

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ SAAD DAHLAB BLIDA



FACULTÉ DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE
DEPARTEMENT DE BIOTECHNOLOGIE

Mémoire en vue de l'obtention du
Diplôme de Master en science de la nature et de la vie
Option : Biotechnologie et Valorisation des Plantes

Thème :

**Essai d'incorporation des extraits de *Malva Sylvestris* dans un
Produit Cosmétique**

Presenté par :

Mlle Yahia Yasmine

Soutenu le : 13/07/2019

Devant le jury composé de :

Mme Ghanai R.	M.A.A	U.BLIDA 1	Présidente
Mme Allal L.	M.A.A	U.BLIDA 1	Examinatrice
Mme Chebata N.	M.A.A	U.BLIDA 1	Promotrice
Mme Ayachi N.	M.A.A	U.BLIDA 1	Co-Promotrice

Promotion: 2018/2019

Remerciement

Avant toute chose, je remercie Dieu le tout puissant, pour m'avoir donnée la force et la patience

*Je tiens à remercier chaleureusement ma promotrice Madame **Chebata N**, pour m'avoir dirigé et guidé tout le long de ce travail, son aide, sa présence et sa générosité, un grand merci pour vous madame.*

*Je tiens également à remercier les membres de jury, d'avoir accepté d'examiner ce travail, et tout particulièrement. Madame **Ghanai R**, qui ma fait honneur d'accepter de présider mon jury de soutenance. Madame **Allal L** qui a accepté de juger ce travail. Je leur suis très reconnaissante d'y avoir consacré une partie de leur temps précieux.*

*Je remercie vivement madame **Tirabet D**, de m'avoir permis d'effectuer une partie de mon stage u sein de laboratoire de **VENUS**, je vous remercie pour votre estimable participation dans l'élaboration de ce travail.*

Aussi je tiens à remercier tous les enseignants de la spécialité qui m'ont suivi durant tout mon cursus pour leurs dévouements e précieux conseils.

Remercier enfin toutes les personnes qui m'ont soutenu, m'ont encouragé pour que ce travail aboutisse.

Et enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à mes chers parents, à ma sœur et mes deux frères et à mes amis pour leurs soutiens quotidiens et leurs compréhensions.

Merci à tous.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

*A mes **très chers parents**, pour leur affection, leur sacrifice, et tous les efforts qu'ils ont déployés durant toute ma vie, qui ont toujours été à mes côtés, qui ont partagé tous les moments de joie et également les moments plus difficile, qui m'ont jamais cessé de m'encourager et m'aider dans mes études, leur fierté à mon égard est aujourd'hui pour moi la meilleur des récompenses.*

*A ma Très chère Sœur : **Rayane**.*

*A mes deux chers frères : **Fares et Wail**.*

*A tous ceux qui m'ont tout encouragé et aidé avec leur présence et leur sourire à mes très chères amies surtout : **Yousra, Louiza, Amel, Amina, Rania, Nourhane, Sabrina, Soundes ; Sabah, Wissem**.*

*A toute ma promotion de **Biotechnologie et Valorisation des Plantes**.*

Sommaire

Introduction	1
---------------------------	---

Partie I : Rappels Bibliographiques

1. <i>Malva sylvestris</i>	3
1.1 Généralité.....	3
1.2 Habitat Répartition géographique.....	3
1.3 Dénomination	3
1.4 Systématique	3
1.5 Description botanique	4
1.6 La culture, récolte et séchage	6
1.7 Exigence écologique	6
1.8 La toxicité	6
1.9 Composition chimique.....	7
1.10 Propriétés thérapeutiques	8
1.11 <i>Malva sylvestris</i> en cosmétiques.....	8
2. Les composés phénoliques.....	8
2.1 Les différentes classes	9
2.1.1 Les acides phénols	9
2.1.2 Les flavonoïdes.....	9
2.1.3 Les tanins	9
2.2 Intérêts	10
2.2.1 Intérêts chez la plantes.....	10
2.2.2 Intérêts médicinales.....	10
2.2.3 Intérêts cosmétiques.....	10
3. la cosmétique	11
3.1 Définition d'un produit cosmétique	11
3.2 Définition d'un produit cosmétique naturel.....	11
3.3 Définition d'un produit cosmétique biologique.....	12
3.4 Les préparations cosmétiques	12
3.5 Les types de produits cosmétiques.....	12

3.6 Les constituants des produits cosmétiques.....	13
3.7 Définition d'un shampoing.....	13
3.8 Formulation d'un shampoing	14
3.9 Le Shampoing bébé.....	14

Partie II : Expérimental

Matériels et Méthodes

1. Matériels.....	16
1.1 matériel végétal.....	16
2. Méthodes.....	16
2.1 Séchage, broyage et conservation.....	16
2.2 Extraction des flavonoïdes.....	16
2.3 Extraction de mucilage.....	17
2.4 Calcul les rendements.....	18
2.5 Dosage des flavonoïdes.....	18
2.6 Préparation du shampoing pour bébé.....	19
2.7 Contrôle organoleptique des produits finis.....	21
2.8 Contrôle physico-chimique des produits finis	21
2.9 Etude rhéologiques.....	23
2.10 Contrôle microbiologique.....	23

Partie III : Résultats et Discussions

1. Rendement en flavonoïdes et en mucilage.....	24
2. Dosage des flavonoïdes totaux	24
3. Caractéristiques organoleptiques des produits finis.....	26
4. Analyse physico-chimiques.....	27
5. Contrôle microbiologique.....	28

6. Etude rhéologiques.....	30
Conclusion	32
Références Bibliographie	34
Annexes	

Liste des tableaux

Tableaux	Titres	Pages
1	Les ingrédients d'un shampoing bébé et leurs quantités	20
2	Rendements en flavonoïdes extraits des feuilles sèches et en mucilage extrait des fleurs fraîches de <i>Malva sylvestris</i>	25
3	Propriétés organoleptiques des produits finis	27
4	Résultats des analyses physico-chimiques des produits finis	28
5	Caractéristiques microbiologiques des shampoings pour bébé, préparés à base des flavonoïdes et du mucilage de <i>M. sylvestris</i>	29

Liste des figures

Figures	Titres	Pages
1	Racine de la mauve sylvestre	4
2	Tige de la mauve sylvestre	4
3	Feuille de la <i>Malva sylvestris</i>	5
4	Fleur de la <i>Malva sylvestris</i>	5
5	Fruits (schizocarpes) de la <i>Malva sylvestris</i>	6
6	Squelette de base des flavonoïdes	9
7	Protocole simplifié de l'extraction des flavonoïdes	17
8	Courbe d'étalonnage de la quercétrine	26
9	Résultats des analyses microbiologiques de 3 échantillons	Annexe I
10	Produits finis des shampoings pour bébé	Annexe I

Résumé

La présente étude porte sur la valorisation de la grande mauve (*Malva sylvestris*), appelée communément Khobeiz, dans le domaine de la cosmétologie. L'extraction des flavonoïdes à partir des feuilles a permis d'avoir un rendement de **0.66 %**. Le dosage des flavonoïdes par la méthode d' AlCl_3 a donné une concentration de **0.005 $\mu\text{g EQ/g MS}$** . L'extraction du mucilage des fleurs fraîches de la mauve sauvage a donné un rendement en mucilage de **1.2%**. Trois échantillons de shampoing pour bébé sont préparés, où nous avons substitué l'épaississant et le conservateur chimiques par le mucilage et les flavonoïdes de *Malva sylvestris* (échantillon1). Pour les deux autres, l'épaississant est remplacé par le mucilage au niveau de l'échantillon2 et le conservateur par les flavonoïdes pour l'échantillon3. Les analyses organoleptiques, physico-chimiques et microbiologiques des différents échantillons ont montré qu'ils sont de bonne qualité et répondent aux normes des Laboratoires Venus. La présence du mucilage dans la préparation des shampoings leur a conféré une couleur marron, ce qui laisserait suggérer l'utilisation du mucilage comme colorant dans les produits cosmétiques. L'étude rhéologique des produits en utilisant deux différentes concentrations (0.01 g/ml et 0.008 g/ml) du mucilage a montré que ce dernier joue un rôle important comme viscosifiant dans la formulation du shampoing et que la concentration de 0.01 g/ml a présenté une meilleure viscosité.

Mots clés: *Malva sylvestris*, Shampoing bébé, mucilage, flavonoïdes, épaississant, Conservateur, rhéologie.

ملخص

تتناول الدراسة الحالية تثمين الملوخية الكبيرة (*Malva sylvestris*) ، والتي تسمى عادة خبيز ، في مجال التجميل. أسفر استخراج الفلافونويد من الأوراق عن عائد قدره 0.66%. أعطى فحص الفلافونويد بواسطة طريقة AICI3 تركيز يقدر ب 0.005 ميكروغرام / غرام MS. أعطى استخراج الصمغ من الزهور الطازجة من الملوخية البرية مردود صمغ قدره 1.2%. تم تحضير ثلاث عينات من شامبو الأطفال ، حيث استبدلنا المادة المثخنة والمواد الحافظة الكيميائية بصمغ وفلافونيدات *Malva sylvestris* في العينة . بالنسبة للثلاثين الآخرين ، يتم استبدال المثخن بالصمغ في العينة 2 والمواد الحافظة بالفلافونويد للعينة 3. أظهرت التحاليل الحسية ، الفيزيائية والميكروبيولوجية للعينات المختلفة أنها ذات نوعية جيدة وتفي بمعايير مخابر فينوس. أعطى وجود الصمغ في إعداد الشامبو اللون البني، مما يشير إلى استخدام الصمغ تلوين في مستحضرات التجميل. أوضحت الدراسة الريولوجية للمنتجات التي تستخدم تركيزات مختلفة (0.01 جم / مل و 0.008 جم / مل) من الصمغ أن الصمغ يلعب دورًا مهمًا كأداة لزوجة في تركيبة الشامبو وأن تركيز 0.01 جم / مل قدم أفضل للزوجة.

الكلمات المفتاحية : *Malva sylvestis* ، شامبو الأطفال ، الصمغ ، الفلافونويد ، مثخن ، مواد

حافظة ، ريولوجية.

Summary

The present study concerned the valuation of the big mallow (*Malva sylvestris*), commonly known as Khobeiz, in the field of cosmetology. The extraction of flavonoids from the leaves allowed to obtain a yield of 0.66%. The dosage of flavonoids by AlCl₃ method gave a concentration of 0.005m.pa.s. Extraction of the mucilage from the fresh flowers of wild mallow gave a mucilage yield of 1.2%. Three samples of baby shampoo were prepared, where we replaced the chemical thickener and conservator with the mucilage and flavonoids of *Malva sylvestris* (sample1). For the other two, the thickener is replaced by mucilage in sample 2 and the conservator by flavonoids for sample3. The organoleptic, physicochemical and microbiological analyzes of the different samples showed that they are of good quality and meet the standards of Laboratory Venus. The presence of mucilage in the preparation of shampoos has given them a brown color, which would suggest the use of mucilage as a colorant in cosmetics. The rheological study of the products using two different concentrations (0.01 g / ml and 0.008 g / ml) of the mucilage showed that the mucilage plays an important role as viscosifier in the shampoo formulation and that the concentration of 0.01 g / ml presented a better viscosity.

