

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ SAAD DAHALB BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie Chimique

Intitulé du mémoire

**Procédés de Préparation des Émulsions de
Crème de Jour et de Nuit.**

Présenté par :

Melle HADERI Anfel

Encadré par :

Pr. BOUCHENAF Naima

Année universitaire 2024/2025

Remerciements

Tout d'abord, je rends grâce à Dieu Tout-Puissant pour ses innombrables bienfaits et pour la force le courage et la patience qu'il m'a accordés tout au long de cette étape me permettant ainsi de surmonter les différents défis et d'aboutir à ce travail modeste.

Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à mes chers parents pour leur soutien inconditionnel leurs encouragements constants et pour tout ce qu'ils m'ont offert tout au long de mon parcours scolaire et universitaire. Aujourd'hui, ils assistent à la concrétisation des efforts déployés tout au long de ces années.

J'exprime également ma profonde gratitude à ma promotrice de mémoire Madame BOUCHENAFa pour ses conseils précieux et ses orientations qui m'ont aidé à mener à bien ce travail.

Je remercie chaleureusement Madame KASMI Hafida ingénieure de laboratoire au sein de l'entreprise Vague de fraîcheur pour ses efforts ses conseils techniques et son soutien bienveillant.

J'adresse mes vifs remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'évaluer ce travail. Leur expertise et leurs observations sont pour moi une source précieuse d'enrichissement scientifique.

Dédicace

Après le succès accordé par Dieu Tout-Puissant, je dédie ce travail humble à :

*À ma chère mère, la prunelle de mes yeux, au cœur qui bat, à celle dont les prières sincères ont
été le secret de ma réussite.*

*À mon cher père, source de force et de sagesse, qui m'a enseigné le courage, la patience et la
persévérance face aux difficultés.*

*Grâce à Dieu, puis à vos prières et votre soutien constant, j'ai pu mener à bien ce travail, qui est
le fruit de vos efforts.*

*À ma sœur Nour el Houda, qui a toujours été là dans les moments les plus difficiles, me
soutenant par son amour et sa douceur, et remplissant mon cœur d'espoir avec ses mots
réconfortants...*

*À mes frères Dhiaa Eddine et Abd Elhak, qui sont mon véritable soutien invisible, et le sourire
qui volait la fatigue de mon cœur...*

*Vous êtes la paix de mon cœur, la sécurité qui ne s'épuise jamais, et la présence précieuse qui ne
peut être remplacée.*

*Je demande à Dieu de vous accorder la réussite dans vos études, le bonheur dans vos vies et le
succès à la hauteur de votre pureté.*

ملخص :

يهدف هذا العمل إلى وضع بروتوكول لتحضير كريمات مرطبة على شكل مستحلبات بسيطة، موجهة لتلبية احتياجات البشرة خلال فترات اليوم المختلفة. تم استعمال مستحلب من نوع زيت في الماء (H/E) لكريم النهار، وآخر من نوع ماء في الزيت (E/H) لكريم الليل، بما يتناسب مع طبيعة نشاط البشرة في كل فترة.

تم اختيار مكونات التركيبين اعتمادًا على خصائصها المرطبة والمغذية، بالإضافة إلى توافقها الجيد مع البشرة. وتم تقييم جودة الكريمات من خلال تحاليل فيزيائية-كيميائية وميكروبيولوجية، حيث أظهرت النتائج أن الكريمان مستقران وأن قيم pH تراوحت بين 5,21 و 5,24 وهي متوافقة مع درجة حموضة الجلد. كما اثبتت التحاليل الميكروبيولوجية غياب تام لأي تلوث. مما يدل على فعالتهما ومدى مطابقتها للمعايير التجميلية.

الكلمات المفتاحية: كريم مرطب، كريم النهار، كريم الليل، مستحلب، البشرة.

Résumé :

Ce travail a pour objectif la mise au point d'un protocole de préparation de crèmes hydratantes sous forme d'émulsions simples, destinées à répondre aux besoins de la peau tout au long de la journée. Une émulsion de type huile-dans-eau (H/E) a été formulée pour la crème de jour, tandis qu'une émulsion eau-dans-huile (E/H) a été utilisée pour la crème de nuit, en tenant compte des spécificités physiologiques de la peau selon le moment d'application.

Les ingrédients ont été soigneusement sélectionnés pour leurs propriétés hydratantes et nourrissantes, ainsi que pour leur bonne tolérance cutanée. L'évaluation de la qualité des crèmes a reposé sur des analyses physico-chimiques et microbiologiques. Les résultats ont montré que les crèmes sont stables, et que les valeurs de pH entre 5,21 et 5,24 en accord avec le pH physiologique de la peau. Les analyses microbiologiques ont également confirmé l'absence totale de contamination, ce qui témoigne de leur efficacité et de leur conformité aux critères cosmétiques.

Mots-clés : crème hydratante, crème de jour, crème de nuit, émulsion, peau.

Abstract :

This study aims to develop a protocol for preparing moisturizing creams in the form of simple emulsions, designed to meet the skin's needs throughout the day. An oil-in-water (O/W) emulsion was developed for the day cream, while a water-in-oil (W/O) emulsion was used for the night cream, taking into account the skin's physiological behavior depending on the time of application.

The ingredients were carefully selected for their moisturizing and nourishing properties, as well as their good skin compatibility. The quality of the creams was assessed through physico-chemical and microbiological analyses. The results showed that both creams were stable, and that the pH values ranged between 5,21 and 5,24 which is in harmony with the skin's natural pH.

Microbiological analyses also confirmed the complete absence of contamination, indicating the effectiveness of the formulations and their compliance with cosmetic standards.

Keywords : moisturizing cream, day cream, night cream, emulsion, skin.

Table des matières

Remerciements

Dédicace

Résumé

Symboles et Abreviations

Liste des Figures

Liste des Tableaux

Introduction Générale..... 1

CHAPITRE 1 : La Peau et les produits cosmétiques

1.1 Introduction2

1.2 Structure de la peau2

1.2.1 Épiderme3

1.2.2 Le derme3

1.2.3 L'hypoderme.....3

1.3 Les types de peaux4

1.3.1 La peau normale4

1.3.2 La peau sèche.....4

1.3.3 La peau grasse4

1.3.4 La peau mixte4

1.3.5 La peau sensible.....5

1.4 Mécanismes de l'absorption cutanée.....5

1.4.1 Voies de passage transcutanée5

1.4.1.1 Le passage transcellulaire5

1.4.1.2 Le passage intercellulaire.....5

1.4.2 Cinétique du passage transcutanée5

1.5 Hydratation cutanée.....6

1.6 Soins de la peau et procédures de soins de la peau6

1.7 Produit cosmétique.....6

1.7.1 Définition.....	6
1.8 Les formes galéniques des produits cosmétiques.....	7
1.9 Catégories des produit cosmétiques	7
1.10 Compositions de produits cosmétiques	8
1.10.1 Actifs.....	8
1.10.2 Excipients	9
1.10.3 Additif.....	9

Chapitre 2 : Les crèmes et les émulsions

2.1 Introduction	10
2.2 Les crèmes cosmétiques	10
2.2.1 Définition des crèmes cosmétiques	10
2.3 Les différents types de crèmes cosmétiques.....	10
2.4 Crème hydratante	11
2.5 Facteurs naturels d'hydratation	11
2.6 Émulsions	12
2.6.1 Définition.....	12
2.7 Les différents types d'émulsions	12
2.7.1 Émulsions simples	12
2.7.2 Émulsions multiples	13
2.8 Les différents systèmes des émulsions	14
2.9 Composition d'une émulsion.....	14
2.9.1 Phase huileuse.....	14
2.9.2 Phase aqueuse	15
2.9.3 Emulsifiants	15
2.9.3.1 Définition des tensioactifs.....	16
2.9.3.2 Classification des tensioactifs	17
2.9.4 Notion d'HLB (Balance Hydrophile Lipophile)	17
2.10 Stabilité d'une émulsion.....	19

2.10.1 Phénomène de crémage et de sédimentation	20
2.10.2 Phénomène de floculation	20
2.10.3 Phénomène de coalescence.....	20
2.10.4 Mûrissement d'ostwald ou diffusion moléculaire	20
2.10.5 Phénomène d'inversion de Phase	21
2.11 Contrôle d'une émulsion	21
2.11.1 Examen des caractères organoleptique	21
2.11.2 Détermination du pH	21
2.11.3 Détermination du viscosité	22
2.11.4 Evaluation de la stabilité.....	22
2.11.5 Essais microbiologique	23

CHAPITRE 3 : Matériels et méthodes

3.1 Objectifs de l'étude	24
3.2 Type et cadre de l'étude.....	24
3.3 Matériels et équipement	24
3.3.1 Les équipements	25
3.4 Formulation d'une crème	25
3.4.1 Crème de jour	25
3.4.1.1 Type d'émulsion.....	25
3.4.1.2 Préparation de la crème.....	25
3.4.2 Crème de nuit.....	27
3.4.2.1 Type d'émulsion.....	28
3.4.2.2 Préparation de la crème.....	28
3.4.3 Description du procédé de préparation des crèmes	30
3.5 Contrôle de qualité	31
3.5.1 Examen sensorielles	31
3.5.2 Les analyses physico-chimiques.....	32
3.5.2.1 Mesure du pH.....	32

3.5.2.2 Test de stabilité.....	32
3.5.2.3 Test rhéologique.....	33
3.5.3 Contrôle microbiologique.....	33

CHAPITRE 4 : Résultats et discussion

4 Résultats et discussion.....	35
4.1 Examen sensorielles	35
4.2 Les analyses physico-chimiques	36
4.2.1 Mesure du pH	36
4.2.2 Test de stabilité	36
4.2.3 Test rhéologique.....	37
4.3 Contrôle microbiologique	39
4.4 Conclusion.....	40
Conclusion Générale	41
Références Bibliographiques	
Annexes	

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Présentation de la peau	2
Figure 1.2 : Coupe transversale de l'épiderme.....	3
Figure 1.3 : Voies permeation à travers la peau.....	5
Figure 2.1 : Photo de crème	10
Figure 2.2 : Représentation schématique d'une émulsion.....	12
Figure 2.3 : Différents types d'émulsions simple.....	13
Figure 2.4 : Schémas d'une émulsion multiple	14
Figure 2.5 : Représentation d'une émulsion avec émulsifiant	16
Figure 2.6 : Schéma d'un tensioactifs	16
Figure 2.7 : Schéma descriptif des processus d'instabilité d'une l'émulsion	19
Figure 3.1 : Le mélange de deux phase	27
Figure 3.2 : La crème de jour	27
Figure 3.3 : La crème de nuit	30
Figure 3.4 : Procédé de la préparation de crème	31
Figure 3.5 : pH-mètre	32
Figure 3.6 : Étuve.....	32
Figure 3.7 : Rhéomètre.....	33
Figure 4.1 : Courbe d'écoulement de crème de jour.	38
Figure 4.2 : Courbe d'écoulement de crème de nuit	39
Figure 4.3 : Résultat de recherche des levures et moisissure	40
Figure 4.4 : Résultat de recherche des germes aérobies mésophiles totaux.....	40

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Différents types d'émulsions simple	13
Tableau 2.2 : Exemples d'ingrédients de la phase lipophile	15
Tableau 2.3 : Classification des tensioactifs selon les valeurs de HLB	18
Tableau 3.1 : Matériel et réactifs utilisés.....	24
Tableau 3.2 : Les quantités des produits de crème de jour.....	26
Tableau 3.3 : Les quantités des produits de crème de nuit.....	28
Tableau 4.1 : Les caractéristiques sensorielles des crèmes	35
Tableau 4.2 : Valeurs de pH des crèmes	36
Tableau 4.3 : Évolution de l'aspect, de la couleur et de l'odeur des crèmes.....	36
Tableau 4.4 : Résultats du contrôle microbiologique	39

SYMBOLES ET ABREVIATIONS

AHA : Alpha Hydroxy Acide.

Anti -UVA, UVB : Anti Ultra-Violet (A) et (B).

°C : Degré Celsius.

d_1 : Densité de la phase dispersée.

d_2 : Densité de la phase dispersante.

E/H : Eau dans Huile.

E/H/E : Eau-Huile-Eau.

FNH : Facteur Naturel d'Hydratation.

g : Gramme.

g : Accélération gravitationnelle.

H/E : Huile dans Eau.

H/E/H : Huile-Eau-Huile.

HLB : Hydrophile Lipophile Balance (balance hydrophile lipophile).

H/L : Hydrophile dans Lipophile.

Kg : kilogramme.

L/H : Lipophile dans Hydrophile.

m^2 : Mètres carrés.

ml : Millilitre.

mm : Millimètre.

min : Minutes.

nm : Nanomètre.

O/W : Oil in water (Huile dans Eau).

PCA : Plate Count Agar (milieu de germes totaux).

pH : Potentiel Hydrogène.

% : Pourcentage.

rpm : Révolutions par minute.

S : Sabouraud (milieu de culture pour levures et moisissures).

T : Température.

Tr/min : Tours par minute.

UFC /ml : Unité Formant Colonie pour les produits liquides.

UV : Ultra-Violet.

V : Vitesse de crémage ou sédimentation.

W/O : Water in oil (Eau dans Huile).

η : Viscosité.

$\dot{\gamma}$: Taux de cisaillement.

PARTIE
THEORIQUE

INTRODUCTION

INTRODUCTION GENERALE

Depuis les toutes premières civilisations, l'homme se préoccupe de son apparence, accordant de l'importance à la beauté de son visage, de ses cheveux ou encore de son corps [1]. La peau est souvent présentée comme étant l'organe le plus lourde et le plus étendu du corps humain, dont la fonction principale est de protéger l'organisme des agressions extérieures [2]. Une peau en bonne santé se reconnaît par sa texture homogène, sa couleur uniforme et son élasticité, autant de signes visibles de vitalité cutanée.

Pour préserver ces caractéristiques, divers produits cosmétiques ont été développés notamment, les crèmes hydratantes souvent formulées sous forme d'émulsions.

Les émulsions cosmétiques, systèmes composés de deux phases non miscibles stabilisées par des agents amphiphiles (émulsifiants), sont particulièrement intéressantes pour leurs multiples textures (crèmes, pommades, laits, fonds de teint) et leur caractère malléable. Très répandues dans l'industrie cosmétique, elles représentent aujourd'hui plus de 50 % du marché mondial [3]. Selon le moment d'application, ces émulsions peuvent être destinées à un usage de jour ou de nuit.

Il est important de noter que la qualité finale de l'émulsion dépend fortement du contrôle rigoureux de plusieurs paramètres de fabrication, tels que la température, la vitesse d'agitation et l'ordre d'incorporation des ingrédients, afin d'assurer une stabilité optimale et des propriétés physico-chimiques adaptées.

