotation par minute
UFC	Unité Formant
UV	ultra-violet
µm	micro mètre
%	pourcentage

LISTE DES FIGURE

nom	titre	page
Figure 1	Schéma représentant une émulsion.	4
Figure 2	Types des émulsions simple : a) Eau dans huile E/H; b) Huile dans eau H/E.	5
Figure 3	Types des émulsions multiples.	6
Figure 4	Composition d'un produit cosmétique.	8
Figure 5	structure chimique d'un parabène.	15
Figure 6	structure chimique du diethylphthalate.	17
Figure 7	Structure chimique du diisobytylphthalate.	18
Figure 8	structure chimique de la benzophénone-3.	19
Figure 9	structure chimique du 3-(4-methylbenzylidene)camphor.	19
Figure 10	structure chimique de léthylhexylmethoxycinnamate.	19
Figure11	Les voie de pénétration transe cellulaire et intercellulaire au niveau de stratum corneum	22
Figure 12	classification de divers exfoliants.	31
Figure 12		31
Figure 13	Procédé de préparation des émulsions	53
Figure 14	Préparation des phases (a) aqueuse et (b) huileuse	54
Figure 15	Préparation de l'émulsion	54
Figure 16	Les différentes phases de déphasage	57
Figure 17	L'apparence des deux crèmes préparées	61

Figure 18	La formule (2) présentant (a)une séparation de phase à600 rpm et (b),(c) L'absence de déphasage de formule(4) à300 rpm et (5) 600 rpm		64
Figure 19		Examen microscopique (a) après 24 heures, (b) après 2 semaines à température ambiant (c) à 4°C pendant 5 jours (d) 20°C pendant 5 jours (e) 40°C pendant 5 jours	66
Figure 20		Examen microscopique (a) $2^{ème}$ formule (b) $3^{ème}$ formule (c) $4^{ème}$ formule à 20°C et (d) pour ^{5ème} formule pondent 24 heure	67
Figure 21		Le test bleu de méthylène.	68
Figure 22		Évolution de la viscosité (a) formule 2 (b) formule 3 (c) formule 4	69

LISTE DES TABLEAUX

nom	Titre	page
Tableau1	Les symboles utilisés pour désigner chacune des phases.	5
Tableau 2	Différente classification d'émulsion.	7
Tableau 3	Principaux conservateurs utilisés.	11
Tableau 4	caractéristique des principaux agents antioxydant utilisé en cosmétologie	12
Tableau5	Comparaison entre produit cosmétique classique et un produit cosmétique naturel ou biologique).	36/37
Tableau 6	Matériel de laboratoire utilisé	46
Tableau 7	Matières premières utilisées	47/48
Tableau 8	Les différentes formules étudiées	51
Tableau 9	Caractère organoleptique des différentes formules	57
Tableau 10	Propriétés physicochimiques des crèmes préparées	58
Tableau 11	Etude de la stabilité à la centrifugation.	58
Tableau 12	L'indice de crémage des formules (1) et (2)	63
Tableau 13	le résultat de mesuré la conductivité	63
Tableau 14	Résultats des analyses microbiologiques.	66

référence bibliographie





introduction générale



Chapitre I

les produit cosmétique conventionnels





Chapitre II

les cosmétique naturelle





Chapitre III

Méthode et matériels







Chapitre IV

résultats et discussion



Conclusion

Références Bibliographiques

-audrey.k optimisation de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels encapsulation (th2se de doctorat en sciences) l'universite de nice – sophia antipolis ;2014

-Anton N. Gayet P. Benoit J-P. Saulnier P, Nanoemulsions and nanocapsules by the PIT méthode : An investigation on the rôle of the température cycling on the emulsion phase inversion, International Journal of Pharmaceutics, 344, 44-52 (2007)

-AROMAZONE® : fiches produits, ateliers, recettes [EN LIGNE] Consulté sur http://www.aroma-zone.com/aroma/accueil_fra.asp depuis Juin 2010

-BRUNETON J. Pharmacognosie – Phytochimie - Plantes médicinales Ed. TEC&DOC, Paris, 2009

-Benouniche Nachida « éléments de cosmétologie »édition opu 1989.

