

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

REPUBLIQUE DE COTE D'IVOIRE
UNION – DISCIPLINE – TRAVAIL



Année : 2016 – 2017

n° 1847/17

THESE

Présentée en vue de l'obtention du
DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN PHARMACIE

Par

LEBI LIEWA CARINE LARISSA

Evaluation pharmacotechnique et de l'innocuité
d'une crème à base d'huile de *Moringa oleifera* à
activité anti-oxydante

Soutenue publiquement le 04 Juillet 2017

Composition du jury

Président de jury	: Madame KONE- Bamba Diénéba, Professeur Titulaire
Directeur	: Monsieur KOFFI Armand, Maître de Conférences Agrégé
Assesseurs	: Monsieur ABROGOUA Danho Pascal, Maître de Conférences Agrégé Madame FOFIE N'Guessan Bra Yvette, Maître - assistante

ADMINISTRATION ET
PERSONNEL ENSEIGNANT DE
L'UFR SCIENCES
PHARMACEUTIQUES ET
BIOLOGIQUES

I- HONORARIAT

Directeurs/Doyens Honoraires :	Professeur RAMBAUD André
	Professeur FOURASTE Isabelle
	Professeur BAMBA Moriféré
	Professeur YAPO Abbé †
	Professeur MALAN Kla Anglade
	Professeur KONE Moussa †
	Professeur ATINDEHOU Eugène

II- ADMINISTRATION

Directeur	Professeur KONE BAMBA Diéneba
Sous-Directeur Chargé de la Pédagogie	Professeur Ag INWOLEY Kokou André
Sous-Directeur Chargé de la Recherche	Professeur Ag OGA Agbaya Serge
Secrétaire Principal	Madame NADO-AKPRO Marie Josette
Documentaliste	Monsieur N'GNIMMIEN Koffi Lambert
Intendant	Monsieur GAHE Alphonse
Responsable de la Scolarité	Madame DJEDJE Yolande

III- PERSONNEL ENSEIGNANT PERMANENT

1- PROFESSEURS TITULAIRES

Mme AKE Michèle	Chimie Analytique, Bromatologie
M ATINDEHOU Eugène	Chimie Analytique, Bromatologie
Mme ATTOUNGBRE HAUHOUOT M.L.	Biochimie et Biologie Moléculaire
M DANO Djédjé Sébastien	Toxicologie.
Mme KONE BAMBA Diéneba	Pharmacognosie
M KOUADIO Kouakou Luc	Hydrologie, Santé Publique
MALAN Kla Anglade	Chimie Anal., contrôle de qualité
MENAN Eby Ignace Hervé	Parasitologie - Mycologie
MONNET Dagui	Biochimie et Biologie Moléculaire

Mme SAWADOGO Duni	Hématologie
M YOLOU Séri Fernand	Chimie Générale

2- MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

M ABROGOUA Danho Pascal	Pharmacie Clinique
AHIBOH Hugues	Biochimie et Biologie moléculaire
Mme AKE EDJEME N'guessan Angèle	Biochimie et Biologie moléculaire
M AMARI Antoine Serge G.	Législation
AMIN N'Cho Christophe	Chimie analytique
BONY François Nicaise	Chimie Analytique
DEMBELE Bamory	Immunologie
GBASSI K. Gildas	Chimie Physique Générale
INWOLEY Kokou André	Immunologie
KOFFI Angely Armand	Pharmacie Galénique
Mme KOUAKOU-SIRANSY Gisèle	Pharmacologie
M KOUASSI Dinard	Hématologie
LOUKOU Yao Guillaume	Bactériologie-Virologie
OGA Agbaya Stéphane	Santé publique et Economie de la santé
OUASSA Timothée	Bactériologie-Virologie
OUATTARA Mahama	Chimie organique, Chimie thérapeutique
YAPI Ange Désiré	Chimie organique, chimie thérapeutique
YAVO William	Parasitologie - Mycologie
ZINZENDORF Nanga Yessé	Bactériologie-Virologie
BONY François Nicaise	Chimie Analytique
DALLY Laba Ismael	Pharmacie Galénique
DJOHAN Vincent	Parasitologie RMycologie
Mmes IRIE N'GUESSAN Amenan	Pharmacologie

SACKOU KOUAKOU Julie	Santé Publique
SANGARE TIGORI Béatrice	Toxicologie
POLNEAU VALLEE Sandrine	Mathématiques-Statistiques

3- MAITRE DE CONFERENCES ASSOCIE

M DIAFOUKA François	Biochimie et Biologie de la Reproduction
---------------------	--

4- MAITRES ASSISTANTS

M ADJAMBRI Adia Eusebé	Hématologie
Mmes AFFI-ABOLI Mihessé Roseline	Immunologie
AKA-ANY-GRAH Armelle Adjoua S	Pharmacie Galénique
M ANGORA Kpongbo Etienne	Parasitologie - Mycologie
Mme BARRO KIKI Pulchérie	Parasitologie - Mycologie
M CLAON Jean Stéphane	Santé Publique
Mme FOFIE N'Guessan Bra Yvette	Pharmacognosie
M KASSI Kondo Fulgence	Parasitologie-Mycologie
Mmes KONATE Abibatou	Parasitologie-Mycologie
KOUASSI AGBESSI Thérèse	Bactériologie-Virologie
M MANDA Pierre	Toxicologie
Mmes SANGARE Mahawa	Biologie Générale
VANGA ABO Henriette	Parasitologie-Mycologie
M YAYO Sagou Eric	Biochimie et Biologie moléculaire

5- ASSISTANTS

M ADIKO Assi Aimé Césaire	Hématologie
ADJOUNGOUA Attoli Léopold	Pharmacognosie
AMICHIA Attoumou Magloire	Pharmacologie

Mmes ALLOUKOU-BOKA Paule-Mireille Législation

	APETE Sandrine	Bactériologie-Virologie
	AYE YAYO Mireille	Hématologie
	BEDIAKON née GOKPEYA Kemontingni M.	Santé publique
M	BROU Amani Germain	Chimie Analytique
	BROU N'Guessan Aimé	Pharmacie clinique
	CABLAN Mian N'Ddey Asher	Bactériologie-Virologie
	COULIBALY Songuigama	Chimie Thérapeutique
Mme	DIAKITE Aïssata	Toxicologie
M	DJADJI Ayoman Thierry Lenoir	Pharmacologie
	DJATCHI Richmond Anderson	Bactériologie-Virologie
Mme	DONOU née N'DRAMAN Aha Emma	Hématologie
	DOTIA Tiepordan Agathe	Bactériologie-Virologie
M	EFFO Kouakou Etienne	Pharmacologie
Mme	HOUNSA Annita Emeline Epse Alla	Sante Publique
M	KABRAN Tano Kouadio Mathieu	Immunologie
	KACOU Alain	Chimie Thérapeutique
	KAMENAN Boua Alexis Thierry	Pharmacologie
	KOFFI Kouamé	Santé publique
	KONAN Konan Jean Louis	Biochimie et Biologie moléculaire
Mme	KONE Fatoumata	Biochimie et Biologie moléculaire
M	KOUAKOU Sylvain Landry	Pharmacologie
	KOUAME Denis Rodrigue	Immunologie
	KPAIBE Sawa Andre Philippe	Chimie Analytique
	LATHRO Joseph Serge	Bactériologie-Virologie
	N'GBE Jean Verdier	Toxicologie
	N'GUESSAN Alain	Pharmacie Galénique

Mme N'GUESSAN née AMONKOU Anne C.	Législation
N'GUESSAN-BLAO Amoin Rebecca	Hématologie
M N'GUESSAN Déto Ursul Jean-Paul	Chimie Thérapeutique
Mmes N'GUESSAN Kakwokpo Clémence	Pharmacie Galénique
OUAYOGODE-AKOUBET Aminata	Pharmacognosie
SIBLI-KOFFI Akissi Joëlle	Biochimie et Biologie moléculaire
TANOHO NEE BEDIA Akoua Valérie	Parasitologie-Mycologie
M TRE Eric Serge	Chimie Analytique
Mmes TUO Awa	Pharmacie Galénique
YAO ATTIA Akissi Régine	Santé publique
M YAPO Assi Vincent De Paul	Biologie Générale
Mme YAPO NEE YAO Carine Mireille	Biochimie

6- ATTACHES DE RECHERCHE

Mme ADIKO N'dri Marcelline	Pharmacognosie
M LIA Gnahoré José Arthur	Pharmacie Galénique

7- IN MEMORIUM

Feu KONE Moussa	Professeur Titulaire
Feu YAPO Abbé Etienne	Professeur Titulaire
Feu COMOIE Léopold	Maître de Conférences Agrégé
Feu GUEU Kaman	Maître Assistant
Feu ALLADOUM Nambelbaye	Assistant
Feu COULIBALY Sabali	Assistant
Feu TRAORE Moussa	Assistant
Feu YAPO Achou Pascal	Assistant

IV- ENSEIGNANTS VACATAIRES

1- PROFESSEURS

M	ASSAMOI Assamoi Paul	Biophysique
	DIAINE Charles	Biophysique
	OYETOLA Samuel	Chimie Minérale
	ZOUZOU Michel	Cryptogamie

2- MAITRES DE CONFERENCES

M	KOUAKOU Tanoh Hilaire	Botanique et Cryptogamie
	SAKO Aboubakar	Physique (Mécanique des fluides)
Mme	TURQUIN née DIAN Louise	Biologie Végétale
M	YAO N'Dri Athanase	Pathologie Médicale

3- MAITRE-ASSISTANT

M	KONKON N'Dri Gilles	Botanique, Cryptogamie
---	---------------------	------------------------

4- NON UNIVERSITAIRES

M.	AHOUSSE Daniel Ferdinand	Secourisme
	DEMPAH Anoh Joseph	Zoologie
	GOUEPO Evariste	Techniques officinales
Mme	KEI-BOGUINARD Isabelle	Gestion
M	KOFFI ALEXIS	Anglais
	KOUA Amian	Hygiène
	KOUASSI Ambroise	Management
	N'GOZAN Marc	Secourisme
	KONAN Kouacou	Diététique
Mme	PAYNE Marie	Santé Publique

**COMPOSITION DES DEPARTEMENTS DE
L'UFR DES SCIENCES PHARMACEUTIQUES
ET BIOLOGIQUES**

I- BACTERIOLOGIE-VIROLOGIE

Professeur LOUKOU Yao Guillaume	Maître de Conférences Agrégé Chef du département
Professeurs ZINZENDORF Nanga Yessé OUASSA Timothée	Maître de Conférences Agrégé Maître de Conférences Agrégé
Docteurs KOUASSI AGBESSI Thérèse CABLAN Mian N'Dédey Asher DOTIA Tiepordan Agathe LATHRO Joseph Serge APETE yah sandrine épouse TAHOU KRIZO Gouhonnon Anne-Aymone DJATCHI Richmond Anderson	Maître- assistante Assistant Assistante Assistant Assistante Assistante Assistant

II- BIOCHIMIE, BIOLOGIE MOLECULAIRE, BIOLOGIE DE LA REPRODUCTION ET PATHOLOGIE MEDICALE

Professeur MONNET Dagui	Professeur Titulaire Chef du Département
Professeurs HAUHOUOT épouse ATTOUNGBRE M. L. AHIBOH Hugues AKE EDJEME N'Guessan Angèle DIAFOUKA François	Professeur Titulaire Maître de Conférences Agrégé Maître de Conférences Agrégé Maître de Conférences
Docteurs YAYO Sagou Eric KONAN Konan Jean Louis KONE Fatoumata KOFFI Akissi Joelle épouse SIBLI YAPO NEE YAO Carine Mireille	Maître-assistant Assistant Assistante Assistante Assistante

III- BIOLOGIE GENERALE, HEMATOLOGIE ET IMMUNOLOGIE

Professeur SAWADOGO Duni	Professeur Titulaire Chef du Département
Professeurs INWOLEY Kokou André	Maître de Conférences Agrégé
KOUASSI Dinard	Maître de Conférences Agrégé
DEMBELE Bamory	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs SANGARE Mahawa	Maitre-assistante
AFFI-ABOLI Mihessé Roseline	Maître-Assistante
ADJAMBRI Adia Eusebé	Assistant
AYE YAYO Mireille	Assistante
KABRAN Tano K. Mathieu	Assistant
KOUAME Denis Rodrigue	Assistant
N'GUESSAN-BLAO R. S.	Assistante
YAPO Assi Vincent De Paul	Assistant
ADIKO Assi Aimé Cézaire	Assistant
DONOU NEE N'DRAMAN Aha E.	Assistante

IV- CHIMIE ANALYTIQUE, CHIMIE MINERALE ET GENERALE, TECHNOLOGIE ALIMENTAIRE

Professeur ATINDEHOU Eugène	Professeur Titulaire Chef du Département
Professeurs MALAN Kla Anglade	Professeur Titulaire
AKE Michèle Dominique	Professeur Titulaire
YOLOU Séri Fernand	Professeur Titulaire
Professeurs AMIN N'Cho Christophe	Maître de Conférences Agrégé
GBASSI K. Gildas	Maître de Conférences Agrégé
BONY Nicaise François	Maître de conférences agrégé

Docteurs BROU Amani Germain Assistant

KPAIBE Sawa Andre Philippe Assistant

TRE Eric Serge Assistant

V- CHIMIE ORGANIQUE ET CHIMIE THERAPEUTIQUE

Professeur YAPI Ange Désiré Maître de Conférences Agrégé

Chef du Département

Professeur OUATTARA Mahama Maître de Conférences Agrégé

Docteurs KACOU Alain Assistant

N'GUESSAN Deto Jean-Paul Assistant

COULIBALY Songuigama Assistant

SICA NEE DIAKITE Amelanh Assistante

VI-PARASITOLOGIE, MYCOLOGIE, BIOLOGIE ANIMALE ET ZOOLOGIE

Professeur MENAN Eby Ignace H. Professeur Titulaire

Chef du Département

Professeur YAVO William Maître de Conférences Agrégé

DJOHAN Vincent Maître de Conférences Agrégé

Docteurs BARRO KIKI Pulchérie Maître-assistante

KASSI Kondo Fulgence Maître-assistant

VANGA ABO Henriette Maître-assistante

ANGORA Kpongbo Etienne Maître-Assistant

KONATE Abibatou Maître-Assistante

TANOH NEE BEDIA Akoua Valérie Assistante

**VII- PHARMACIE GALENIQUE, BIOPHARMACIE, COSMETOLOGIE, GESTION
ET LEGISLATION PHARMACEUTIQUE**

Professeur KOFFI Armand A. Maître de Conférences Agrégé

Chef du Département

Professeur AMARI Antoine Serge G.	Maître de Conférences Agrégé
DALLY Laba Ismaël	Maître de Conférences Agrégé
Docteur AKA-ANY Grah Armelle A.S.	Maitre- Assistante
N'GUESSAN Alain	Assistant
BOKA Paule Mireille épouse A.	Assistante
N'GUESSAN Kakwopko C.	Assistante
TUO Awa Nakognon	Assistante
N'GUESSAN NEE AMONKOU Anne Cynthia	Assistante
LIA Gnahoré José Arthur	Attaché de recherche

VIII- PHARMACOGNOSIE, BOTANIQUE, BIOLOGIE VEGETALE, CRYPTOLOGAMIE

Professeur KONE BAMBA Diénéba	Professeur Titulaire
	Chef du Département
Docteurs FOFIE N'Guessan Bra Yvette	Maître-Assistant
ADJOUNGOUA Attoli Léopold	Assistante
OUAYOGODE-AKOUBET Aminata	Assistante
ADIKO N'dri Marcelline	Attaché de recherche

IX- PHARMACOLOGIE, PHARMACIE CLINIQUE ET THERAPEUTIQUE, ET PHYSIOLOGIE HUMAINE

Professeurs KABLAN Brou Jérôme	Maître de Conférences Agrégé
	Chef du Département
ABROGOUA Danho Pascal	Maître de Conférences Agrégé
KOUAKOU SIRANSY N'doua G.	Maître de Conférences Agrégé
IRIE N'GUESSAN Amenan G.	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs AMICHIA Attoumou M.	Assistant
DJADJI Ayoman Thierry Lenoir	Assistant
EFFO Kouakou Etienne	Assistant

KAMENAN Boua Alexis	Assistant
KOUAKOU Sylvain Landry	Assistant
BROU N'GUESSAN Aime	Assistant

X- PHYSIQUE, BIOPHYSIQUE, MATHEMATIQUES, STATISTIQUES ET INFORMATIQUE

Professeur ATINDEHOU Eugène	Professeur Titulaire
	Chef de Département
Docteur POLNEAU VALLEE Sandrine	Maître de Conférences Agrégé

XI- SANTE PUBLIQUE, HYDROLOGIE ET TOXICOLOGIE

Professeur KOUADIO Kouakou Luc	Professeur Titulaire
	Chef du département
DANO Djédjé Sébastien	Professeur Titulaire
OGA Agbaya Stéphane	Maître de Conférences Agrégé
SANGARE TIGORI B.	Maître de Conférences Agrégé
SACKOU KOUAKOU J.	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs CLAON Jean Stéphane	Maître-assistant
MANDA Pierre	Maître-assistant
DIAKITE Aissata	Assistante
HOUNSA-ALLA Annita Emeline	Assistante
YAO ATTIA Akissi Régine	Assistante
N'GBE Jean Verdier	Assistant
KOFFI Kouamé	Assistant
BEDIAKON NEE GOKPEYA Kemontingni M.	Assistante
KOUAME Jérôme	Assistant

A NOS MAITRES ET JUGES

A NOTRE MAITRE ET PRESIDENTE DE JURY

Madame le professeur titulaire KONE BAMBA DIENEBA,

- *Doyen de l'UFR des sciences pharmaceutiques et biologiques de l'Université Félix Houphouët Boigny de Cocody;*
- *Professeur Titulaire de Pharmacognosie à l'UFR sciences pharmaceutiques et biologiques de l'Université Félix Houphouët Boigny de Cocody;*
- *Chef du département de pharmacognosie à l'UFR sciences pharmaceutiques et biologiques de l'Université de Cocody;*
- *Expert à l'organisation Mondiale de la Santé*
- *Officier de l'ordre de l'enseignement supérieur de Côte d'Ivoire*
- *Officier de l'ordre du mérite national de Côte d'Ivoire*

Cher maître,

Nous sommes très sensibles à l'honneur que vous nous faites en acceptant avec spontanéité de présider le jury de notre thèse.