Dans ce travail, nous avons réalisé deux types d'émulsions : une émulsion « huile dans eau » (H/E) destinée à un usage de jour pour hydrater et protéger la peau, et une émulsion « eau dans huile » (E/H) pour un usage de nuit, visant à nourrir la peau en profondeur pendant le repos et à favoriser le renouvellement cellulaire.

Ce mémoire est structuré en deux parties principales :

- Une partie théorique, comprenant un premier chapitre consacré à l'étude de la peau et des produits cosmétiques, et un deuxième chapitre dédié aux crèmes et aux émulsions.
- Une partie pratique, composée d'un troisième chapitre dédié à la présentation des matières premières et à la méthode de préparation, et d'un quatrième et dernier chapitre portant sur les résultats et leur discussion.

Enfin, une conclusion générale vient clore ce travail en émettant des perspectives futures.

CHAPITRE 1 :

LA PEAU ET LES PRODUITS

COSMETIQUES

1.1 Introduction

La peau est l'organe le plus visible et le plus sensible du corps humain, elle joue un rôle fondamental, non seulement dans la protection contre les agressions extérieures, mais aussi sur le plan esthétique [4]. Pour cette raison, il est essentiel d'en prendre soin afin d'obtenir une peau saine et belle.

Les produits de soin jouent un rôle essentiel dans le maintien de la santé de la peau en apportant hydratation, protection et soins nécessaires. La formulation de ces produits repose sur une connaissance approfondie de la structure cutanée et de ses besoins, garantissant ainsi l'efficacité des soins tout en préservant l'équilibre de la peau.

1.2 Structure de la peau

La peau est un organe vital, recouvrant l'ensemble du corps et présentant des variations d'épaisseur selon sa localisation, de 1,4 à 4 mm. Elle possède une surface totale d'environ 1,75 m² et une masse de 3,5 Kg. La peau contient 70% d'eau, le pH cutané, d'environ 5,5 est acide.

La peau est constituée de plusieurs couches, superposées les unes sur les autres, à la façon d'un millefeuille. De la couche la plus superficielle vers la couche la plus interne on trouve : la couche cornée, l'épiderme, la jonction dermo-épidermique, le derme et l'hypoderme. Il existe différentes annexes cutanées, comme les glandes ou les follicules pilo-sébacés, s'insérant dans le derme [5].

La structure de la peau est représentée sur la figure 1.1.

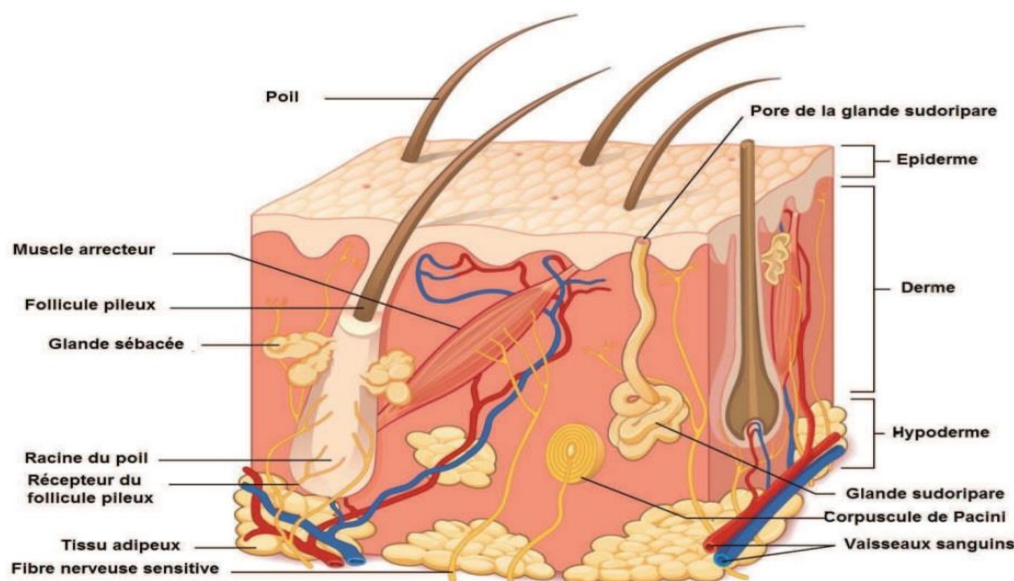


Figure 1.1 : Présentation de la peau.

1.2.1 Épiderme

La partie la plus concernée par les cosmétiques est l'épiderme. Il mesure jusqu'à 1 mm d'épaisseur et est riche en cellules contrairement au derme. Du derme vers l'épiderme les cellules deviennent étroites, s'aplatissent et meurent. L'épiderme est un épithélium pavimenteux, stratifié, et kératinisé. Il n'est pas vascularisé mais il est innervé [6]. L'épiderme est organisé en 4 couches, et 4 types de cellules.

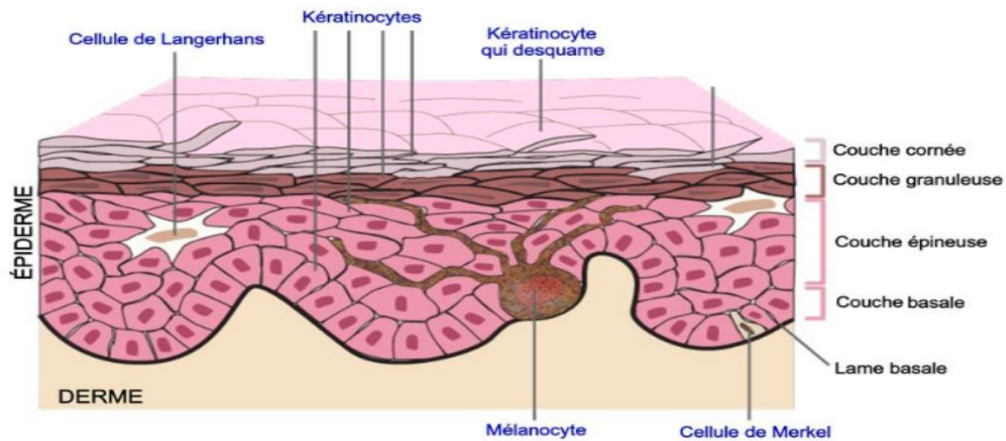


Figure 1.2 : Coupe transversale de l'épiderme.

1.2.2 Le derme

Le derme est un tissu conjonctif situé entre l'épiderme et l'hypoderme. Le derme est beaucoup plus épais que l'épiderme, il mesure en moyenne 1 à 2 mm. Il est plus épais au niveau de la paume des mains et des pieds, et plus fin au niveau des paupières. Il est constitué majoritairement de fibroblastes sécrétant la matrice extracellulaire du derme. Contrairement à l'épiderme, le derme est fortement vascularisé, ce qui lui confère un rôle nutritif. Il est également composé de fibres nerveuses et de récepteurs sensoriels, de vaisseaux lymphatiques, des racines des cheveux et des poils, ainsi que des cellules du système immunitaire. Son épaisseur augmente au cours de l'enfance et de l'adolescence puis est stationnaire jusqu'à 50 ans environ et diminue ensuite [7].

1.2.3 L'hypoderme

L'hypoderme est un tissu graisseux, rattaché à la partie inférieure du derme par des expansions de fibres de collagènes et de fibres élastiques.

Le tissu adipeux représente chez un individu normal de poids moyen, 15 à 20 % du poids corporel.

Le tissu adipeux contient également du tissu conjonctif dans lequel se trouvent, entre autres, des fibroblastes particuliers, les préadipocytes, qui sont des cellules précurseurs des adipocytes [8].

1.3 Les types de peaux

Il existe différents types de peaux. Ils concernent l'état du film hydrolipidique cutané et regroupent la peau sèche, la peau grasse, la peau mixte et la peau normale. Toutefois, il est à noter que les états de peau regroupent la peau sensible.

1.3.1 La peau normale

La peau normale est considérée comme le type de peau idéal. C'est d'ailleurs ce type de peau que l'on cherche à atteindre avec l'utilisation des produits cosmétiques.

Ni trop grasse, ni trop sèche, la peau normale est confortable, ne brille pas, ne tiraille pas, ne rougit pas aux changements soudain de température. Elle est souvent le résultat d'une hygiène de vie saine et équilibrée. La peau normale a besoin de peu de produits cosmétiques [9].

1.3.2 La peau sèche

La peau sèche (xérose) est une peau dont la production de sébum est inférieure à une peau normale. Le manque de lipides fragilise le film hydrolipidique à la surface de la peau qui ne permet plus de retenir de façon efficace l'eau et donc de maintenir une peau correctement hydratée. Ce type de peau est inconfortable : la peau tiraille, est rugueuse et vieillit plus vite car sa fonction barrière protectrice est altérée [7].

1.3.3 La peau grasse

La peau grasse ou « hyperséborrhéique », fréquente chez les adolescents et les jeunes adultes, résulte d'une hyperproduction de sébum. Sur l'ensemble du visage, son aspect est luisant, elle est plus épaisse, les pores sont dilatés et la présence de comédons voire d'acné est fréquente. La peau grasse a tendance à vieillir moins vite car le sébum présent en grande quantité la protège davantage contre les agressions extérieures et le dessèchement [7].

1.3.4 La peau mixte

La peau mixte est le mélange de deux types de peau et se caractérise par :

- une peau grasse sur la zone médiane, ou zone T : le front, le nez et le menton, avec des brillances et des points noirs
- une peau normale ou sèche sur les joues.

Elle est difficile à traiter car elle demande souvent des produits adaptés à ces deux types de peau [9].

1.3.5 La peau sensible

La peau sensible est dite réactive car elle présente une réaction immédiate et exagérée de contact. Le film hydrolipidique cutané est perturbé et le seuil de tolérance aux agressions abaissé. Les terminaisons nerveuses sensibles de la peau présentent une hypersensibilité. C'est une peau rouge et chaude, souvent sèche. Elle est allergique dans la plupart des cas [6].

1.4 Mécanismes de l'absorption cutanée

1.4.1 Voies de passage transcutanée

Il existe plusieurs voies de passage franchissant la barrière de couche cornée. Deux voies majoritaires se détachent : la voie intercellulaire et la voie transcellulaire, sont les voies les plus empruntées [10] (voir la figure 1.3) :

1.4.1.1 Le passage transcellulaire : est surtout emprunté par les molécules de petite taille. Les substances doivent être capables de s'intégrer à la double couche de phospholipides constituant les membranes cellulaires pour pouvoir y pénétrer. Cette voie pourrait donc être suivie par des molécules amphiphiles ou plus ou moins lipophiles. La vitesse de pénétration par cette voie est très lente mais elle est compensée par le fait que la surface est très importante [10].

1.4.1.2 Le passage intercellulaire : emprunte la voie tortueuse du ciment lipidique. Celle-ci serait la plus couramment utilisée par toutes les molécules amphiphiles ou lipophiles, non chargées et de faible poids moléculaire [11].

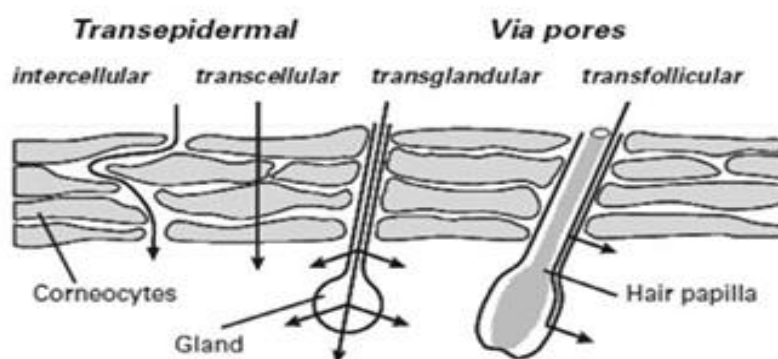


Figure 1.3 : Voies perméation à travers la peau.

1.4.2 Cinétique du passage transcutanée

L'absorption transcutanée est un phénomène de diffusion passive qui s'exerce au niveau de chacune des couches de la peau. Les molécules doivent d'abord traverser la barrière cutanée de nature lipidique, puis diffusent dans les différentes couches de l'épiderme totalement hydrophile [12].

1.5 Hydratation cutanée

L'hydratation cutanée, indispensable pour assurer à la peau sa souplesse, sa douceur, sa tonicité et son aspect, est un phénomène complexe. L'eau est un constituant majoritaire de notre organisme et représente 60 % du poids corporel de l'adulte. Dans la peau, l'eau est principalement répartie dans le derme où elle forme un gel semi-fluide avec différentes protéines de structure de la matrice extracellulaire. L'épiderme et la couche cornée ne renferment quant à eux que très peu d'eau.

L'hydratation de la peau se résume en définitive à l'hydratation du stratum corneum et au pourcentage d'eau au niveau de cette couche, la plus superficielle de l'épiderme. Il est impossible de modifier la teneur en eau du derme, en revanche l'équilibre entre la diffusion et l'évaporation de l'eau au niveau de l'épiderme est un élément sur lequel il est possible d'influer. La couche cornée forme une barrière de perméabilité efficace qui remplit deux fonctions importantes : elle s'oppose à la pénétration dans l'épiderme des micro-organismes, substances chimiques et allergènes de l'environnement, et empêche la perte insensible d'eau, protégeant ainsi l'organisme de la déshydratation [13].

1.6 Soins de la peau et procédures de soins de la peau

Les modes d'emplois peuvent être décrits comme suit :

- Elimination de la saleté, du sébum, des micro-organismes, des cornéocytes exfoliants et d'autres substances indésirables provenant de la peau.
- Réduction des symptômes cutanés désagréables par ex. prurit, brulure, odeur.
- Restauration de la peau (subi clinique) endommagée par ex. peau sèche et peau enflammée.
- Renforcement de la peau non endommagée mais vulnérable par ex. équilibre du pH à la surface de la peau, réduction des germes.
- Protection de la peau endommagée, intacte et vulnérable contre divers facteurs nocifs.
- Procurer une sensation de bien-être et agréable sur la peau [14].

1.7 Produit cosmétique

1.7.1 Définition

Selon l'article 2 du décret exécutif n° 97-37 ; du 5 Ramadhan 1417 correspondant au 14 janvier 1997 du journal officiel de la république algérienne : « on entend par un produit cosmétique et produit d'hygiène corporelle ; toute substance ou préparation autre que les médicaments ; destiné

à entre mise en contact avec diverses parties superficielles du corps humain tel 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 » [15].

1.8 Les formes galéniques des produits cosmétiques

La forme galénique en cosmétologie est la forme sous laquelle sont mis les différents ingrédients pour constituer un produit cosmétique, on distingue trois types de préparations susceptibles d'être appliquées sur la peau ou les muqueuses : les formes anhydres qui représentent 20% des formes utilisées, les formes totalement aqueuses qui représentent également 20% et les émulsions ou dispersions qui constituent les 60% restant [16].