-Bourrillon, A.. Pediatrie, Pour le praticien. *Elsevier Masson*. 2008

BUAV. 2011. Meeting the Deadline of the 2013 EU Marketing Ban A Scientific Review of Non-Animal Tests for Cosmetics.

-Bouel , M, Schechter RS. Microemulsions and Related Systems. Surfactant Science Series, Vol. 34. New York: Marcel Dekker (1988).

-Camille Delarras. Livre Microbiologie pratique pour le laboratoire d'analyse ou de contrôle sanitaire.editionsédicales nationales .paris ; 2007 ; pp 410,417

-Charles C. Création d'un site internet de conseils en dermocosmétologie du visage, chez l' Adulte destiné aux pharmaciens d'officine. (Thèse de Doctorat en Pharmacie). Grenoble : Université Joseph Fourier ; 2012

-CNRS. REACH - Exigences concernant les donnees toxicologiques. *Prévention du risque chimique*. 2007

-Décret exécutif n°10-114 du 18 avril 2010 modifiant et complétant le décret exécutif n° 97-37 définissant les conditions et les modalités de fabrication, de conditionnement, d'importation et de commercialisation, sur le marché national, des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle

- Dubois J, éditeur. La peau : De la santé à la beauté, Notions de dermatologie et de dermocosmétologie. 1ere ed. Toulouse : Privat ; 2007.

-Doumeix Olivier ; Opérations unitaires en génie biologique : tome 1, les Emulsion, biologie technique. (2011).

-demange e, ghesquiere a, *achetons de la cosmétique bio*, minerva, genève,

: « les ingrédients utilisés en cosmétique bio et naturelle », 45-59. 2007

Références Bibliographiques

-demange e, ghesquiere a, *Achetons de la cosmétique bio*, Minerva, Genève, : « Définition et composition », 17-22. 2007

-Estelle Roy,les plantes exotique dans les cosmétique réel intérêt ou effet markting ?(thése de doctorat en pharmacie)université de NANTES ;2013

-Fernandez, X.,Merck, F., &Kerdudo, A., Conservateurs pour cosmétiques – Antioxydants et anti-UV. Formulation. Techniques de l□ingénieur, J2285,(2012).

-Florence AT,Whitehill D.Some features of breakdown in water –in-oil-in –water multiple emulsions .J Colloid Interface Sci 1981 ;79 :243.

-Fanun M.; Salager JL, Anton R, Anderez, JM, Formulation des microemulsion par la méthode de HLD. Techniques de l'ingénieur, traité Génie des procédés J2157/1-20. (2001). (2009)

-fourniat j. conservateurs antimicrobiens, in : martini m-c, seiller m. actifs et additifs en cosmétologie, 3ème édition, lavoisier, paris, 2006 : 763-807.

-flavie lacharme these « les produits cosmetiques biologiques : labels, Composition et analyse critique de quelques Formules », universite joseph fourier faculte de pharmacie de grenoble.1984,

-gilbert laura,. Caractérisation physico-chimique et sensorielle d'ingrédients cosmétiques: une approche méthodologique. Thèse de doctorat. universite du havre2014.

-hampikian s,*créez vos cosmétiques bio*, terre vivante, mens,: « les huiles végétales et les macérats », 21-35. 2007

- hampikian s,*créez vos cosmétiques bio*, terre vivante, mens, : « d'autres actifs indispensables », 75-96.2007

-Kanko C, sawaliho BE, kone s, koukoua g, and n'guessan yt. « Étude des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles de Lippia multiflora, Cymbopogon citratus, Cymbopogon nardus, Cymbopogon giganteus ». Comptes rendus Chimie 7, 1039–1042, (2004).

-le hir a., chaumeil j.c., brossard d. pharmacie galénique – Bonnes pratiques de fabrication des médicaments 9 ème édition MASSON, Issy-les-Moulineaux, 2009

-laurence coiffard.professeur de cosmétologie thèse pour le diplôme d'etet de docteur en pharmacie « les plantes exotiques dans les cosmétiques : réel intérêt ou effet marketing ».2013

-Lardeau L. La cosmétique maison, nouvelle tendance entre écologie et loisir : le

Références Bibliographiques

Regard du pharmacien. (Thèse de Doctorat en Pharmacie). Limoges : Université de Limoges ; 2011.