Nous avons eu le privilège de bénéficier de vos qualités d'enseignant tout au long de notre cursus universitaire.

Nous vous sommes infiniment reconnaissants. Que ce travail soit le gage de notre respect et de notre grande admiration pour vos qualités pédagogiques indéniables !

A NOTRE MAITRE ET DIRECTEUR DE THESE

Monsieur le Professeur Agrégé KOFFI ARMAND A.

- *Docteur Ès Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, diplômé de l'Université Félix Houphouët Boigny en Cotutelle avec la Faculté de Pharmacie de Chatenay Malabry, Université de Paris XI*
- *Maître de conférences agrégé en Pharmacotechnie et Biopharmacie*
- *Chef du département de Pharmacie galénique, Biopharmacie, Cosmétologie, Gestion et Législation Pharmaceutique de l'UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques d'Abidjan*
- *Chef de service de la Pharmacie de l'Institut de cardiologie d'Abidjan*
- *Expert en pharmacie galénique et pharmacie industrielle au service de la DPML*
- *Expert consultant à CODINORM*
- *Membre de l'Association de Pharmacie Galénique Industrielle (APGI)*
- *Membre de l'Association Française des Enseignants de Pharmacie Galénique (AFEPG)*
- *Membre de la SOPHACI*
- *Membre du Comité National de Lutte contre les Médicaments Illicites (COTRAMED...)*

Cher maître,

Votre enseignement, mais également votre rigueur et votre ardeur au travail creusent un chemin qu'il est agréable à tout étudiant de l'UFR des Sciences Pharmaceutiques de suivre.

Veillez trouver ici l'expression de notre profonde gratitude, vous qui avez été, êtes et serez toujours notre maître.

A NOTRE MAITRE ET JUGE

Monsieur le Professeur Agrégé ABROGOUA DANHO PASCAL

- *Maître de Conférences Agrégé de Pharmacie Clinique et Thérapeutique (UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de l'Université Félix Houphouët-Boigny).*
- *Pharmacien Hospitalier au CHU de Cocody.*
- *Responsable de l'enseignement de Pharmacie clinique et thérapeutique de l'UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques (Université Félix Houphouët-Boigny).*
- *Titulaire du Master en Pharmaco-économie de l'Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Lyon (France).*
- *Membre du comité pédagogique de l'UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques (Université Félix Houphouët-Boigny).*
- *Membre de la Société Française de Pharmacie Clinique (SFPC).*
- *Membre de la Société Française de Pharmacologie et de Thérapeutique (SFPT).*
- *Membre associé de l'Association Nationale des Enseignants de Pharmacie Clinique de France (ANEPC).*
- *Membre de la Société Ivoirienne de Toxicologie (SITOX).*

Cher maitre,

Nous vous sommes très reconnaissants de l'honneur que vous nous faites en acceptant de juger ce travail.

Nous avons toujours admiré vos qualités humaines et professionnelles ainsi que votre compétence et votre disponibilité chaque fois que vous étiez sollicité.

Veillez accepter, cher Maitre, l'assurance de notre estime et profond respect

A NOTRE MAITRE ET JUGE

Madame le Docteur FOFIE N'GUESSAN BRA YVETTE

- *Maitre Assistant en pharmacognosie à l'UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques*
- *Pharmacienne au Laboratoire National de santé public (contrôle de phytomédicament)*
- *Membre de la société pharmaceutique de côte d'ivoire (SOPHACI)*
- *Membre de la Société africaine de chimie (SOACHIM)*

Cher maitre,

En acceptant spontanément de siéger au sein de ce jury, vous confirmez votre caractère d'humilité, de disponibilité et de simplicité.

Veillez trouver ici le témoignage de ma reconnaissance et de mon infini respect.

SOMMAIRE

LISTE DES ABREVIATIONS	XXXI
LISTE DES FIGURES	XXXII
LISTE DES TABLEAUX.....	XXXV
INTRODUCTION.....	1
PREMIERE PARTIE: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
CHAPITRE 1: GENERALITES SUR LE <i>MORINGA</i>	6
I-ETUDE ETHNOBOTANIQUE.....	6
II-ETUDE PHYTOCHIMIQUE.....	13
III-GENERALITES SUR L'HUILE DES GRAINES	14
CHAPITRE 2: GENERALITES SUR LES CREMES.....	21
I-EMULSIONS.....	21
II-CREMES.....	26
CHAPITRE 3 : ANALYSE SENSORIELLE.....	32
CHAPITRE 4 : GENERALITES SUR LA RHEOLOGIE.....	45
DEUXIEME PARTIE: ETUDE EXPERIMENTALE.....	53
CHAPITRE1: MATERIELS ET METHODES.....	54
I RMATERIELS.....	54
II- METHODES.....	58
CHAPITRE 2: RESULTATS.....	75
I-PREPARATION DE LA CREME.....	76
II-ESSAIS SUR LA CREME.....	77
III-ETUDE DE STABILITE SUR 28 JOURS.....	89
IV-ESSAIS TOXICOLOGIQUES	112
DISCUSSION.....	117

CONCLUSION	124
PERSPECTIVES.....	126
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	128
ANNEXE.....	135

LISTE D'ABREVIATIONS

Rayon UV	: Ultra-violet
HLB	: Hydrophile Lipophile Balance
ND	: Non déterminé
L/H	: Lipophile/Hydrophile
H/L	: Hydrophile/ Lipophile
H/E	: Huile dans Eau
H/L/H	: Lipophile/Hydrophile/Lipophile
E/H/E	: Eau dans Huile dans Eau
V	: Vitesse de crémage ou de sédimentation en cm. s^{-1}
R	: Rayon des gouttelettes ou des globules d'émulsion en cm
D1, D2	: Densité des phases dispersée et dispersante, en g.cm^3 à 20 °C
G	: Accélération de la gravité, 981 cm.s^{-2}
η	: Viscosité de la phase dispersante ou phase continue, en Poise ou Pa.
QDA	: Quantitative Descriptive Analysis
SDA	: Spectrum Descriptive Analysis
Pa.s	: Pascal. seconde
UFR	: Unité de formation et de recherche
CHU	: Centre hospitalier universitaire
W_{ad}	: Travail d'adhésion
F_{ad}	: Force maximale de détachement
J1 à J28	: Jour 1 à jour 28
T0	: Temps 0
trs/mn	: Tours par minute
Crème M.O	: Crème à base d'huile de <i>Moringa oleifera</i>
mJ	: MilliJoule
N.mm	: Newton.millimètre
I.P	: Irritation primaire
I.O	: Irritation oculaire
F	: Force de cisaillement
C.O	: Caractères organoleptiques

LISTE DE FIGURES

	<u>Page</u>
<u>Figure 1</u> : Arbre de <i>Moringa oleifera</i>	9
<u>Figure 2</u> : Gousses sèches de <i>Moringa oleifera</i>	10
<u>Figure 3</u> : Graines de <i>Moringa oleifera</i>	10
<u>Figure 4</u> : Les deux types d'émulsions simples.....	21
<u>Figure 5</u> : Les deux types d'émulsions multiples.....	23
<u>Figure 6</u> : Les phénomènes d'instabilité des émulsions.....	26
<u>Figure 7</u> : Matériau soumis à une contrainte de cisaillement	46
<u>Figure 8</u> : Schéma d'une géométrie plan-plan	48
<u>Figure 9</u> : Schéma d'une géométrie cône-plan	49
<u>Figure 10</u> : Schéma d'une géométrie de Couette	50
<u>Figure 11</u> : Schéma représentatif de l'analyseur de texture et de la courbe force élongation typique	65
<u>Figure 12</u> : Schéma représentatif du test de dureté.....	66
<u>Figure 13</u> : Lapin dans une boîte de contention.....	69
<u>Figure 14</u> : Instillation de crème dans l'œil du lapin.....	69
<u>Figure 15</u> : Flanc du lapin tondu et scarifié.....	72
<u>Figure 16</u> : crème à base d'huile de <i>Moringa</i>	76
<u>Figure 17</u> : Cartographie du profil sensoriel de la crème à J1.....	80
<u>Figure 18</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la température de la crème <i>Moringa</i> conservée à différentes températures pendant 24 heures.....	82
<u>Figure 19</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la température de la crème Familia conservée à différentes températures pendant 24 heures.....	82

<u>Figure 20</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème <i>Moringa</i> conservée à différentes températures pendant 24 heures.....	84
<u>Figure 21</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème Familia conservée à différentes températures pendant 24 heures.....	84
<u>Figure 22</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème <i>Moringa</i> conservée à différentes températures Pendant 24 heures.....	86
<u>Figure 23</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème Familia conservée à différentes températures Pendant 24 heures.....	86
<u>Figure 24</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème <i>Moringa</i> à J1.....	88
<u>Figure 25</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème Familia à J1.....	88
<u>Figure 26</u> : Evolution de la granulométrie des globules de la crème <i>Moringa</i> conservée au réfrigérateur (6°C) pendant 28jours.....	92
<u>Figure 27</u> : Evolution de la granulométrie des globules de la crème <i>Moringa</i> conservée à la température ambiante ($27 \pm 2^\circ\text{C}$) pendant 28 jours.....	93
<u>Figure 28</u> : Evolution de la granulométrie des globules la crème <i>Moringa</i> conservée à l'étuve (40°C) pendant 28 jours.....	94
<u>Figure 29</u> : Evolution des différents descripteurs au cours du temps (28 jours).....	96
<u>Figure 30</u> : Cartographie du profil sensoriel de la crème à J28.....	98
<u>Figure 31</u> : Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème <i>Moringa</i> (conservée à différentes températures) à 25°C.....	100
<u>Figure 32</u> : Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème Familia (conservée à différentes températures) à 25°C.....	100

<u>Figure 33</u> : Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/mn) de la crème <i>Moringa</i> (conservée à différentes températures) à 37°C.....	101
<u>Figure 34</u> : Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème Familia (conservée à différentes températures) à 37°C.....	101
<u>Figure 35</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la température (mesurée à 10 trs/min) de la crème <i>Moringa</i> (conservée à différentes températures) à J28.....	103
<u>Figure 36</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la température (mesurée à 10 trs/min) de la crème <i>Moringa</i> (conservée à différentes températures) à J28.....	103
<u>Figure 37</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème <i>Moringa</i> (conservée à différentes températures) à J28.....	105
<u>Figure 38</u> : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème Familia (conservée à différentes températures) à J28.....	105
<u>Figure 39</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème <i>Moringa</i> (conservée à différentes températures) à J28...	107
<u>Figure 40</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème Familia (conservée à différentes températures) à J28.....	107
<u>Figure 41</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème <i>Moringa</i> à J28.....	109
<u>Figure 42</u> : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème Familia à J28.....	109
<u>Figure 43</u> : Image histologique HE x 250 tissu cutané témoin	116
<u>Figure 44</u> : Image histologique HE x 100 d'un tissu cutané traité	116

LISTE DES TABLEAUX

	<u>Page</u>
<u>Tableau I</u> : Composition en acides gras (g/100g d'acides gras) de l'huile des graines de <i>Moringa</i> selon les origines.....	15
<u>Tableau II</u> : Composition en tocophérols de l'huile des graines de <i>Moringa</i> selon les origines.....	16
<u>Tableau III</u> : Composition en stérols (%) de l'huile des graines de <i>Moringa</i> selon les origines.....	17
<u>Tableau IV</u> : Propriétés physico-chimiques de l'huile de <i>Moringa</i> selon les origines.....	18
<u>Tableau V</u> : Formules standards des émulsions simples.....	23
<u>Tableau VI</u> : Aspect des émulsions selon la taille des globules.....	29
<u>Tableau VII</u> : Liste des descripteurs accompagnés de leurs définitions et de leur protocole d'évaluation	41
<u>Tableau VIII</u> : Caractéristiques des matières premières utilisées et leurs rôles.....	55
<u>Tableau IX</u> : Mode opératoire des descripteurs applicables à la crème	63
<u>Tableau X</u> : Formule de la crème	77
<u>Tableau XI</u> : Résultats du pH à J1.....	78
<u>Tableau XII</u> : Résultats obtenus des types d'essai.....	78
<u>Tableau XIII</u> : Caractères organoleptiques de la crème <i>Moringa (M.o)</i>	89
<u>Tableau XIV</u> : pH de la crème <i>Moringa</i> sous différentes conditions	90
<u>Tableau XV</u> : Résumé de l'analyse microscopique.....	95
<u>Tableau XVI</u> : Résumé de l'étude du comportement rhéologique.....	110
<u>Tableau XVII</u> : Tableau récapitulatif des observations faites 1h ,24h et 48h après application de la crème <i>Moringa</i> chez des lapins albinos (n=3).....	112

Tableau XVIII: Tableau récapitulatif des observations faites 24h ,48h et 72h après application de la crème chez des lapins albinos (n=6).....113

Tableau XIX: Tableau récapitulatif des observations faites aux applications de la crème chez des lapins albinos (n=6).....114

INTRODUCTION

Le vieillissement cutané se définit comme l'ensemble des altérations du revêtement cutané, résultant soit de la modification progressive de ses constituants au fil des années, soit d'une mauvaise hygiène de vie (exposition solaire, utilisation de produits agressifs, alcoolisme, tabagisme, stress) [16]. Le stress oxydatif causé par les radicaux libres serait à l'origine de ce phénomène qui aujourd'hui, est devenu un problème majeur pour bon nombre de personnes, surtout les femmes.

Les recherches sur le vieillissement cutané ont considérablement progressé au cours des deux dernières décennies. Grâce au développement scientifique et technologique, les mécanismes du vieillissement cutané, les manifestations cliniques et les approches de traitement sont connus. Le peeling, le thermolifting, l'injection de toxine botulique, de produits de comblement ainsi que les produits cosmétiques anti-âges sont autant de moyens proposés pour ralentir le vieillissement cutané [26].

Parmi ces moyens proposés les cosmétiques anti-âges occupent une place de choix. En 2004, les ventes au détail aux Etats-Unis de produits cosméceutiques et cosmétiques censés avoir des propriétés rajeunissantes, comptent pour plus de 12,4 milliards de dollars. En 2010, le marché des produits antiviellissement représenterait plus de 16,5 milliards de dollars de ventes aux Etats-Unis. En Europe, la part de marché la plus importante dans le domaine des produits anti-âges revient à la France qui retient 21 % de la totalité des ventes, suivie par l'Allemagne et l'Italie. C'est un marché en plein essor [11].

Les laboratoires rivalisent d'innovation à la recherche d'actifs de plus en plus efficaces. Les substances actives cosmétiques des soins anti-âges de nature très variée se composent généralement de produits hydratants, antisolaires, de tenseurs et raffermissants, de stimulants cellulaires, d'antioxydants ou anti-radicalaires [26] dont la plupart étaient d'origine animale ou de synthèse. En plus des éventuels effets néfastes de ces ingrédients pour la santé humaine (allergie) et les risques d'utilisations (cancer cutané), les différents procédés

utilisés pour la fabrication de ces cosmétiques issus de la pétrochimie nuisent gravement à l'environnement [5].

En outre, une décision a été prise au sein de la Communauté Européenne, le 17 juin 2002 interdisant la fabrication, l'exportation, la distribution et l'utilisation des produits cosmétiques contenant des extraits de bovins, ovins et caprins non conformes à certaines normes. Ces inconvénients et restrictions ont amené l'industrie cosmétique à mettre de plus en plus l'accent sur des produits biologiques d'origine végétale ou marine [26]. C'est donc l'avènement des produits cosmétiques biologiques dits cosmétiques bio.