1.9 Catégories des produits cosmétiques

Selon L'annexe 1 du journal officiel de la république Algérienne N°26 du 6 jourmada eloula 1431, correspondant au 21 avril 2010 fixe la liste des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle comme suit :

- Produits antirides ;
- Produits permettant de blanchir la peau ;
- Préparations pour bains et douches (sels, mousses, huiles, gels) ;
- Produits de bronzage sans soleil ;
- Produits de coiffage (lotions, laques et brillantions) ;
- Crèmes, émulsions, lotions, gels et huiles pour la peau (les mains, le visage, les pieds...) ;
- Dépilatoires ;
- Déodorants et antisudoraux ;
- Produits d'entretien pour la chevelure (lotions, crème et huiles) ;
- Fond de teint (liquides, pates et poudres) ;
- Masque de beauté, à l'exclusion des produits d'abrasion superficielles de la peau par voie chimique
- Poudres pour maquillage, poudre à appliquer après le bain, poudres pour l'hygiène corporelle et autres produits similaires ;
- Produits de maquillage et démaquillage du visage et des yeux ;

-
- Produits de mise en plis ;
 - Produits de nettoyage (lotions, poudres, shampoings et après shampoing) ;
 - Produits pour l'ondulations le défrisage et la fixation ;
 - Parfums, eaux de toilette et eaux de cologne ;
 - Produits pour le rasage (savons, crèmes, mousses, lotions) ;
 - Produits de soins capillaires ;
 - Produits pour les soins dentaires et buccaux ;
 - Produits pour les soins intimes externes ;
 - Produits pour les soins et le maquillage des ongles ;
 - Produits solaires ;
 - Teintures capillaires et décolorants ;
 - Produits destinés à être appliqué sur les lèvres ;
 - Savon de toilette, de beauté, de parfumerie, déodorants ;
 - Couches bébés et adultes ;
 - Serviettes et tampons hygiéniques ;
 - Lingettes et serviettes à démaquiller ;
 - Mouchoirs en papiers parfumés et tout autre articles similaires imbibé (humide, humidifié, trempé, humecté...etc) [17].

1.10 Compositions de produits cosmétiques

La forme finale d'un produit cosmétique résulte du mélange d'ingrédients judicieusement

Choisis et associés, appartenant à trois grandes familles de composés :

- Le principe actif qui définit l'efficacité du produit cosmétique,
- L'excipient, qui définit la forme finale du produit et vectorise les actifs,
- Les additifs, qui contribuent à l'amélioration des propriétés du produit fini [18].

1.10.1 Actifs

L'activité et l'efficacité ciblées des produits cosmétiques dépendent tout particulièrement du ou des principes actifs introduits. Le pourcentage en actifs est généralement de 2 à 3 %. Les activités

les plus revendiquées par le secteur sont l'hydratation (agents humectants, filmogènes, occlusifs), les effets anti-âge (antirides, antioxydants) et phytoprotecteurs (anti -UVA et UVB) [19].

1.10.2 Excipients

L'excipient joue le rôle de support dans le produit, il définit la forme finale (gel, émulsion fluide ou épaisse, émulsion huile/eau ou eau/huile et donne une texture). Il participe en Particulier à la pénétration de l'actif dans l'épiderme, au dépôt des actifs sur les fibres Capillaires, sur les dents, etc. Il peut être de nature hydrophobe (huiles, cires, acides et alcools gras, gélifiants), hydrophile (gélifiants) ou amphiphile (tensioactifs). Par exemple, les tensioactifs, quasi omniprésents dans la formulation des émulsions, modulent la pénétration des molécules actives tout en ayant une capacité de pénétration propre [11].

1.10.3 Additif

Les additifs regroupent les ingrédients ayant pour objectif de conserver, parfumer, colorer le produit cosmétique.

- Les conservateurs ont pour but d'empêcher la prolifération des microorganismes. Aujourd'hui, ils sont majoritairement d'origine synthétique, mais de plus en plus de « conservateurs » d'origine naturelle sont présents dans les cosmétiques [20].
- Les parfums sont des compositions liposolubles de substances odorantes, Participant au plaisir de l'utilisation du produit. Ils apportent également une spécificité propre au produit. De plus, certaines huiles essentielles peuvent être utilisées [20].
- Les colorants confèrent au produit une couleur adaptée et un aspect plus Attraktif [19].

CHAPITRE 2 :

LES CRÉMES ET LES ÉMULSIONS

2.1 Introduction

Les hydratants agissent pour maintenir un niveau d'hydratation adéquat de la peau, afin qu'elle reste douce et souple face aux facteurs environnementaux nocifs tels que le vent, la pollution, le soleil et le vieillissement. Ils renforcent également sa barrière naturelle, aident à la nourrir, à l'apaiser et à prévenir la sécheresse cutanée [21]. Les crèmes sont des émulsions constituées de deux phases aqueuse et huileuse, stabilisées à l'aide d'agents émulsifiants. Ainsi une crème hydratante dans sa routine quotidienne est une habitude essentielle pour assurer une peau saine, protégée et éclatante.

2.2 Les crèmes cosmétiques

2.2.1 Définition des crèmes cosmétiques

Une crème est une émulsion, constituée de deux phases, une aqueuse et une huileuse, ayant une texture plus ou moins fluide, et un toucher allant du plus léger au plus riche. Ces différences de textures sont possibles grâce au choix de l'émulsifiant, son dosage, et la quantité d'huile ajoutée. Les émulsions contenant de grandes quantités d'huiles voire des beurres, seront les plus riches et les plus épaisses. La crème a de nombreux avantages : apporter à la peau nutrition et hydratation, apporter plusieurs types d'actifs, laisser un film protecteur après application [22].



Figure 2.1 : Photo de crème.

2.3 Les différents types de crèmes cosmétiques

Il existe un grand nombre de types de crèmes cosmétiques, mais toutes sont des crèmes hydratantes, auxquelles on ajoute différents additifs selon l'effet recherché :

- Crème hydratante pour le visage, crème de jour, crème de nuit.
- Crème teintée donne à votre peau une tonalité uniforme et naturelle. Elle harmonise, grâce à des substances végétales sélectionnées, le processus d'hydratation et de production de sébum. Grâce à son pouvoir légèrement couvrant, elle lisse les manifestations cutanées, typiques des peaux sensibles et réactives.

-
- Crème pour le contour des yeux.
 - Crème antirides ou anti-âge.
 - Crème pour le corps.
 - Crème pour les mains et les pieds.
 - Crème solaire, contenant des filtres ultraviolets.
 - Crème après-soleil.
 - Crème amincissante ou raffermissante.
 - Crème anticellulite [23].

2.4 Crème hydratante

Les hydratants sont des produits topiques conçus pour améliorer et maintenir la fonction de barrière de la peau et pour aider à prévenir la sécheresse cutanée. Il est courant de penser qu'un hydratant ajoute de l'eau à la peau, mais c'est un malentendu. Un hydratant agit plutôt en empêchant ou en réduisant l'évaporation de l'eau de la peau. Cette action permet à la peau de se réhydrater de l'intérieur [14].

- La « **crème de jour** » : désigne la crème hydratante appliquée le matin. Cette crème a une texture assez légère et pénètre rapidement sans laisser de film gras. Elle contient en général des actifs hydratants (allantoïne, urée, lactates) et d'autres adaptés en fonction du type de peau. Elle peut être enrichie en agents matifiants, en filtre anti UV, en pigments colorés... [22].
- La « **crème de nuit** » : sa texture est beaucoup plus riche (émulsion E/H) et elle est plus concentrée en actifs, notamment réparateurs et anti-âge (AHA, dérivés de vitamine A, huiles de germe de blé, cire d'abeille...) [22].

2.5 Facteurs naturels d'hydratation

Les études rapportant la découverte du FNH (Facture Naturel d'Hydratation) dans l'épiderme font référence à des "composés hydrosolubles" ou ingrédients dont l'élimination a diminué la capacité de rétention d'eau, indiquant que si sa composition et son origine exact étaient inconnus, il était évident qu'il était impliqué dans l'eau fixation dans la couche cornée.

Le rôle du FNH est de maintenir une hydratation adéquate de la peau. Une hydratation adéquate de la couche cornée sert trois fonctions majeures :

- 1- Il maintient la plasticité de la peau, la protéger des dommages.

2- Il permet aux enzymes hydrolytiques de fonctionner dans le processus de desquamation.

3- Il contribue à la fonction optimale de barrière de la couche cornée.

Le rôle du FNH dans le traitement de la déshydratation environ un tiers de l'eau est à l'intérieur de la couche cornée est attachée au reste l'eau est gratuite. L'augmentation du niveau d'eau libre n'a aucun effet sur l'élasticité de la couche cornée. Donc, c'est l'eau qui se lie au FNH donne de l'élasticité à la peau adjetif. Remplacer ou réapprovisionner les consommables FNH dans la peau par application externe d'hydratants le confinement FNH semble être une approche efficace pour traitement peau sèche [24].

2.6 Émulsions

2.6.1 Définition

Le terme émulsion désigne un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, Dont l'un est dispersé dans l'autre. On distingue donc une phase dispersée et une phase Continue. Si la phase continue est une phase grasse, c'est une émulsion eau dans huile (E/H, type inverse). Si la phase continue est constituée d'un liquide polaire associé, c'est une émulsion huile dans eau (H/E, type directe) [25].

En général pour préparer une émulsion, il est nécessaire de disposer d'une phase aqueuse, D'une phase huileuse et d'un tensioactif. Par un apport d'énergie mécanique, la mise en commun des différents composants conduit à la formation d'une dispersion appelée émulsion [25].

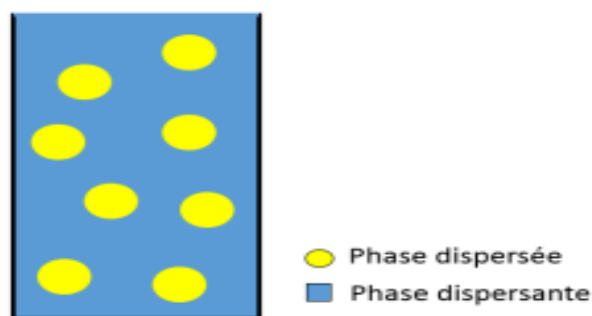


Figure 2.2 : Représentation schématique d'une émulsion.

2.7 Les différents types d'émulsions

2.7.1 Émulsions simples

Les émulsions simples sont subdivisées en deux types :

- Une émulsion huile dans l'eau (H/E) (tableau 2.1), est composée d'une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse. Il s'agit d'une émulsion directe [26].

- Une émulsion eau dans l'huile (E/H) (tableau 2.1), est composée d'une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse. Il s'agit d'une émulsion inverse (indirecte) [26].

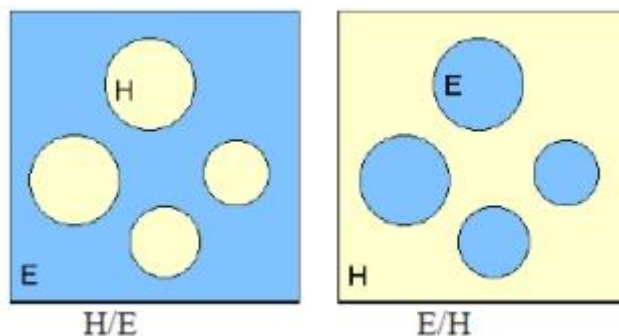


Figure 2.3 : Différents types d'émulsions simple.

Tableau 2.1 : Différents types d'émulsions simple.

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

2.7.2 Émulsions multiples

Contiennent dans la phase dispersée une deuxième phase dispersée. Donc l'émulsion multiple de type eau-dans-huile-dans-eau (E/H/E) est un système dans lequel des gouttelettes d'eau sont dispersées dans des gouttelettes d'huile (émulsion primaire), et l'émulsion primaire est ensuite dispersée dans l'eau, formant une émulsion secondaire. De la même façon, il existe des émulsions de type huile-dans-eau-dans-huile (H/E/H) (Figure 2.4). Le plus grand problème associé à ce type d'émulsions est leur instabilité à cause de la présence de deux types de tensioactifs (hydrophile et hydrophobe). Les molécules de tensioactifs peuvent diffuser et provoquer l'instabilité de l'émulsion [27].

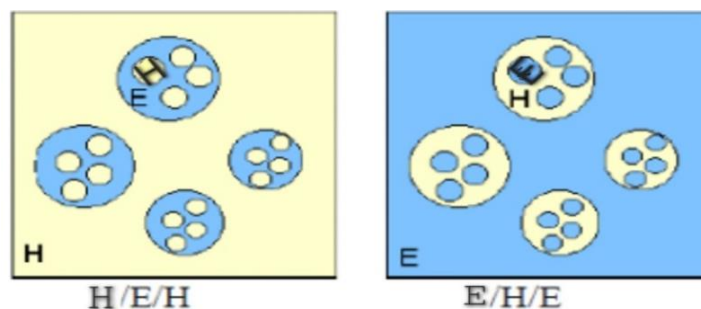


Figure 2.4 : Schémas d'une émulsion multiple.

2.8 Les différents systèmes des émulsions

On distingue trois grandes catégories d'émulsion selon la dimension des gouttelettes présentes dans la phase dispersée [28] :

- **Les macro-émulsions** : Simplement appelées émulsions, sont des systèmes pour lesquels la taille moyenne des gouttes est supérieure au micromètre. Elles sont donc généralement soumises au crémage ou à la sédimentation sous l'effet de la gravité. Ce sont des systèmes thermodynamiquement instables et leur préparation demande un apport énergétique extérieur [29].
- **Les nano/mini émulsion** : Ces deux termes sont utilisés pour nommer des systèmes biphasiques, de tailles de gouttes comprises entre 20 et 200 nm. En raison de la taille des gouttes, les nanoémulsions sont transparentes ou translucides à l'œil et sont stables à la sédimentation ou au crémage. La préparation des nanoémulsions exige soit l'utilisation de méthodes hautement énergétiques. Comme la microfluidisation, ou bien l'utilisation de méthodes non conventionnelles et complexes, mais de faible consommation énergétique, comme l'inversion de phase [30].
- **Les microémulsions** : Ce terme est utilisé aujourd'hui pour désigner un système monophasique dans lequel un tensioactif particulièrement performant rend possible la coexistence, à l'échelle quasi moléculaire, des phases eau et huile. Contrairement aux macro ou nano-émulsions, elles sont thermodynamiquement stables [31].