Key words: *Malva sylvestris*, Baby shampoo, mucilage, flavonoids, thickener, preservative, rheological

Glossaire

- **Adoucissante** : Qui apaise les irritations. (Schweizer, 2005).
- **Antimicrobien** : Détruit les micro-organismes (Lucienne, 2007).
- **Antioxydant** : Préviend l'oxydation et l'altération des tissus (Lucienne, 2007).
- **Cheveu** : Une tige de kératine (protéine spiralé dure et souple) au niveau du cuir chevelu (**la rousse**)
- **Emollient** : Relache les tissus, calme l'inflammation, rafraichit les régions en contact (Beloued, 2005).
- **Epaississant** : Se dit d'un agent, d'un adjuvant servant à augmenter la consistance d'un produit liquide (**la rousse**).
- **Gel** : substance molle et translucide préparée à partir du mucilage naturel d'une plante (Schweizer, 2005).
- **Humectant** : Substance qui a la propriété de préserver un certain degré d'humidité
- **Mucilage** : Substance gélatineuse se trouve à l'intérieur des feuilles de certains végétaux dont la haute capacité d'absorption favorise la rétention de l'eau nécessaire à la survie de la plante (Schweizer, 2005).

Les produits cosmétiques comportent des produits chimiques nocifs pour la santé de l'Homme, leurs effets secondaires sont nombreux, c'est pourquoi il faut faire très attention à certains ingrédients, tels que les parabènes, qui sont présents dans la plupart des produits cosmétiques. Ils sont considérés comme perturbateurs endocriniens responsables de dérèglements hormonaux non négligeables, ayant un impact sur la fertilité et le développement des cancers (**Feughelman, 2001**). Par ailleurs, sur 4000 produits cosmétiques étudiés, les épaississants tels que le polyéthylène glycol (PEG) se sont révélés être cancérigènes (**Georgalas 2004**).

A cet effet, les grandes sociétés cosmétiques et pharmaceutiques, dans la recherche d'une nouvelle molécule, s'orientent vers les substances végétales (**Iserin, 2001**).

Ainsi, les plantes médicinales et les produits biologiques constituent un véritable trésor de santé, de dynamique, et de beauté, pour l'organisme de l'être humaine. Ces produits naturels sont très demandés dans le monde, il est alors nécessaire de multiplier les efforts pour faire évaluer ce domaine «plantes médicinales» par application des résultats des recherches scientifiques (**Massaoudi, 2008**).

Dans cette optique, nous nous sommes intéressées à l'une des espèces de la famille des Malvacées, *Malva sylvestris*, connue en Algérie sous le nom de Khoubreiz ou Amedjir. Néanmoins, elle est très peu étudiée, notamment en Algérie, malgré les propriétés bénéfiques qu'elle possède dans différents domaines (**Barros, 2010**).

En effet, dans la cosmétologie, le suc lipidique des fleurs de la mauve, est utilisé comme émoullient et adoucissant de la peau. Elle entre dans la formation de nombreux produits (savons, dentifrices, laits et toniques pour le bain car la mauve favorise la dilatation des pores de la peau, l'action détergente est ainsi facilitée. Elle prévient les rougeurs cutanées causées par l'action des détergents synthétiques et surtout par les savons alcalins (**Martini, 2006**).

Zabeirou (2001), mentionne que les mucilages de cette espèce possèdent la capacité de former des gels grâce à leurs propriétés absorbantes et semblent jouer un rôle clé dans l'aptitude de certains tissus à retenir l'eau. Cette particularité leur confère de nombreuses applications industrielles dans le secteur des biomatériaux, de la cosmétique et de l'alimentaire.

De même, les flavonoïdes ont reçu plus d'attention du à leur large spectre et forte activité antimicrobienne par rapport aux autres polyphénols et à leur capacité de supprimer un nombre de facteurs de virulence (**Daglia, 2011**).

Dans le cadre de la diminution des dommages des produits cosmétiques chimiques sur l'organisme de l'être humaine, cette étude vise la valorisation de *Malva sylvestris* dans l'industrie cosmétique par l'incorporation de ses extraits flavonoïdiques et son mucilage dans le shampoing pour bébé dans le but de substituer les conservateurs et les épaississants synthétiques par ces molécules bioactives naturelles.

1. *Malva Sylvestris*

1.1. Généralités

Malva sylvestris est connue sous le nom de grande mauve ou mauve des bois ; c'est une plante de la famille des malvacées. (Flore M, 2011). Elle a été utilisée depuis l'antiquité comme légume et comme remède. Grecs, Egyptiens et Romains faisaient un grand usage alimentaire ainsi que médicinale de la mauve (Couplan, 2009).

La grande mauve est une plante herbacée bisannuelle de 30 à 100 cm de hauteur porte de grandes feuilles dentelées vert foncé et des fleurs d'un beau mauve rosé, rehaussé de stries violettes (Beloued, 2001).

Elle est originaire d'Asie et du Bassin méditerranéen, la grande mauve est devenue une espèce très commune que l'on rencontre facilement à l'état sauvage (Ait Youssef, 2006)

1.2. Habitat et répartition géographique

La grande mauve se retrouve sur les bords des chemins, des cultures, dans les friches, les lieux incultes, les prairies et sur les murs (Ait Youssef, 2006).

Elle se rencontre à l'état subspontané dans la plus part des pays tempérés. C'est une plante très commune en Europe, en Asie, au Proche-Orient et dans toute l'Afrique du nord (Couplan et Debuigne, 2006 ; Ait Youssef, 2006; Bézanger-beauquesne, 1980).

Selon Ait Youssef (2006), la mauve sauvage est très commune dans toute l'Algérie, particulièrement au Nord du Sahara où elle croit spontanément.

1.3. Dénomination

Plusieurs dénominations ont été attribuées à *Malva sylvestris*. (Wichtl, 2003).

- **Nom français** : Mauve ou fromageon
- **Nom anglais** : Mallow
- **Nom arabe** : Khobeiza

1.4 . Systématique

Selon Tela Botanica (2013), la classification de *Malva Sylvestris* est comme suit:

Règne : Plantae

Embranchement : Spermaphytes

Sous embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones

Ordre : Malvales

Famille : Malvacées

Genre : Malva

Espèce : *Malva sylvestris L.*

1.5. Description botanique

D'après **Girre (1980); Paris et Moyse (1981); Valnet (1992); Iserin (1997)**, la grande mauve est une plante herbacée bisannuelle, pouvant être, éventuellement, vivace par bourgeons souterrains. Elle possède une racine pivotante (fig.1), charnue. La racine principale est fusiforme, de couleur blanche, forte et riche en mucilage. Les autres racines ne sont que de discrètes radicelles



Figure 1. Racine de la mauve sylvestre (Flores, 2011)

La tige est dressée, rameuse et velue (fig. 2) ; peut atteindre de 3 à 1m50 cm de long.



Figure 2. Tige de la mauve sylvestre (Flores, 2011)

La mauve porte des feuilles pétiolées a limbe palmatilobé et dentés sur les bords, les lobes sont disposés en éventail, elles sont de couleur vert foncé brillant, recouvertes de poils rudes. Elles mesurent de 7 à 15cm de diamètres (fig.3).



Figure 3. Feuille de la *Malva sylvestris* (Flores, 2011)

Les fleurs sont regroupées en bouquet à l'aisselle des feuilles (fig. 4), sont assez grandes de 2.5 à 3cm de diamètre. Elles possèdent trois enveloppes florales, d'abord un calicule appelé aussi épi calice, à trois bractées vertes libres. Il est suivi d'un calice à cinq sépales verts soudés. Puis vient la corolle à cinq pétales libres de couleur rose violacée (Couplan et Doux, 1950)



Figure 4. Fleur de la *Malva sylvestris* (Flores, 2011)

Selon **Flores (2011)**, le fruit de la grande mauve prend la forme d'une meule de fromage en part (fig. 5), c'est ce qui a donné le nom populaire de fromageon ou fromage, à la mauve sylvestre. A maturité le fruit est incomplètement enveloppé par le calice Il est souvent consommé par les enfants.



Figure 5. Fruits (schizocarps) de la *Malva sylvestris* (**Flores, 2011**)

1.6. Culture, récolte et séchage

La culture de la mauve se fait par semis à l'automne ou au début de printemps en pépinière (**Maghami, 1979**). Les fleurs et les feuilles sont récoltées entre Mai et Aout pendant la floraison. Les feuilles peuvent être récoltées toute la durée de vie de la plante.

Les fleurs sont ramassées à la mains au fur et mesure de leur épanouissement sans pédoncule, mais avec leur calice par beau temps ensoleillé. Les fleurs et les feuilles sont séchées sur les claies, en couche mince, à l'ombre et à l'air libre (**Volak et Stodola, 1987**).

1.7. Exigences écologiques

Maghami (1979), mentionne que cette espèce se plante dans un sol ordinaire mais bien drainé, à une exposition ensoleillé à une température moyenne allant de 18° à 27C°.

Selon **Gasparettoa et al. (2011)**, la *mauve sylvestre* se développe dans différents types du sol, y compris les sols rocheux et médias avec différents concentrations de pH généralement basique et à différents quantités de phosphore, d'azote et de carbone organique.

1.8. Toxicité

Malva sylvestris ne représente aucune toxicité même à forte doses. Il n'y a donc pas d'effet indésirable, pas de contre-indications à l'utilisations de mauve, c'est en partie pour cella

qu'elle peut être utilisée chez les enfants et les personnes âgés (Valnet, 1992; Wichtl, 2003).

1.9. Compositions chimiques

Les principales molécules présentes chez *Malva sylvestris* sont les composés phénoliques représentés par les acides phénols, les flavonoïdes comme les anthocyanes et des anthocyanidines dont la génine est soit la delphinidine, soit la malvidine et les tanins. Ces derniers se localisent dans tous les organes de la mauve, les feuilles, les fruits, les racines et les graines (Flores, 2011).

Egalement, les feuilles et les fleurs de *Malva sylvestris* contiennent des mucilages dans des proportions différentes. Ils sont également présents dans les tiges et les racines. Ce sont des associations d'acides uroniques et d'oses unis entre eux par des liaisons osidiques, le groupement carboxyle restant libre (Golse, 1955).

Selon Ahtardjeff et Koleff (1961) ont identifié les oses des mucilages bruts des fleurs comme étant l'acide galacturonique, le rhamnose, le galactose et l'arabinose. Il existe également du glucose et de la xylose.

Selon (Deysson, 1963) les cellules à mucilage ont été trouvées dans tous les parenchymes de toutes les mauves. Dans les feuilles, on trouve des cellules à mucilage dans le mésophyle et dans l'épiderme.

Au niveau des fleurs, on trouve un grand nombre de cellules à mucilage dans les deux épidermes de chacune des divisions du calice et du calicule et nombreuses cellules dans les pétales. Par contre, les racines ne contiennent que peu de cellules à mucilage.

Les mucilages sont stockés dans des structures spécialisées soit en cellules, en poches et en canaux à mucilage ou dans des idioblastes. (Wichtl, 2003)

La mauve est aussi riche en sels minéraux tels que le calcium, magnésium, fer, le potassium dont la concentration est de 308mg/kg, et en vitamines A, B1, B2 et C.