-lacharme flavie,. Thèse de doctorat, universite joseph fourierfaculte de pharmacie de grenoble. les produits cosmetiques biologiques : labels, Composition et analyse critique de quelques Formules (mettez dans la partie références bibliographiques) ,. Thèse de doctorat, universite joseph fourierfaculte de pharmacie de grenoble.2011.

-Le Craz S, Bontemps F. Les ingrédients cosmétiques montrés du doigt. Le moniteur des pharmacies. 2009

- Laure Crestey ; évolutions de la reglementation des produit cosmétique et impactes sur l'évolution de la sécurité pour la santé humaine (thèse de doctorat en pharmacie) université de CAEN ; 2011

-Laurence Coiffard, Céline Couteau « la formulation cosmétique à l'usage professionnels et des amateurs » éditions le moniteur des pharmacies newsmed 10-12, avenue de l'Arche 92419 courbevoie cedex ,2014.

-morillon F, Le livre vert de la Cosmétique Bio, le Courrier du Livre, Paris: Chapitre 2, 23-56. 140 , 2008

-morillon F, Le livre vert de la Cosmétique Bio, le Courrier du Livre, Paris, 2008 : Chapitre 8, 137-157.

-Marie-claude,martinichivot et Gérard Peyrefitte « 3cismétologie » 2eme édition,1996.

-Martini MC. Conservateurs. Elsevier Masson SAS, Paris. Cosmétologie et Dermatologie Esthétique. D-10 : 50-120. 2006

- Martini MC. Actifs et additifs en cosmétologie. Tec & Doc. 2006 ; 18 : 337-52.

-monteiro sara, 2015. pour le diplome d'etat de docteur en pharmacie. les perturbateurs endocriniens : des ingredients contestes dans les produits cosmetiques. universite toulouse iii paul sabatier faculte des sciences pharmaceutiques2015

-Midmore B.R. Synergy between silica and polyoxyethylene surfactants in the formation of o/w emulsions, Colloids and surfaces, A: Physicochemical and engineering Aspects, 145,133-143. (1998).

-Anton N. Gayet P. Benoit J-P. Saulnier P, Nanoemulsions and nanocapsules by the PIT méthode : An investigation on the rôle of the température cycling on the emulsion phase inversion, International Journal of Pharmaceutics, 344,44-52. (2007).

-Pal .R. Rheology of Simple and Multiple Emulsions.Curr Op Coll Inter Sci 2011 ;16 :41 60.

-Rita Stiens,« La cosmétique bio, c'est quoi au juste ? » 50 questions et 50 réponses, 2009

Références Bibliographiques

URL:http://www.laveritesurlescosmetiques.com/download/La_Cosmetique_bio_c_est_quoi_au_juste.pdf

-Salager JL. Microemulsions. In: Broze G, ed. Handbook of Detergents—Part A: Properties. New York: Marcel Dekker (1999) 253-302

-stiens r, La vérité sur les cosmétiques naturels, Leduc.S, Paris, : Chapitre 1, « Pour le bien de la peau et des cheveux », 143-210. , 2006

-Singer E. Conservation et contrôle microbiologique des produits cosmétiques. Cours de dermo-cosmétologie de 5ème année de pharmacie officine. Faculté de Pharmacie de Lille 2. 2011

-Soulie A. Allergie et cosmétiques : le rôle du pharmacien d'officine. (Thèse de Doctorat en Pharmacie). Limoges : Université de Limoges ; 2011/2013. Classiques

-sandra m.f.,. Formulation d'une pommade à base de plante médicinale et d'Huiles essentielles contre les varices, universite d'antananarivo.2010

-toé siessina lawaldlia natacha tchaida martine «essais de mises au point de formulation de cremes et laits corporels a base du beurre de karite du burkina faso » p : 31, 2004

-vigan m. Réglementation européenne des cosmétiques. Encyclopédie médicochirurgicale ; 2004

-aromazone® : fiches produits, ateliers, recettes [en ligne] consulté sur procédé d'obtention des huiles essentielles pranarôm [en ligne] consulté sur http://www.pranarom.com/ le 23 septembre 2011