2.9 Composition d'une émulsion

2.9.1 Phase huileuse

La phase huileuse, appelée également phase grasse, phase lipophile ou phase organique, comporte des huiles, des cires et des graisses (respectivement liquides, solides ou semi-solides à température ambiante) d'origine végétale, animale ou minérale. Des substances synthétiques dérivées ou non de substances naturelles sont aussi utilisées. La phase huileuse d'une émulsion est généralement

composée d'un mélange d'ingrédients. Le tableau 2.2 donne quelques exemples d'ingrédients de la phase huileuse [32].

Tableau 2.2 : Exemples d'ingrédients de la phase lipophile.

ORIGINE	CIRE	GRAISSE	HUILES
Animale	Cire d'abeille Blanc de baleine	Lanoline	Huile d'arachide
Végétale	Cire de Carnauba	Beurre de cacao Beurre de karité	Huile d'arachide, d'olive, d'amande, de soja
Minérale	Paraffine	Vaseline	Vaseline Paraffine
Synthétique	Esters gras	Esters gras	Esters et alcools gras Huile des silicones

2.9.2 Phase aqueuse

La phase aqueuse ou phase hydrophile contient l'eau et divers composants hydrosolubles. Les solutés de la phase aqueuse sont de nature diverse : ions minéraux, acides, bases, vitamines, glucides, protéines, etc.

En fonction du type d'émulsion (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique) des substances peuvent être ajoutées à l'une ou l'autre phase pour conférer au produit diverses propriétés (augmentation de la durée de conservation, modification du goût, de la texture, de l'aspect, maintien de l'humidité, etc...) [10].

2.9.3 Emulsifiants

Les émulsions conventionnelles sont des systèmes thermodynamiquement instables qui se séparent, plus ou moins rapidement, en deux phases. On parle de systèmes hors d'équilibre. En raison de cette instabilité les émulsions industrielles comportent toujours des émulsifiants, ou émulsionnants, formant un film interfacial, ou film mince, ou membrane interfaciale, autour des globules de phase dispersée [33].

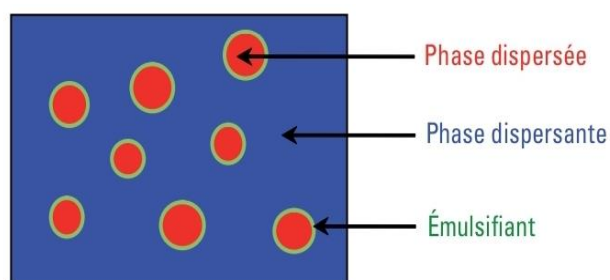


Figure 2.5 : Représentation d'une émulsion avec émulsifiant.

Il s'agit le plus souvent de petites molécules amphiphiles appelées tensioactifs, surfactifs, surfactants ou agents de surface. La schématisation classique des tensioactifs met en évidence un pôle hydrophile et un pôle hydrophobe [33].

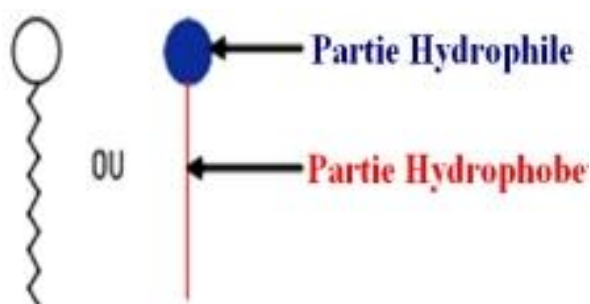


Figure 2.6 : Schéma d'un tensioactif.

Les parties hydrophile et hydrophobe ont de l'affinité respectivement pour la phase hydrophile et Hydrophobe de l'émulsion. C'est cette polarisation Fonctionnelle qui détermine l'organisation des tensioactifs dans l'émulsion. Même si elles sont thermodynamiquement instables, Les émulsions industrielles peuvent donc présenter Une stabilité dans le temps (stabilité cinétique) très importante [33].

2.9.3.1 Définition des Tensioactifs

Les tensioactifs sont des composés qui modifient la tension interfaciale entre deux surfaces. Au niveau chimique, il s'agit de molécules amphiphiles présentant au sein d'une même entité deux parties de polarité différente : l'une à caractère hydrophile, l'autre à caractère hydrophobe. Il existe plusieurs milliers de tensioactifs naturels ou de synthèse disponibles sur le marché et destinés à des usages variés (détergence, émulsification, propriétés moussantes, etc...) [34]. Ils sont ainsi présents dans une quantité importante de produits de notre quotidien produits d'hygiène, cosmétique, pharmaceutique, alimentaire, détergents ou agents de surface [35].

Pour stabiliser une émulsion et inhiber son penchant naturel à la coalescence on emploiera des agents tensioactifs. Ce produit auront la capacité d'abaisser la tension interfaciale en formant un film au niveau des interfacial [36].

2.9.3.2 Classification des tensioactifs

Il existe quatre types de composés tensioactifs, qui sont regroupés selon la nature de la partie hydrophile [27] :

- **Tensioactifs anioniques**

Ils possèdent au moins un groupe fonctionnel s'ionisant en phase aqueuse, pour donner des tensioactifs chargés négativement. La partie libérée, chargée positivement, sera appelée contre ion. On peut les subdiviser en trois groupes principaux : les savons, les composés sulfonés et les composés sulfatés [37].

- **Les tensioactifs cationiques**

Ces composés possèdent un ou plusieurs groupements s'ionisant en solution aqueuse pour donner des ions tensioactifs chargés positivement. Les plus répandus sont les dérivés des amines quaternaires aliphatiques de la forme [38].

- **Les tensioactifs amphotères ou zwitterioniques**

Les tensioactifs zwitterioniques, ou amphotères, possèdent sur la partie hydrophile à la fois une charge positive et une charge négative. Ce type de tensioactifs peut alors aisément devenir cationique ou anionique selon le pH de la solution dans laquelle ils sont solubilisés [39].

- **Tensioactifs non ioniques**

Ces tensioactifs sont caractérisés par une tête hydrophile non chargée (alcool, éther, ester, amide) contenant des hétéroatomes tels que l'azote ou l'oxygène. Les tensioactifs non ioniques sont émulsionnants, solubilisants et mouillants. Ils sont principalement utilisés dans la formulation des émulsions [40].

2.9.4 Notion d'HLB (Balance hydrophile lipophile)

La classification des tensioactifs selon la nature de la tête polaire ne facilite pas leur sélection pour la formulation d'un produit défini. En 1949, W.C. Griffin a défini une classification basée sur l'hydrophilie des agents de surface. La taille et la force des deux groupes opposés sont comptabilisées pour attribuer une valeur de référence généralement comprise entre 0 et 20, connue sous le nom de HLB (Balance hydrophile lipophile). Dans cette échelle, plus le nombre est élevé, plus le composé est hydrophile [35].

L'obtention d'un type d'émulsion dépend du caractère plus ou moins hydrophile/hydrophobe du tensioactif, lui-même relié à sa structure. Afin de quantifier ce caractère, la notion de balance

hydrophile lipophile (HLB) a été introduite par Griffin en 1949 [40].

$$HLB = 20 \times \left(\frac{\text{masse moléculaire de la partie hydrophile}}{\text{masse moléculaire de la molécule}} \right)$$

En 1961, Davies et Rideal proposent une formule empirique permettant de calculer le HLB d'une molécule à partir de la nature chimique des groupements constitutifs, plus adaptée aux tensioactifs ioniques [40].

$$HLB = 7 + \Sigma \text{valeurs associées aux groupes hydrophiles} + \Sigma \text{valeurs associées aux groupes hydrophobes}$$

Elle est souvent utilisée pour classer les tensioactifs neutres [28] :

- Les tensioactifs lipophiles, solubles dans la phase grasse et ayant des valeurs HLB comprise entre 0 et 8.
- Les tensioactifs à polarité intermédiaire HLB est comprise entre 8 et 12.
- Les tensioactifs hydrophiles, de valeur HLB s'échelonnent de 12 à 20.

La connaissance de la HLB d'un tensioactif permet en fait de cibler son utilisation (tableau 2.3) [35].

Tableau 2.3 : Classification des tensioactifs selon les valeurs de HLB.

Propriétés des agents de surface	Valeur HLB
Antimoussants	1.5 – 3
Emulsifiants eau dans l'huile	3 – 6
Mouillants	7 – 9
Emulsifiants huile dans l'eau	8 – 13
Détergents	13-15
Solubilisants	15-18

Dans le cas d'émulsions de type eau dans l'huile, on utilise des tensioactifs de faible HLB ($HLB < 7$). Pour des émulsions de type huile dans l'eau, on choisit des tensioactifs de plus forte HLB ($HLB \geq 8$) [30].

2.10 Stabilité d'une émulsion

Les émulsions sont thermodynamiquement instables à cause de leur décomposition résultant d'une diminution d'énergie libre (égalité des potentiels chimiques entre les deux phases). Sa stabilité revêt plusieurs aspects, physique, chimique et microbiologique [41].

Stabilité chimique : L'émulsion n'inclut aucune réaction chimique des composants de l'émulsion, qui peut modifier la stabilité physique ou perturber les propriétés applicatives (aspect, couleur, odeur, efficacité) [30].

Stabilité microbiologique : L'émulsion ne doit pas être un milieu de culture pour levures, moisissures et germes bactériens [30].

Stabilité physique : Pour être stable physiquement, l'émulsion ne montre pas d'une séparation de phases, qui est provoquée soit par la coalescence, soit par un phénomène de crémage ou de sédimentation [41].

La stabilité physique inclut aussi une invariance de la granulométrie et le comportement rhéologique avec le temps [41]. Les différents types d'instabilité physique sont présentés sur la figure 2.7.

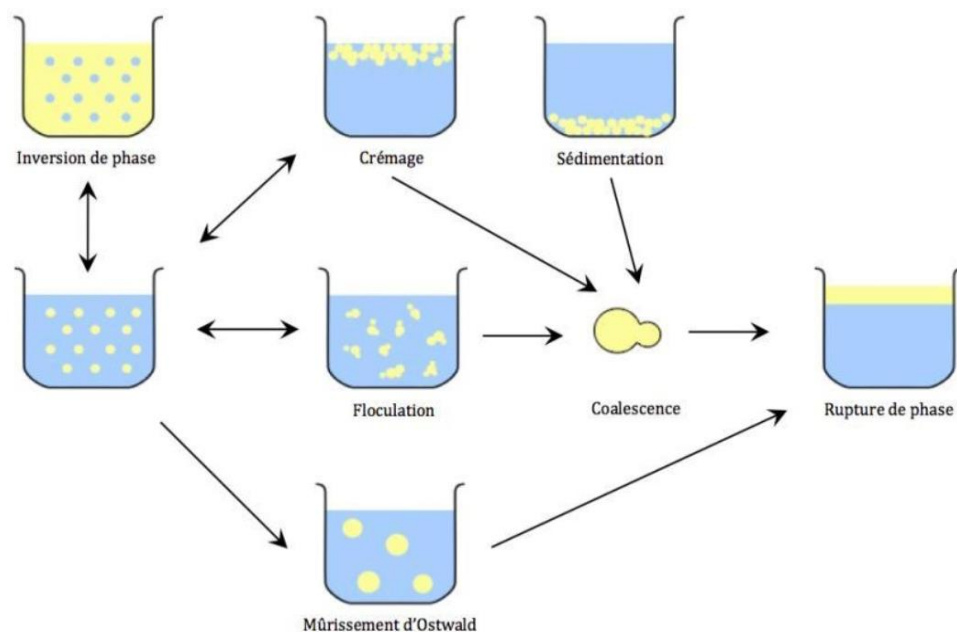


Figure 2.7 : Schéma descriptif des processus d'instabilité d'une l'émulsion.

L'instabilité ou la rupture d'une émulsion peut se produire par différentes étapes fondamentales : Crémage et sédimentation, floculation, coalescence et mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire. On va les décrire dans les sections suivantes [41].

2.10.1 Phénomène de crémage et de sédimentation

Les particules d'une émulsion peuvent, en Fonction de leur densité, se déplacer vers le haut (crémage) ou vers le bas (sédimentation). La vitesse de crémage ou de sédimentation (V), donnée par la loi de Stokes, dépend de la constante gravitationnelle (g), du rayon des globules (r), De la différence de densités entre les phases dispersée (d_1) et dispersante (d_2) et de la viscosité de la phase dispersante (η) :

$$V = 2 \times r^2 \times \left(\frac{d_1 - d_2}{9\eta} \right) \times g$$

Afin de ralentir ces phénomènes, on augmente souvent la viscosité de la préparation en ajoutant un facteur de consistance ou un agent viscosifiant.

L'affinage des préparations, qui permet d'avoir des émulsions très fines, contribue aussi à réduire le phénomène de crémage ou de sédimentation [42].

2.10.2 Phénomène de floculation

Il arrive que les gouttelettes se regroupent pour former des grappes, c'est le phénomène de floculation. La floculation est due à l'adhésivité des gouttelettes, provenant de la compétition entre agitation thermique et forces de Van der Waals [43]. Ce phénomène peut être réversible lorsque l'attraction est peu énergétique ou irréversible lorsqu'elle est très énergétique [30].

2.10.3 Phénomène de coalescence

Au cours de la coalescence, deux gouttelettes se rassemblent pour n'en former qu'une. C'est un phénomène irréversible. La répétition du phénomène de coalescence aboutit à la rupture de phase, au cours de laquelle les deux phases constitutives de l'émulsion se séparent [44].

2.10.4 Mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire

Est un phénomène irréversible de diffusion et de transport de masse de la phase dispersée à travers la phase continue. Les gouttelettes de petite taille migrent vers les gouttelettes de plus grande taille par différence de granulométrie, de potentiel chimique et de surpression interne de Laplace entre les gouttes de la phase dispersée. Ce phénomène est cinétiquement négligeable devant les autres phénomènes et peu observé dans le cas des émulsions H/E. Néanmoins, il est possible de sélectionner une phase dispersée, dont la solubilité est très faible dans la phase continue, pour enrayer ce transfert [45].

2.10.5 Phénomène d'inversion de phase

L'inversion de phase est le processus par lequel une émulsion H/E est convertie en une émulsion E/H ou vice versa. L'inversion de phase est généralement déclenchée par une modification de la composition ou des conditions environnementales d'une émulsion, telles que la fraction de volume de la phase dispersée, le type d'agent type de tensioactif, la concentration de tensioactif, les conditions de solvant, la température ou l'agitation mécanique [46].

Il existe deux types d'inversion de phase ; une inversion de phase « traditionnelle » (réversible) et une inversion de phase « catastrophique » (irréversible). L'inversion de phase a lieu généralement lors de la préparation ou de la conservation du produit. Par exemple, lorsque le taux de gouttelettes de la phase dispersée excède à 75 % (émulsion très concentrée), des inversions de phase « catastrophique » peuvent être observées [41].