Les acides gras ont été identifiés dans la mauve sylvestre. Ce sont des acides gras saturés, des acides polyinsaturés et des acides gras mono-insaturés. Les lipides présentent la plus grande quantité et sont représentés par le Ω -3: l'acide α -linoléique (C18:3), l'acide palmitique (C16:0) et un Ω -6, l'acide linoléique (C18:2). Les tiges fleuries sont les plus riches en eau avec 77,26 g /100g. Alors que les fruits immatures sont les moins riches en eau. Les hydrates de carbones sont les macronutriments les plus abondants, ils dépassent 70g/100g). (Classen et Blaschek, 2002 ; Wichtl, 2003 ; Couplan et Styner, 1994).

1.10. Propriétés thérapeutiques

Les mucilages sont l'un des composants principaux responsables des effets thérapeutiques de *Malva sylvestris*. (Gasparettoa et al., 2011). En effet, de nombreuses études démontrent l'importance de l'utilisation de *Malva sylvestris* dans la médecine traditionnelle. Comme aliment médicinale, la mauve sauvage a été consommée comme laxatif doux, un tonique de nettoyage de foie et contre la brûlure d'estomac. Le mucilage est aussi utilisé dans les préparations pharmaceutiques contre tous les cas d'inflammations, d'affections des voies respiratoires (bronchite, rhume, grippe) digestive et urinaires tel que la colite et la constipation chronique. La présence du mucilage dans les feuilles et les fleurs permet l'utilisation externe pour soigner divers affections cutanées et pour le soin d'acné de peau. (Barros et al., 2010 ; Gasparettoa et al., 2011; Beloue, 2001).

1.11. *Malva sylvestris* en cosmétique

La cosmétologie fait usage du suc lipidique des fleurs de la mauve comme émoullient et adoucissant de la peau. Elle entre dans la formation de nombreux produits (savons, dentifrices, laits et toniques pour le bain car la mauve favorise la dilatation des pores de la peau, l'action détergente est ainsi facilitée. Elle prévient les rougeurs cutanées causées par l'action des détergents synthétiques et surtout par les savons alcalins (Martini, 2006).

En outre, les mucilages en solution dans l'eau permettent de former des liaisons hydrogènes et de nombreux regroupements hydroxyles et des fonctions acides, cela forme un réseau tridimensionnel à l'origine de la formation d'un gel hydrophile. Ce sont des propriétés de gélification qui confèrent leur côté adoucissant et émoullient aux mucilages de la mauve sylvestre (Guignard, 1985 ; Morel, 2008).

2. Les composés phénoliques

Les polyphénols sont des produits du métabolisme secondaire des végétaux, caractérisés par la présence d'au moins d'un noyau benzénique auquel est directement lié au moins à un groupement hydroxyle libre, ou engagé dans une autre fonction tels que : éther, ester, hétéroside...etc. (Bruneton, 1999). Les polyphénols sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs : racine, tiges, feuilles, fleurs, fruits (Boizot et Charpentier, 2006).

2.1 Différentes classes

2.1.1. Les acides phénols

Ces composés sont universellement rencontrés chez les plantes. Deux sous-groupes peuvent être distingués :

- Les acides hydrox benzoïques, dont les plus répandus sont l'acide salicylique et l'acide gallique.
- Les acides hydroxycinnamiques, dont les plus abondants sont l'acide caféique et l'acide férulique.

2.1.2. Les flavonoïdes

Le terme flavonoïde désigne une très large gamme de composés naturels appartenant à la famille des polyphénols, sont des composés comprennent 15 atomes de carbone formant une structure C6-C3-C6 (fig. 6), soit deux noyaux aromatiques reliés par un pont de 3 carboes (**Saucier, 2008**). Ils sont considérés comme des pigments quasiment universels des végétaux, souvent responsables de la coloration des fleurs, des fruits et parfois des feuilles. A l'état naturel les flavonoïdes se trouvent le plus souvent sous forme d'hétérosides (**Bruneton, 1999 ; Ghestem et al., 2001**).

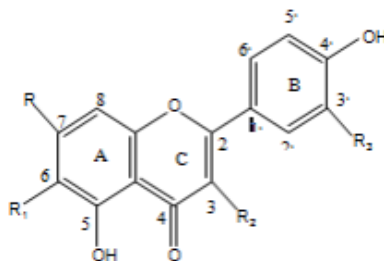


Figure 6. Squelette de base des flavonoïdes (**Dean, 1963**)

2.1.3. Les tanins

Le terme tanins désigne théoriquement les composés phénoliques hydrosolubles de masse molaire comprise entre 500 et 3000, capables de précipiter les alcaloïdes et les protéines (**Haslam et Lilley, 1988**).

D'après **Sarni-Manchado et Cheynier (2006)**, les tanins ont été utilisés depuis l'antiquité par l'homme pour le traitement des peaux d'animaux. Ils ont une importance économique

et écologique considérable et sont responsables de l'astringence de nombreux fruits et les légumes et de leurs produits dérivés.

Les tanins se répartissent en tanins **hydrolysables**, polysters de glucose et d'acide gallique, ils sont abondants dans le bois de nombreux arbres qui peuvent être une source industrielle, et en tanins **condensés** (fig. 7), qui sont des oligomères et polymères de flavan-3-ols, très abondants dans de nombreux fruits (**Sarni-Manchado et Cheynier, 2006**).

2.2. Intérêts

2.2.1 Intérêts chez la plante

Comme la majorité des composés secondaires, les polyphénols sont produits par les plantes afin d'accomplir des fonctions précises, les plus notoires étant, selon **Akroum (2010)** :

- ❖ Défense contre les pathogènes, principalement les moisissures et les bactéries phytopathogènes
- ❖ Dissuasion alimentaire. On parle du phénomène d'allélopathie : certaines plantes émettent des substances pour inhiber la croissance des autres plantes.
- ❖ Attraction des pollinisateurs : les couleurs mais aussi les odeurs attirent les insectes.
- ❖ Protection contre les rayonnements UV.

2.2.2. Intérêts médicinales

La principale caractéristique des polyphénols c'est qu'ils sont des agents antioxydants très puissants (**Hannebelle et al., 2004**). En effet ils sont capables de piéger les radicaux libres et d'activer les autres antioxydants présents dans le corps. Cette même activité antioxydant permet aux polyphénols de réguler les radicaux libres bon et mauvais, comme l'oxyde nitrique qui favorise une bonne circulation sanguine, coordonne l'activité du système immunitaire avec celle du cerveau et module la communication entre les cellules de ce dernier (**Akroum, 2010**).

Selon **Néve (2002) et Massaux (2012)**, les polyphénols seraient impliqués dans la prévention des maladies cardiovasculaires.

2.2.3. Intérêts cosmétique

Selon **Macheix et al., (2005); Edeas (2007) ; Akroum (2005)** l'intérêt cosmétique des polyphénols est multiple et directement corrélé aux différentes propriétés tel que: les

propriétés antioxydants, la capacité à chélater les métaux, l'effet antimicrobien et l'intervention sur l'activité de nombreuses enzymes. De plus, ces composés sont capable d'activer la biosynthèse du collagène et de jouer un rôle imminent dans la lutte contre l'altération de ses fibres, ralentissement de ce fait le vieillissement et permettant le maintien du tonus musculaires, aussi lutter efficacement contre la production de radicaux libres néfastes à la santé et la beauté de la peau, ils sont ainsi des colorants utilisés dans la production d'une large gamme de produits de maquillage, à savoir les rouges à lèvres et les poudres maquillantes, tel que les fars à paupières et les fars à joues.

Les polyphénols sont des molécules intéressantes pour la conservation des produits cosmétiques. Ils développent un effet protecteur vis-à-vis des rayons UV sur la peau (attaque des molécules anti-radicalaires), et sont ainsi des actifs potentiels (**Martini et Seiller; 2006**).

3. La cosmétique

3.1. Définition d'un produit cosmétique

Du point de vue étymologique le mot cosmétique vient du grec Kosmêtikos, de kosmos qui désigne la beauté, l'ordre l'ornement, la parure et la belle apparence (**Baures et al., 2009**).

Le produit cosmétique est définie par l'article L5131-1 du code de la Santé Public comme entant «toute substance ou préparation destinée à être mise en contact avec les divers partie superficiels du corps humain, notamment l'épiderme, les systèmes pileux et capillaire, les ongles, les lèvres et les organes génitaux externes, ou avec les dents et les muqueuses buccales, en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumé, d'n modifier l'aspect, de les protéger, de les maintenir en bon état ou de corriger les odeurs corporelle (**Anonyme, 2010**).

3.2. Définition d'un «produits cosmétique naturel»

Définition donnée par le Comité d'Experts sur les produits cosmétiques du Conseil de l'Europe(2000) : un produit cosmétique naturel désigne «tout produit qui se compose de substances naturelles (toute substance d'origine végétale, animale ou minérale, ainsi que les mélanges de ces substances), et qui est produit (obtenu et traité) dans des conditions bien définies (méthodes physique, microbiologique et enzymatiques)».

Un produit fini ne peut être qualifié de «naturel» que s'il ne contient aucun produit de synthèse (à l'exception des conservateurs, parfums et propulseurs) ». Les ingrédients des cosmétiques naturels sont principalement des composants utilisés en phytothérapie (Baures et al., 2009).

3.3. Définition d'un « produit cosmétique biologique »

Il s'agit d'une famille de produits contenant un maximum d'ingrédients naturels, issus du règne végétal, comme l'huile d'olive, d'amande ou d'argan, le karité ou les extraits de fruits, les huiles essentielles et les eaux florales. Les fabricants s'interdisent par ailleurs d'utiliser des substances indésirables comme les silicones synthétiques(non biodégradables), les parfums de synthèse, les colorants et pigments de synthèse, les conservateurs trop puissants, les matières premières non renouvelables comme les huiles minérales qui sont des résidus de la pétrochimie, les ingrédients obtenus par des procédés de fabrication non respectueux de l'environnement, et les matières premières supposant la mort d'un animal (Baures et al., 2009). Selon ce dernier, le pourcentage d'ingrédients naturels est très variable en l'absence de réglementation spécifique. Les certifications peuvent cependant donner une idée de ce pourcentage. En dehors de cette définition, les cosmétiques biologiques s'entourent de valeurs éthiques et écologiques telles que le commerce équitable ou encore la sauvegarde des écosystèmes.

3.4. Les préparations cosmétiques

Les préparations cosmétiques doivent présenter un certain nombre de qualités (Mahieu et Moucheron, 2003) :

- ❖ Être neutres ou légèrement acides.
- ❖ Ne pas être trop hygroscopiques.
- ❖ Ne pas être imperméables pour que l'élimination des déchets par l'organisme soit possible.
- ❖ Avoir une composition proche des sécrétions normales de l'épiderme et de sa Composition physiologique.
- ❖ Pouvoir pénétrer dans la peau.