Le marché du cosmétique bio est en plein essor. La France est le troisième marché européen après l'Allemagne et la Grande-Bretagne avec 200 millions d'euros [5].

Ainsi Euromonitor International prévoit une augmentation annuelle de l'ordre de 8,2 % pour les produits naturels et atteindre 7 milliards de dollars en 2013 [5]. Cette augmentation est due essentiellement à la demande accrue de la population accompagnée d'un développement scientifique et technologique des produits enrichis en principes actifs innovants comme les extraits naturels de thé vert, de *Ginkgo biloba*, *Aloe vera* (*Aloe barbadensis* Mill., *Aloe vulgaris* Lam.), [20] ainsi que les huiles végétales sont désormais très prisés.

Plusieurs de ces huiles végétales contiennent des principes actifs régénérants de grande valeur (acides gras insaturés, vitamines A, C, E, polyphénols) utilisés dans la prévention et le traitement du vieillissement cutané. Parmi ces huiles nous citons : l'huile de bourache, l'huile de pépins de raisin, huile de noyaux d'abricot, l'huile d'onagre, l'huile d'argan, l'huile de *Moringa* [2]. La vulgarisation ces dernières années en Côte d'Ivoire du *Moringa oleifera* Lam (Moringacées), plante qualifiée « d'arbre miracle » a suscité un vif intérêt pour notre équipe de recherche.

Dans le cadre de la valorisation de cette huile pour une meilleure utilisation, de précédents travaux ont permis de déterminer le HLB critique et de la mettre

sous forme de crème. [1]. Cependant, l'objectivation cosmétique de cette crème nécessite une évaluation plus approfondie de toutes ses propriétés.

Ainsi, l'objectif général de notre travail a été de caractériser et d'évaluer la tolérance de la crème à base d'huile de *Moringa oleifera* en charge les personnes ayant des peaux soumises à un stress oxydatif.

Les objectifs spécifiques étaient les suivants :

- ✓ Evaluer les paramètres organoleptiques ;
- ✓ Déterminer les paramètres physico-chimiques
- ✓ Analyser la texture ;
- ✓ Etudier la stabilité ;
- ✓ Evaluer la tolérance.

La première partie de notre travail va porter sur des généralités concernant le *Moringa* et les crèmes. La deuxième partie qui est expérimentale, présentera le matériel et les méthodes utilisés, les résultats et leurs interprétations puis les discussions.

Nous terminerons par une conclusion générale suivie de quelques perspectives.

Première partie :
REVUE DE LA LITTERATURE

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LE MORINGA OLEIFERA

I-ETUDE ETHNOBOTANIQUE

I-1- Origine

Moringa oleifera est une plante originaire du Nord-Est de l'Inde. Elle est aujourd'hui acclimatée dans presque toutes les régions tropicales et subtropicales [17]. En Afrique, cet arbre est cultivé dans de nombreux pays dont la Côte d'Ivoire.

Moringa vient du nom vernaculaire Tamoul murungai et est connu sous différentes appellations : Acacia blanc, Ben ailé, Benzolive, Pois quenique, Neverdier, Arbre à miracle, Arbre éternel. Son nom français de « Néverdier » viendrait de l'anglais "Never die" qui signifie "ne meurt jamais" ; en effet lorsqu'on le coupe ou que des jeunes pousses sont brûlées par le soleil, il repousse aussitôt avec les premières pluies [19].

I -2- Classification

Moringa oleifera appartient à une famille d'arbres et d'arbustes les Moringacées dont *Moringa* est le seul genre. Ce genre compte 13 espèces dont la plus populaire est *Moringa oleifera* Lam. [19].

La classification taxonomique est celle de CRONQUIST (1981).

Règne : *Plantae*

Sous-règne: *Tracheobionta*

Super-division : *Spermatophytes*

Division : *Magnoliophyta*

Classe : *Magnoliopsida*

Sous-classe : *Dilleniidae*

Ordre : Capparales

Famille : *Moringaceae*

Genre : *Moringa*

Espèce : *Moringa oleifera*

I-3- Culture

Le *Moringa oleifera* pousse mieux dans les régions tropicales chaudes et semi-arides. Il tolère la sécheresse et s'adapte à des précipitations annuelles de 250 à 1500 mm. Cet arbre préfère les sols sablonneux ou limoneux bien drainés ; il tolère les sols argileux mais pas l'engorgement du sol.

La plage de température idéale du *Moringa* est de 25 à 35 °C, mais il peut tolérer des températures allant jusqu'à 48°C pendant de courtes périodes. Il est facilement propagé par graine et par bouture [36].

I-4- Botanique

Le *Moringa oleifera* est une plante pérenne, à croissance rapide, qui peut atteindre 6 à 15 mètres de hauteur (Figure 1).

Les racines sont tubulaires à pousse rapide, verticales et vrillantes lorsque la culture se fait par graine; en revanche, la culture par bouture produit des racines horizontales.

Le tronc est généralement droit, il est parfois très peu développé et mesure 20 à 40 cm de diamètre. En général, il atteint 1,5 à 2 mètres de haut avant de se ramifier.

Les écorces sont brunâtres à grisâtres, pâles, claires et grossièrement lenticellées.

Les branches poussent de manière désorganisée et la canopée est en forme de parasol [36].

Les feuilles, alternes, tripennées à la base et bipennées au sommet se développent principalement dans la partie terminale des branches. Elles mesurent 20 à 70 cm de long, sont recouvertes d'un duvet gris lorsqu'elles sont jeunes, ont un long pétiole avec 8 à 10 paires de pennes composées chacune de deux paires de folioles opposés, plus un à l'apex, ovales ou en forme d'ellipse et mesurant 2 cm sur 1 cm.

Les fleurs sont généralement abondantes et dégagent une odeur agréable. Elles mesurent 2,5 cm de large. Elles sont pédonculées de 4 à 10 cm, se développent en panicules axillaires, ramifiées ou terminales. Elles sont blanches ou de couleur crème avec des points jaunes à la base. Les sépales, au nombre de cinq, sont symétriques et lancéolés. Les cinq pétales sont minces et spatulés, symétriques à l'exception du pétale inférieur et entourent cinq étamines.

Les fruits forment des gousses à trois lobes mesurant 20 à 60 cm de long sur 2 cm de largeur (Figure 2). Chaque gousse contient entre 12 et 35 graines noires [36].



Figure 1 : Arbre de *Moringa oleifera* [1]



Figure 2 : Gousses sèches de *Moringa oleifera* [36]

Les graines sont rondes, avec une coque marron semi-perméable. La coque présente trois ailes blanches qui s'étendent de la base au sommet à 120 degrés d'intervalle (Figure 3). Un arbre peut produire 15000 à 25000 graines par an [17].



Figure 3 : Graines de *Moringa oleifera* [1]

I-5- Les principales utilisations

I-5-1- Dans l'alimentation

Les racines des jeunes pousses servent à préparer une sauce au goût de raifort et aussi à relever l'assaisonnement [32].

La résine issue du tronc est utilisée pour assaisonner la nourriture.

Des analyses nutritionnelles ont montré que les feuilles sont plus riches en vitamines, minéraux et protéines que la plupart des légumes et possèdent les dix acides aminés essentiels à l'être humain [10].

Les jeunes feuilles sont consommées cuites, en salade ou réduites en poudre et représentent un excellent complément alimentaire. Beaucoup de programmes les utilisent contre la malnutrition et ses maladies associées. [3]

Les jeunes gousses se consomment crues, en apéritif, ou accompagnées d'une vinaigrette ; elles sont aussi cuisinées comme des haricots verts.

Les fleurs riches en calcium et potassium sont cuites et mélangées à d'autres plats; nous pouvons également en faire une tisane.

Les graines sont mangées comme des pois bouillis ou frites et aussi rôties comme des arachides, mais elles peuvent être réduites en poudre pour assaisonner les sauces [10].

I-5-2- En médecine traditionnelle

Les nombreuses applications médicinales du *Moringa* lui ont valu le nom d'«arbre à miracles ». Toutes les parties de la plante sont utilisées en médecine traditionnelle. [19]

Une décoction aqueuse sucrée de racines, d'écorces, de feuilles et de fleurs est utilisée pour traiter les crises d'épilepsie, l'hystérie et les douleurs abdominales.

Les racines sont utilisées dans le traitement des états fébriles, des céphalées, des rhumatismes, des bronchites et des douleurs articulaires.

Les racines et l'écorce sont utilisées comme tonifiants pour des problèmes circulatoires, cardiaques ainsi que pour traiter les inflammations, le scorbut, les plaies et les champignons cutanés.

La gomme est réputée astringente, abortive, antipyrétique, diurétique et antiasthmatique; elle est utilisée contre la dysenterie.

Les feuilles sont reconnues pour traiter le diabète et pour contrôler la tension artérielle. Elles présenteraient un effet antibactérien, anti-inflammatoire et aussi antifongique. Elles sont utilisées pour traiter les fièvres, la bronchite, les ulcères gastriques, les diarrhées, les ophtalmies, les otites et l'anémie. [3]

Le jus des fleurs est utilisé pour stimuler la production de lait chez les mères allaitantes et améliorer sa qualité. La tisane de fleurs est utilisée contre la grippe et la toux.

Les gousses consommées crues sont réputées vermifuges et utilisées pour traiter les douleurs articulaires.

Les graines sont utilisées pour traiter l'arthrite, les rhumatismes, la goutte, les crampes, les maladies sexuellement transmissibles et les furoncles. [32]

I-5-3-Autres utilisations

Dans plusieurs pays africains, les graines pilées et les tourteaux obtenus après extraction de l'huile sont utilisés pour purifier l'eau de consommation. [18]

Le bois de *Moringa* fait une excellente pâte à papier et un bois de feu acceptable mais un charbon de mauvaise qualité. [36]

Les feuilles peuvent être utilisées comme un pesticide naturel et le jus des feuilles comme fertilisant. Le *Moringa* est également une excellente plante fourragère. [17]

Le tourteau qui reste après extraction de l'huile des graines peut également être répandu comme engrais. [32]

II-ETUDE PHYTOCHIMIQUE DU *MORINGA*

Les études phytochimiques réalisées sur *Moringa oleifera* ont montré une gamme de composés assez uniques.

Cette plante est riche en composés contenant des sucres simples et un groupe assez unique de composés que sont les glucosinolates et les isothiocyanates. [8]

La racine renferme la ptérygospermine, le spirochin et des athomines qui sont des antibiotiques efficaces contre les bactéries à gram négatif et à gram positif.

Les racines contiennent également de l'isothiocyanate de benzyle. [39]

L'écorce de la tige contient deux alcaloïdes : la moringine et la moringinine. [24]

La vanilline, le β -sitostérol, le β -sitostenone, le 4-hydroxymelline et l'acide octacosanoïque ont été isolés à partir de la tige. [15]

Purifiée, la gomme exsudant de *M. oleifera* contient la L-arabinose, l'acide glucuronique, le L-rhamnose, le mannose et la xylose, tandis que le L-galactose, l'acide glucuronique et le L-mannose sont obtenus par hydrolyse acide de la gomme. [9]

Les fleurs contiennent des acides aminés, du saccharose, du D-glucose, des traces d'alcaloïdes, la cire, la quercétine et les kaempferats. [38]. Elles renferment également certains pigments flavonoïdes tels que le kaempferol, la rhamnétine, l'isoquercitrine et la kaempferitrine. [41]

Les feuilles sont une bonne source de composés antioxydants tels que l'acide ascorbique, les composés phénoliques, les flavonoïdes, les caroténoïdes. Elles sont riches en éléments minéraux, en vitamines A, B, C et E, en protéines et en acides aminés. [41]

Les gousses renferment des composés antihypertenseurs tels que le thiocarbamate, l'isothiocyanate, des glycosides. [15] et les cytokinines. [29]

Les graines contiennent une nouvelle composante la [O-éthyl-4-(α -L-rhamnosyloxy) carbamate de benzyle]. Une nouvelle molécule le O-éthyl - 4-(β -L-rhamnosyloxy) carbamate de benzyle avec sept autres composés bioactifs

connus tels que: 4 (α -L- rhamnosyloxy) isothiocyanate de benzyle, niazimicin, 3-O(6'-O-oleoyl- β -D-glucopyranosyl)- β sitostérol, β -sitostérol-3-O- β -Dglucopyranoside, niazirin, β -sitostérol et glycerol-1-(9-octadecanoate) ont été isolés de l'extrait éthanolique de la graine de *Moringa* . [15]

III- GENERALITES SUR L'HUILE DES GRAINES DE MORINGA

La graine de *Moringa* est riche en matière grasse ; le mot *oleifera* vient du latin et signifie « **qui contient de l'huile** ».

Les graines contiennent 30 à 42% d'une huile non siccative, claire, douce, inodore communément appelée huile de ben. [17]

III.1-La composition de l'huile

III.1.1-La composition en acides gras

L'huile des graines de *Moringa* contient environ 13% d'acides gras saturés et 82% d'acides gras insaturés. Sa composition révèle qu'elle appartient à la catégorie des huiles riches en acide oléique. [17]

La composition en acides gras des huiles ne présente pas de différence significative selon les origines. Les mêmes acides gras sont en proportions presque similaires (tableau I).

Tableau I : Composition en acides gras (g/100g d'acides gras) de l'huile des graines de *Moringa* selon les origines. [4].

Origine Constituants	PAKISTAN	INDE	KENYA
Acide myristique C14 :0	ND	0,13 ±0,08	0,11
Acide palmitique C16 :0	6,45 ± 0,20	6,46 ± 0,32	6,04
Acide palmitoléique C16 :1	0,97± 0,07	1,36 ± 0,84	1,46
Acide margarique C17:0	ND	0,88 ± 0,2	0,09
Acide stéarique C18 :0	5,50 ± 0,25	5,88 ±0,23	4,14
Acide oléique C18 :1	73,22 ± 0,50	71,21±0,69	73,6
Acide linoléique C18 :2	1,27 ± 0,12	0,65 ± 0,32	0,73
Acide linoléique C18 :3	0,30 ± 0,07	0,18 ± 0,05	0,22
Acide arachidique C20:0	4,08 ±0,10	3,62 ± 0,26	2,76
Acide héicosanoïque C20:1	1,68 ± 0,10	2,22 ±0,26	2,40
Acide béhénique C22 :0	6,16 ± 0,15	6,41± 0,46	6,73
Acide érucique C22 :1	ND	0,12 ±0,07	0,14

III.1.2-Composition en tocophérols

L'huile des graines de *Moringa* est une bonne source de différents tocophérols. Le profil en tocophérol de l'huile des graines se compose d' α , γ et δ tocophérol. L'huile extraite avec l'hexane a la plus haute teneur en- δ -tocophérol et la plus basse en γ -tocophérol. L'huile produite par pression à froid a la plus forte teneur en γ -tocophérol. La plupart des huiles végétales contiennent α , β et γ tocophérols. Mais le δ -tocophérol existe dans quelques huiles telles que les huiles de coton, d'arachide, de germe de blé, de soja et de ricin [43] et a une activité anti-oxydante bien supérieure à celle du γ , β et α tocophérol [44]. La composition en tocophérol varie selon les origines des graines (tableau II).

Tableau II : Composition en tocophérols de l'huile des graines de *Moringa* selon les origines. [4].

Origine Constituants	PAKISTAN	INDE	KENYA
α Tocophérol (mg/kg)	140,50 \pm 3,80	15,38 \pm 0,68	98,82
β Tocophérol (mg/kg)	63,18 \pm 1,72	4,47 \pm 0,87	27,90
δ Tocophérol (mg/kg)	61,70 \pm 2,20	15,51 \pm 0,99	71,16

III.1.3-La composition en stérols

L'huile de graines de *Moringa* se compose essentiellement de β -sitostérol, campestérol, stigmastérol et Δ 5-avenastérol. [4]

L'huile des graines de *Moringa* présente la même composition en stérols avec des proportions similaires quelle que soit l'origine (Voir tableau III).