2.11 Contrôle d'une émulsion

2.11.1 Examen des Caractères organoleptique

Il s'agit d'une approche de la qualité de l'émulsion qui sera effectuée, même de façon involontaire, lors de sa préparation Comme lors de son utilisation. C'est l'un des tests d'acceptabilité de l'utilisateur. Des caractères organoleptiques anormaux permettront les premiers la détection d'une anomalie.

➤ Caractères visuels

Seront observés la couleur, l'aspect brillant, satiné ou mat, opaque Transparent ou opalescent, la fluidité, la finesse de l'émulsion, l'homogénéité d'aspect, de couleur, la présence de bulles.

➤ Caractères olfactifs

Il faut noter une odeur typique ou anormale ou encore l'absence d'odeur.

➤ Caractères tactiles

L'étalement sur le revers de la main permet de noter un toucher gras ou évanescent, rugueux, souple, glissant, tirant, collant, granuleux ou lisse, un blanchiment, une pénétration rapide ou lente, un pouvoir couvrant élevé ou faible. L'application peut amener une Sensation de fraîcheur ou de chaleur, de douceur ou de sécheresse [47].

2.11.2 Détermination du pH

La mesure du pH est très importante car elle peut influencer à la fois les aspects technologiques et thérapeutiques de la préparation dermique.

En réalité, elle peut affecter la stabilité physique d'une crème ou d'un gel, altérer la performance d'un principe actif, modifier les propriétés rhéologiques ou l'action des conservateurs, et même provoquer des incompatibilités entre les excipients et les substances médicamenteuses.

La détermination du pH doit être effectuée par potentiométrie, conformément aux pharmacopées française et européenne, en utilisant un pH-mètre. Cette procédure s'applique à toutes les préparations à base d'eau, hydrophiles, et dans certains cas, aux préparations à base de lipides.

La mesure peut être réalisée soit directement sur la préparation, soit sur une dilution ou une dispersion, généralement avec un facteur de dilution d'un dixième dans de l'eau distillée bouillie. Cependant, des électrodes adaptées peuvent éliminer la nécessité de cette dilution. En outre, la mesure du pH peut également être effectuée en utilisant des réactifs colorés [10].

2.11.3 Détermination de viscosité

La viscosité des émulsions est principalement assujettie à celle de sa phase externe. Le volume de la phase interne des émulsions a également une très grande importance : si celle-ci est inférieure à 20%, toutes les gouttes sont indépendantes, le rapport volumique est favorable à la formation de l'émulsion dans le sens désiré, dans ce cas la viscosité est faible. Avec une phase interne comprise entre 50% et 70%, les interactions gouttes/ gouttes seront dominantes. Dans le cas extrême où la phase interne dépasse 75%, le rapport volumique est défavorable à la stabilité et les émulsions seront très visqueuses. La viscosité est aussi fonction de la taille moyenne et de la distribution des gouttes, elles-mêmes dépendantes de la formulation et de l'appareillage utilisé. La polydispersité induit une augmentation de la viscosité, les petites gouttes auront tendance à s'insinuer entre les grandes. La rhéologie des émulsions qui traite de l'écoulement, des déformations et plus généralement de la viscosité des matériaux sous l'action de contraintes qui leur sont appliquées, permet une analyse très fine des formulations [28].

2.11.4 Evaluation de la stabilité

Le concept de stabilité dans le domaine des émulsions est une notion toute relative, aussi une émulsion sera-t-elle définie comme stable par une absence de changements visibles de façon macroscopique ou microscopique durant la période d'utilisation. Plusieurs tests permettent de mesurer la stabilité des émulsions. La coalescence des gouttes ou le déphasage pourront être mis en évidence par centrifugation, celle-ci pouvant être à vitesse constante et temps variable ou inversement (10min à 2000, 4000, 6000 tr /min).

Les émulsions peuvent également être analysées en microscope ou en spectroscopie de corrélation de photons afin de mesurer la taille moyenne des globules au cours du temps mais aussi pour

éventuellement repérer les phénomènes de floculation ou de coalescence.

Au microscope optique, la présence de fissures pour les émulsions H/L est un facteur prédictif d'instabilité très net, car ces fissures sont un signe de synérèse. En dernier, les émulsions doivent être soumises à l'influence de la température, en général 35 et 50°C dans une étuve, mais aussi subir des cycles alternant 5°C et 50°C.

Une augmentation de la température tendra à diminuer la viscosité des émulsions et donc à augmenter la sédimentation gravitationnelle [28].

2.11.5 Essais microbiologique

Ils concernent l'étude de l'efficacité de la conservation antimicrobienne ou « challenge test », par un test de contamination artificielle, et le contrôle de la contamination microbienne dite propreté microbiologique, par numération des germes. Le développement galénique doit justifier la concentration utilisée par l'efficacité des conservateurs, dont le maintien à péremption doit être démontré par les essais de stabilité. La propreté microbiologique doit être réalisée en routine ou en périodique, selon le risque de contamination de la préparation [18].

PARTIE

EXPERIMENTALE

CHAPITRE 3 :

MATERIELS ET METHODES

3.1 Objectifs de l'étude

L'objectif principal de cette recherche est la mise en œuvre d'un protocole de préparation de deux émulsions de crèmes hydratantes, l'une de jour et l'autre de nuit, destinées aux peaux normales à sèches.

3.2 Type et cadre de l'étude

Il s'agit d'une étude à caractère essentiellement expérimental, qui a été réalisée dans sa totalité au sein du laboratoire "vague de fraîcheur", spécialisé dans la préparation de crèmes cosmétiques, à Blida. La description de cette unité est présentée en annexe A

3.3 Matériels et équipement

Le tableau 3.1 regroupe l'ensemble du matériel et des produits utilisés lors de la formulation des crèmes.

Tableau 3.1 : Matériel et réactifs utilisés.

Matériels	Réactifs
- bécher - agitateur magnétique chauffant - balance de précision - thermomètre - spatules - bras mixeur	- eau distillée - glycérine - glyceryl stearate SE - acide stéarique - acide palmitique - acide hyaluronique - alcool cétéarylique - gomme xanthane - sodium polyacrylate - huile d'amande douce - huile de jojoba - beurre de karité - extrait d'aloé vera - vitamine E - rétinol - benzyl alcohol, dehydroacetic acide - huile essentielle de tea tree - extrait de camomille

3.3.1 Les équipements

Les équipements utilisés pour la caractérisation physico-chimique des crèmes :

- **pH-mètres** : la mesure de pH des crèmes a été réalisée à l'aide d'un pH-mètre de marque HANNA instruments et de modèle HI 2211.
- **Étuve** : la stabilité physique des crèmes a été évaluée à l'aide d'une étuve de marque memmert.
- **Rhéomètre** : les propriétés rhéologiques des crèmes ont été analysées à l'aide d'un rhéomètre de marque ANTON Paar modulra Compact Rheometer MCR, permettant d'évaluer la viscosité et le comportement d'écoulement des formulations.

3.4 Formulation d'une crème

3.4.1 Crème de jour

3.4.1.1 Type d'émulsion

Dans cette formulation le type d'émulsion utilisé est une émulsion huile dans l'eau (H/E). Ce système consiste à disperser des gouttelettes d'huile dans une phase continue aqueuse. Ce choix permet d'obtenir une texture légère, une bonne absorption cutanée. Caractéristique sont généralement recherchées dans les crèmes de jour.

3.4.1.2 Préparation de la crème

Le tableau 3.2 [48], présente les quantités précises des différents ingrédients utilisés dans la formulation de la crème de jour. Les proportions ont été établies en tenant compte des propriétés physico-chimiques de chaque composant, ainsi que de leur rôle fonctionnel dans l'émulsion, afin de garantir la stabilité, l'efficacité et la sécurité du produit.

Tableau 3.2 : Les quantités des produits de crème de jour [48].

Phases	INCI (Nomenclature International des Ingrédients Cosmétiques)	% en poids	Fonction
Phase huileuse	Huile d'amande douce	10	Nourrissante
	Beurre de karité	5	Protection naturel
Phase aqueuse	Eau distillée	65,55	Hydratation
	Glycérine	5	Humectant
Emulsifiants	Glyceryl stearate SE	4	Auto-émulsifiant anionique
	Acide stéarique et acide palmitique	5	Emulsifiant naturel
	Sodium polyacrylate	0,3	Consistance
	Gomme xanthane	0,1	Consistance
Actifs et conservateur	Acide hyaluronique	0,5	Hydratant et repulpant
	Vitamine E	0,5	Antioxydant
	Extrait d'aloe vera	3	Apaisant
	Benzoyl alcohol, dehydroacetic acide	1	Conservateur
	Huile essentielle de tea tree	0,05	Parfumé

Mode opératoire

1- Préparation des phases :

Les deux phases sont préparées séparément afin de respecter la polarité des composants et de favoriser leur solubilisation respective.

- La phase huileuse est composée de substances lipophiles telles que l'huile d'amande douce, le beurre de karité, le glyceryle stearate SE, l'acide stéarique et l'acide palmitique.
- La phase aqueuse regroupe les composants hydrophiles, notamment l'eau distillée, la glycérine, le sodium polyacrylate et la gomme xanthane.

2- Chauffage des phases :

Les deux phases ont été chauffées séparément à une température d'environ 75 °C à l'aide d'agitateurs magnétiques chauffants réglés à une vitesse d'environ 200 rpm pendant 20 minutes. Ce chauffage permet un transfert thermique homogène, favorise la fusion complète des composants, la solubilisation des constituants de chaque phase et les conditions nécessaires à une bonne émulsification ;

3- Émulsification :

Une fois que les deux phases ont atteint à la même température, la phase aqueuse a été introduite lentement dans la phase huileuse, sous agitation à l'aide d'un bras mixeur pendant 5 à 10 minutes, ce qui conduit à la formation d'une émulsion homogène.

4- Refroidissement :

Le mélange a été refroidi progressivement sous agitation douce. Lorsque la température est descendue entre 30 et 35 °C, les actifs tels que l'extrait d'aloé vera, la vitamine E, ainsi que le conservateur, ont été ajoutés sous agitation, cette étape permet de garantir leur bonne répartition sans déstabiliser l'émulsion.

5- Conditionnement :

La crème obtenue a été conditionnée dans des contenants secs et hermétiquement fermés, puis stockée à l'abri de la lumière, de l'humidité et des variations thermiques. Cette étape suit les bonnes pratiques de formulation et permet de préserver l'intégrité physico-chimique et microbiologique du produit.

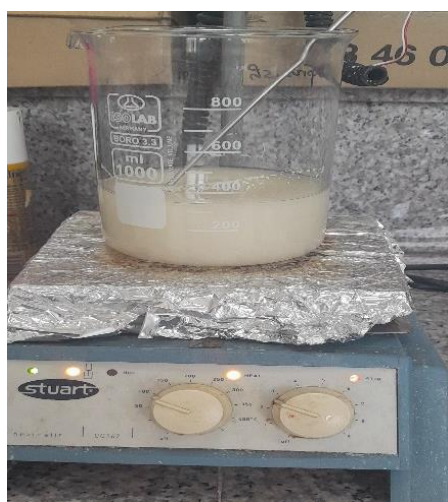


Figure 3.1 : Le mélange de deux phases.

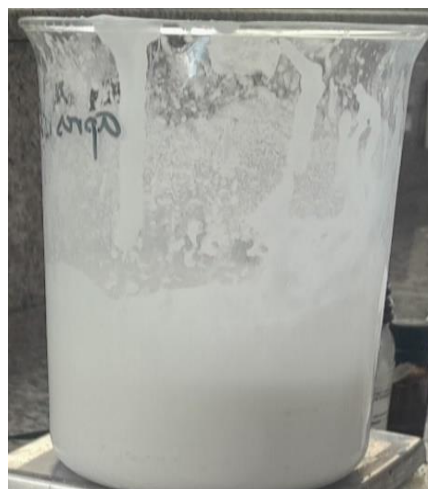


Figure 3.2 : La crème de jour.

3.4.2 Crème de nuit

3.4.2.1 Type d'émulsion

La crème de nuit a été formulée sous forme d'une émulsion eau dans l'huile (E/H), dans laquelle la phase aqueuse est dispersée sous forme de fines gouttelettes au sein d'une phase huileuse continue. Ce choix permet d'obtenir une texture plus riche et protectrice, convenant aux besoins de régénération cutanée durant la nuit, tout en favorisant une hydratation prolongée.

3.4.2.2 Préparation de la crème

Les composants de la crème de nuit ont été soigneusement sélectionnés et dosés pour répondre aux exigences d'un soin nocturne [49], en mettant l'accent sur la nutrition et d'hydratation. Le tableau 3.3 [50] détaille les quantités précises de chaque ingrédient utilisé. Les proportions ont été établies en fonction de leur compatibilité entre eux, ainsi que de leur stabilité au sein de l'émulsion, l'efficacité et la sécurité du produit.

Tableau 3.3 : Les quantités des produits de crème de nuit [50].

Phases	INCI (Nomenclature Internationale des Ingrédients Cosmétiques)	% en poids	Fonction
Phase huileuse	Huile de jojoba	5	Hydratante
	Beurre de karité	10	Nourrissante
Phase aqueuse	Eau distillée	63,35	Hydratation
	Glycérine	5	Humectant
Emulsifiants	Glyceryl stearate SE	4	Auto-émulsifiant anioniques
	Acide stéarique et acide palmitique	3	Emulsifiant naturel
	Alcool cétéarylique	2	Consistance
	Sodium polyacrylate	0,3	Consistance
	Gomme Xanthane	0,3	Consistance
Actifs et conservateurs	Acide hyaluronique	1	Hydratant et repulpant
	Vitamine E	0,5	Antioxydant

	Extrait d'aloë vera	3	Apaisant
	Extrait de camomille	1	Apaisant
	Retinol	0,5	Anti âge
	Benzoyl alcohol, dehydroacetic acide	1	Conservateur
	Huile essentielle de tea tree	0,05	Parfumé

Mode opératoire

1- Préparation des phases :

Les deux phases sont préparées séparément afin de respecter la polarité des composants et de favoriser leur solubilisation respective.

- La phase huileuse est composée de l'huile de jojoba, du beurre de karité, du glyceryle stearate SE, de l'acide stéarique, de l'acide palmitique, et de l'alcool cétéarylique.
- La phase aqueuse contient l'eau distillée, la glycérine, le sodium polyacrylate et la gomme xanthane.

2- Chauffage des phases :

Chacune des deux phases a été chauffée séparément à une température d'environ 75 °C, à l'aide d'un agitateur magnétique chauffant réglé à vitesse d'environ 200 rpm pendant 20 minutes.