3.5. Types des produits cosmétiques

Les produits cosmétiques définis par les différentes législations ont des fonctions spécifiques et peuvent être regroupés en 3 grandes catégories (Pruniéras, 1981) :

- ❖ Les produits d'hygiène, dont le but est de nettoyer la peau et ses annexes, les dents et les muqueuses (shampooing, savons, produits de rasage, etc.)
- ❖ Les produits de parure qui permettent des modifications de l'aspect de la peau, comme par exemple : les produits de maquillage les teintures capillaires, les formules mises en plis.
- ❖ Les produits de soin dont la fonction est de protéger la peau et phanères et d'en corriger certaines altérations non pathologiques : formulations hydratantes, nourrissantes, antisolaires, antiséborrhéiques...etc.

3.6. Constituants des produits cosmétiques

Barus (2008), indique que les produits cosmétiques quelle que soient leurs formes (crèmes, gels, émulsions, etc.), sont généralement composés de :

- ❖ **D'un ou plusieurs principes actifs** : substances actives qui assurent l'efficacité désirée du produit.
- ❖ **D'un excipient** : il constitue le support du ou des principes actifs. Par sa composition, il module la pénétration de l'actif à travers la peau. Dans la crème, l'excipient correspond à la matrice de l'émulsion, soit : la phase aqueuse, la phase organique, les tensioactifs et co-tensioactifs et les épaississants.
- ❖ **D'adjuvants** : indispensables aux formulations, ils comprennent les conservateurs (antiseptiques et antioxydants), les stabilisants (gélifiants) et les humectants qui empêchent la préparation de se dessécher.
- ❖ **Des additifs** : composés essentiellement de parfums et de colorants mais également d'agents de texture, d'agents hydratants et d'agents filtrants (photoprotecteurs). Ces derniers sont utilisés sans les crèmes solaires. Les photoprotecteurs sont soit des écrans qui réfléchissent ou dispersent les rayons solaires (oxydes de titane, de zinc ou de fer ou encore de talc), soit des filtres qui absorbent les radiations ultraviolettes (UV A et UV B).

3.7. Définition d'un shampooing

Le shampooing est un produit cosmétique moussant destiné à nettoyer et/ou traiter les cheveux et le cuir chevelu sans l'endommager (**Bouhanna et Reygane, 1999**). Il se présente généralement sous forme liquide, mais également sous forme pâteuse (crème et gel), ou sous forme solide (shampooing sec en poudre) (**Poelman, 1992**).

D'après **Marini (2006)** il existe des shampooings pour toutes les natures de cheveux :

- ✓ Shampoing doux ou shampoing bébé
- ✓ Shampoing pour les cheveux gras
- ✓ Shampoing pour les cheveux secs
- ✓ Shampoing antipelliculaire
- ✓ Shampoing antichute

3.8. La Formulation d'un shampoing

Selon **Poelman (1992)**, les ingrédients d'un shampoing liquide sont:

- Tensioactifs (agent lavant)
- Stabilisateur de mousse
- Epaississant
- Additif cosmétique ou traitant
- Séquestrant : Ethyle Diamine Tetra Acide (EDTA)
- Conservateur
- Eau purifiée
- Parfum, colorant, correcteur de pH

3.9. Le Shampoing bébé

Barbara (2008), indique que l'excès de production de sébum au niveau du cuir chevelu chez les enfants en bas âge, conduit à laver les cheveux quotidiennement pour éviter les croûtes de lait. Aussi, le shampoing doit être très bien adapté à la fragilité et la finesse des cheveux. Un bon shampoing remplira deux conditions, il ne sera irritant ni pour le cuir chevelu ni pour les yeux. La formule d'un shampoing contient au moins un détergent qui assure le nettoyage. On recommande le choix de tensioactifs amphotères qui sont de bons moussants non irritants, à une concentration proche de 100% et des tensioactifs non ioniques, non moussants mais qui ne dénaturent pas le cheveu. Ils peuvent être utilisés en association pour augmenter le pouvoir détergent.

On additionne aux détergents :

- ✓ Des agents surgraissants pour compenser les actions fortement détergentes
- ✓ Des épaississants pour augmenter la viscosité
- ✓ Des stabilisateurs de mousse
- ✓ Des séquestrants pour éviter la formation de sels insolubles au moment du rinçage
- ✓ Des correcteurs de pH pour approcher le pH lacrymal (7,4)

- ✓ Des conservateurs
- ✓ Des colorants, des parfums
- ✓ Une grande quantité d'eau

Notre expérimentation a été réalisée sur une période s'étalant du mois de Février jusqu'au mois de Juin 2019. Elle a porté sur trois parties, la partie d'extraction des flavonoïdes et de mucilage, a été effectuée au sein du **Laboratoire de Recherche des Plantes Aromatiques et Médicinales** au niveau du Département de Biotechnologie, Université Blida1. La deuxième partie, consacrée à la formulation du shampoing pour bébé réalisées au sein du **Laboratoire Chimie Industriel** au niveau du Département de Chimie, Université Blida1, ainsi qu'aux différents contrôles physicochimiques, organoleptique et analyses microbiologiques, qui ont été réalisés au niveau des **Laboratoires «VENUS»**, Blida.

1. Matériels

1.1. Matériel végétal

Le matériel végétal est constitué de feuilles et de fleurs de *Malva sylvestris*, collectées au niveau du Parc National de Chréa, Wilaya de Blida. Les feuilles ont été récoltées au début du mois de Février 2019, les fleurs au début de mois de Mars, dans une journée ensoleillée à une température de 18°C. La récolte a été réalisée de manière aléatoire, seules les feuilles et les fleurs saines ont été choisies.

2. Méthodes

2.1. Séchage, broyage et conservation

L'étape de séchage des feuilles récoltées à pour but d'abaisser la teneur en eau, afin d'éviter toutes réactions d'altération et de prolifération des micro-organismes. Il est effectué à l'air libre à température ambiante et à l'ombre pendant 20 jours. Par la suite, les feuilles sont broyées à l'aide d'un broyeur électrique (Moulinex) et tamisées en poudre fine. Cette étape permet d'assurer une extraction efficace du principe actif par l'augmentation de la surface de son contact avec le solvant (**Naczk et Shahidi, 2004**). La poudre est conservée dans une boîte en verre recouverte par du papier aluminium pour éviter l'oxydation de la poudre par la lumière.

2.2. Extraction des flavonoïdes

L'extraction a été effectuée selon le protocole établie par **Lebreton et al., (1967)**. Cette extraction des flavonoïdes a été réalisée à partir de 3g de poudre végétale auquel sont ajoutés 240 ml d'HCl (2N), le mélange est porté au bain-marie à 40° C, pendant 40 mn avec insufflation d'air toutes les 10 mn à l'aide d'une pipette Pasteur. Après refroidissement, le décocté est transféré dans une ampoule à décanté et soumis à 3 bains d'éther successifs de 50 ml chacun pendant 30 mn, il s'agit de l'extraction à l'éther (fig.7).

A chaque décantation, deux phases se distinguent, l'une supérieure c'est l'épiphase étherée et l'autre inférieure consiste en l'hypophase acide.

❖ **Epiphase étherée:** Elle est de couleur vert-jaunâtre, renferme les flavonoïdes. Elle est récupérée après chaque bain, et mise à évaporation à l'air libre, le résidu sec est récupéré avec 5 ml de méthanol et conservé au frais dans des petits flacons fumés.

❖ **Hypophase acide:** Elle est de couleur marron clair, elle renferme les anthocyanes.

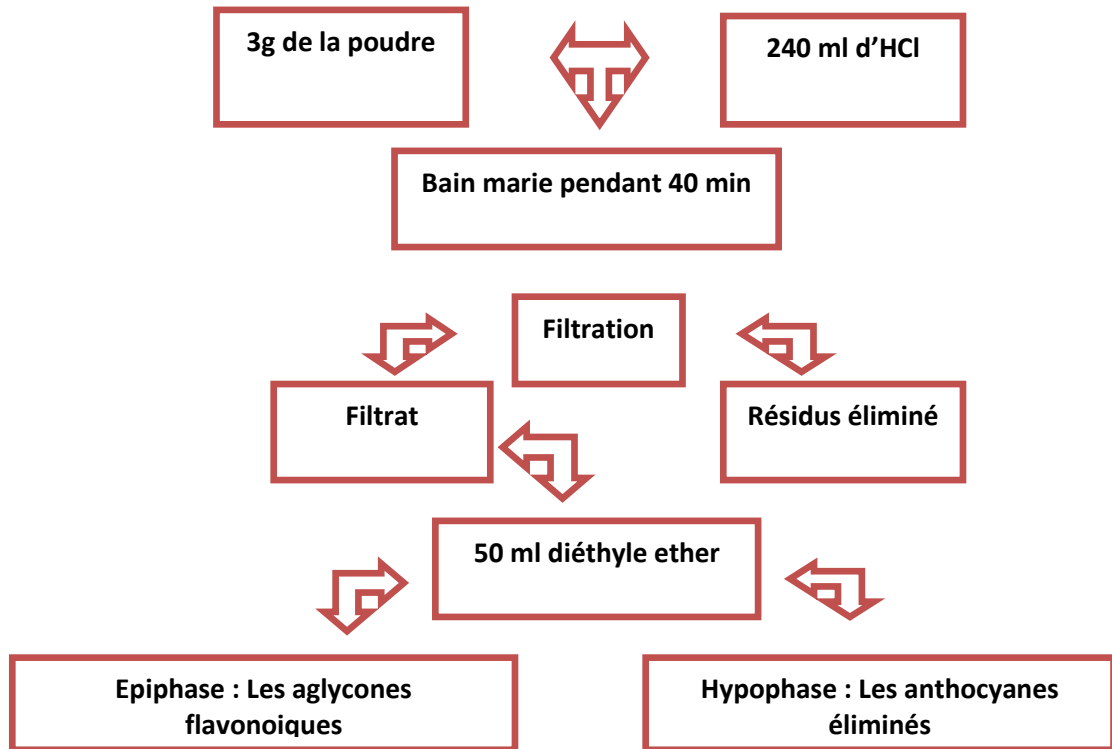


Figure 10 : Protocole simplifié de l'extraction des flavonoïdes selon **Lebreton et al., (1967)**.

2.3. Extraction du mucilage

Le mucilage a été extrait à partir des fleurs fraîches, selon le protocole de Sachim et al. (2014). L'extraction en phase aqueuse est l'une des techniques les plus communes appliquées pour l'extraction du matériel mucilagineux des plantes, pour cela nous avons :

- ✓ Bouilli 50g de fleurs de *Malva sylvestris* dans 500ml d'eau distillé pendant 15 min.
- ✓ Laisse refroidir à température ambiante.
- ✓ Filtré à travers un papier Whatman.
- ✓ Bouilli les résidus non répartis avec 250 ml d'eau distillée pendant 15 min.
- ✓ Filtré à travers un papier Whatman.

- ✓ Filtré le résidu à travers huit plis de mousseline.
- ✓ Ajouté l'éthanol 96% afin de précipiter le mucilage.
- ✓ Fait sécher le précipité dans une étuve à 45°C jusqu'à l'obtention d'une poudre.
- ✓ Conservé la poudre au frais.