Tableau III : Composition en stérols (%) de l'huile des graines de *Moringa* selon les origines. [4 ; 30]

Origine Constituants	PAKISTAN	INDE	KENYA
Ergostadiénol	ND	0,35±0,04	0,9
24méthylèneCholestérol	0,99± 0,11	0,08±0,01	0,88
Campestérol	17,95± 0,50	15,29±1,09	15,13
Campestanol	0,53± 0,10	0,33± 0,05	0,35
Δ^7 Campestanol	0,70± 0,07	ND	ND
Stigmastérol	18,80± 0,50	23,06±1,13	16,87
Stigmastanol	0,53 ±0,05	0,64 ±0,17	0,86
$\Delta^{7,14}$ Stigmastanol	0,76 ±0,12	0,85	0,44
Clérostérol	1,7± 0,10	1,22± 0,09	2,52
B Sitostérol	46,16± 0,40	43,65±2,79	50,07
Δ^5 Avénastérol	9,26± 0,15	11,61±1,14	8,84
Δ^7 Avenastérol	0,84± 0,10	ND	1,11
28 Isoavénastérol	1,04± 0,11	0,25 ±0,11	1,40

III.2- Caractéristiques de l'huile

L'huile de *Moringa* issue des graines est une huile de couleur jaune brillant, inodore avec un goût caractéristique. Elle est liquide à température ambiante. [17]

III.2.1-Propriétés physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques de l'huile de *Moringa*, issues de différents pays, sont consignées dans le tableau V. D'une manière générale, le rendement

en huile ainsi que les propriétés physico-chimiques varient peu malgré les origines différentes. [1 ; 4 ;30]

Tableau IV: Propriétés physico-chimiques de l'huile de *Moringa* selon les origines. [1 ; 4 ; 30]

Origine Constituants	PAKISTAN	INDE	KENYA	CONGO BRAZZA	CÔTE D'IVOIRE
Teneur en huile (%)	34,80±0,89	38,3 ±3,14	35,7	40 ± 2,34	33,58±1,58
Densité (g/cm ³)	0,90±0,03	0,909 ± 0,004	0,88	ND	0,88 ± 0,01
Viscosité (mPas)	ND	45,5±0,13	57	49,96 ± 0,20	33,55 ± 0,68
Indice de réfraction (40° C)	1,45 ± 0,01	1,457 ± 0,002	1,45	ND	5,70 ± 0,19
Point de fumé (°C)	ND	200 ± 2	198	ND	ND
Couleur (jaune)	31 ± 1,40 1,28 ± 0,10	35 ± 3,14 0,80 ± 20	40	ND	ND
Acidité (% d'acide oléique)	0,81 ± 0,05	1,12±0,2	0,85	2,10 ± 0,10	1,18 ± 0,20
Indice de peroxyde (meq/kg d'huile)	1,27 ± 0,05	1,83	1,80	1,67 ± 0,8	4,60 ± 0,56
Indice d'iode(g de I ₂ /100g d'huile)	68,63 ± 1,00	65,58 ± 0,48	66,83	66,2 ± 1,12	62,18 ± 0,88
Indice de saponification (mg KOH/g)	181,4 ± 2,60	188,36 ± 4,02	178,11	160,7 ± 0,81	209,44 ± 8,57
Matières insaponifiables (%)	0,74 ± 0,08	ND	ND	0,88 ± 0,07	0,93 ± 0,42

III.3-Propriétés et utilisations

III.3.1- Propriétés médicinales

L'huile présenterait des propriétés antibiotiques, antifongiques, antiseptiques et anti-inflammatoires surtout en application externe dans les rhumatismes, les arthrites, les soins des coupures, les ecchymoses, les brûlures, les piqûres d'insectes et les éruptions cutanées. Elle est aussi utilisée contre l'hystérie, le scorbut, les problèmes de la prostate et de la vessie ainsi que ceux de l'estomac.

[3]

III.3.2- Usage dans l'alimentation

L'huile des graines de *Moringa* se rapproche d'une huile de qualité supérieure telle que l'huile d'olive; elle est utilisée comme huile végétale comestible et huile de cuisson car elle rancit très lentement et ne fige pas au froid. La consommation de l'huile riche en vitamine A aide à prévenir les problèmes de cécité nocturne et oculaires chez les enfants ; elle sert aussi à la conservation des aliments dans l'industrie alimentaire. [32]

III.3.3- Usage en parfumerie

L'huile de Ben grâce à sa capacité à absorber et à retenir les substances volatiles est utilisée dans l'industrie des parfums pour stabiliser et fixer les senteurs. [32]

III.3.4-Autres utilisations

L'huile est aussi une bonne source d'énergie. Elle est utilisée comme huile d'éclairage dans les lampes à huile car elle produit une lumière claire presque sans fumée et est aussi utilisée pour la fabrication de biocarburant dans les moteurs diesel (biodiesel). [45]

III.3.5-Usage en cosmétologie

Cette huile contient un puissant antioxydant (delta tocophérol) qui garantit une durée de vie remarquable et une grande stabilité. [43]

C'est une huile nourrissante, apaisante, hydratante et adoucissante pour la peau, utilisée depuis des siècles par les femmes indiennes.

Cette huile est indiquée surtout chez les peaux sèches, fragiles, abîmées, dévitalisées et les peaux matures. [42]

L'huile de *Moringa* très riche en vitamines et en acides gras est utilisée pour traiter le vieillissement cutané. En effet, la vitamine A augmente l'élasticité de la peau, aide à la cicatrisation et prévient la formation des rides dues aux rayons ultra-violet (UV) [35], la vitamine E stimule le renouvellement cellulaire, quand à l'acide oléique, il lui confère des vertus régénératrices, d'où son indication pour ralentir l'apparition des rides et les signes du vieillissement cutané [42]. Elle peut être utilisée seule comme huile capillaire mais aussi pour la préparation des cataplasmes et de plusieurs produits cosmétiques notamment les savons car présente un bon indice saponification. [32]

Mais cette huile nécessite, pour une utilisation efficace sur la peau, sa formulation en émulsion et en crème. D'où la revue de la littérature sur les crèmes.

CHAPITRE 2 : Généralités sur les crèmes

I- LES EMULSIONS

I-1-Définition

Une émulsion est une dispersion d'un liquide A, sous la forme de fines gouttelettes ou globules de diamètre généralement inférieur à 1µm au sein d'un autre liquide B. Le liquide A est non miscible au liquide B. Les gouttelettes ou les globules de A constituent la phase dispersée, interne ou discontinue ; le liquide B constitue la phase dispersante, externe ou continue. [13]

I-2-Les différents types d'émulsions

I-2-1- Les émulsions simples

Elles sont composées d'une phase lipophile, d'une phase hydrophile et d'un émulsifiant. Suivant que la phase continue est lipophile ou hydrophile, on définit deux types d'émulsions (Voir figure 4) :

- lorsque la phase dispersante est hydrophile: on parle d'émulsion Lipophile/Hydrophile (L/H) ou Huile dans Eau (H/E) ;
- lorsque la phase dispersante (B) est lipophile : on parle d'émulsion Hydrophile/Lipophile (H/L) ou Eau dans Huile (E/H). [13]

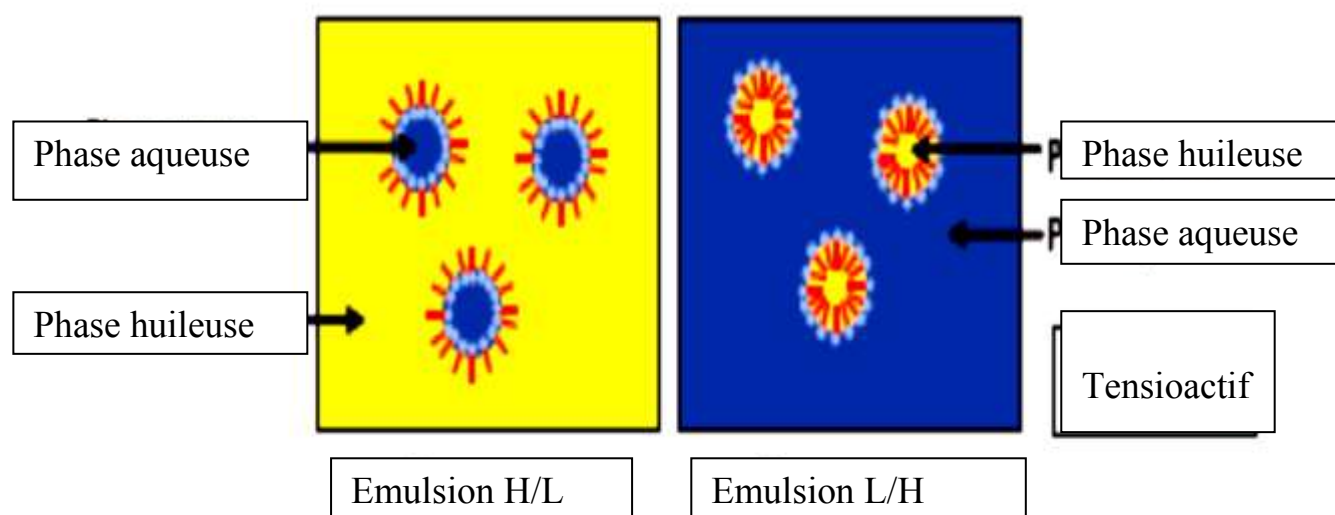


Figure 4 : Les deux types d'émulsions simples. [13]

I-2-2- Les émulsions multiples

Il s'agit de la dispersion d'une émulsion dans une phase dispersante :

- la dispersion d'une émulsion H/L dans une phase aqueuse (H) donne une émulsion H/L/H ou E/H/E ;

- à l'inverse, la dispersion d'une émulsion L/H dans une phase huileuse (L) donne une émulsion L/H/L ou H /E/H.

Trois phases sont distinguées: interne-intermédiaire-externe. Les sphères formées par la phase intermédiaire sont généralement qualifiées de globules, dispersés dans la phase externe, et les sphères de la phase interne sont appelées gouttelettes (voir figure 5).

Chaque phase peut contenir des ingrédients actifs différents, ce qui permet la présence d'actifs incompatibles, l'un en phase interne, l'autre en phase externe.

Ce type d'émulsion permet aussi de protéger un principe actif contenu dans l'eau interne ou l'huile interne ou, plus généralement, de séparer des ingrédients solubles mais ne devant pas être en contact dans la même phase. [25].

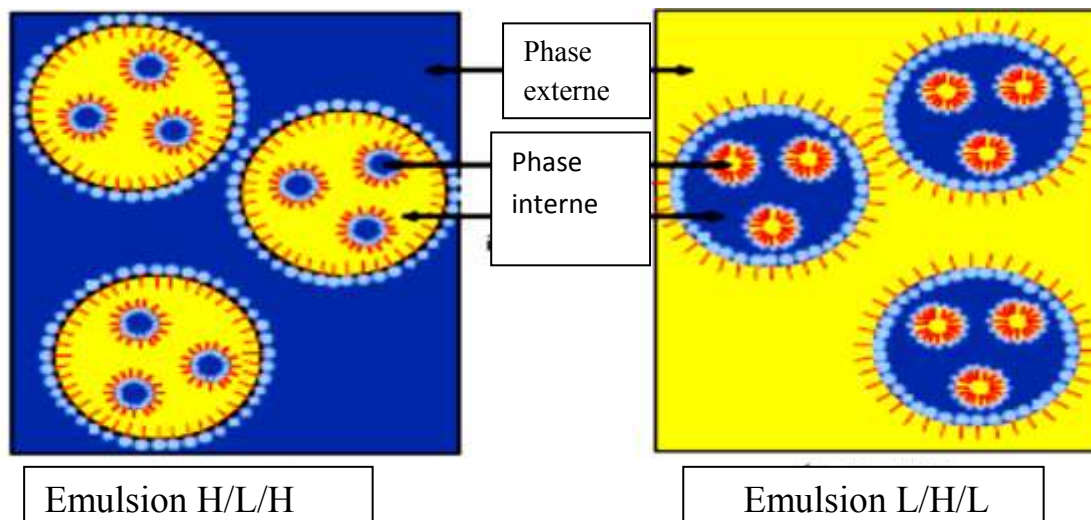


Figure 5: Les deux types d'émulsions multiples. [13]

I-3- Formules de différentes émulsions


Les différentes formules standards des émulsions simples sont présentées dans le Tableau V. [26]

Tableau V : Formules standards des émulsions simples. [26]

Composants Type d'émulsion	Phase grasse	Emulsionnants	Phase aqueuse
Emulsion H/E fluide (laits)	8-20%	3-5%	q.s. pour 100g
Emulsion H/E consistante (crème)	15-30%	5%	q.s. pour 100g
Emulsion E/H fluide (laits)	30-40%	8-10%	q.s. pour 100g
Emulsion E/H consistante (crème)	25-30%	8-10%	q.s. pour 100g

I-4- Instabilité des émulsions

L'instabilité est le principal problème posé par les émulsions; malgré la stabilisation par les tensioactifs, une émulsion demeure potentiellement instable sur le plan physique. Les différents types d'instabilité sont (voir figure 6) :

 la floculation : c'est le rapprochement des globules sans fusionner.

Lorsque les globules sont rassemblés au fond, c'est la sédimentation par contre s'ils sont rassemblés au-dessus, c'est le crémage.

La floculation (sédimentation ou crémage) est un phénomène réversible car les globules peuvent être remis en suspension par agitation de la préparation. La vitesse de crémage ou de sédimentation est donnée par la loi de STOCKES qui est une loi physique permettant de traduire et de contrôler l'instabilité d'une émulsion. [26]

$$V = \frac{2 R^2 (D_1 - D_2) G}{9 \eta}$$

V : vitesse de crémage ou de sédimentation en cm. S⁻¹

R : rayon des gouttelettes ou des globules d'émulsion en cm

D1, D2 : densité des phases dispersée et dispersante, en g.cm³ à 20 °C

G : accélération de la gravité, 981 cm.s⁻²

η : viscosité de la phase dispersante ou phase continue, en Poise ou Pa.s

De l'étude de cette formule, on déduit qu'une émulsion est d'autant plus stable que :

- le rayon r des globules est faible d'où l'intérêt de réaliser des émulsions aussi fines que possibles ;
- la différence de densité (D₁-D₂) entre les deux liquides est faible ;
- la viscosité η de la phase dispersante est élevée.

✚ La coalescence : c'est le rapprochement et la fusion des globules qui est due à la rupture du film situé autour des globules; c'est un phénomène irréversible (figure 6).

Le phénomène de coalescence dépend de la tension interfaciale entre les deux phases. La tension interfaciale entre deux liquides tend à rendre la surface de séparation aussi petite que possible. En faisant une émulsion, la surface de séparation est augmentée de façon considérable et ceci d'autant plus que les gouttelettes dispersées sont fines. L'énergie libre du système étant ainsi accrue, cela augmente l'instabilité. La stabilité de l'émulsion nécessite la baisse de la tension interfaciale par ajout de tensioactifs [25].

La stabilisation d'une émulsion nécessite la présence de tensioactif(s).

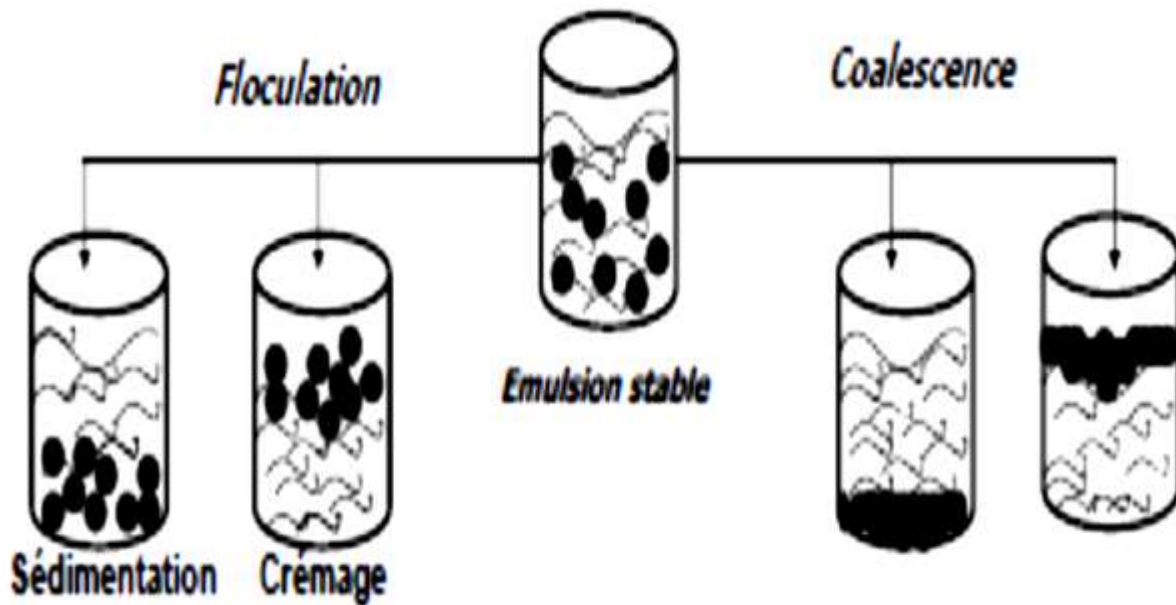


Figure 6: les phénomènes d'instabilité des émulsions. [46]

II- CREMES

II.1-Définition

Les crèmes ou émulsions épaissies sont des préparations multiphasiques composées d'une phase lipophile et d'une phase hydrophile. Pour stabiliser les deux phases d'une crème, il est nécessaire d'ajouter un ou plusieurs tensioactifs et des agents épaississants ou viscosants. [46]

II.2-Différentes Types de Crème

On distingue deux types de crèmes.