Ce chauffage a permis d'assurer la fusion complète et la solubilisation des constituants de chaque phase, tout en garantissant une homogénéisation thermique. Cette étape constitue une condition essentielle pour optimiser l'efficacité de l'émulsification ;

3- Émulsification :

Une fois que les deux phases ont atteint la même température, verser progressivement la phase aqueuse dans la phase huileuse, sous agitation mécanique à l'aide d'un bras mixeur pendant 5 à 10 minutes, ce qui a permis la formation d'une émulsion homogène ;

4- Refroidissement :

Le mélange a été laissé à refroidir lentement sous agitation douce. Afin de favoriser la stabilisation de l'émulsion. Lorsque la température a atteint entre 30 et 35 °C, les actifs et le conservateur ont été ajoutés, suivis d'un mélange permettant d'assurer leur répartition homogène ;

5- Conditionnement :

La crème obtenue a été conditionnée dans des contenants propres, secs et hermétiquement fermés. Elle a été conservée à l'abri de la lumière, de l'humidité et de la chaleur, conformément aux bonnes pratiques de stockage des émulsions cosmétiques.



Figure 3.3 : La crème de nuit.

3.4.3 Description du procédé de préparation des crèmes

Le diagramme 3.4 illustre de manière synthétique les étapes principales du procédé de fabrication suivi pour les deux types de crèmes : crème de jour et crème de nuit.

Ce diagramme récapitulatif permet de visualiser clairement la méthode suivie en laboratoire et de mieux comprendre déroulement du processus opératoire.

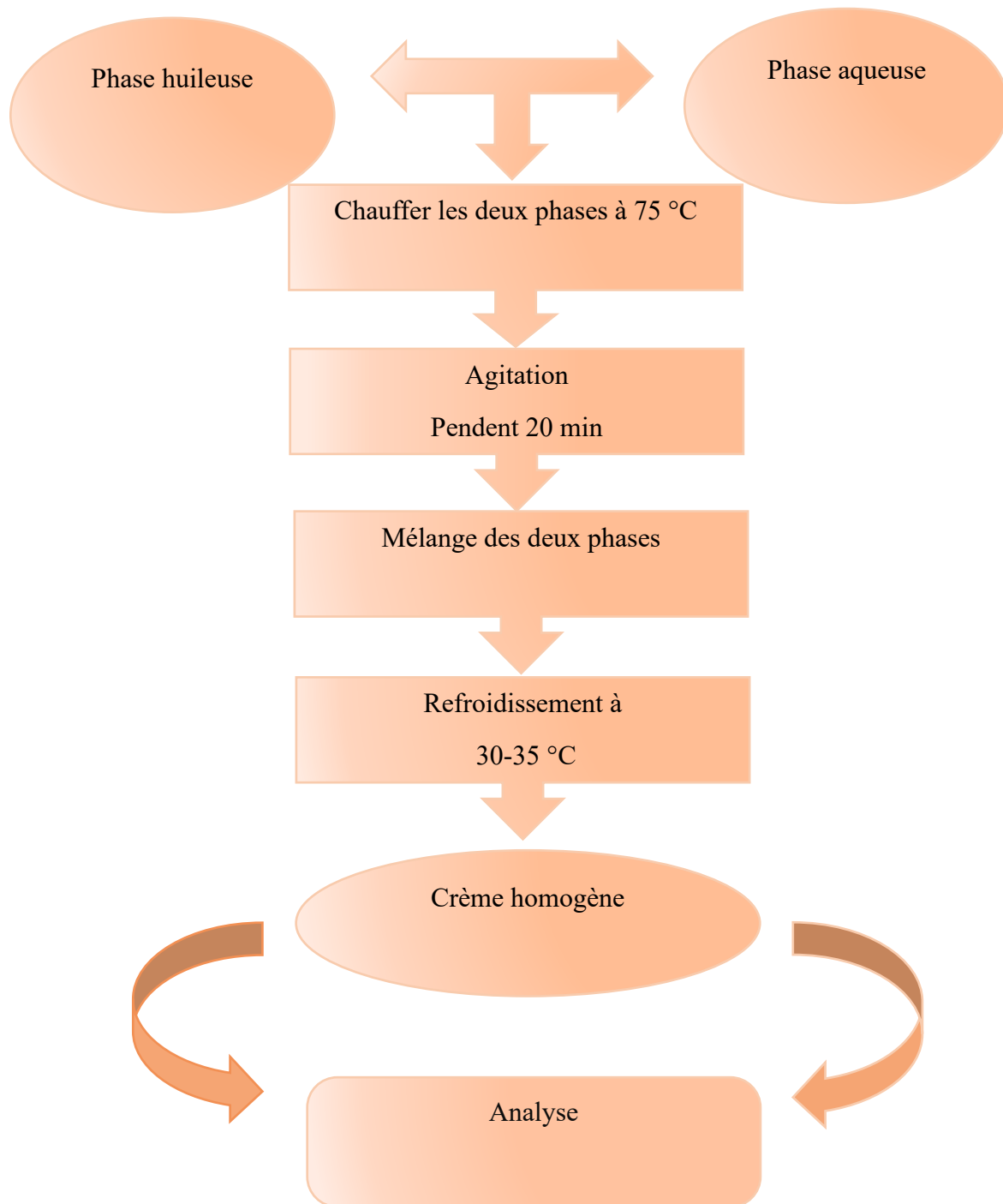


Figure 3.4 : Procédé de la préparation de crème.

3.5 Contrôle de qualité :

3.5.1 Examen sensorielles :

Les caractéristiques sensorielles des crèmes (aspect, couleur, texture et ressenti sur la peau) ont été évaluées par inspection visuelle et application cutanée directe.

3.5.2 Les analyses physico-chimiques :

3.5.2.1 Mesure du pH

Le pH a été mesuré après homogénéisation de l'échantillon de crème, puis un volume suffisant est prélevé dans un récipient de mesure afin d'être testé grâce à une électrode. Après vérification que le pH-mètre est stable au bout d'une minute, on reporte la valeur de pH qui s'affiche sur l'écran de l'appareil.



Figure 3.5 : pH-mètre.

3.5.2.2 Test de stabilité

Les tests de stabilité, en particulier ceux réalisés dans des conditions accélérées, sont essentiels pour évaluer la stabilité physique et chimique des formulations cosmétiques. Ils permettent de prédire le comportement du produit au cours du temps, de garantir sa qualité, son efficacité et sa sécurité tout au long de sa durée de vie et déterminer les conditions optimales de stockage.

Dans notre étude, nous avons soumis les crèmes à une température constante de 50°C dans une étuve pendant une période d'un mois. Cette méthode vise à simuler une accélération du vieillissement du produit afin de détecter d'éventuelles instabilités. Une surveillance régulière a été effectuée, notamment par observation visuelle pour repérer tout changement d'aspect, de couleur d'odeur ou de déphasage, pouvant indiquer une dégradation du produit.



Figure 3.6 : Étuve.

3.5.2.3 Test rhéologique

Il s'agit de mesurer la viscosité des crèmes prélevés. Cette analyse a été réalisée à l'aide du rhéomètre Anton paar modular Compact Rheometer MCR 302, en mode continu, en utilisant la géométrie plan-plan (PP25/PE-SN35865). L'avantage de cette géométrie, est qu'elle assure un gradient de vitesse de cisaillement variable selon le rayon. Le dispositif est doté d'un logiciel de pilotage, d'acquisition et de traitement des données, RHEOPLUS32 V3.62. L'analyse a été effectuée à $T = 20\text{ °C}$, dans la plage de cisaillement : $[10^{-3} - 10^3\text{ s}^{-1}]$ et $d = 0,5\text{ mm}$ (distance entre le sommet du cône mobile et le plan fixe).



Figure 3.7 : Rhéomètre.

3.5.3 Contrôle microbiologique

Le contrôle microorganismes vise à vérifier la qualité sanitaire des crèmes, en recherchant principalement :

- Les levures et moisissures.
- Les germes aérobies mésophiles totaux (germes totaux).

- **Recherche des levures et moisissure**

Le test a été mené dans des conditions d'asepsie. Dans un flacon stérilisé on pèse 5 g de crème (de jour et de nuit) ont été prélevés, puis dilués avec un diluant jusqu'à un volume de 50 ml. Le mélange est homogénéisé, puis laissée au repos pendant 15 min afin de neutraliser l'action éventuelle des conservateurs. Par la suite, 20 gouttes de la solution préparée sont prélevés et introduits dans une boîte de pétri stérile auxquelles on ajoute 20 ml du milieu de culture sabouraud (S). Cette dernière est incubée en premier, après solidification on la met dans l'étuve à 25 °C pendant 5 jours.

Méthode de lecture

Les colonies sont comptées à l'aide d'un compteur de colonies. Le nombre de colonies par millilitre est égal au nombre de colonies comptées multipliées par le facteur de dilution correspondant. Le nombre de germes doit être inférieur à 100 germes/ ml ou germes/ g.

- **Recherche des germes aérobies mésophiles totaux (germes totaux)**

Le même protocole de dilution a été suivi. 20 gouttes de la solution diluée ont étéensemencées sur un milieu plat count agar (PAC), puis incubées à 30 °C pendant 3 jours.

Méthode de lecture

Le nombre de colonies se calcule comme précédemment et le nombre de germes doit être inférieur à 1000 germes/ ml ou germes/ g, selon la réglementation en vigueur.

CHAPITRE 4 :

RESULTATS ET DISCUSSION

4 Résultats et discussion

Après la formulation des deux crèmes selon la composition détaillée au chapitre précédent, plusieurs contrôles ont été réalisés afin d'évaluer leur qualité. Ces évaluations incluent des tests sensoriels, physico-chimiques et microbiologiques.

4.1 Examen sensorielles

Les résultats de l'analyse sensorielle de deux crèmes formulées sont présentés dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Les caractéristiques sensorielles des crèmes.

Paramètre à contrôler	Crème de jour	Crème de nuit
Aspect	Homogène	Homogène
Odeur	Herbacée agréable	Herbacée agréable
Couleur	Blanche	Blanche
Texture	Lisse	Lisse
Pénétration	Humide, s'étale facilement absorbée par la peau.	Humide, s'étale facilement absorbée par la peau.
Application sur la peau	Une texture moyenne épaisse avec une bonne sensation d'hydratation.	Une texture plus riche avec une bonne sensation d'hydratation.

Les résultats de l'évaluation sensorielle sont conformes aux objectifs des deux crèmes, spécifiquement conçues pour peaux normales à sèches.

La crème de jour se caractérise par une texture moyennement épaisse et facile à étaler avec une absorption rapide sans laisser de film gras. La sensation immédiate de fraîcheur répond parfaitement aux besoins de la peau durant la journée. La crème de nuit, présente une texture plus riche destinée à nourrir, protéger et assurer une hydratation prolongée. Elle crée une barrière protectrice qui favorise le renouvellement cellulaire pendant le sommeil.

4.2 Les analyses physico-chimiques

4.2.1 Mesure du pH

La mesure du pH a été réalisée afin de vérifier la compatibilité des crèmes avec le pH physiologique de la peau.

Tableau 4.2 : Valeurs de pH des crèmes.

Produit	Valeur de pH
Crème de jour	5,24
Crème de nuit	5,21

Les deux crèmes présentent un pH légèrement acide compris entre 5,21 et 5,24, ce qui correspond au pH physiologique de la peau (entre 4 et 6) [51]. Cette plage de pH est optimale pour maintenir l'intégrité de la barrière cutanée et préserver le film hydrolipidique naturel de la peau.

Ces résultats confirment que les deux formulations sont adaptées à usage cutané régulier et ne présentent aucun risque d'irritation.

4.2.2 Test de stabilité

Le test de stabilité a été réalisé afin d'évaluer la résistance des crèmes aux conditions stockage accéléré.

Tableau 4.3 : Évolution de l'aspect, de la couleur et de l'odeur des crèmes.

Produits	Temps (jours)	Aspect	Couleur	Odeur
Crème de jour	0	Stable	Stable	Stable
	7	Stable	Stable	Stable
	14	Stable	Stable	Stable
	21	Stable	Stable	Stable
	30	Stable	Stable	Stable
Crème de nuit	0	Stable	Stable	Stable
	7	Stable	Stable	Stable
	14	Stable	Stable	Stable
	21	Stable	Stable	Stable
	30	Stable	Stable	Stable

Les résultats de test de stabilité indiquent que les deux formulations présentent une bonne stabilité physique sur une période de 30 jours à 50°C :

Aucun changement n'a été observé au niveau de l'aspect, de la couleur ou de l'odeur tout au long de la période de test ce qui montre un bon comportement des émulsions sous effet thermique. L'absence de séparation de phase confirme que les crèmes résistent bien aux conditions de vieillissement accéléré, ce qui est un bon indicateur de durabilité lors du stockage à température ambiante.

Cette stabilité est attribuée à un bon équilibre entre les phases aqueuse et huileuse, assuré notamment par un bon choix des tensioactifs (selon leur HLB) et le contrôle des conditions de préparation (vitesse d'agitation, température, émulsification) ce qui montre que les formulations sont bien équilibrées.

En conséquence, les deux crèmes peuvent être considérées comme stables dans des conditions normales de conservation.

4.2.3 Test rhéologique :

L'étude du comportement rhéologique des émulsions cosmétique constitue une étape essentielle pour évaluer leur stabilité, leur facilité d'application et leur confort d'utilisation. Les courbes d'écoulement obtenues à 20 °C pour les crèmes de jour et de nuit permettent de caractériser leur viscosité en fonction du taux de cisaillement variant de [0,001 à 1000 s⁻¹].

➤ Crème de jour

La courbe d'écoulement de la crème de jour révèle un comportement pseudoplastique. Elle présente une consistance suffisamment épaisse au repos, garantissant sa stabilité dans l'emballage, tout en devenant plus fluide sous l'effet du massage. L'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement révèle trois zones distinctes :

- Zone de structuration : on remarque par des valeurs élevées de viscosité à très faible cisaillement.
- Zone de rhéofluidification : la viscosité diminue rapidement avec l'augmentation du cisaillement.
- Zone de quasi-plateau : la viscosité décroît plus lentement et tend vers une stabilisé à la vitesse de cisaillement est très élevée.