2.4. Calcul des rendements

Les rendements (**R%**) en flavonoïdes et en mucilage, des feuilles et des fleurs sont calculés selon la formule suivante :

$$R(\%) = (P - P_o / P T) \times 100$$

Où :

R : Rendement en extrait (%).

P : Poids du ballon avec l'extrait (g).

P_o : Poids du ballon vide (g).

P T : Poids de la poudre végétale (g).

2.5. Dosage des flavonoïdes

❖ Principe

Le dosage des flavonoïdes est effectué selon la méthode adaptée de **Lamaison & Carnet, 1990**, en utilisant le trichlorure d'aluminium (AlCl₃) comme réactif. La présence d'une case libre dans AlCl₃ forme une liaison dative avec les doublets libres de l'oxygène des groupements OH des flavonoïdes, en produisant un complexe de couleur jaune, dont son absorbance maximale est enregistrée à 440 nm

❖ Mode opératoire

Nous avons prélevé 1,5 ml de chaque extrait (préparés avec des dilutions convenables dans le méthanol) additionné au même volume de la solution d'AlCl₃ à 2% dans le méthanol. Le mélange est vigoureusement agité, puis l'ensemble est incubé à l'ombre à température ambiante pendant 10 minutes. L'absorbance est lue à 440 nm contre le blanc contenant uniquement la solution AlCl₃ diluée. Toutes les manipulations sont répétées 3 fois.

La quantification des flavonoïdes se fait en fonction d'une courbe d'étalonnage réalisée par un flavonoïde standard, la quercétine. La teneur en flavonoïdes est exprimée en mg équivalent de quercétine par gramme de poids sec de la plante (µg EQ/g Ps).

Les résultats sont exprimés en µg équivalent de Quercitine/ g de matière sèche (µg EQ/g MS) selon la formule ci-dessous:

$$T = \frac{C \times V}{M}$$

Avec:

T : Concentration des flavonoïdes (µg EQ / g d'extrait sec)

C : Concentration obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (µg /ml)

V : Volume d'extrait méthanolique (ml)

M : poids de l'extrait sec (µg)

2.6. Préparation du shampoing pour bébé

Mode opératoire

Nous avons réalisé trois échantillons de shampoing pour bébé, dans le but de modifier la formulation du produit de références Venus en remplaçant le conservateur de synthèse par les flavonoïdes et l'épaississant chimique par le mucilage de *Malva sylvestris* :

- Shampoing témoin : formulation de shampoing de référence Venus
- Echantillons 1 : contient le mucilage comme épaississant et les flavonoïdes comme conservateur.
- Echantillons 2 : contient le mucilage comme épaississant.
- Echantillons 3 : contient les flavonoïdes comme conservateur.

Tableau 1. Ingrédients et quantités utilisés dans la préparation des shampoings pour bébé

	Shampooing avec mucilage et flavonoïdes (échantillon1)	Shampooing avec du mucilage (échantillons2)	Shampooing avec flavonoïdes (échantillons3)	Shampooing Venus Témoin
Eau Osmose	123 ml	123 ml	123 ml	123 ml
Tension actif 1	3g	3g	3g	3g
Tension actif 2	13.5g	13.5g	13.5	13.5g
Cotension actif	6g	6g	6g	6g
Sur graissant	2.25g	2.25g	2.25g	2.25g
Epaississant/ Mucilage	0.6g	0.6g	1g	1g
Conservateur/ Flavonoïdes	1 ml	/	1 ml	0.5g
Sel	0.65g	0.65g	0.25g	0.75g

Mode opératoire

Les étapes de la préparation du premier échantillon:

- ✓ Dans un petit bécher nous avons mis sous agitation 0.6 g de la poudre du mucilage avec 10 ml de l'eau osmose, à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 15 min.
- ✓ Dans un autre bécher de 250 ml, nous avons mis sous agitation 3g de tension actif (1) et 13.5g de tension actif (2), pendant 5min, puis nous avons ajouté petit à petit le mucilage.
- ✓ Par la suite, 113 ml d'eau osmosée sont ajoutés à 6g du Co-tension actif, 2,25g de surgraissant, 0.65 de sel, puis nous avons ajouté 1 ml des flavonoïdes en dernier et nous avons laissé le shampooing sous agitation pendant 10 min au maximum.
- ✓ Nous n'avons pas mis un colorant dans la préparation de nos produits, une fois le shampooing est bien homogène, nous le conservons dans une bouteille en plastique bien fermée.

Remarque : Le pH ne doit pas dépasser l'intervalle (5.5 – 6.5).

- Si le pH dépasse l'intervalle, on ajoute l'acide citrique.
- Si le pH est inférieur de l'intervalle, on ajoute la soude.

2.7. Contrôle organoleptique des produits finis

Le contrôle été réalisé par le personnel des Laboratoires Venus. Il a porté sur la détermination de l'aspect, la couleur et l'odeur des shampoings préparés

2.8. Contrôle physico-chimique des produits finis

Afin de déterminer la qualité des trois échantillons du shampoing pour bébé suite à l'utilisation de l'extrait flavonoïdique et le mucilage dans nos produits, nous avons calculé leurs densités relatives à 20°C (D₂₀), leurs pH, ainsi que leurs viscosités.

2.8.1. Densité relative à 20°C (D₂₀)

Principe

Selon la norme française, **NF (T 20-053)**, la masse spécifique d'un corps est la masse d'unité du volume de ce corps. Par définition, celle de l'eau pure à 4°C est de 1 g/ml. La densité d'un corps est égale au rapport de sa masse spécifique à celle de l'eau pure mesuré dans les mêmes conditions (**Rodier, 2005**).

Mode opératoire

La densité est mesurée à l'aide d'un pycnomètre en verre figure 11 (annexe 2)

- Laver et sécher le pycnomètre, puis le peser avec son bouchon à l'aide d'une balance de précision à 0.0001g près, et déterminer son poids vide.
- Remplir le pycnomètre avec l'eau distillée, et déterminer la masse apparente de son contenu en eau.
- Vider, laver et sécher le pycnomètre, le remplir de nouveau avec le shampoing bébé, et de la même manière, on détermine la masse de son contenu en produit.

La densité est déterminée en appliquant la formule:

$$D_{20} = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1}$$

Avec:

D₂₀: densité relative à 20°C

P₁: poids de pycnomètre vide (g)

P₂: poids de pycnomètre avec l'eau distillée (g)

P₃: poids de pycnomètre avec la solution à examiner (g)

2.8.2. Mesure de la viscosité

Principe

Selon la norme algérienne **NA 376/ (1990)**, la viscosité peut être mesurée à l'aide d'un viscosimètre figure 12 (annexe 2) . Un mobile de forme cylindrique ou apparenté (disque) entraîné par un moteur synchrone, tourne à la vitesse constante autour de son axe dans le produit en examen. La viscosité est mesurée en multipliant la valeur de ce déplacement par un coefficient dépendant de la vitesse de rotation de caractéristiques du mobile.

Mode opératoire

- Monter le viscosimètre, muni de son étrier de garde, sur son support.
- Remplir le bécher avec le produit, en ayant soin de ne pas introduire de bulles d'air.
- Monter le mobile choisi sur l'axe de l'appareil en tenant fixe cet axe et en vissant le manchon d'assemblage.
- Abaisser l'appareil sur son support de telle sorte que le mobile soit immergé dans le produit jusqu'au bas du repère figurant sur son axe.
- Vérifier la verticalité de cet axe au moyen du niveau à bulle
- Mettre le moteur en marche et passer à la vitesse désirée en respectant les indications du constructeur.
- Débloquer l'aiguille et laisser tourner l'ensemble jusqu'à ce que l'aiguille ait atteint une position stable vis-à-vis du cardan (d'ordinaire en 5 à 10 secondes).

Expression des résultats

Calculer la viscosité en mPas, au moyen de la formule :

$$V = K \times I$$

Avec:

V: Viscosité.

K: Coefficient qui dépend du couple mobile / vitesse.

I: Valeur lue sur le cardan du viscosimètre après cinq tours.

2.8.3. Mesure du potentiel d'hydrogène (pH)

Cette mesure est effectuée à l'aide d'un pH mètre figure 13 (annexe 2).

2.9. Etude rhéologique

L'étude rhéologique du produit en utilisant deux concentrations du mucilage (0.01 g/ml et 0.008 g/ml), est réalisée par un rhéomètre Anton Paar MCR302 piloté type plan-plan. Le test sur qui porte notre intérêt et celui des courbes d'écoulement en régime continu sous cisaillement variable, se traduisant par la viscosité apparente, η_{app} en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$. Pour l'obtention des courbes d'écoulement, on fait varier la vitesse de cisaillement par pas logarithmique de 0,001 à 1000 s⁻¹, avec un nombre de point de mesure de 30, et un temps de mesure pour chaque point suffisamment long pour atteindre l'état d'équilibre.

Pour le traitement de modélisation des courbes d'écoulement d'équilibre, on privilégie l'utilisation du logiciel rheosolvus 200 qui offre une multitude de technique de méthodes d'optimisation non linéaires se basant sur un calcul itératif.

2.10. Contrôle microbiologique

2.10.1. Recherche des germes aérobies mésophiles totaux

Selon la NA 82-87, il s'agit de l'ensemble des micro-organismes capables de se multiplier en aérobiose à des températures de croissance comprise entre 20°C et 45°C. Ce dénombrement reflète la qualité microbiologique générale du produit. La gélose *Plate Count Agar* (PCA) est un milieu, permettant le développement de la plus part des microorganismes susceptible d'être rencontrés dans un produit.

Protocole expérimental

Le test microbiologique a été réalisé dans des conditions d'asepsie sous hotte à flux lumineaire.

- Introduire 10g de chaque échantillon du shampoing dans 100 ml de bouillon D/E servant à la neutralisation des désinfectants, bien homogénéiser le mélange.
- Prélever 1 ml et l'introduire dans une boîte de Pétri.
- Un volume de 10 à 15 ml du milieu PCA est ajouté.
- Faire des mouvements circulaires pour une bonne dispersion du mélange avec le milieu PCA.

- La boîte est incubée après solidification à 32°C pendant 72h.

2.10.2. Recherche des levures et moisissures

Selon la **NA 82-85**, la flore fongique représente un indice de la qualité marchande des matières premières.

La même procédure a été appliquée pour la recherche des levures et moisissures, sauf que nous avons utilisé le milieu Sabouraud au lieu du milieu CPA. La boîte est incubée après solidification à 25°C pendant 5 jours.

1. Rendement en flavonoïdes et en mucilage

Les résultats des rendements en flavonoïdes et en mucilage de *Malva sylvestris* sont notés dans le tableau suivant :

Tableau 2. Rendements en flavonoïdes extraits des feuilles sèches et en mucilage extrait des fleurs fraîches de *Malva sylvestris*

Extraits	Flavonoïdes	Mucilage
Rendement (%)	0.66	1.2

D'après les résultats mentionnés dans le tableau 1, le rendement en flavonoïdes des feuilles de *Malva sylvestris* est **0.66%**. Les fleurs fraîches de la grande mauve ont donné un rendement en mucilage de **1.2%**.

Ce résultat est proche de celui cité par **Hammadi et Mellak (2013)**, qui indiquent un rendement en mucilage de 1.15%, pour la mauve de la région de Blida.