II.2.1-Les crèmes hydrophobes

Dans les crèmes hydrophobes la phase externe est la phase lipophile. Ces préparations contiennent des agents émulsionnants eau dans huile tels que des alcools de graisses de laine (lanoline), des esters de sorbitan, des monoglycérides. [34]

II.2.2-Les crèmes hydrophiles

La phase externe est la phase aqueuse. Ces préparations contiennent des agents émulsifiants huile dans eau tels que des savons de sodium ou de triéthanolamine, des alcools gras sulfatés, des polysorbates et des esters d'acides et d'alcools gras polyoxyéthylénés, éventuellement en combinaison avec des agents émulsifiants eau dans huile. [34]

II-3- Préparation des émulsions

II-3-1-Préparation des émulsions simples

Les composants sont pesés dans deux béchers différents selon leur caractère hydrophile ou lipophile puis sont portés au bain-marie (70°C pour les émulsions L/H et 90°C pour les émulsions H/L). Les béchers sont retirés après fusion complète de la phase grasse. Le mélange est ensuite réalisé à l'aide d'un micro vortex en versant en mince filet la phase hydrophile dans la phase lipophile le long d'une baguette en verre et en maintenant le tout sous agitation pendant 5 minutes. Le mélange se fait sous agitation rapide, sauf lorsque l'émulsionnant est une base auto-émulsionnable.

On obtient :

- ✓ une émulsification directe dans le cas des émulsions H/L
- ✓ une émulsification par inversion de phase dans le cas des émulsions L/H

Le refroidissement est contrôlé et effectué sous agitation lente.

L'introduction des actifs thermolabiles se fait à une température inférieure ou égale à 40°C et le parfumage est effectué à 30°C [34].

II-3-2-Préparation des émulsions multiples

La préparation se fait en deux étapes.

Dans un premier temps on réalise la préparation classique de l'émulsion primaire sous agitation rapide.

Ex: pour les émulsions H/L/H c'est l'émulsion H/L qui est d'abord préparée.

Dans un second temps on effectue la dispersion de l'émulsion primaire sous agitation lente dans une solution d'un TA hydrophile. L'eau interne est séparée de l'eau externe par une membrane d'huile. Pour stabiliser la préparation, il est souvent nécessaire de gélifier l'une des parties afin d'éviter la fuite de l'eau interne vers l'eau externe [34].

II-4- Essais sur les émulsions

II-4-1- La détermination du type de l'émulsion

Plusieurs méthodes ont été décrites pour déterminer le type L/H ou H/L d'une émulsion. De valeurs inégales et souvent empiriques ces méthodes sont:

- ✓ méthode par dilution: une émulsion peut être diluée dans la phase continue. Ainsi une émulsion L/H peut être diluée avec de l'eau mais non avec une huile alors que c'est l'inverse avec une émulsion H/L [25].
- ✓ méthode par coloration : elle consiste en l'utilisation des colorants solubles dans une seule phase.

Les colorants hydrophiles tels que le bleu de méthylène ou l'érythrosine aqueuse colorent de façon homogène les émulsions L/H et entraînent une tâche hétérogène sur les émulsions H/L.

Avec le rouge soudan qui est un colorant lipophile on observe les phénomènes inverses.

- ✚ Mesure de la conductivité : c'est la méthode préconisée par la pharmacopée. La conductivité d'une émulsion est celle de la phase continue ; en effet les émulsions L/H sont conductrices de l'électricité tandis que les émulsions H/L sont des isolants électriques. [25]

II-4-2-Examen microscopique

Il permet d'apprécier l'homogénéité des globules de l'émulsion. On mesure la taille (diamètre moyen) des particules de la phase dispersée à l'aide d'une échelle micrométrique. La pharmacopée recommande d'examiner au moins 300 globules. Théoriquement les globules d'une émulsion ont une taille comprise entre 0,5 et 50 μm et doivent être sensiblement identiques [34]. En effet la taille des particules influence l'homogénéité de l'émulsion (tableau VI).

Tableau VI : Aspect des émulsions selon la taille des globules [34].

Aspect de l'émulsion	Taille des globules
Emulsions grossières \pm stables	$> 5\mu\text{m}$
Emulsions moyennes laiteuses blanches	1-5 μm
Emulsions fines à reflets bleutés Emulsions légèrement translucides	0,1-1 μm
Microémulsions translucides Solutions micellaires	$< 0,1\mu\text{m}$

II-4-3- Stabilité

Le concept de stabilité dans le domaine des émulsions est relatif. Aussi une émulsion sera définie comme stable par l'absence de changement visible durant la période d'utilisation.

La stabilité de l'émulsion peut être appréciée dans une éprouvette graduée par l'observation macroscopique à intervalle de temps réguliers des phénomènes de sédimentation, de crémage, de coalescence et de séparation des phases [34].

Plusieurs autres tests permettent de mesurer cette stabilité :

- ✓ la centrifugation à vitesse constante et temps variable ou inversement.
- ✓ l'influence de la température : en général comprise entre 35 et 50°C dans une étuve. Egalement au cours de cycles de gel-dégel alternant 5°C et 50°C [34].

II-4-4-Détermination du pH

Le pH ou potentiel hydrogène est défini par la relation suivante :

$$\text{pH} = -\log a [\text{H}^+] = -\log [\text{H}_3\text{O}^+]$$

La valeur du pH est souvent importante pour la conservation et pour les incompatibilités. Cette détermination se fait avec des le pH-mètre soit directement sur l'émulsion, soit après dilution au 1/10^e avec de l'eau distillée. [34]

La compréhension des caractéristiques physico-chimiques et pharmaco-techniques d'une émulsion permet la compréhension de celles d'une crème.

II-4-5-Intérêt et avantage des crèmes

Les crèmes présentent l'avantage de contenir dans leur formule une phase huileuse et une phase aqueuse garantissant ainsi à la peau un effet émollient, filmogène et hydratant. [13]

Le film de revêtement cutané est à la fois lipophile et hydrophile, ce film évoluant avec l'âge subit une modification de sa composition vers l'âge de 50 ans; l'avantage avec les crèmes est qu'elles prennent le relai lorsque ce film protecteur est altéré ou insuffisant. [13]

La présence de l'eau dans la formule de la crème rend son application plus facile, plus légère et procure une certaine fraîcheur à la peau ce qui n'est pas le cas pour l'huile qui étant de nature anhydre n'assure qu'un rôle filmogène et occlusif pouvant entraîner la déshydratation de la peau.

Un autre avantage des crèmes sur les huiles est que certains actifs tels que les agents humectants, les molécules à effet tenseur, les acides de fruits, etc. ne sont solubles que dans l'eau et pas du tout dans l'huile. [13]

L'effet ressenti par les consommateurs est très déterminant pour une bonne commercialisation. Cette évaluation de l'effet est l'analyse sensorielle.

CHAPITRE 3 : ANALYSE SENSORIELLE

L'analyse sensorielle est définie comme l'examen des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens (Norme NF ISO 5492, 1992).

Cette analyse constitue ainsi un outil de mesure, fiable et indépendant, permettant d'étudier les caractéristiques d'un produit en conditions d'utilisation, de le décrire, de le classer ou de l'améliorer d'une façon extrêmement objective et rigoureuse.

C'est un outil performant et utilisé depuis déjà un grand nombre d'années dans l'industrie agro-alimentaire, qui a compris très tôt l'importance de l'évaluation des propriétés sensorielles pour le développement et le choix d'un produit adapté au marché.

Depuis quelques années, l'analyse sensorielle connaît un véritable essor notamment dans l'industrie cosmétique.

En effet, l'innovation est un enjeu de taille pour les entreprises cosmétiques, dont l'objectif est d'identifier en amont du développement les critères spécifiques des produits qui vont attirer et fidéliser les consommateurs. Les produits, généralement sélectionnés par leur fonctionnalité ou leur promesse d'efficacité, vont aussi séduire leurs acheteurs par le plaisir qu'ils leur procurent. La préférence des consommateurs pour tel ou tel produit est souvent intimement liée aux caractéristiques sensorielles propres des produits (odeur, apparence, texture...). Il était donc devenu nécessaire de mettre en place dans ces entreprises une démarche d'évaluation sensorielle, permettant de se doter d'un outil performant pour aider au développement de produits innovants et de qualité. De plus, les applications de l'analyse sensorielle sont multiples ; elle intervient lors de l'élaboration d'un nouveau produit (reformulation des produits jusqu'à obtenir la satisfaction des consommateurs), elle peut aussi être un outil de contrôle de qualité par l'évaluation de la conformité des produits fabriqués

avec le cahier des charges. Mais également, elle permet de vérifier la stabilité des propriétés organoleptiques au cours du temps. Enfin, elle peut permettre de positionner un produit par rapport à ses principaux concurrents.

I. PERCEPTION DE LA TEXTURE

I.1. Définition de la texture

La texture d'un produit est une notion complexe et multidimensionnelle. Définie par Szesniak (1963) pour le domaine alimentaire, elle peut être définie de manière similaire pour l'évaluation de produits cosmétiques. Elle correspond à l'ensemble des propriétés rhéologiques/mécaniques et de structure (géométrique et de surface), perceptibles par les mécano-récepteurs, les récepteurs tactiles et éventuellement visuels et auditifs.

Dans le cas d'un produit alimentaire, la texture est communément définie comme « la façon dont l'aliment est perçu dans la bouche », incluant les lèvres, la langue, le palais, les gencives et les dents [40]. Concernant les produits de soin de la peau, cette définition devient plus complexe, puisqu'en parlant de texture, on peut aussi bien parler de la perception visuelle du produit avant manipulation, de la perception du produit sur les doigts lorsqu'il est prélevé de son contenant ou lorsqu'il est étalé sur la peau, de la perception de la peau sous les doigts après application du produit. Ainsi, l'évaluation de la texture de produits cosmétiques, types crème ou lait, peut être divisée en 4 étapes, correspondant à l'ensemble des sensations perçues au fur et à mesure qu'elles apparaissent lors de l'évaluation d'un produit [40] :

- ✚ **l'apparence**, comprenant les propriétés visuelles d'un produit avant toute manipulation ;
- ✚ **le pick-up**, correspondant aux propriétés sensorielles du produit perçues avant application, lorsque le produit est prélevé dans son contenant ;
- ✚ **l'application ou pénétration**, comprenant les propriétés du produit développées durant son application sur la peau ;

✚ **l'apparence résiduelle et la sensation au toucher**, correspondant aux effets visuels, tactiles et kinesthésiques du produit sur la peau, après application.

I.2. Propriétés de la texture

Les différentes propriétés entrant dans la définition de la texture peuvent alors être définies plus précisément selon leurs phases d'évaluation.

Les propriétés mécaniques de la texture, liées à la réaction du produit à une contrainte, comme la viscosité, la dureté, la cohésion, l'élasticité ou l'adhérence du produit, sont décrites durant les phases d'évaluation du pick-up et de l'application du produit sur la peau. [40]

Les propriétés géométriques, liées aux dimensions, à la forme et à l'arrangement des particules dans le produit, peuvent être perçues quel que soit la phase d'évaluation. Certaines informations sur la texture vont ainsi être obtenues juste en examinant le produit cosmétique dans son contenant ou en observant sa déformation au cours de son application.

Les propriétés de surface, liées à la teneur en eau et en matières grasses du produit, sont importantes à toutes les phases d'évaluation du produit. En effet, non seulement le type d'émulsion (eau/huile ou huile/eau) est important, mais aussi le type d'ingrédients de la phase grasse, le pourcentage d'huile par rapport à l'eau, et le type et la quantité d'ingrédients émulsifiants, tensioactifs, etc., employés. En effet, ils influencent la sensation initiale du produit, la façon dont celui-ci est étalé sur la peau, la quantité de produit absorbé par la peau et la vitesse d'absorption, et enfin la sensation finale laissée par le produit sur la peau après application [40].

En fonction de l'objectif de l'essai sensoriel, la réponse sensorielle sera de nature différente.

Les objectifs peuvent être de différents types :

- ✓ déterminer s'il existe une différence ou non entre deux produits ou plus, et la quantifier,
- ✓ catégoriser, classer par rang des produits ;
- ✓ décrire les caractéristiques sensorielles des produits ;
- ✓ obtenir des niveaux d'appréciation des produits par les consommateurs ;
- ✓ expliquer les préférences des consommateurs.

Il est donc nécessaire de bien définir les objectifs de l'étude afin d'adapter la méthode d'essai.

Notre étude s'est intéressée à la description des caractéristiques sensorielles des produits, et donc à l'aspect analytique de la perception, dénué de tout aspect hédonique (correspondant au plaisir accompagnant la perception). Notre travail s'est donc focalisé sur l'analyse sensorielle descriptive, permettant d'obtenir un profil sensoriel de notre crème.

II. L'ANALYSE SENSORIELLE DESCRIPTIVE

L'analyse sensorielle descriptive, utilisée dans cette étude, permet de décrire qualitativement et quantitativement les produits de manière objective, afin d'établir leur profil sensoriel.

L'objectif du profil sensoriel est de décrire, avec un minimum de mots et un maximum d'efficacité, le produit à analyser, de manière à lui donner une carte d'identité précise, reproductible et compréhensible par tous.

Différentes méthodes de description sensorielle existent, certaines ayant été établies il y a plusieurs dizaines d'années. Le profil de flaveur a été développé dans les années 40 tandis que le profil de texture a été développé dans les années 60 afin de définir les propriétés de texture des produits alimentaires [6]. Celui-ci a été par la suite adapté par (Civille & Szesniak, 1973) et (Civille & Liska, 1975) afin d'inclure des descripteurs spécifiques pour l'évaluation des produits alimentaires semi-solides, des boissons, mais aussi des produits de soin de la peau et des tissus et papiers. Ces profils sont plus rarement utilisés aujourd'hui,

au profit de méthodes plus modernes comme le profil conventionnel et les techniques de profil libre. Le profil conventionnel est basé sur la recherche et la quantification de descripteurs appropriés. Tous les sujets utilisent le même vocabulaire, préétabli ou élaboré par le panel lui-même.

Ils subissent ensuite une phase d'entraînement plus ou moins longue avant l'évaluation finale des produits. Tandis que les techniques de profil libre, comme le Free-choice-profiling [6] et le profil flash, consistent à ne pas imposer un vocabulaire commun aux panélistes mais à les laisser complètement libres du choix des descripteurs.

Dans notre étude, nous avons uniquement utilisé le profil conventionnel. Les deux méthodes communément utilisées pour les produits cosmétiques sont développées ci-après.

II.1. La méthode QDA

L'Analyse Descriptive Quantitative, ou Quantitative Descriptive Analysis QDA est basée sur la capacité des sujets à verbaliser de manière fiable les perceptions sensorielles d'un produit.

La singularité de cette méthode repose sur le fait que le panel développera et utilisera son propre langage pour décrire toutes les perceptions sensorielles des produits testés. Cette méthode est devenue au cours du temps une méthode standard de description quantitative. Elle est basée sur de nombreux traitements statistiques. [6]

Elle consiste dans un premier temps à rechercher un maximum de descripteurs, qui pourront donner un maximum d'informations sur les propriétés sensorielles du produit à analyser ; puis à quantifier l'intensité des propriétés sensorielles perçues pour chaque descripteur choisi ; et enfin à construire le profil sensoriel du produit grâce aux différents descripteurs quantifiés.

La démarche d'élaboration du lexique sensoriel s'effectue en trois étapes :

- ✚ la première étape consiste à rechercher le plus grand nombre possible de descripteurs caractérisant un même type de produits. Pour cela, un groupe de sujets se réunit, et un certain nombre de produits (environ le même nombre de produits que le nombre de descripteurs présents dans la liste définitive) est présenté un par un à chaque sujet. Les sujets doivent alors exprimer tous les mots qui leur viennent à l'esprit, pouvant décrire la perception du produit qu'ils analysent. Par exemple, pour établir le profil sensoriel de texture d'une crème cosmétique, il est demandé aux sujets de décrire la perception de cette crème, selon ses caractéristiques d'aspect et de texture, avant, pendant et après application de celle-ci sur la peau. Le procédé d'évaluation des produits est divisé en quatre étapes, qui rappelons-le, sont les phases d'apparence (avant manipulation), de pick-up (avant application), de pénétration (pendant application) et d'apparence résiduelle (après application).

- ✚ La seconde étape correspond au choix des termes les plus pertinents ; elle s'effectue généralement par trois tris successifs. Le panel garde dans un premier temps les termes cités plus d'une fois par la même personne et élimine les termes hédoniques ou non pertinents. Le groupe effectue ensuite un deuxième tri, en évaluant une seconde fois les produits à partir des descriptifs préalablement sélectionnés. Pour chaque descripteur, l'intensité de la sensation perçue est notée sur une échelle allant de 0 à 5. Seuls les descripteurs les plus cités, ou dont la somme des intensités cumulées est la plus grande, sont gardés. Un troisième et dernier tri, de nature statistique, est réalisé. Il a pour but de réduire la liste des descripteurs, en ne gardant que les descripteurs indépendants, ayant un fort pouvoir discriminant.