- guide cosmétox greenpeace, juillet 2007 url:http://www.greenpeace.org/raw/content/france/vigitox/documents-et-liens/documentstelechargeables/ guide-cosmetox.pdf)

-Naturalia : cosmétiques bio et labels, site consulté le 24/01/11

URL: http://www.naturalia.fr/pdf/cosmetiquebioetlabel.pdf

-(Tipono.wixsite.com/danger-cosmétique/Lans-dangers

https://www.google.dz/search?q=gmail&oq=gmail&aqs=chrome..69i57.3068j0j4&client=ms-android-condor&sourceid=chrome-mobile&espv=1&ie=UTF-8II la page consulté le 10/03/17

-http://www.aroma-zone.com/aroma/accueil_fra.asp depuis Juin 2010

-https://fr.wikipedia.org/wiki/eau-de-rose la page consulté le 05/05/17

-www.plus –saine-la-vie.com), la page consulté le 05/05/17

-https://www.google.dz, la page consulté le 08/05/17

-site internet de l'association Cosmébio, consulté le 09/05/17

URL: http://www.cosmebio.org/fr/nos-label.php

Références Bibliographiques

Remerciements

Nos remerciement vont tout d'abord à Allah, le très miséricordieux, louange à toi qui nous a donné la force nécessaire et le courage pour mener à bien ce travail. Nous te prions de nous aider davantage à percer dans la recherche du savoir.

Ce mémoire n'aurait pas pu voir le jour sans la participation de nombreuses personnes on ne saurait oublier leur aide désintéressée et nous tenons à exprimer nos reconnaissances à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ce travail.

Nous commençons par exprimer notre profonde reconnaissance et nos sincères remerciements à notre promotrice, Dr. ***ARBIA W.*** *pour son encadrement et sa patience, les conseils qu'elle n'a cessé de nous prodiguer, ainsi que pour son encouragement.*

Nos profonds remerciement s'adressent à ***Dr.Lefnaoui-Kerrache S. qui malgré ses occupations a accepté de présider notre jury. Et à Dr. Yahoum MM.*** *pour son aide au cours de la réalisation de notre travail et de son précieux temps qu'elle a consacré pour examiner notre mémoire.*

Et enfin un grand merci à tous les professeurs de l'Université Dr. Yahia FARES, Médéa qui nous ont accompagné dès la première année jusqu'à la fin de ce travail surtout Mr. BELHADJ Hicham, Mr. ACHEK Rachid et ***Mme HOUSEF TOUMI Kh.***

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au laboratoire de biologie 01 et 02 de la faculté de science de l'université de Médéa et laboratoire de biologie du Hall Technologique, et nous tenons donc à

remercier l'ensemble du personnel nous ayant aidé et un grand remerciement au directeur de hall de technologie.

Nous serons terminé sans citer les personne de l'université Saad Dehleb de Blida qui on donnés un coup de main et les amis de l'université de Tiaret.

Ce travail n'aurait pu aboutir ni même voir le jour sans le soutien et l'appui de nos familles, nous ne saurons exprimer notre profonde reconnaissance envers leur compréhension et leur patience dans les moments les plus difficiles et soutenu pendant la mise en œuvre de nos travaux.

ملخص

في عملنا حاولنا وضع كريم التجميل مرطب مصنوعة من المنتجات الطبيعية (الزيوت النباتية والزبدة و / أو شمع العسل)، ونوع مستحلب يستخدم زيت في الماء واستقرار الكريمات هو واحدة من المعايير الأساسية لضمان جودة المنتج مع الحفاظ على الخصائص الفيزيائية بعد فترة معينة. الكريمات المحضرة في هذا العمل لديها الطابع الحسي جيد، ودرجة حموضة متوسطة الحمضية (5.83 و 6.64) مع التوصيل بين 98 و 142 (ميكرو / سم). فهي مستقرة في 6000 دورة في الدقيقة لمدة 15دقيقة في 4 درجات مئوية، في درجة حرارة الغرفة، وعند 20 درجة مئوية. وأظهر التحليل الميكروبيولوجي أن الصياغة لدينا أجريت في الامتثال لممارسات التصنيع الجيدة.