Cependant, il demeure inférieur au résultat obtenu par **Sandhya et al. (2010)**, qui notent un rendement en mucilage de 4.2% dans les fleurs de la même espèce.

Cette variation du rendement pourrait être liée aux conditions climatiques favorables de la région ainsi la période de la récolte. Egalement, le rendement des principes actifs dépend d'autres facteurs à savoir : l'espèce, son état sanitaire durant toute l'année, et la morphologie de la plante (**Dar et al., 2007; Vidyavathi, 1991**).

En ce qui concerne les flavonoïdes, nous n'avons trouvé aucune référence bibliographique, nous permettant de discuter nos résultats.

2. Dosage des flavonoïdes totaux

Les résultats du dosage des flavonoïdes à partir de la courbe d'étalonnage de la quercétine, exprimés en µm EQ/g MS, sont illustrés dans la Figure 8.

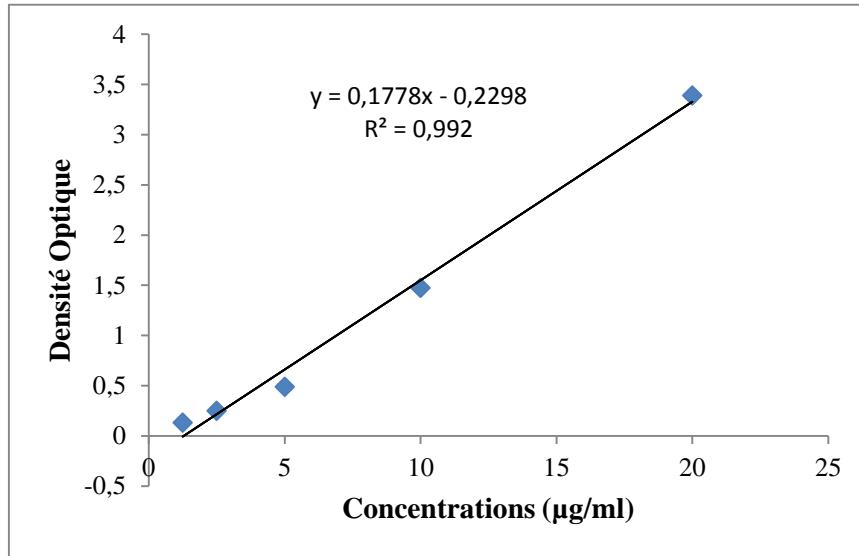


Figure 8. Courbe d'étalonnage de la quercétine

La concentration des flavonoïdes déterminée dans l'extrait sec est de **0.005 µg EQ/ g MS**. Ce résultat est inférieur à celui trouvé par **Beghdad et al. (2014)**, qui mentionnent une concentration de 5.694 ± 0.017 mg équivalent de rutine/g d'extrait des feuilles de *Malva sylvestris*, en utilisant l'éthanol 96° comme solvants par la méthode de macération.

Selon **Marco (1968)**, la concentration des flavonoïdes dans la plante, dépend de la polarité des solvants utilisés dans la préparation des extraits.

Cette variation des teneurs pourrait être liée aux conditions climatiques de la région ainsi qu'à la période de la récolte. Egalement le rendement des principes actifs dépend d'autres facteurs à savoir : l'espèce, son état sanitaire durant toute l'année, et la morphologie de la plante (**Dar et al, 2007; Vidyavathi, 1991**).

3. Caractéristiques organoleptiques des produits finis

Les critères organoleptiques d'un shampoing, sont les caractéristiques d'un shampoing en termes d'aspect, de couleur et d'odeur.

Nous avons regroupés les résultats de l'analyse organoleptique du shampoing bébé dans le tableau suivant:

Tableau 3. Propriétés organoleptiques des produits finis

	Echantillon 1 avec mucilage et flavonoïdes	Echantillons 2 avec mucilage	Echantillons 3 avec flavonoïdes	Témoin (Venus)
Aspect	Visqueux	Visqueux	Fluide, visqueux	Visqueux
Couleur	Marron	Marron	Transparente	Transparente
Odeur	Légèrement acidulé	Légèrement acidulé	Légèrement acidulé	Légèrement acidulé

D'après le tableau 3, nous remarquons que les aspects des produits finis 1 et 2 sont conformes au produit de référence «Venu». Ce pendant, l'échantillon3, présente un aspect fluide à visqueux. Ceci pourrait être du à l'absence du mucilage qui possède un pouvoir épaississant.

Pour la couleur, bien que nous n'ayant ajouté aucun colorant, nous remarquons que les échantillons 1 et 2 sont de couleur marron, contrairement à l'échantillon 3, qui est conforme à celui de référence. Il semblerait que le mucilage est un facteur qui influe sur cette propriété et il pourrait être utilisé comme colorant dans la préparation des produits cosmétiques.

En ce qui concerne l'odeur les trois échantillons sont conformes au shampoing pour bébé produit par Venus.

4. Analyses physico-chimiques des produits finis

Les résultats obtenus pour les analyses physico-chimiques des produits finis sont représentés dans le tableau 4.

Tableau 4. Caractéristiques physico-chimique des produits finis

Caractères	Normes	Echantillon 1 avec mucilage et flavonoïdes	Echantillon 2 avec mucilage	Echantillon 3 avec flavonoïdes
pH	5,5 – 6,5	6	5,73	5,90
Viscosité (m.pa.s)	3000 – 5000	4900	4500	4000
Densité	1,025 - 1,035	1,032	1,028	1,027

D'après les résultats illustrés dans le tableau 4, nous remarquons que:

- Les valeurs des pH des produits finis obtenus, sont conformes aux normes établis par les Laboratoires Venus.
- La densité des shampoings restent dans l'intervalle des normes données par le les Laboratoires Venus
- Les valeurs de la viscosité mise en évidence, nous permettent de dire que les shampoings pour bébé sont conformes aux paramètres du shampoing pour bébé de référence (Venus).

Il semblerait que le mucilage a influé la viscosité des échantillon1 et 2, en l'augmentant.

D'après **Zabeirou (2001)**, les mucilages sont d'une grande utilité en usage externe et usage interne à cause de leurs propriétés gélifiantes, stabilisantes de la mousse, émulsifiantes et épaississantes.

Selon **flores (2011)**, le mucilage de *Malva sylvestris* en solution dans l'eau permet aux nombreux groupements hydroxyles et aux fonctions acides de former des liaisons hydrogènes. Cela permet la formation d'un gel hydrophile à propriétés adoucissante et émolliente.

5. Contrôle microbiologique

Le tableau 5 et la figure 9 (annexe 1), illustrent les résultats du contrôle microbiologique des shampoings pour bébé préparés.

Tableau 5. Caractéristiques microbiologiques des shampoings pour bébé, préparés à base des flavonoïdes et du mucilage de *M. sylvestris*

Germes	Echantillon 1 avec mucilage et flavonoïdes	Echantillons 2 avec mucilage	Echantillons 3 avec flavonoïdes
Germes aérobies mésophiles	Absence	Absence	Absence
Levures et moisissures	Absence	Absence	Absence

D'après le tableau 5, nous constatons une absence totale des germes à savoir, les levures, les moisissures et les germes aérobie mésophiles. Ce résultat nous permet de dire que les trois types du shampoing pour bébé sont de bonne qualité microbiologique.

Nous observons aussi l'absence des germes totaux, levures et moisissures dans l'échantillon 2, bien qu'il ne contienne pas de conservateur, il semblerait que le mucilage possède un effet antimicrobien.

L'absence des ces microorganismes pathogènes dans l'échantillon 1 et l'échantillon 3 serait du à la présence des Flavonoïdes qui sont connus pour leur pouvoir antimicrobien confirmé par plusieurs recherches. En effet, **Lupo (2001)**, mentionne que les flavonoïdes sont introduits dans certains produits cosmétiques, en tant que conservateur afin de protéger le produit contre le rancissement des corps gras. **Shan et al. (2007)** indiquent que les flavonoïdes comme la quercétine sont des substances antibactériennes importantes.

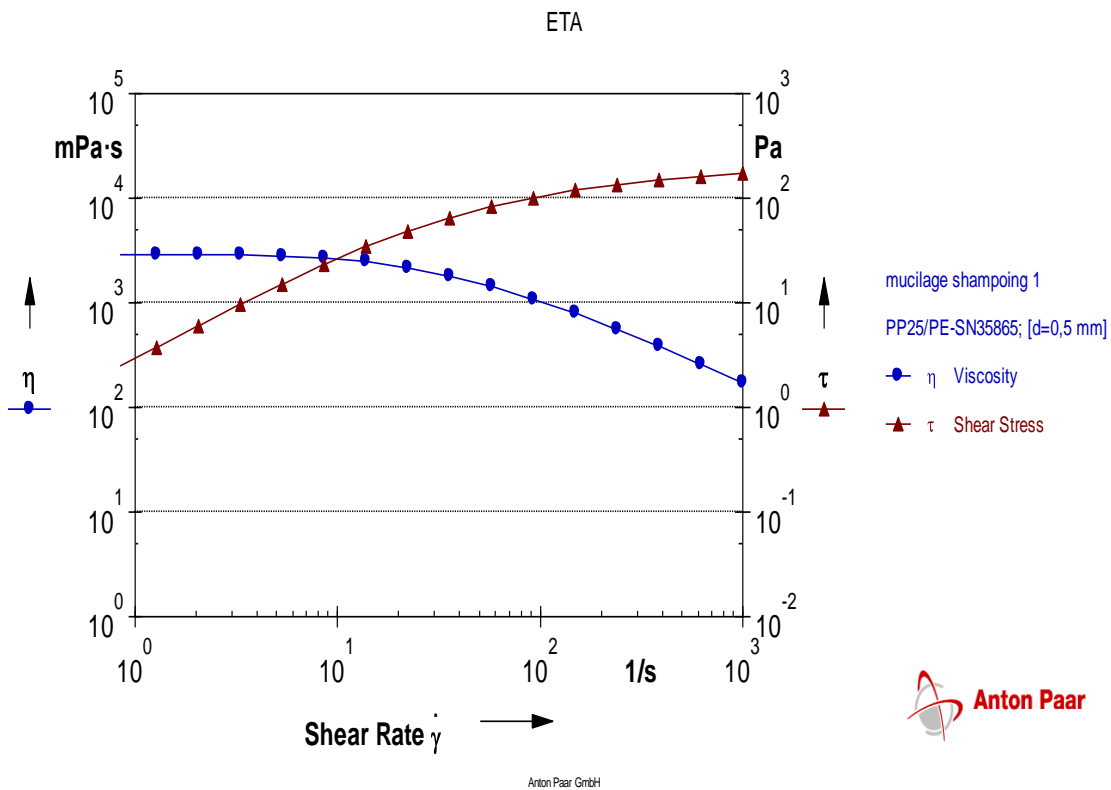
De même, **Cown (1999)**, note que les polyphénols sont doués d'activité antimicrobiennes importantes et diverses, probablement du à leurs diversités structurales.