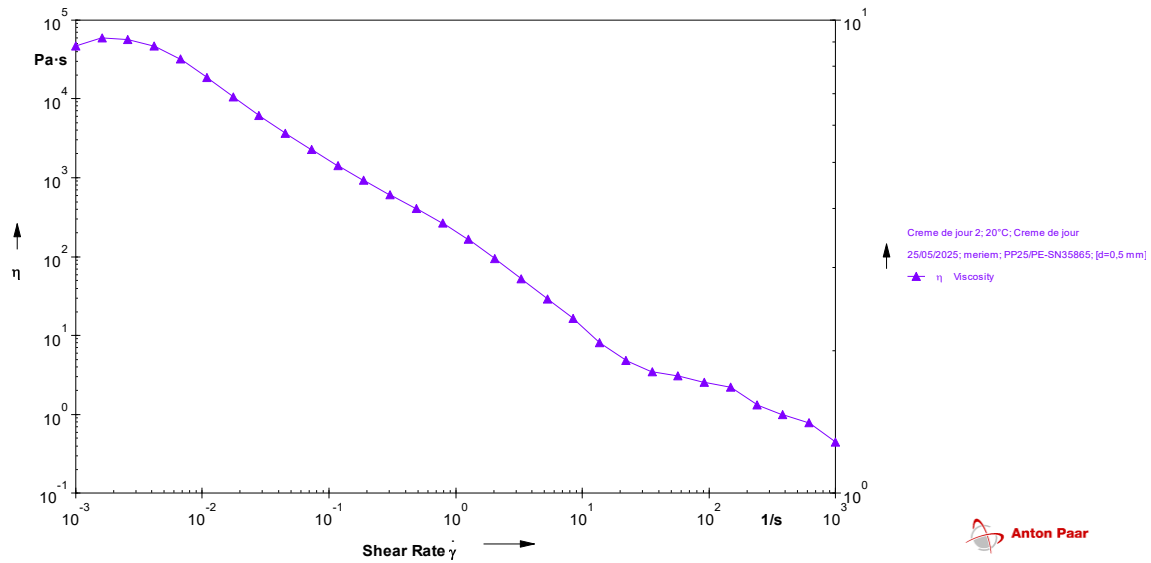


Figure 4.1 : Courbe d'écoulement de crème de jour.

Ce profil indique que la crème est suffisamment épaisse au repos, garantissant de stabilité dans l'emballage, tout en devenant facile l'étalement rapide et l'absorption.

➤ La crème de nuit

La courbe d'écoulement de la crème de nuit montre également un comportement pseudoplastique, mais avec une viscosité initiale plus élevée. Cette viscosité diminue de manière plus marquée sous l'effet de cisaillement.

L'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement révèle trois zones :

- Zone de structuration : on remarque par des valeurs élevées de viscosité à très faible cisaillement.
- Zone de rhéofluidifiante : la viscosité diminue avec l'augmentation du cisaillement.
- Zone de quasi-plateau : la viscosité diminue fortement à haut cisaillement, reste légèrement supérieure à celle de la crème de jour, ce qui suggère une meilleure cohésion résiduelle après étalement.

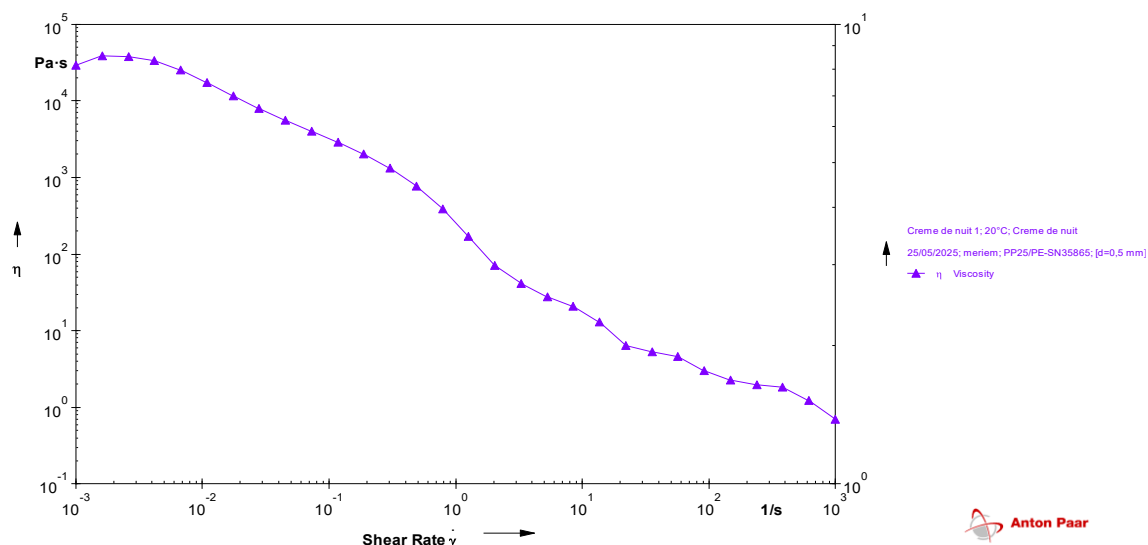


Figure 4.2 : Courbe d'écoulement de crème de nuit.

Les deux crèmes présentent un comportement pseudoplastique adapté à leur usage cosmétique respectif. La crème de jour, plus fluide à l'application favorise une utilisation rapide tandis que la crème de nuit, plus consistante offre une action nourrissante prolongée. Ces résultats confirment la pertinence des formulations choisies de rhéologique et fonctionnel.

4.3 Contrôle microbiologique

L'analyse microbiologique a été réalisée pour vérifier la sécurité microbiologique des deux crèmes formulées, conformément aux exigences réglementaires.

Tableau 4.4 : Résultats du contrôle microbiologique.

Micro-organismes recherchés	Norme	Crème de jour	Crème de nuit
Levures et moisissure (25 °C)	< 100 UFC/ml ou /g	Absence	Absence
Germes aérobies mésophiles totaux (30 °C)	< 1000 UFC/ml ou/g	Absence	Absence

Les résultats montrent une absence totale de contamination microbienne dans les deux crèmes, aussi bien pour les levures et moisissures et les germes aérobies mésophiles totaux. Ces résultats sont conformes aux exigences de l'arrêté interministériel du 21 Safar 1441 correspondant au 21

octobre 2019 [52], fixant les critères microbiologiques des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle en Algérie.

L'absence de micro-organismes indique :

- Le respect des conditions d'hygiène durant la fabrication ;
- Le choix approprié des agents conservateurs ;
- Un conditionnement adéquat limitant toute contamination extérieure.

Ces résultats permettent donc de conclure que les deux crèmes sont microbiologiquement sûres et adaptées à l'usage cutané, conformément à la réglementation en vigueur [52].



Figure 4.3 : Résultat de recherche des levures et moisissure.



Figure 4.4 : Résultat de recherche des germes aérobies mésophiles totaux.

4.4 Conclusion

Les résultats des différents contrôles sensorielles, physico-chimiques et microbiologiques. Ont montré que les deux crèmes formulées présentent des caractéristiques conformes aux normes de qualité et de sécurité en vigueur. Les paramètres analysés se situent dans les limites acceptées par les standards cosmétiques, garantissant ainsi la stabilité, l'innocuité et l'efficacité des produits.

Ces résultats confirment que les deux formulations sont adaptées à un usage cosmétique.

CONCLUSION

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était de formuler des crèmes hydratantes de jour et de nuit destinées aux peaux normales à sèches, sous forme d'émulsions combinant une phase huileuse et une phase aqueuse, stabilisées par des émulsifiants appropriés assurant à la fois la stabilité et l'efficacité du produit. Ces deux formulations ont été conçues pour répondre aux besoins spécifiques de ces types de peau.

Les produits ont été obtenus à l'issue d'un protocole expérimental rigoureux, dans lequel les paramètres critiques tels que la température, la vitesse d'agitation ont été contrôlés, garantissant leur stabilité et leur qualité. Les résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques ont montré que l'ensemble des paramètres évalués se situaient dans des normes acceptables. Parmi les essais réalisés, le test de stabilité a confirmé l'absence de séparation de phases, ainsi qu'aucun changement notable de couleur ou d'aspect. Par ailleurs, la mesure du pH a montré une bonne compatibilité avec la peau, sans risque de perte d'efficacité ni d'irritation cutanée.

Une analyse rhéologique a également été réalisée afin d'évaluer le comportement mécanique des crèmes sous différentes ont mis en évidence une texture adaptée à l'application cutanée, avec un comportement pseudoplastique typique des émulsions, garantissant une bonne étalabilité et une sensation agréable lors de l'usage.

En conclusion, cette étude constitue une étape réussie dans le développement de produits de soins efficaces et sûrs, répondant aux attentes des consommateurs aux peaux normales à sèches. Elle ouvre également des perspectives encourageantes pour l'optimisation des formulations futures.

Les deux formules développées pourraient être améliorées à la lumière des résultats des tests réalisés, notamment pour optimiser leur stabilité, leur texture et leur efficacité. Ensuite, il serait utile d'adapter ces crèmes à différents types de peaux, comme les peaux grasses, sensibles ou mixte, afin de répondre à un plus large éventail de besoins. L'exploration de nouveaux ingrédients naturels, connus pour leur bonne tolérance cutanée et leur efficacité, pourrait également enrichir les formules. Enfin, une étude approfondie sur la mise à l'échelle du procédé, en tenant compte des paramètres critiques identifiés en laboratoire, permettrait d'évaluer la faisabilité d'une production semi-industrielle, tout en garantissant la qualité et la stabilité des produits.

**LES REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] Plainfossé, H. Recherche et développement d'ingrédients cosmétiques innovants favorisant la réparation cutanée à partir de matières premières naturelles d'origine méditerranéenne. Thèse de doctorat, institut de chimie de Nice, Université Côte d'Azur. 2019.
- [2] Méliopoulos, A., Levacher, C. (2^e éd). La peau : structure et physiologie. Paris, éditions Tec & doc. 2012.
- [3] Desplan, D. Caractérisation rhéologique multi-échelle des émulsions cosmétiques pour leur stabilité et leur conservation. Thèse de doctorat en chimie, Université de Cergy- Pontoise, École doctorat science et ingénierie. 2018.
- [4] Brahim, F. Formulation d'une crème à usage médicinal à base de la bave d'escargot, mémoire de magister en génie des procédés option génie des procédés pharmaceutique, Faculté des sciences et de technologie, Université de Médéa. 2010.
- [5] Lefrançois, M. Le développement d'un produit dermo-cosmétique destiné au jeune enfant : enjeux industriels et officinaux. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie, Université de Rouen UFR de médecine et de pharmacie. 2015.
- [6] Belkacem, K. Les risques sanitaires des cosmétiques chez la femme enceinte, allaitante et le jeune enfant : influence sur la pratique officinale. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie, Université de Lille. 2021.
- [7] Thomas, M. Peau sèche et vieillissement cutané : clinique, facteurs aggravants et réponses cosmétiques. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie. Université de Lorraine. 2020.
- [8] Mathieu, M. Influence des cosmétiques sur la qualité de vie : pertinence de l'association CEW. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie, Université de Nantes. 2007.
- [9] Meynadier, M. Peau et soins dermatologiques : conseils et prise en charge à l'officine. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie de Marseille, Université Aix Marseille. 2019.
- [10] Derras, M-I., Bechlaghem, M. Essais de mise au point de formulation d'une crème cosmétique hydratante anti âge. Mémoire de doctorat en pharmacie, département de pharmacie, Université de Abou Bekr Belkaïd. Tlemcen. 2017.
- [11] Georgel, A. Pénétration transcutanée des substances actives : application en dermocosmétologie. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie, Université Henri Poincaré, Nancy1. 2008.
- [12] Martini, M-C. Introduction à la dermopharmacie et à la cosmétologie. Cachan, France : Ed. Médicales internationales : Lavoisier pp 500 ; 2011.

- [13] Masson, F. Acide hyaluronique et hydratation cutanée. Annales de Dermatologie et de Vénéréologie, 137(suppl), pp. S23-S25, 2010.
- [14] Mohiuddin, A. K. Skin Care Creams : formulation and Use. OSP J Clin trials1 : JTS-1-103, p 1-22. 2019.
- [15] Décret exécutif n°97-37 du 5 Ramadhan 1417 correspondant au 14janvier 1997 du journal officiel de la république algérienne, page13.
- [16] Benatallah, A., Madoun, A. Les allergies cutanées des produits cosmétiques. Thèse de doctorat en pharmacie, faculté de médecine, Université de Saad Dahlab Blida 1. 2023.
- [17] Journal Officiel de la république algérienne n° 26 du 6 joummada el oula 1431 au 21Avril 2010, Annexe 1, p 7-8.
- [18] Benhenni, R., Mokhtari, F. Place des plantes en dermocosmétique. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de médecine, Université Saad Dahlab Blida 1. 2021.
- [19] Kerdudo, A. Optimisation de la conservation des cosmétiques : impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation. Thèse de doctorat en sciences, Université Nice Sophia-Antipolis-UFR sciences. 2014.
- [20] Baghli, I., Elachachi, I. Etude de la libération in vitro d'un crème cosmétique. Mémoire de docteur en pharmacie, Faculté de médecine, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen. 2022.
- [21] Pott, T. "Moisturizers"(hydratants) & Cosmétique entre mythe, réalité et controverse. Le midifabs, Vol 5, pp 21-43, 2006.
- [22] Rambaud, L. Cosmétiques fait maison : conseils et analyses du pharmacien. Thèse de doctorat en pharmacie, faculté de pharmacie, Université Clermont Auvergne. 2023.
- [23] Galizra, I. Formulation d'une crème hydratante à base de chitosane et étude de stabilité. Université Saad Dahlab, Blida 1. 2013.
- [24] Fowler, J. Understanding the role of natural moisturizing factor in skin hydration. Pract. Dermatol, 9, pp36-40. 2012.
- [25] Solano, O. A. A. Emulsions inverses très concentrées influence du procédé et de la formulation sur leurs propriétés rhéologiques. Thèse de doctorat en génie des procédés, Institut National Polytechnique de Lorraine. 2006.
- [26] Bergane, C. Stabilisation et rhéologie des émulsions inverses Eau/Huile avec application aux boues de forage. Thèse de doctorat, Faculté de Architecture et Génie Civil, Département de

Hydraulique, Université Mohamed Boudiaf des Sciences et de la Technologie-Mohamed Boudiaf d'Oran.2020.

[27] Frelichowska, J. Émulsions stabilisées par des particules solides : études physico-chimiques et Evaluation pour l'application cutanée. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard – Lyon I, école de doctorale de chimie. 2009.

[28] Sadou, F-Z., Hemoudi, N., Rabhi, N., Kecili, F. Formulation d'une crème anti-brûlure à base de plante carthamus caeruleus L. Mémoire de fin d'études, Docteur en Pharmacie, Faculté de médecine, Université de Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou. 2020.

[29] Protat, M. Formation d'émulsions multiples stimulables en une seule étape d'émulsification : effet du sel et évolution vers des architectures biocompatibles. Thèse de doctorat en physico-chimie des polymères, Université Pierre et Marie Curie. 2016.