Cette étape de choix des descripteurs permet généralement de passer d'une liste de 150 à 200 termes à une liste finale de 10 à 15 termes.

✚ La dernière étape constitue l'évaluation finale des produits. Pour cela, une phase d'entraînement des sujets au bon emploi des descripteurs est nécessaire. Les descripteurs sélectionnés en phase finale sont accompagnés de définitions précises, de protocoles d'évaluation stricts et de références susceptibles d'aider à la compréhension et à la mémorisation des perceptions. Les références données se situent généralement aux bornes extrêmes de l'échelle d'intensité. L'entraînement est très important, il représente une phase longue, répartie sur plusieurs séances, et permet d'obtenir des réponses répétables et discriminantes. L'évaluation finale des échantillons s'effectue de façon monadique (présentation des échantillons un par un).

La notation s'effectue à l'aide d'une échelle d'intensités non structurée utilisant un segment mesurant 15 cm. L'intensité de la perception d'un produit correspond donc à la longueur entre l'extrémité gauche de l'échelle et la marque du sujet.

II.2. La méthode SDA

Une autre méthode fondamentale utilisée pour l'établissement d'un profil conventionnel est la Spectrum Descriptive Analysis method (SDA), développée par Muñoz et Civille (1992). [12]

Cette méthode consiste à fournir une description complète, détaillée et exacte des propriétés sensorielles d'un produit. Comme l'analyse descriptive quantitative, la méthode SDA consiste à rechercher le maximum de descripteurs caractérisant un produit, et à évaluer l'intensité de chaque descripteur pour le produit considéré. Mais contrairement à la méthode QDA, les niveaux

d'intensités notés, par les sujets, pour chaque descripteur sont mesurés par rapport à des échelles absolues ou universelles. [12]

En effet, la méthode développée par Muñoz et Civille est basée sur l'utilisation intensive de points de référence. L'utilisation de ces références permet d'une part de diminuer grandement la variabilité d'un panel, et d'autre part de comparer les intensités relatives des propriétés d'un même produit mais également de comparer les produits entre eux. De plus, la méthode SDA nécessite que la terminologie soit développée et décrite par un panel, ayant connaissance des principes physiques sous-jacents à l'évaluation. Par exemple, un panel devant décrire la couleur d'un produit doit savoir qu'elle est composée de trois grandeurs : la luminance, la chrominance et la saturation.

Un panel devant évaluer la texture de produits cosmétiques doit avoir notion des contraintes rhéologiques et mécaniques soumises aux échantillons lors des différentes phases d'évaluation de leur texture et de l'influence de différents paramètres comme la taille de particules ou le taux d'humidité sur les propriétés de texture .

La démarche d'élaboration du lexique sensoriel s'effectue de la même manière que pour la méthode QDA, mais en incluant de nombreuses références lors de l'établissement des définitions et des échelles d'intensité pour chaque propriété. En se basant sur la méthode de graduation universelle élaborée par Muñoz et Civille, des matériaux de référence pour chaque propriété sont sélectionnés et les sujets s'entraînent à mémoriser leurs intensités.

L'entraînement est très long (environ 40-50h pour l'élaboration de la terminologie, des procédures d'évaluation et des échelles d'intensité, et 50-75h de pratique, car les sujets s'entraînent à mémoriser la gamme entière d'intensités pour chaque descripteur).[12]

La terminologie SDA développée pour l'évaluation de la texture des crèmes et laits cosmétiques est présentée dans le tableau VII. L'échelle de notation utilisée peut être une échelle linéaire non structurée de 10 cm de longueur ou

une échelle ordonnée à 10 points (les intensités pouvant être exprimées en dixièmes de points, produisant alors une échelle à 100 points).

Tableau VII. Liste des descripteurs, accompagnés de leurs définitions et de leurs protocoles d'évaluation

	Descripteurs	Définitions	Protocoles d'évaluation
Apparence	Intégrité de la forme	Degré du produit conservant sa forme, ses pics 0 (s'écrase → garde sa forme) 10	Disposer le produit en forme de spirale dans une boîte de Pétri, en remplissant la boîte des parois vers le centre. Evaluer l'intégrité de la forme
	Brillance	Quantité de lumière réfléchie par le produit 0 (terne → brillant, luisant) 10	Allumez la lumière. Approcher le plat à environ 30 centimètres de la source de lumière ; incliner le plat de manière à capter les rayons de la lumière et évaluez la brillance
Avant application (Pick-up)	Fermeté	Force requise pour compresser totalement le produit entre le pouce et l'index 0 (pas de force → force élevée) 10	Utiliser une micropipette délivrant 100uL de produit sur le pouce ou l'index. Compresser le produit délicatement entre le pouce et l'index. Evaluer la fermeté
	Collant	Force requise pour séparer les doigts 0 (pas de force → force élevée) 10	Séparer les doigts et évaluer le collant
	Filant/Cohésion	Proportion de produit se déformant ou s'étirant plutôt que se cassant lorsque les doigts se séparent 0 (pas de fils → de grands fils) 10	Compresser le produit entre le pouce et l'index et séparer les doigts trois fois de suite et évaluer la cohésion
	Quantité de pics	Degré pour lequel le produit forme des pics lorsque les doigts se séparent 0 (pas de pic → pics bien droits) 10	De même, évaluer la quantité de pics

	Descripteurs	Définitions	Protocoles d'évaluation
Pendant application	Humidité	Quantité d'eau perçue lors de l'application	Utiliser un marqueur pour peau afin de tracer un cercle de 2 pouces de diamètre sur la surface intérieure de l'avant bras. En utilisant une micropipette, délivrer 50uL de produit au centre du cercle. Etaler le produit à l'intérieur du cercle avec l'index ou le majeur ; faire des mouvements circulaires, à une vitesse de deux tours par seconde (utiliser un métronome pour marquer le temps). Après trois massages, évaluer l'humidité)
		0 (pas d'eau→ grande quantité d'eau) 10	
	Étalement	Facilité de pousser/étalement le produit sur la peau. Un produit qui s'étale facilement couvrira une large surface de la peau, tout en restant relativement concentré 0 (difficile, résistant→ facile, glissant) 10	De même, évaluer l'étalement du produit
	Fini doux	Douceur du produit sur la peau 0(non doux → très doux)10	Déposer 70µl de produit sur le dos de la main. Etaler le produit avec l'index, le majeur et l'annulaire sur la partie interne du dos de la main en effectuant un mouvement circulaire Attendre 1min Evaluer la douceur
	Huileux	Quantité d'huile perçue dans le produit pendant l'étalement 0 (nulle→ très importante) 10	Après 15-20 massages, évaluez le caractère huileux

	Cireux	Quantité de cire perçue dans le produit pendant l'étalement 0 (nulle→ très importante) 10	De même, évaluer le caractère cireux
	Fondant	Tendance du produit à se liquéfier au contact de la peau 0(pas fondant → très fondant) 10	Déposer 80µl de produit sur le dos de la main. Etaler le produit à l'aide de l'index en effectuant 2 aller Retour. Evaluer le fondant
	Absorption	Vitesse d'absorption du produit par la peau, évaluée par le nombre massages au bout duquel le produit perd son humidité et son effet hydratant et une forte résistance à la continuation du mouvement apparaît Limite haute : 120 massages	Continuer de masser et évaluer l'absorption

	Descripteurs	Définitions	Protocoles d'évaluation
Après application	collant	Force requise pour décoller les doigts de la peau 0 (pas de force → force élevée) 10	Utiliser ½ cercle pour la sensation immédiate après application. Tapoter légèrement avec les doigts démaquillés l'endroit où le produit a été appliqué, et évaluer le collant
	Glissant	Facile de faire glisser les doigts sur la peau 0 (difficile → facile) 10	Passer la main avec les doigts démaquillés sur la peau et évaluer le caractère glissant
	Film résiduel	Quantité de produit laissé sr la peau 0 (rien → grande quantité) 10	Evaluer de même la quantité de résidu

L'analyse sensorielle qui est une évaluation macroscopique doit être absolument accompagnée d'analyses rhéologiques pour évaluer le comportement de la crème soumise à des contraintes.

CHAPITRE 4 : GENERALITES SUR LA RHEOLOGIE

I. LA RHEOLOGIE DES EMULSIONS COSMETIQUES

La rhéologie (du grec rheo, couler et logos, étude) est la science de l'écoulement et de la déformation de la matière sous l'action de contraintes. Le terme de rhéologie a été introduit pour la première fois en 1920 par le scientifique américain Eugène Bingham (1878-1945). Les analyses rhéologiques permettent de caractériser l'ensemble des comportements intermédiaires entre les liquides parfaits (fluides newtoniens) et les solides purs (comportements hookéens). La rhéologie joue un rôle important dans les procédés de mise en œuvre des produits cosmétiques, à savoir notamment la rationalisation des opérations de mélange et de dispersion. Elle fournit une caractérisation fine de la structure des émulsions, permettant des corrélations et des interprétations moléculaires et un suivi au cours du vieillissement

I.1. Grandeurs caractéristiques

Lorsqu'elles subissent de grandes déformations, les émulsions de type crème ou lait cosmétique s'écoulent. L'écoulement d'un matériau est engendré par un mouvement relatif de l'ensemble des constituants du liquide. Le matériau est alors assimilé à une superposition de couches adjacentes d'épaisseur infiniment mince sans qu'il y ait transfert de matière entre les couches. Lors d'écoulements de cisaillement, le mouvement est laminaire (non turbulent). Les couches glissent les unes sur les autres. Il apparaît alors à l'interface des forces de frottement tangentiels, appelées forces de cisaillement. Or, lors de l'application d'une crème ou d'un lait, on peut considérer que le produit cosmétique est cisailé entre deux surfaces parallèles, étant d'une part la surface de la peau et d'autre part la surface de la main.

Pour caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux, nous devons définir plusieurs termes. Considérons un matériau subissant une force de cisaillement F , illustré par la Figure 7.

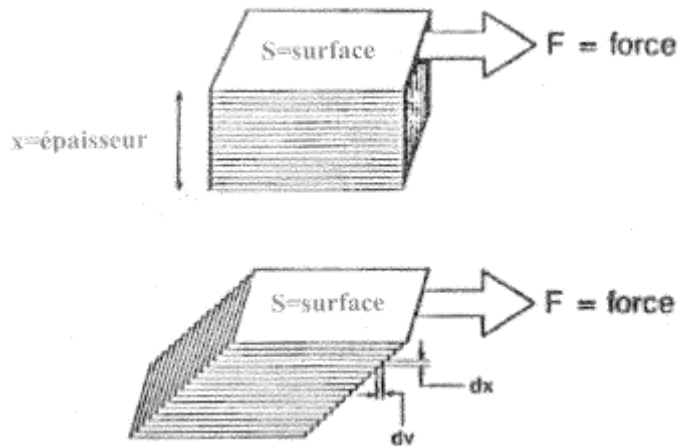


Figure 7. Matériau soumis à une contrainte de cisaillement [28]

Au repos, le matériau a une épaisseur x , une longueur l_0 . Faisons l'hypothèse que le bas du matériau (en contact avec le support) est fixe et que le haut peut bouger. A cause de la contrainte subie, la couche supérieure est déplacée d'une longueur dl , et son épaisseur varie de dx . Les différentes grandeurs permettant de caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux sont :

- ✓ la **contrainte** σ , exprimée en Pa, définie comme la force de cisaillement F par unité de surface S créée ou produite par l'écoulement : $\sigma = F/S$
- ✓ la **déformation** γ , sans dimension, définie comme la variation du déplacement, quand on se déplace d'une couche à l'autre : $\gamma = dl/l_0$

La déformation peut varier tout au long de l'épaisseur du matériau. Si l'écoulement est laminaire, l'écoulement sera maximum au niveau de la couche supérieure du matériau, et sera minimum au niveau de la dernière couche. Ainsi, si la couche supérieure du matériau bouge à une vitesse v , on peut définir :

- ✓ la **vitesse de cisaillement** $\dot{\gamma}$ (également nommé gradient de cisaillement ou taux de déformation), exprimé en s^{-1} , défini par

$$: \dot{\gamma} = \frac{dv}{dx}$$

Il correspond à la dérivée de la déformation par rapport au temps.

La **viscosité** η , exprimée en Pa.s, définie comme le rapport de la contrainte de cisaillement sur la vitesse de cisaillement correspondante. Elle correspond à la résistance du matériau à l'écoulement : $\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$

I.2. Outils de caractérisation

Les appareils permettant de caractériser les propriétés rhéologiques des crèmes et lotions cosmétiques sont principalement de deux types :

- ✓ les rhéomètres rotatifs ;
- ✓ les rhéomètres oscillants.

I.2.1. Rhéométrie rotative

En rhéométrie rotative, le fluide est soumis à un cisaillement entre deux surfaces solides, l'une en rotation autour de son axe (nommée rotor), et l'autre immobile (nommée stator). Les trois grandeurs expérimentales de base sont le couple C , l'angle de rotation du rotor mesuré à partir de la position au repos α , et la vitesse de rotation du rotor ω . Ces grandeurs peuvent être soit imposées, soit mesurées.

Les surfaces solides peuvent être de trois types :

- ✓ géométrie de Couette (cylindres coaxiaux) ;
- ✓ géométrie plan-plan ;
- ✓ géométrie cône-plan.

A partir de ces différentes variables, il est possible d'obtenir la contrainte de cisaillement, mesurée à partir du couple à appliquer pour maintenir le mouvement du rotor, et la vitesse de cisaillement, déterminé à partir de la géométrie de la surface et de la vitesse de rotation du rotor.

Les rhéomètres rotatifs peuvent être regroupés en deux grandes classes, selon que l'on impose la vitesse de rotation (c'est alors le couple exercé sur le corps de mesure qui est mesuré), ou que l'on impose le couple (la vitesse de rotation est alors mesurée dans ce cas). Mais on parle généralement de rhéomètre à taux de cisaillement imposé ou à contrainte imposée, car le taux de cisaillement est proportionnel à la vitesse de rotation, tandis que la contrainte est proportionnelle au couple.

.La description des principales géométries employées est réalisée ci-après.

I.2.1.1. Géométrie plan-plan

Avec cette géométrie, le cisaillement s'effectue entre deux plans parallèles, correspondants à deux disques de rayon r , séparés par une distance h , l'un tournant à la vitesse de rotation Ω en rad.s^{-1} , et l'autre restant fixe. La Figure 8 représente une géométrie plan-plan.

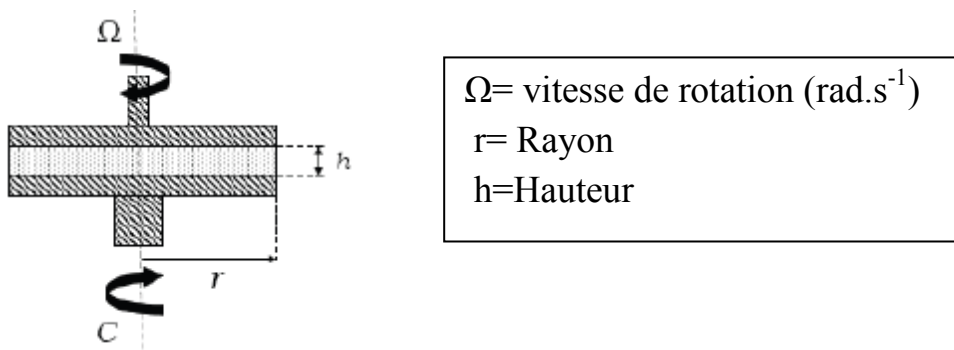
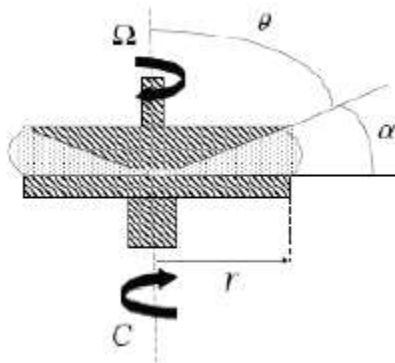


Figure 8 : Schéma d'une géométrie plan-plan [21]

Un des inconvénients de la géométrie plan-plan est la variation du taux de cisaillement en fonction de la position dans l'échantillon. Le gradient de cisaillement est nul au centre de la géométrie et est maximal aux extrémités. Cette hétérogénéité peut donc affecter la caractérisation du fluide, en particulier en dehors de son domaine newtonien .

I.2.1.2. Géométrie cône-plan

Avec cette géométrie, le cisaillement s'effectue entre un plan fixe et un cône de rayon r et d'angle α tournant à la vitesse de rotation Ω en rad.s^{-1} . L'angle entre le cône et le plan doit être très petit, généralement entre $0,1$ et 4° . La Figure 9 représente une géométrie cône-plan.