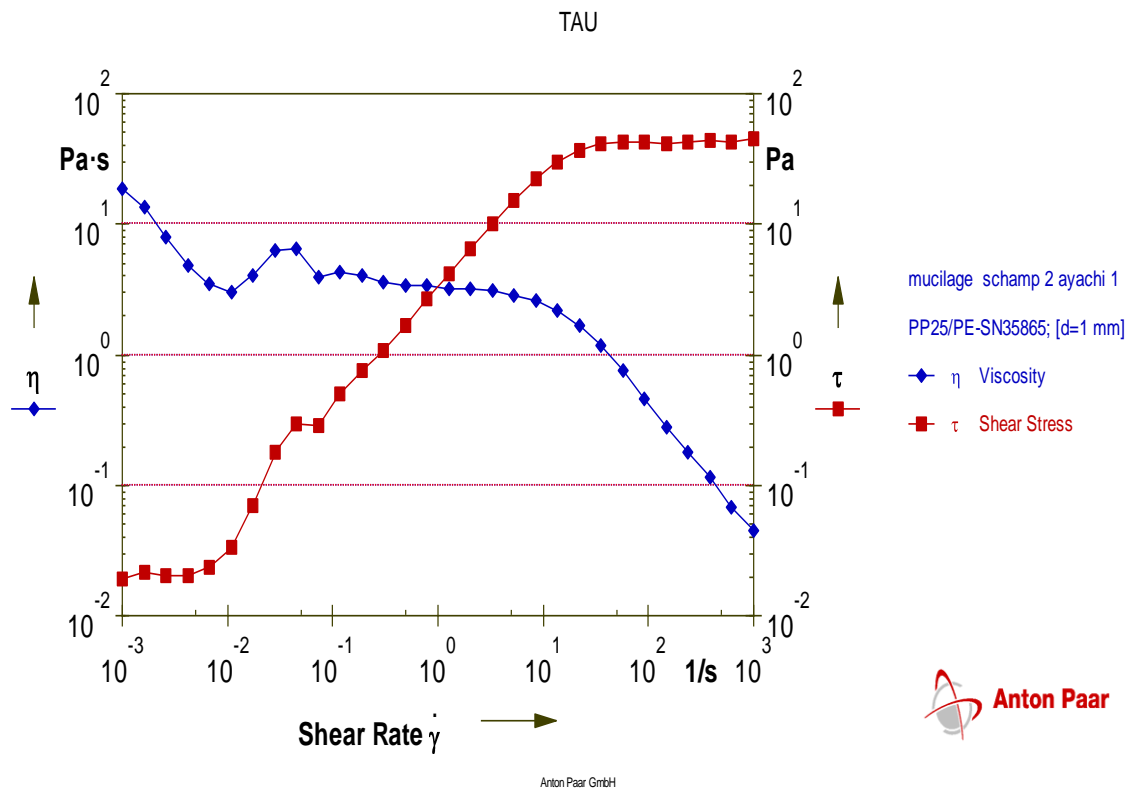
Les sites et le nombre des groupes hydroxyles sur les groupes phénoliques sont supposés être reliés à leurs relatives toxicités envers les microorganismes. Il a été aussi rapporté que plus les composés phénoliques sont oxydés et plus ils sont inhibiteurs des microorganismes (**Scalbert, 1991**).

D'après les résultats des caractéristiques physicochimiques, organoleptiques et l'analyse microbiologique nous pouvons dire que l'incorporation des flavonoïdes et de mucilage, dans la formulation du shampooing n'a pas influé sur sa qualité, ce qui pourrait permettre le remplacement des produits chimiques par les flavonoïdes comme conservateur et le mucilage comme épaississant.

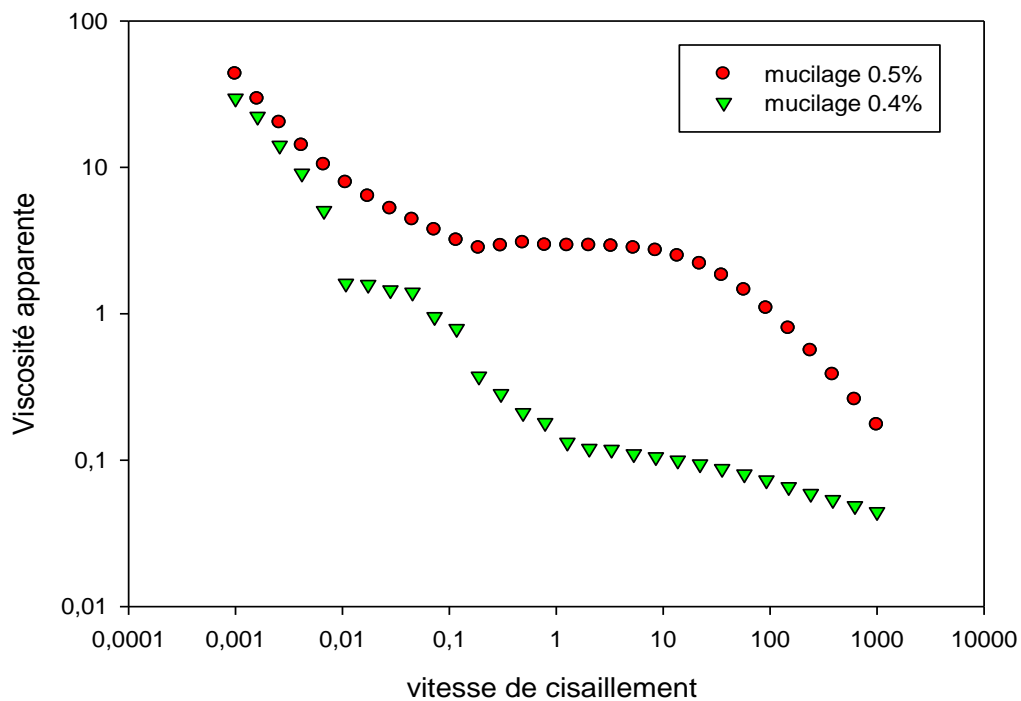
6. l'étude rhéologique

Les résultats des courbes d'écoulement obtenu pour les deux concentrations de mucilage 0.01 g/ml et 0.008 g/ml donnant la variation de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement sont représenté comme suit :





Variation de la viscosité apparente en fonction de la concentration du mucilage dans le schampoing



La figure ci-dessus représente l'évolution de la viscosité apparente des différentes concentrations du mucilage en fonction de la vitesse de cisaillement, les résultats de l'analyse rhéologique montrent des rhéogrammes typique d'un comportement

rhéofluidifiant c'est à dire que la viscosité η chute avec l'augmentation de la déformation et ce pour l'ensemble des deux essais étudiés ;

Ceci explique que le mucilage a joué un rôle de viscosifiant dans la formule du shampoing ce qui va lui attribuer un écoulement optimal et intéressant à la formule du shampoing

D'autre part nous avons constaté que plus la concentration du mucilage est importante plus la viscosité apparente est plus élevée, ceci confère au mucilage un rôle prometteur comme stabilisant et émulsifiant dans d'autres formulations cosmétiques.

Dans le but de valoriser une plante médicinale spontanée de la flore Algérienne, *Malva sylvestris*, qui est largement utilisée comme plante alimentaire, nous avons évalué son intérêt cosmétologique en mis en évidence l'activité antimicrobienne des flavonoïdes de ses feuilles, et l'effet épaississant et émoullient du mucilage de ses fleurs.

La poudre des feuilles, étant soumise à l'extraction, a donné un rendement en flavonoïdes est de 0.66%.

Par ailleurs, la quantification des flavonoïdes par la méthode d' AlCl_3 a montré que les feuilles de la mauve sauvage renferment une concentration de $0.005 \mu\text{g EQ/ g MS}$ d'extrait.

L'extraction de mucilage a montré une richesse des fleurs en mucilage avec un rendement de 1.2%.

L'incorporation des extraits biologiques de *Malva sylvestris* a permis de constater que le remplacement du conservateur de synthèse par les flavonoïdes et l'épaississant synthétique par le mucilage dans les shampooings pour bébé a donné des produits avec une bonne qualité organoleptique avec une apparence homogène de couleur marron.

Les résultats des caractéristiques physicochimiques sont conformes aux caractéristiques du shampooing bébé de références Venus. Le contrôle microbiologique a enregistré une absence totale des microorganismes pathogènes à savoir les germes aérobies mésophile et les levures et moisissures.

L'analyse rhéologique des produits à différentes concentrations du mucilage (0.010g/ml et 0.008 g/ml) a montré que la viscosité est liée à la concentration du mucilage, et que ce dernier joue un rôle important de viscosifiant dans la formulation du shampooing.

A la lumière de ces résultats, il apparaît que *Malva sylvestris* mérite d'être valoriser et exploiter dans le domaine cosmétique, grâce à ces innombrables vertus.

En vue de poursuivre et d'approfondir cette étude, il serait intéressant de:

- Identifier et caractériser les flavonoïdes par les techniques chromatographiques, déterminer les composé responsables de l'effet conservateur et de les tester dans le domaine de la cosmétologie

- Approfondir l'étude rhéologique et l'étude de l'effet épaississant et émoullissant de mucilage.
- Exploiter ces extraits naturels dans la formulation de produits cosmétiques, vus les effets nocifs sur la peau et les cheveux, des produits chimiques circulant sur le marché.

1. **Ait Youssef M., 2006.** Plantes Médicinales de Kabylie. Ed. IBIS PRESS. Paris. 346p.
2. **Akroum S., 2005.** Etude des propriétés biochimiques des polyphénols et tannins issus de *Rosmarinus officinalis* et *Vicia alba*. Mémoire de Magistère. Université Mentouri de Constantine. 91 p.
3. **Barbara Freidrich., 2008.** Hygiène du nourrisson les produits cosmétiques d'hygiène et leur évolution depuis les cinquante dernières années. Thèse de doctorat en pharmacie. Nancy : Faculté de Pharmacie. 170 p.
4. **Beghdad M.C., Benammar C., Bensalah F., Sabri F.Z., Belarbi M., Chemat F., (2014).** Antioxidant activity phenolic and flavonoid content in leaves, flowers, stems and seeds of mallow (*Malva sylvestris L*) from North Western of Algeria. *African Journal of Biotechnology*. **13** (3): 486-491.
5. **Barus C., 2008.** Etudes électrochimique de molécules antioxydantes et de leur association en milieux homogène et biphasique- Application aux produits dermocosmétique. Thèse de Doctorat. Université Toulouse III. Paul Sabatier. 235 p.
6. **Baures., Bedda S., Garderes., Moreau L., Raulot M., (2009).** Les cosmétiques biologiques à la loupe. Master Management des Industries de Santé. Dossier Santé. 320p.
7. **Beloued A., 2001.** Plantes médicinales d'Algérie. OPU. Alger. p 132.
8. **Bézanger-Beauquesne L., Pinkas M., Tork., (1986).** Les plantes dans la thérapeutique moderne. 2^{ème} Ed. Paris Maloine. 496p.
9. **Boizot N., Charpentier J P., (2006).** Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Le Cahier des Techniques de l'INRA*. 79-82.
10. **Bouhanna P., et Reygane P., (1999).** Pathologie du cheveu et du cuir chevelu. Ed. Masson. Paris. 336p.
11. **Bruneton, J., 1999.** Pharmacognosie phytochimie : plantes médicinales. In: Technique et Documentation Lavoisier. Paris. 418-419.
12. **Classen B & Blaschek W., (2002).** High molecular weight acidic polysaccharides from *Malva sylvestris*. *Planta Med.* **68** (3): 232–236.
13. **Couplan F., 2009.** Le régal végétal : plantes sauvages comestibles. Ed. Sang de la terre. Paris. 448p.
14. **Couplan F et Debuigne G., (2009).** Petit Larousse des plantes qui guérissent. Ed. Larousse. Paris. 383p.
15. **Couplan F et Doux Y., (1950).** L'album des plantes et des fleurs. Ed : Delachaux et Niestlé. France. 364p.