الكلمات المفتاحية : مستحضرات التجميل والزيوت و الدهون النباتية وشمع العسل.

Résume

Dans notre travail on a tenté de formuler une crème cosmétique hydratante à base de produits naturels (des huiles et beurre végétales et/ou cire d'abeille), le type de l'émulsion utilisé huile dans eau et la stabilité des crèmes est l'un des paramètres clé pour garantir la qualité d'un produit avec la conservation des caractères physico- chimique après une période déterminée. Les crèmes réalisées dans notre travail présentent un bon caractère organoleptique, un pH légèrement acide (5.83 et 6.64) avec une conductivité comprise entre 98 et 142(µs/cm). Elles sont stables à 6000rpm pendant 15min et à 4°C, à température ambiante et à 20°C. L'analyse microbiologique a montré que notre formulation a été réalisée en respectant les bonnes pratiques de fabrication.

Mot clé : cosmétique, l'huile végétale, crèmes écologique, tensioactif, cire d'abeille.

Abstract

In our work we tried to formulate a moisturizing cosmetic cream based on natural products (vegetable oils and butter and/or beeswax), the type of emulsion used oil in water and the stability of the creams is the one of the key parameters to guarantee the quality of a product with the preservation of the physico-chemical characteristics after a specified period. The creams produced in our work have a good organoleptic character, a slightly acid pH (5.83 and 6.64) with conductivity between 98 and 142 (µs / cm). They are stable at 6000 rpm for 15 min and at 4 ° C., at ambient temperature and at 20 ° C. The microbiological analysis showed that our formulation was carried out in accordance with good manufacturing practice.

Keyword: cosmetic, vegetable oil, ecological creams, surfactant, beeswax.

Remercîment

Résumé

Sommaire

Les abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale.	1

CHAPITRE I:LES PRODUITS COSMETIQUEES CONVENTIONNELS

I.1.Introduction	3
I.2. Définitions	3
I.3. les différentes formes cosmétiques	3
I I.3.1.les gels	3
I.3.2.les pommades	3
I.3.3.les cérats	4
I.3.4.autres	4
-les mousses	4
-les sticks	4
-les pâtes	4
I.3.5.les émulsions	4
I.3.5.1.différents types d'émulsions	5
-les émulsions simples	5
-les émulsions dites multiples	5
I.3.5.2.classification des émulsions	6
I.3.5.2.1. miniémulsion	7
I.3.5.2.2.micoémulsion	7
I.4.compositions générale d'un produit cosmétique : liste des substances possibles	8
I.4.1.le principe actif	9
- les principes actifs d'origine photochimique	9

- les principes actifs d'origine chimique	9
- les principes actifs d'origine biotechnologique	9
I.4.2.les excipients	9
I.4.3.additifs	9
I.4.4.les conservateurs : antimicrobiens	10
I.4.5.antioxydants	11
I.4.6.les colorants	13
I.4.7.aromatisants	13
- les aromes naturels	13
-les substances aromatiques naturelles ou synthétiques	13
-les substances aromatisants artificielle	13
I.4.8.les tensioactifs	13
I.5.les dangers cosmétiques sur la santé humaine	14
I.5.1.toxicité aigue	14
I.5.2.toxicité chronique	14
I.5.2.1.irritations	14
I.5.2.2.cancérogenèse	14
I.5.2.3.perturbateurs endocriniens	14
I.6.les ingrédients des produits cosmétiques remis en cause	15
I.6.1.les parabènes	15
I.6.2.le triclosane	16
I.6.3.les phtalates	17
I.6.4.les filtres ultraviolets	18
I.6.5.les huiles minérales	20
I.6.6.les huiles et les cires de silicone	20
I.6.7. Les SLS Comme Sodium-laureth-sulfate ou le sodium-lauryl-sulfate	21
I.6.8. Les éthers de glycols (éthylène glycol et propylène glycol)	21
I.6.9. Les monoéthanolamine, diéthanolamine et triéthanolamine (MEA, DEA et TEA)	21
I.6.10. Butylhydroxytoluène (BHT) et Butylhydroxyanisol (BHA)	21
I.6.11. Sels d'aluminium	21
I.7. Voies de pénétration cutanée	21