$\Omega =$ Vitesse de rotation (rad.s^{-1})
 $r =$ Rayon
 $\alpha =$ Angle

Figure 9 : Schéma d'une géométrie cône-plan [21]

Un des avantages de l'utilisation de cette géométrie est qu'elle assure un gradient de cisaillement uniforme dans tout l'échantillon. Mais cette géométrie ne permet pas l'obtention de mesures à forts gradients de vitesse ; en effet, il peut alors y avoir éjection de matière ou existence de recirculations et d'instabilités.

I.2.1.3. Géométrie de type Couette

Dans la géométrie de type Couette, le fluide est cisailé dans un entrefer, entre deux cylindres coaxiaux, le cylindre interne, de rayon R_i étant fixe, et le cylindre externe, de rayon R_e , étant mobile à la vitesse de rotation Ω en rad.s^{-1} . La Figure 10 représente une géométrie de type Couette.

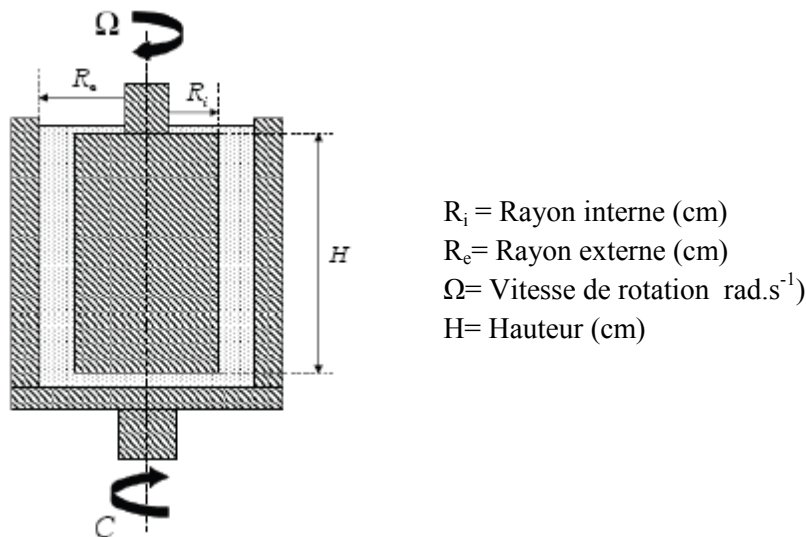


Figure 10 : Schéma d'une géométrie de Couette [21]

Cette géométrie est bien adaptée pour les fluides peu visqueux. De plus, les risques d'éjection de produit sont diminués, dus à la grande surface de contact entre les parois.

Ce type de géométrie coaxiale peut cependant présenter divers inconvénients : l'apparition de glissements à la paroi, la réorganisation de particules et enfin la déstructuration du produit lors de la mise en place du cylindre intérieur.

I.2.2. Rhéométrie oscillante

Contrairement aux rhéomètres rotatifs, le fluide est ici soumis à un mouvement oscillant, pouvant être de deux types. Un balayage en déformation ou en contrainte peut être effectué à une fréquence constante, ou bien un balayage en fréquence peut être effectué à une déformation constante. Les géométries utilisées avec ces rhéomètres sont les mêmes qu'en rhéométrie rotative, à savoir les géométries plan-plan, cône-plan et Couette. De même, les rhéomètres sont de deux types, à contrainte ou à taux de cisaillement imposé.

D'autre part, les rhéomètres rotatifs peuvent également faire des mesures sous oscillations, lorsqu'ils sont équipés d'un système d'oscillations.

I.3. Les propriétés rhéologiques des crèmes cosmétiques

I.3.1. Propriétés d'écoulement

Les propriétés d'écoulement des émulsions sont obtenues en régime permanent, lorsque la géométrie effectue des mouvements rotatoires dans une seule direction dans le milieu étudié.

Les propriétés d'écoulement des émulsions sont parmi les plus importantes, car elles permettent de caractériser mais également d'anticiper le comportement physique des fluides, que ce soit lors des différentes étapes de fabrication en usine, lors du packaging ou encore lors de leur utilisation [7].

I.3.1.1. Comportements observés

Des comportements à l'écoulement bien distincts sont obtenus en fonction du type de fluide.

Pour les fluides newtoniens, la contrainte est proportionnelle au taux de cisaillement, la viscosité est alors constante quel que soit le taux de cisaillement appliqué ; tandis que les fluides non newtoniens vont présenter une relation non linéaire entre contrainte et vitesse de déformation.

Certains fluides ne s'écoulent qu'à partir d'une certaine contrainte seuil (liquide plastique de Bingham). La plupart des fluides sont cependant rhéofluidifiants (ou pseudoplastiques), c'est à dire que leur viscosité décroît avec l'augmentation du taux de cisaillement exemple .[7]

Un cas particulier est le fluide rhéofluidifiant présentant un seuil de contrainte, nommé fluide viscoplastique. Enfin, quelques fluides peuvent être rhéoépaississants, à savoir que la viscosité augmente avec le gradient de cisaillement. [7]

Par ailleurs, beaucoup de fluides sont thermofluidifiantes, c'est à dire que leur viscosité décroît avec l'augmentation de la température. [7]

I.3.1.2-Cas particulier des fluides thixotropes

La consistance des fluides dépend aussi bien de la vitesse de cisaillement que de sa durée.

Dans ces conditions, la viscosité apparente n'est plus fixée pour une valeur du taux de cisaillement mais dépend du paramètre temps ; elle a tendance à décroître quand on applique un taux de cisaillement constant .Cette diminution de la viscosité est due à la désorganisation (déstructuration) progressive de la structure tridimensionnelle.

La thixotropie est un phénomène réversible car après suppression du cisaillement et un temps de repos suffisant, la structure détruite se régénère graduellement. La reconstitution lente d'une structure préalablement perturbée par agitation est à l'origine du comportement thixotropique. Le comportement élastique initial est remplacé par un comportement visqueux après agitation parce que la cinétique de la structure est lente.

Ce phénomène est mis en évidence par l'apparition d'une boucle d'hystérésis lors du tracé de la courbe d'écoulement en charge puis en décharge. On parle de comportement thixotrope lorsque la contrainte en décharge est plus faible que celle en charge pour un même taux de cisaillement [27].

Deuxième partie :
ETUDE EXPERIMENTALE

La formulation et les caractérisations, réalisées de Janvier 2015 à Septembre 2016, ont été conduites au laboratoire de pharmacie galénique. Les évaluations anatomo-pathologiques ont été effectuées au service anatomo-pathologique du CHU de Cocody

CHAPITRE 1 : MATERIELS ET METHODES

I-MATERIELS

I.1- Matières premières

I.1.1-Matériel d'origine végétale

L'huile extraite des graines de *Moringa oleifera* a été achetée à la pharmacie des lagunes (Abidjan) le 1^{er} juin 2015. (Lot n° 01125). Cette huile a été utilisée comme actif cosmétique.

I.1.2- Autres matières premières

Elles se répartissent en deux catégories : les excipients de phase hydrophile et les excipients de phase lipophile.

❖ Les excipients de la phase hydrophile

- Eau osmosée
- Glycérol 87%: lot Art.-Nr20750 Ferak Laborat GMBH Berlin d'origine Allemande
- Acide benzoïque : lot n°2006182, CARLO ERBA (France),

❖ Les excipients de la phase lipophile

- Montane 60 : lot n°111K 1162 (Sigma Aldrich)
- Montanox 80 : lot n°1318043 54806P45 (Fluka)
- Alcool cétyle : lot n°E2569 (Coopération Pharmaceutique Française)
- Alcool stéarylique : lot n°B11695 (CPF)
- Triéthanolamine : lot n°C16336

Les matières premières utilisées pour la préparation de la crème, leurs caractères organoleptiques ainsi que leurs rôles sont récapitulés dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Caractères des matières premières utilisées et leurs rôles

Matières premières	Caractères organoleptiques	Propriétés et rôles
Huile de <i>Moringa</i>	Liquide jaunâtre	Actif cosmétique
Montane 60	Solides, plaques de couleur beige	Emulsifiant
Montanox 80	Liquide visqueux, collant jaunâtre,	Emulsifiant
Alcool cétylique	Granulés semi-arrondies de couleur blanche	Epaississant
Alcool stéarylique	Paillette blanche,	Epaississant
Triéthanolamine	Liquide sirupeux, jaune pâle	Solution tampon, ajusteur de pH
Eau distillée	Liquide limpide, inodore	solvant
Glycérol à 87%	Liquide sirupeux, Limpide	Humectant, épaississant
Acide benzoïque	Poudre cristalline blanche	Conservateur

I.2- Matériel pour la préparation de la crème

Il était constitué de :

- Balance de précision de marque SHIMADZU AUX 320 ;
- Bain-marie (MEMMERT) ;
- Micro vortex HERDOLPH ;
- Thermomètre à mercure ;
- Chronomètre ;

- Deux béchers ;
- Une spatule ;
- Une capsule émaillée ;
- Une tige de verre.

I.3- Matériel pour les contrôles physicochimiques et galéniques

Il était constitué de :

- Papier pH MERCK n°1.09535.0001 ;
- pH-mètre EUTECH ;
- Centrifugeuse JOUAN E82 ;
- Etuve MEMMERT type INB 400 n°E412.1330 ;
- Microscope optique MOTIC ;
- Micromètre oculaire et micromètre objet de marque ;
LEITZ WETZLAR
- Lames et lamelles ;
- Tubes à essai ;
- Eprouvettes ;
- Portoirs ;
- Tubes à centrifugation ;
- Spatule.

I.4-Matériel pour l'analyse texturale

I.4.1-Evaluation du profil sensoriel

Il était composé de :

- Seringue à insuline ;
- Verre de montre ;
- Papier essuie-tout ;
- Gel bactéricide ;
- Torche.

I.4.2-Test d'adhésion et test de dureté

Il était constitué de :

- Texturomètre TA1 AMETEK (Annexe II) ;
- Film de polypropylène ;
- Sonde.

I.5-Matériel pour l'étude du comportement rhéologique

Il était composé de :

- Viscosimètre rotatif HAAKE viscotester 550 relié au Cryostat JULABO F12 (-30°C à 100°C) ;
(Annexe III)
- Bécher ;
- Spatule.

I.6-Matériel pour les contrôles toxicologiques

I.6.1- Modèle animal

Des lapins néozélandais de sexe male ont été utilisés pour toutes les évaluations toxicologiques.

I.6.2- Matériel

- Balance
- Boite à contention
- Tondeuse électrique
- Coton
- Compresse de gaze
- Sparadrap
- Seringue 2,5 ml

II-METHODES

II.1- Préparation de la crème

Nous avons pesé individuellement les différents constituants. Dans le bécher A, les constituants suivants étaient mélangés : triéthanolamine, montanox 80, montane 60, alcool stéarylique, alcool cétylique et huile de *Moringa*. Dans le bécher B, les constituants suivants étaient mélangés : le glycérol, l'acide benzoïque et l'eau distillée.

Le bécher A et le bécher B étaient portés simultanément au bain-marie à 70°C. Le mélangeage des deux phases était fait en introduisant la phase aqueuse dans la phase huileuse à 2000 tours par minute pendant 5 minutes. Il devrait se former une émulsion E/H puis par inversion de phase on aboutirait à une émulsion H/E.

A la fin du mélange, la crème est refroidie dans un bain de glace pendant 20 minutes.

La crème obtenue a été soumise à plusieurs essais.

II.2-Essais sur la crème

II.2.1-Essais organoleptiques

Ils ont consisté en l'appréciation de l'odeur, et de la couleur. L'homogénéité a été appréciée par étalement de la crème entre deux lames à la recherche de grumeaux et de bulles d'air.

II.2.2-Essais physico chimiques et galéniques

II.2.2.1-Détermination du pH

Elle a consisté à mesurer le pH de la crème à l'aide d'un pH-mètre.

II.2.2.2-Détermination du type de crème

- Lavabilité à l'eau

Nous avons mélangé dans un tube à essai quelques millilitres de crème et d'eau. Après avoir agité vigoureusement nous avons noté les observations.

Notons qu'une émulsion H/E se dispersait finement et aisément tandis qu'une émulsion E/H collait aux parois et formait un caillot.

- Addition d'un colorant

Dans un verre de montre contenant une petite quantité de crème, une petite goutte de colorant liposoluble (le soudan III) a été déposée à la surface de l'émulsion.

Pour une émulsion H/E le soudan III entraînait une tâche hétérogène alors qu'il donnait une coloration homogène pour une émulsion E/H.

II.2.2.3-Essais préliminaires de stabilité de la crème

- Stabilité macroscopique à la température ambiante

Trois(3) tubes à essai contenant la crème et hermétiquement fermés ont été maintenus au repos pendant 30 minutes à la température du laboratoire qui était de $27 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Nous avons réalisé une observation macroscopique de façon latérale et en surface.

- Stabilité macroscopique à l'étuve à 40°C (test de vieillissement accéléré)

Trois(3) tubes à essai contenant la crème et hermétiquement fermés ont été maintenus au repos pendant 30 minutes à la température de l'étuve qui était de 40°C .

Nous avons réalisé une observation macroscopique de façon latérale et en surface

- Stabilité macroscopique au réfrigérateur à 6°C (test de vieillissement accéléré)

Trois(3) tubes à essai contenant la crème et hermétiquement fermés ont été maintenus au repos pendant 30 minutes à la température du réfrigérateur qui était de 6°C .

Nous avons réalisé une observation macroscopique de façon latérale et en surface.

- Stabilité à des cycles de températures

Trois(3) tubes à essai contenant la crème et hermétiquement fermés ont été placés successivement dans une chambre froide (congélateur à -10°C) pendant 16 heures puis à la température ambiante ($27 \pm 2^{\circ}\text{C}$) pendant 8 heures.

Lorsqu'il ne se produisait aucune modification, le cycle gel-dégel était répété jusqu'à ce qu'une modification soit observée avec un maximum de 5 cycles de gel-dégel.

La stabilité de la crème à des cycles de températures est exprimée par le nombre de cycles gel-dégel qu'elle supporte sans modification apparente.

- Stabilité à la centrifugation

La méthode a consisté à mettre 5 ml de crème dans 3 tubes à centrifuger puis à centrifuger à différentes vitesses (1000, 3000 et 5000 tr/mn) pendant 5 minutes et à 2000 tr /mn pendant 10 minutes.

II.2.3-Analyse microscopique

Elle a été effectuée après coloration des globules avec le soudan III afin de faciliter l'observation. Elle est réalisée au temps T_0 après la préparation de l'émulsion mis au repos pendant 30 minutes à $27^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 40°C et 6°C

Elle a consisté à déposer sur une lame une petite goutte d'émulsion prélevée dans l'émulsion homogène, à la recouvrir d'une lamelle et à observer au microscope au grossissement $\times 100$.

Nous avons apprécié la forme et l'homogénéité de la taille des globules, tout en précisant la présence de bulles d'air, de phénomènes de floculation, de coalescence.

La taille des globules a été ensuite mesurée au micromètre sur environ 300 globules.

II.2.4-Analyse texturale

II.2.4.1-Evaluation du profil sensoriel

Le profil descriptif a permis d'obtenir des notes précises pour notre crème sur chaque descripteur permettant de mettre en évidence les différentes propriétés de texture de notre crème.

Nous avons utilisé la méthode SDA (Spectrum Descriptive Analysis) modifiée, la plus aisée à notre étude.

II.2.4.1.1-recrutement du panel

II.2.4.1.1.1-Critères d'inclusion

Les volontaires retenus sont de sexe féminin pour les raisons suivantes:

- Elles sont de plus grandes consommatrices de produits cosmétiques que les hommes ;
- leur intérêt est plus facile à conserver de même que leur motivation tout au long des analyses,
- leur entraînement est plus rapide parce qu'elles connaissent généralement les différentes gammes de texture d'une crème ou d'un lait et les gestes d'utilisation.
- Enfin, la peau des hommes est différente de celle des femmes ; elle présente une épaisseur beaucoup plus importante [12].

Nous avons limité notre cadre d'étude à l'UFR SPB afin de réduire les contraintes logistiques. Nous avons prospecté le personnel féminin de l'UFR parmi lesquels 11 étudiantes se sont portées volontaires. Les critères d'inclusion étaient les suivantes :

- Etre étudiante à l'UFR SPB ;
- Etre âgé de 20 ans à 30 ans ;
- Avoir un bon état général
- Signer un consentement éclairé ;

II.2.4.1.1.2-Critères de non inclusion

- Antécédents dermatologiques
- Avoir moins de 20 ans
- Etre enceinte
- Ne pas être étudiant à l'UFR SPB

II.2.4.1.1.3-Critères d'exclusion

- Départ volontaire ;
- Survenue d'affection dermatologique (phénomène d'allergie, maladie de la peau).

II.2.4.1.2-Choix des descripteurs

Le choix était basé sur les critères d'applicabilité à la crème

Les six descripteurs choisis étaient : l'intégrité de forme, la brillance, la fermeté, le fondant, le fini doux et film résiduel.