16. **Couplan F & Styner E., (1994).** Guide des plantes sauvages comestibles et toxiques. Ed. Delachaux et Niestlé. Paris. 415p.
17. **Cowan M M., 1999.** Plant Products as antimicrobial agents. *Clinical Microbiology Reviews.* **12**(4): 564-582.
18. **Dean F M., 1963.** Naturel Loccurring Oxygen Ring Compounds. Butterworth. Londres. 661p.
19. **Deysson G., 1963.** Cours de botanique générale, tome II, organisation et classification des plantes vasculaires. Ed. Société d'édition d'enseignement supérieur. Paris. 782p.
20. **Edeas M., 2007.** Les polyphénols et les polyphénols de thé. *Phytothérapie.* 264-270.
21. **Falleh H., Ksourri R., Chaieb K., Karry-Bouraoui N., Trabelsi N., Boulaaba M and Abdelly C., (2008).** *Phenolic composition of Cynara cardunculus L. Organs, and their biological activities.* *Compt. Rend Biol.* **331**: 372-379.
22. **Feughelman M., 2001.** *Mechanical extension of human hair and the movement of the cuticle.* *Cosmet Sci* **52**: 185–193.
23. **Flore M., 2011.** *Malva sylvestris L et les autres mauves en France.* Thèse de doctorat. 209p.
24. **Georgalas A., 2004.** Enhanced delivery of an anti-dandruff active in a shampoo vehicle. *Cosmet Sci.* 214 p.
25. **Girre L., 1980.** Connaître et reconnaître les plantes médicinales. Bulletin des bibliothèques de France. Ouest France. 373p.
26. **Golse J., 1955.** Précis de matière médicale. Ed. Doin G. Paris. 932 p.
27. **Guide illustré de la flore Algérienne., 2009.** Ed : Mairie des Paris. Algérie.
28. **Guignard D., 2007.** Abrégé Botanique : Systématique moléculaire. 1^{er} Ed. Masson. 365p.
29. **Guignard J.L., Cosson L., Henry M., (1985).** Abrégé de photochimie. Masson. 283p.
30. **Guigard J. L., 1996.** Biochimie végétale. Lavoisier. Paris. 292 p.
31. **Haslam E., Lilley T.H., (1988).** *Natural astringency in foodstuffs. A molecular interpretation.* *CritRev Food SciNutr.* **27**: 1-40.
32. **Lebreton P., Jay M., Voirin B., (1967).** l'analyse qualitative et quantitative des flavonoïdes. Chim. Anal. Paris. 383 p.
33. **Lochhead R.Y., Hemker W.J., and Castaneda J.Y., (1987).** Cosmetics and Toilette. Paris. **102**: 89 p.
34. **Lupo M. P., 2001.** Antioxydant and vitamins in cosmetics. *Clin. Dermatol.* **19**: 467-73.

35. **Maghami P., 1979.** Culture et cueillette des plantes médicinales. Ed. Nouvelles Encyclopédie des connaissances Hachette. Paris. 221 p.
36. **Mahieu V et Moucheron C., 2003.** La chimie des produits cosmétiques. Université Libre de Bruxelles. Centre universitaire de Didactique pour l'enseignement de la chimie. (CUDEC) <http://www.ulb.ac.be/sciences/cudec>.
37. **Martini M et Seiller M., (2006).** Actifs et additifs en cosmétologie. 3^{ème} Ed. Tec & Doc. Lavoisier. Paris. 1051 p.
38. **Martini M., 2006.** Introduction à la dermatopharmacie et à la cosmétologie. 2^{ème} Ed. Tec & Doc. Lavoisier. Paris. 411 p.
39. **Massaux C., 2012.** Polyphénols : des alliés pour la santé. *Abeilles & Cie.* n°149 114p.
40. **Morel J.M., 2008.** Traité pratique de phytothérapie. Grancher. Paris. 620 p.
41. **Marco J.G. 1968.** A rapid method for evaluation of antioxidants. *Journal of the American Oil Chemists Society.* 594 p.
42. **Nacz M et Shahidi F., 2004.** Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A.* **1054**: 95-111.
43. **Nève J., 2002.** Nutrition et stress oxydant: Modulation de l'apport alimentaire et anti-oxydants. Optimisation of dietary intake of anti-oxydants. *Nutrition clinique et métabolisme* **16** : 292-300.
44. **Paris R et Moysse H., (1981).** Précis de matière médicale. Ed.Masson. Paris. 248 p.
45. **Poelman M.C., 1992.** Initiation à la cosmétologie. Ed. Lavoisier. Paris. 142 p.
46. **Pruniéras M., 1981.** Précis de cosmétologie dermatologique. Ed Masson. Paris.90 p.
47. **Ribéreau-Gayon P., 1968.** Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod. Paris. 254 p.
48. **Robbins, C.R., 1994.** Chemical and Physical Behavior of Human Hair. New York: *Springer-Verlag.* 263-297.
49. **Rodier., 2005.** Colloque international « spiruline et développement» 28,29 et 30 avril 2005.
50. **Sarni-Manchado P et Cheynier V., (2006).** Les polyphénols en agroalimentaire. Ed. Tec & Doc. Paris. 389 p.
51. **Saucier C., Chira K., Suh J.H., Teissédre P.L., (2008).** Les polyphénols du raisin. Ed. *Springer.* **6** : 75-82.
52. **Scalbert A., 1991.** Antimicrobial properties of tannins. *Phytochemistry.* **30**: 3875-3883.
53. **Sava C., Sirbu R., Dumitrescu C., (2006).** Analyse qualitative et quantitative des anthocyanes dans des produits naturels scientifiques. Ed. Study & Research. 798p.

- 54. Shenoy V.R., 1993.** Anthocyanins-Prospective foodcolours. Ed. *CurrentSci.* **64**: 575-579.
- 55. Tela Botanica, Benoit Bock, (2013).** BDNFF v.4.02 Base de données Nomenclature de la Flore de France.
- 56. Valnet J., 1992.** Phytothérapie : traitement des maladies par les plantes. 6^{ème} Ed. Livre de poche. Maloine Paris. 320p.
- 57. Volak J et Stodola J., (1983).** Plantes médicinales. Ed. Grund. Paris. 196 p.
- 58. Wichtl M., 2003.** Plantes thérapeutique : tradition. Pratique Officinale. Science et thérapeutique. Ed. Tec & Doc. Paris. 692p.

Annexes

Annexe I

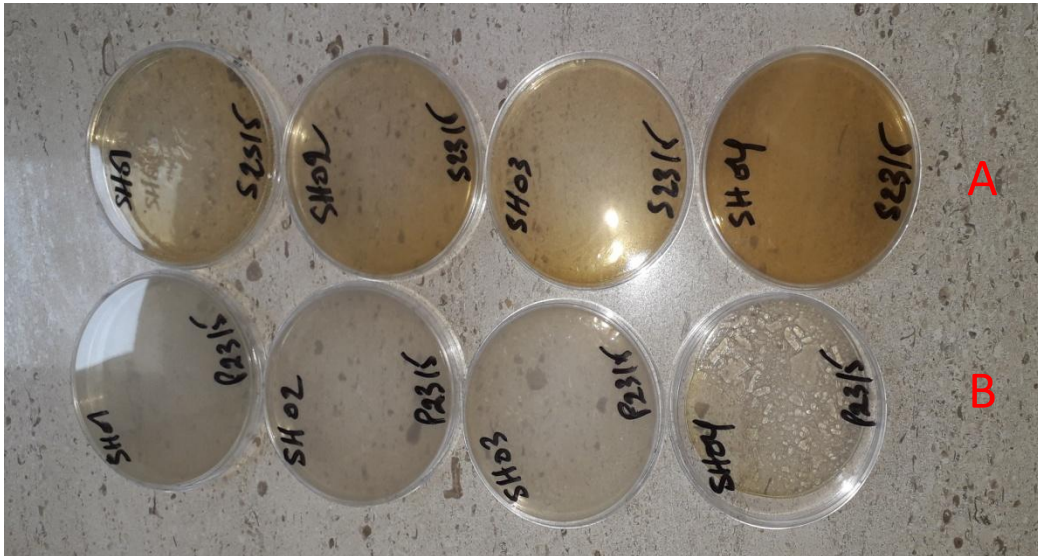


Figure 9. Résultats des analyses microbiologiques de 3 échantillons

A _ levures et moisissures

B_ germes aérobies mésophiles

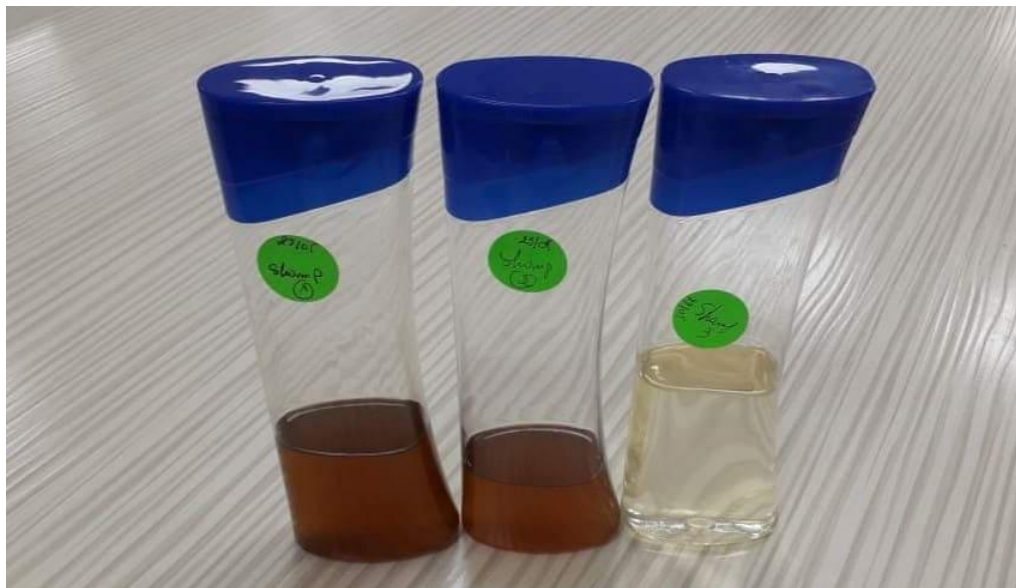


Figure 10. Produits finis des shampoings pour bébé

Echantillon 1

Echantillon 2

Echantillon 3

Annexe II



Figure 11. pH mètre



Figure 12. Viscosimètre rotatif



Figure 13. Pycnomètre