-la voie transe épidermique	21
-la vois transannexielle	22
I.7.1 La couche cornée ou stratum cornoum	22

CHAPITRE II : LA COSMETIQUE NATURELLE

II.1. Définition d'un produit cosmétique biologique	24
II. 2. Composition des produits cosmétiques naturels	24
II. 2.1.Les matières du règne végétal	25
-les huiles	26
-les beurres	26
-les cires	26
II. 2.1. 1. Les huiles végétales	26
- L'huile d'argan (extraite de la noix)	26
- L'huile de l'amande d'abricot	26
II. 2.1.2. Les beurres végétaux	27
-Le beurre de karité	27
- Le beurre de coco	28
II. 2.1. 3. Les cire	28
II. 2.1. 4. Les gomme	28
II. 2.1. 6. Les huiles essentielles	28
II. 2.1.7. Les hydrolats	29
- L'eau de rose	29
-Les avantages L'eau de rose	30
II. 2.1. 8. Les exfoliants végétaux	30
II. 2.1.9. Les émulsifiants	31
- Les cires auto-émulsifiantes	31
II. 2.1. 10. Les co-émulsifiants	31
II. 2.1. 11. Les émulsifiants à froid	32
II. 2.1. 12. Les conservateurs et antioxydants	32
- L'extrait de pépin de pamplemousse (EPP	33
-Cosgard®	33
- Naticide®	33

- Huiles essentielles	33
II. 2.1. 13. Un anti-oxydant naturel et majeur	33
II. 2.1. 14. Les agents de texture, émollients	34
Huile de coco fractionnée	34
- Glycérine	34
-Substitut végétal de lanoline	34
II. 2.1. 15. Les dispersants	34
III. Formulation des produits cosmétiques biologiques et analyse de formules	35
III. 1. Les différences entre la cosmétique traditionnelle et la cosmétique biologique	35
- Exigence de texture	38
-Exigence d'odeur	39
-Exigence de stabilité dans le temps	39
IV. Les qualités requises chez les cosmétiques	41
IV. 1.Processus de fabrication	41
IV. 2.Sécurité	42
IV. 3.Mentions obligatoires concernant l'étiquetage	42
IV. 4.Conditionnement ou emballage ou packaging	44
IV. 4.1. Rôle de l'emballage	44
IV.4.2.Principauxmatériauxutilisés	44
-Verre	44
-Matières plastiques	44

CHAPITRE III: METHODE ET MATERIELLE

III.1. Introduction	46
III.2.Matériel de préparation et caractérisation	46
III.3.Matières première	46
III.4.Les tensioactifs	49
III.4.1.émulsion 1 : lécithine de soja	49
III.5.méthode	49
III.5.1formulation d'émulsion H/E	50
III.5. 2 controle qualité des crèmes préparées	52

III.5. 2.1 Caractaire organoleptique	52
III.5. 2. 2. Exam ne physique –chimique	52
III.5. 2. 3. Mesure de PH	52
III.5. 2. 4. test de stabilité à la centrifugation	52
III.5. 2. 5. test de stabilité à la température de stockage	52
III.5. 2. 6. Examen microscopique	52
III.5.2.7.calcul de l'indice de crémage	52
III.5.2.8.Sens d'émulsion	53
a)-coloration au bleu de méthylène	53
b)-la méthode de conductivité	53
III.5.2. 9. Examen microbiologique	54
Protocole	54

Chapitre IV : Résultat et discussion

IV. 1. Introduction	56
IV. 2. Contrôle de qualité de la crème formulée	56
IV.2.1 Caractère organoleptique	56
IV. 2.2 Examen physico- chimique	58
IV.2.2. 1. Mesure de pH	58
IV.2.2.2. Test de stabilité à la centrifugation	58
IV.2.2. 3.Test de stabilité à la température de stockage	59
IV.2.2.4.Examine microscopique	60
IV.2.2. 5. Calcul de l'indice de crémage	62
IV.2.2.6 Sens d'émulsion	63
Coloration au bleu de méthylène	63
La méthode de la conductivité	63
IV. 2.2. 7. Mesure de la viscosité	64
IV. 2. 2.. Examen microbiologique	66
Conclusion générale	68