[30] Pierat, N. Préparations d'émulsions par inversion de phases induite par agitation. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie, Université Henri Poincaré-Nancy 1. 2010.

[31] Gonzalez, M. R. Inversion de phase d'émulsions induite par agitation. Thèse de doctorat en génie des procédés et des produits, Institut National Polytechnique de Lorraine. 2007.

[32] Benderrag, A. Contribution à l'étude de la stabilité des émulsions de bitume et extraction par membrane liquide émulsionnée. Thèse de doctorat, Faculté de chimie, département de génie de matériaux, Université Mohamed Boudiaf des Sciences et de la Technologie-Mohamed Boudiaf d'Oran. 2016/2017.

[33] Doumeix, O. Opérations unitaires en génie biologique. Tome 1: Les émulsions. Collection Biologie Technique. 2011.

[34] Bonnet, M. Libération contrôlée du magnésium par des émulsions doubles : impact des paramètres de formulation. Thèse de doctorat en physico-chimie de la matière condensée, Université Bordeaux1. 2008.

[35] Legrand, J. Emulsions alimentaires et foisonnement. Paris : Hermes science publications-Lavoisier. 2013.

[36] Olivieri, A. Formulations innovantes en cosmétologie : bigel, émulsion de Pickering, émulsion très concentrée. Thèse de doctorat en pharmacie, Faculté de pharmacie, Aix Marseille Université. 2023.

[37] Haine, N. Contribution à l'étude des propriétés diélectriques en hyperfréquence des émulsions entretenues mécaniquement. Thèse de Doctorat d'État en Physique, spécialité Physique des

Matériaux, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB) – Alger. 2003.

[38] Rondel, C. Synthèses et propriétés de mélanges de nouvelles molécules polyfonctionnelles. Thèse de Doctorat en Sciences des Agroressources, Institut National Polytechnique de Toulouse, Université de Toulouse. 2009.

[39] Mameri, Y. Phototransformation de tensioactif anionique induite par un oxyhydroxyde de fer (III) (goethite) en solution aqueuse. Mémoire de Magister en Chimie, option Chimie Analytique et Physique, Université Mentouri-Constantine. 2010.

[40] Lemery, E. Structure et physicochimie des tensioactifs, leurs impacts sur la toxicité cutanée et la fonction barrière. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard Lyon 1, École Doctorale Interdisciplinaire Sciences-Santé. 2015.

[41] Chadli, S. Caractérisation rhéologique et stabilité d'émulsion d'huile de fruit de pistacia lentiscus stabilisée par l'émulsifiant Tween 60. Thèse de Doctorat en Sciences, Génie des Procédés, Université Dr Yahia Farès – Médéa. 2019.

[42] Toé, S. L. N. T. M. Essais de mises au point de formulation de crèmes et laits corporels à base du beurre de karité du Burkina Faso. Thèse de Doctorat en Pharmacie, Université de Ouagadougou. 2004.

[43] Stauffer, F. La préparation d'émulsions doubles par un système microfluidique. Thèse de Doctorat en Pharmacie, Faculté de pharmacie, Université de Lorraine. 2014.

[44] Magimel, A. Étude du fractionnement de graines entières oléo-protéagineuses pour l'obtention de fractions multifonctionnelles de type « émulsions actives » dans le domaine de la formulation cosmétique. Thèse de Doctorat en Sciences des Agroressources, Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP), Université de Toulouse. 2016.

[45] Guyader, N. Contribution à la compréhension de l'évolution des propriétés multiéchelles des émulsions. Thèse de Doctorat en Physico-chimie, CY Cergy Paris Université, Ecole doctorale Science et Ingénierie -ED n° 417. 2022.

[46] Wardhono, E-Y. Optimization of concentrated W/O emulsions : stability, trapping and release of polysaccharides. Thèse de Doctorat en Sciences de l'Ingénieur, spécialité Génie des Procédés Industriels et Développement Durable, Université de Technologie de Compiègne. 2014.

- [47] Parat, M.-O. Contrôles physicochimiques, microbiologiques et dermatologiques d'une émulsion adoucissante. Thèse de Doctorat en Pharmacie, Université Joseph Fourier Grenoble I, UFR de Pharmacie. 1991.
- [48] Document fourni par l'entreprise vague de fraîcheur, 2025.
- [49] Isnaini, N., faradhila, J., Maysarah, H., Prajaputra, V., Harnelly, E., Zulkarnain, Z., Maryam, S., Muhammad, S., & Haditiar, Y. Trends in formulation of night cream containing essential oil. *Journal of Patchouli and Essential Oil Products*, vol. 2, n° 2, p.33-40. 2023.
- [50] Document fourni par l'entreprise vague de fraîcheur, 2025.
- [51] Ali, S. M., Yosipovitch, G. Skin pH : From basic science to basic skin care. *Acta dermatovenereologica*, 93 : 261-267. 2013.
- [52] Journal Officiel de la République Algérienne. Arrêté interministériel du 21 safar 2019 correspondant au 21 octobre 1441 fixant les critères microbiologiques des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle. *Journal officiel*, n° 16, 24 mars 2020, Annexe 1 et 2, p 27.

ANNEXES

Annexe A

1. Présentation de l'entreprise Vague de Fraicheur

L'entreprise individuelle "Vague de fraicheur" a été créé en 1982, par son propriétaire monsieur MUSTAPHA MOULA, avec un capital social de 42 000 000,00 DA.

A sa création, l'entreprise se trouvait dans un local au centre-ville de BLIDA mais avec l'avènement de l'économie de marché en 1990, la libération du commerce et la nécessité de s'agrandir, le propriétaire M. MUSTAPHA MOULA s'est trouvé contraint de déménager au sein de la zone industrielle à BLIDA.

L'entreprise a pour objectif la fabrication des produits cosmétiques et parfumeries ; celle-ci s'est spécialisée dans la production de déodorants corporels, en peu de temps la marque « Vague de Fraicheur » est devenue la préférée des adolescents.

Fort de ce succès, « Vague de Fraicheur » a accentué son développement dans une gamme de produits de plus en plus diversifiée, tout d'abord les shampooings puis les déodorants en passant par les eaux de Cologne, les eaux de toilette femme et homme, les savons de toilette et de ménage.

En plein cœur de la zone industrielle de BEN BOULAID, au milieu de nouvelles constructions l'entreprise « Vague de Fraicheur » peut s'enorgueillir à juste titre d'avoir hautement relevé le pari de l'intégration industrielle.

L'effectif de l'entreprise « Vague de Fraicheur » est passé de quatre employés à sa création en 1982, à 1985 personnes en 2008 dont 6 cadres dirigeants.

Ce ne sont pas moins de six mille mètres carrés dont plus de trois mille mètres carrés couverts qui composent les structures de l'entreprise à savoir : La direction générale, La direction commerciales, La direction de finance et comptabilité, La direction des ressources humaines, La direction d'approvisionnement, trois magasins dont un pour le stockage de matières premières et les deux autres pour le stockage des produits finis, La direction de production qui comprend le laboratoire d'analyse et de contrôle de la qualité et un atelier de remplissage et de conditionnement des produits finis.



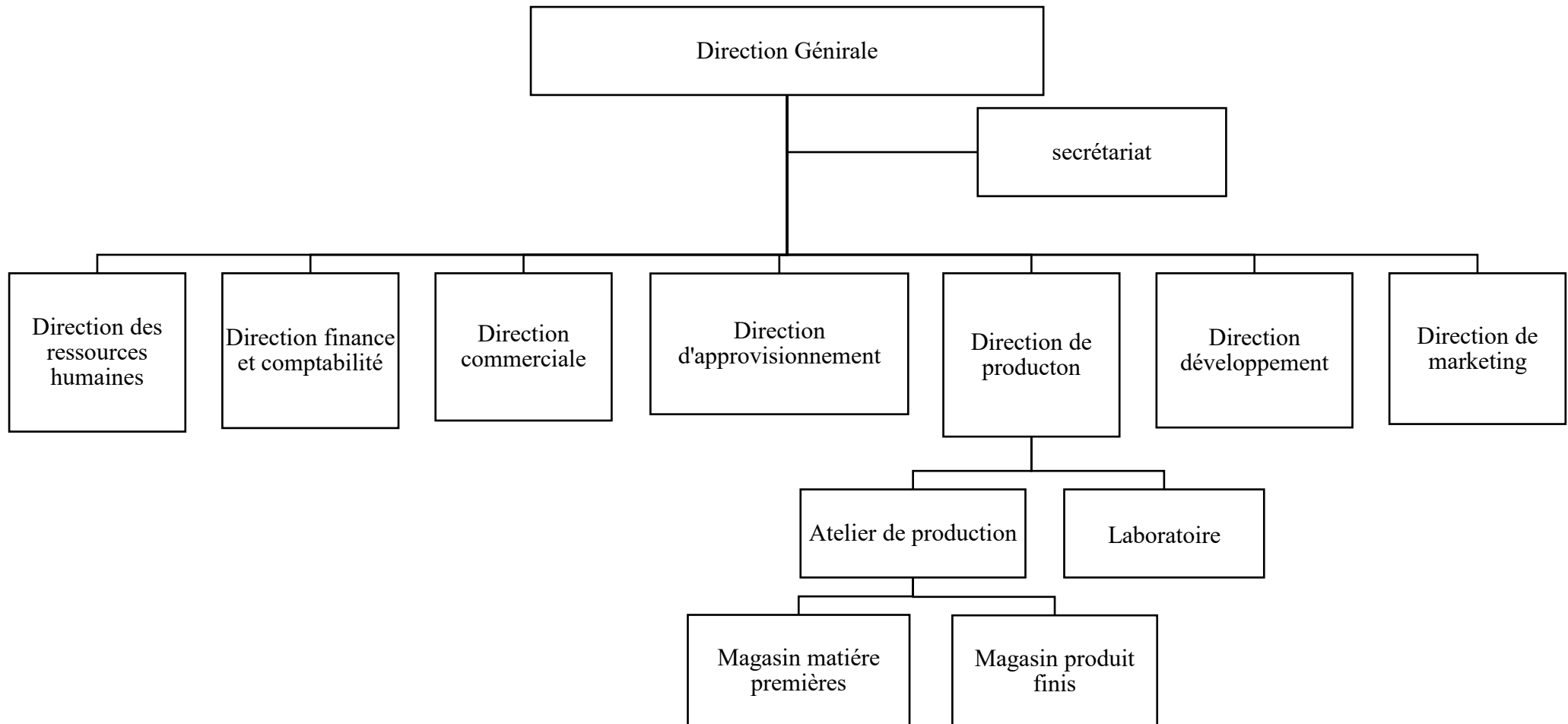
Figure 1 : Laboratoire de l'entreprise vague de fraîcheur.

2. Catégories de produits

- Gel hydro-alcoolique.
- Eau de toilette.
- Eau de cologne.
- Body spray.
- Soin visage.
- Après Shampoing.
- Gel Douche.
- Laque Capillaire.
- Shampoing.
- Savon liquide.
- Gamme homme.
- Gamme femme.
- Gamme enfant.

3. Organigramme de l'entreprise

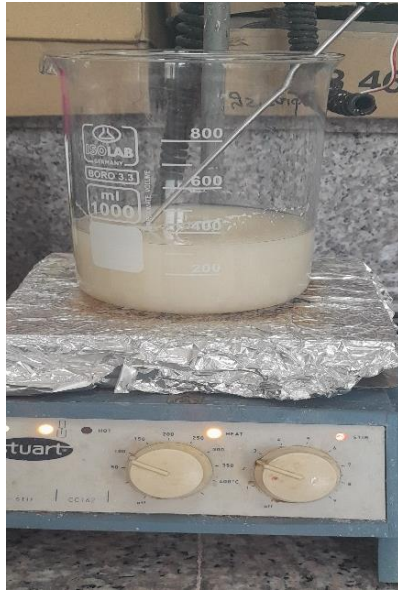
Organigramme de l'entreprise VAGUE DE FRAICHEUR



Annexe B



Les produits



Le mélange de deux phases



Homogénéisé le mélange



Refroidissement



Résultant de crème



Les étapes de préparation de crème.

Annexe C



Les étapes de contrôle microbologique.

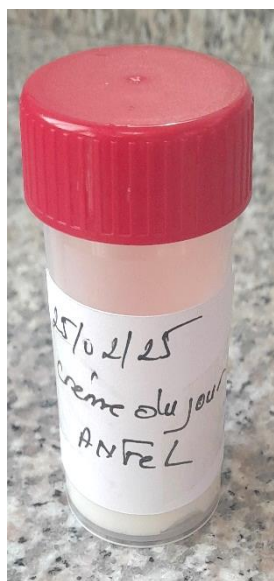
Annexe D



Avent



Après 30 Jour



Crème de jour

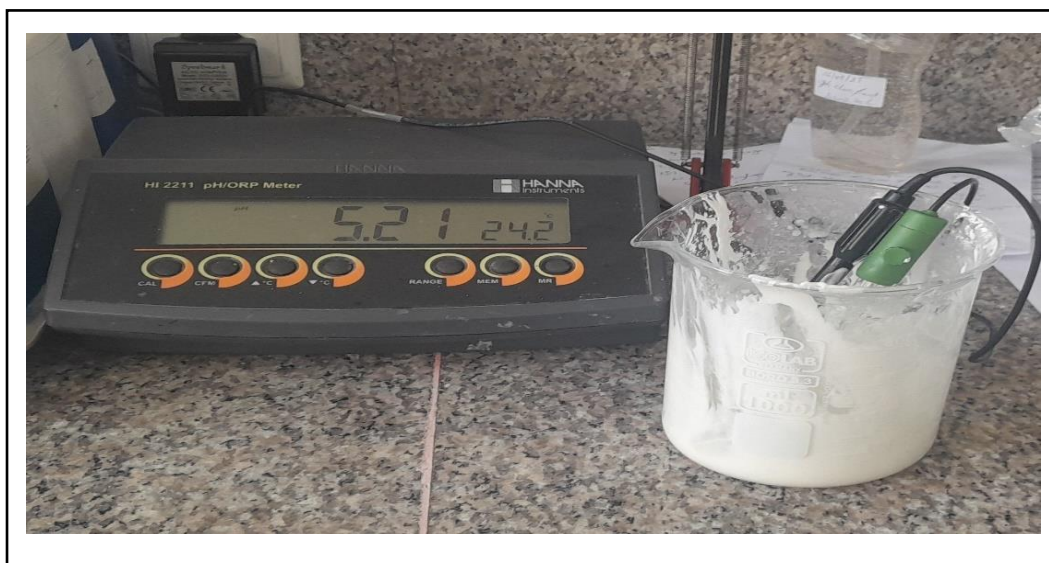


Crème de nuit

Après 30 jour

Résultat de test stabilité.

Annexe E



Mesure de pH

Annexe F



Les crèmes