II.2.4.1.3-Entraînement du panel

Les panélistes avaient à leur disposition un gel hydro alcoolique pour se laver les mains et/ou les avant-bras.

L'entraînement du panel a été effectué sur les six descripteurs choisis pendant 3 semaines à raison de deux séances par semaine. Ses objectifs étaient de familiariser les sujets aux définitions, au protocole d'évaluation, à l'échelle de notation et d'atteindre un consensus entre les sujets.

Les deux premières séances de la première semaine ont consisté à former sur le protocole d'évaluation. Dans la deuxième semaine, la première séance a permis d'évaluer le panel dans le but de vérifier sa maîtrise du protocole. La deuxième séance a consisté à réviser les descripteurs non maîtrisés.

Au cours de la troisième séance, les deux séances ont porté sur une deuxième réévaluation et sur l'établissement d'un consensus pour chaque descripteur.

II.2.4.1.4- Evaluation finale de notre émulsion

(Tableau IX)

Tableau IX : Mode opératoire des descripteurs applicables à la crème

	Paramètre	Mode opératoire
Apparence	Intégrité de la forme	Disposer le produit en forme de spirale dans une boîte de pétri, en remplissant la boîte des parois vers le centre. Evaluer l'intégrité de la forme
	Brillance	Allumer la lumière. Approcher le plat à environ de la source de lumière. incliner le plat de manière à capter les rayons de la lumière et évaluez la brillance
Avant application (pick up)	Fermeté	Utiliser une micropipette délivrant 100µl de produit sur le pouce ou l'index. Compresser le produit délicatement entre le pouce et l'index. Evaluer la fermeté
Pendant application	Fondant	Déposer 80µl de produit sur le dos de la main. Etaler le produit à l'aide de l'index en effectuant 2 allers Retour. Evaluer le fondant
	Fini doux	Déposer 70µl de produit sur le dos de la main. Etaler le produit avec l'index, le majeur et l'annulaire sur la partie interne du dos de la main en effectuant un mouvement circulaire Attendre 1min Evaluer la douceur
Après application	Film résiduel	Déposer 70µl de produit sur le dos de la main. Etaler le produit avec l'index, le majeur et l'annulaire sur la partie interne du dos de la main en effectuant 20 mouvements circulaires. Attendre 1min. Pincer la peau entre 2 doigts et évaluer la quantité de produit laissée sur la peau

II.2.4.2-Test d'adhésion et test de dureté

II.2.4.2.1-Test d'adhésion

Pour cette étude nous avons une membrane modèle matérialisée par un film synthétique de type polypropylène.

Des échantillons de 3g de crème ont été conservés au réfrigérateur (6°C) pendant 24h. Le jour de la réalisation de l'essai, les échantillons étaient disposés à la température ambiante (27°C± 2°C) pendant 1 heure 30 mn.

Le film est fixé à un support cylindrique de diamètre 20 mm. La force nécessaire pour détacher la formulation du film de polypropylène (force d'adhésion) est mesurée par l'utilisation d'un analyseur de texture (rhéomètre) de marque TA1 AMETEK en mode adhésion (annexe 3). Une force initiale de contact de 0,5 N est appliquée pendant 120 secondes afin d'assurer un contact intime entre l'échantillon et le film. La sonde est alors soulevée à une vitesse constante de 1 mm/s et l'appareil enregistre la force de détachement (F_{ad}) en fonction du déplacement. Quant au travail d'adhésion (W_{ad}), il correspond à l'aire sous la courbe obtenue. (Figure 11)

Les essais sont répétés 3 fois pour chaque échantillon et les résultats obtenus sont exprimés de la façon suivante : moyenne ± écart type.

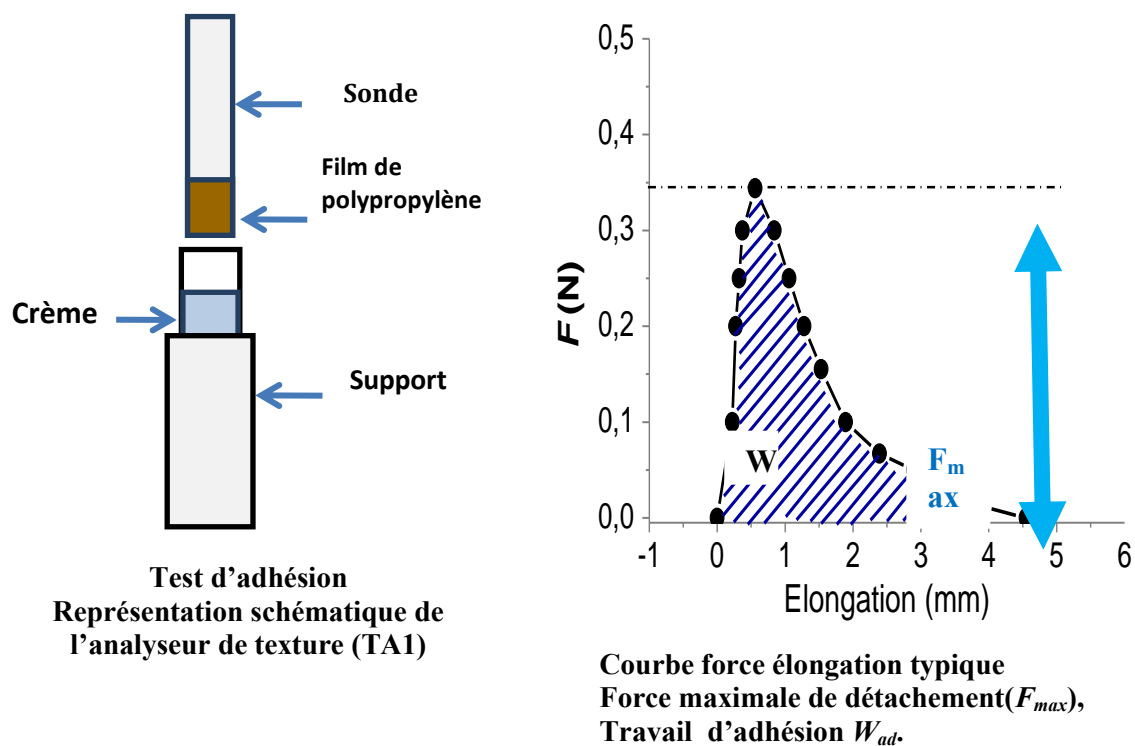
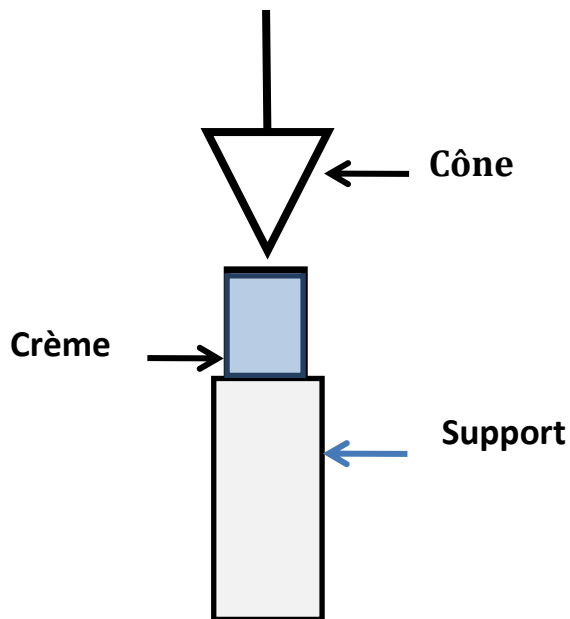


Figure 11 : Schéma représentatif de l'analyseur de texture et de la courbe force élongation typique

II.4.2.2.2- Test de dureté

Pour ce test, nous avons mis en contact le cône avec notre échantillon. Après détachement, l'appareil affichait directement la valeur de la dureté



**Test de dureté Représentation schématique
de l'analyseur de texture (TA1)**

Figure 12: Schéma représentatif du test de dureté

II.2.5- Etude du comportement rhéologique

Le viscosimètre rotatif type Haake VISCOTESTER 550 a été utilisé pour étudier l'écoulement de notre crème à base d'huile de *Moringa* et de la crème Familia.

Nous avons imposé des vitesses de cisaillement (2 ; 2,5 ; 4, 5, 10 et 20 trs/mn,) à différentes températures comprises entre 25 et 40°C. L'échantillon était placé dans un bécher type SVDIN 807-0792 dans lequel tournait un rotor de type SDIN 222-0505.

A partir d'un tableau de bord, la vitesse de cisaillement (trs/mn) et la température (°C) étaient fixées. Il était alors possible de lire la viscosité (mPa.s) et la force de cisaillement(Pa) au cours de la mesure.

L'évolution de ces deux paramètres nous ont permis d'apprécier le caractère rhéofluidifiant et thixotrope de notre préparation et de la crème « Familia ».

II.3-Etude de stabilité sur 28 jours (Essai de conservation)

L'étude de stabilité réalisée sur 28 jours (J1, J2, J3, J7, J14, J21, J28) a porté sur la crème conservée à $27\pm 2^{\circ}\text{C}$, 6°C et 40°C .

Toutes les évaluations comprenant les essais organoleptiques, les essais physico chimiques et galéniques, l'analyse texturale et l'étude du comportement rhéologique ont été effectuées.

II.4-Contrôles toxicologiques

II.4.1-Détermination de l'indice d'irritation primaire oculaire.

La tolérance oculaire de la crème a été étudiée chez le lapin selon la méthode de référence publiée au journal officiel de la république Française du 10 juillet 1992, émanant de l'arrêté du 5 Avril 1971. [22]

II.4.1.1-Principe

Il consiste à observer des réactions oculaires provoquées par l'application du produit 1h, 24h et 48h après.

II.4.1.2-Mode opératoire

Ce test a été réalisé sur 3 lapins males de race néo-zelandaise pesant environ 2kg. A l'aide d'une seringue, nous avons utilisé 0,1 ml du produit que nous avons appliqué dans l'œil gauche de chaque lapin. L'œil traité des animaux a été observé à 1h, 24h et 48h après, et ensuite comparé à l'œil non traité servant de témoin. L'observation a porté sur la conjonctive (chémosis, larmoiement, rougissement), l'iris et la cornée (degré d'opacification, présence et absence d'ulcération et de granulation).



Figure 13 : lapin dans une boîte de contention



Figure 14 : Application de la crème dans l'œil du lapin.

L'interprétation des résultats se réfère au tableau de KAY et CALENDRA

Expression des résultats

-Non irritant	I.O = 0
-Légèrement irritant	0 < I.O ≤ 15
-Moyennement irritant.....	15 < I.O ≤ 30
-Irritant	30 < I.O ≤ 50
-Très irritant	I.O > 50

II.4.2-Détermination de l'indice d'irritation primaire cutanée (toxicité aigüe)

Le test d'irritation primaire cutanée est employé pour déterminer la capacité d'irritation primaire d'un produit. On entend par "irritant primaire" toute substance provoquant, après une application unique, une réaction cutanée orthoergique apparaissant dans les 24 heures, localisée au point de contact et d'origine inflammatoire.

L'indice d'irritation primaire cutanée de la crème a été déterminé chez le lapin selon la méthode publiée au Journal Officiel de la République Française du 21 février 1982 (Protocole OCDE 404). [31]

II.4.2.1-Principe

Il consiste à observer des réactions cutanées provoquées par l'application unique du produit 60 mn, 24h et 48h et 72h après.

II.4.2.2-Mode opératoire

Les six lapins males ont été pesés puis tondus la veille de l'application du produit avec précaution de manière à éviter toute irritation au niveau des deux flancs.

Nous avons effectué à la droite de l'axe vertébrale, à l'aide d'un vaccinostyle, trois scarifications parallèles sur une longueur d'environ 2,5 cm espacées d'un demi-centimètre. Les scarifications de l'épiderme étaient réalisées sans atteindre le derme c'est-à-dire sans saignement.

0,5 g de crème a été appliqué directement sur les zones scarifiées et maintenue au moyen d'une compresse de protection et d'un sparadrap.



Figure 15 : Flanc du lapin tondu et scarifié

L'interprétation des résultats se réfère à l'échelle d'évaluation numérique suivante :

Pas d'érythème0	Pas d'œdèmes0
Léger érythème (à peine visible).....1	Très légers œdèmes1
Erythème bien visible.....2	Légers œdèmes contours bien définis ..2
Erythème important.....3	Œdèmes moyens (à 1mm).....3
Erythème grave4 (rouge pourpre avec ou sans scarres)	Œdèmes graves.....4 (épaisseur supérieure à 1 mm)

Expression des résultats

- Non irritantI.P \leq 0,5
- Légèrement irritant0,5 \leq I.P \leq 2
- Irritant2 \leq I.P \leq 5
- Très irritant5 \leq I.P \leq 8

II.4.3-Détermination de l'indice d'irritation cutanée par application itérative (toxicité subaigüe)

Le test de tolérance cutanée par applications itératives, spécialement adapté à l'étude des produits cosmétiques et d'hygiène corporelle, est destiné à révéler des réactions cutanées impossibles la plupart du temps à détecter lors des tests d'irritation primaire.

La crème a été soumise au test officiel de tolérance cutanée par applications itératives chez le lapin du Journal Officiel de la République Française du 25 mai 1993. [23]

II.4.3.1-Principe

Il repose sur l'observation des réactions locales provoquées par des applications répétées de produit, en système ouvert, sur la peau du lapin, pendant 28 jours.

II.4.3.2-Mode opératoire

La crème a été appliquée quotidiennement durant 28 jours consécutifs, sur la zone tondu (flanc droit des lapins), à la dose de 2 g par animal et par jour, la fraction de produit en excès étant systématiquement éliminée. La lecture des résultats s'effectuait chaque semaine.

A la fin de la période de traitement, nous avons effectué 2 biopsies de peau ; l'une du côté traité et l'autre du côté témoin, chez les lapins du groupe traité. Des coupes histologiques ont été effectuées et observées au microscope optique. Des photographies prises ont permis d'apprécier le tissu malpighien.

RESULTATS

I-PREPARATION DE LA CREME

Nous avons préparé 994 g de crème pour réaliser tous les essais. La présentation et la composition de la crème sont données à la figure 16 et au tableau XI.



Figure 16 : Crème à base d'huile de *Moringa*

Tableau X : Formule de la crème

Matières premières	Quantité en %
Huile de <i>Moringa</i>	18,10
Montane 60	2,21
Montanox 80	2,31
Alcool cétylique	2,71
Alcool stéarylique	2,71
Triéthanolamine	0,27
Eau distillée	67,9
Glycérol à 87%	3,62
Acide benzoïque	0,18

II-ESSAIS SUR LA CREME (J1)

II.1-Essais organoleptiques

La crème obtenue était homogène de couleur blanche, d'une odeur agréable, de consistance épaisse et onctueuse au toucher.

II.2-Essais physicochimiques et galéniques

II.2.1-Détermination du pH (Tableau XI)

Tableau XI : Résultats du pH à J1

Température	J1
6°C	5,75±0,2
27±2°C	5,72±0,17
40°C	5,8±0,25

pH compatible à celui de la peau

II.2.2-Détermination du type de crème

La crème se dispersait aisément dans l'eau et y était facilement lavable ; l'ajout du soudan III a donné une tâche hétérogène qui ne se dissipait pas. Il s'agissait donc d'une crème de type H/E.

II.2.3-Essais préliminaires de stabilité

Tableau XII : Résultats obtenus des essais de stabilité

Essai de stabilité	Stabilité
Stabilité macroscopique à froid à 6°C	Stable
Stabilité à 27±2°C	Stable
Stabilité à chaud à 40°C	Stable
Stabilité à des cycles de température	Stable
Stabilité à la centrifugation	Stable

La crème est restée stable (aucun changement d'aspect ni de texture) à tous les essais mais nous avons constaté un début de crémage à 5000 tours/min pendant 5 minutes lors de la stabilité à la centrifugation.

II.3-Analyse microscopique

A J1, la proportion des globules de taille comprise entre 1 et 5 μm était de 60% à 6°C, de 55,7% à 27 \pm 2°C et de 50,3% à 40°C. Nous avons constaté une réduction du nombre de globules de petite taille lorsque la température de conservation augmente.

II.4-Analyse texturale

II.4.1-Evaluation du profil sensoriel

Les résultats détaillés sur la figure 17 peuvent se résumer de la manière suivante : pour l'ensemble du panel, la crème était moyennement ferme et conservait son intégrité.

- 100% ont trouvé un film résiduel pratiquement inexistant
- 10% ont trouvé la crème très douce
- 60% ont trouvé la crème douce et fondante
- 30% ont trouvé la crème peu douce
- 40% ont trouvé la crème peu fondante
- 50% ont trouvé la crème brillante
- 50% ont trouvé la crème peu brillante

Les descripteurs tels que la douceur et le fondant ont été très diversement appréciés.

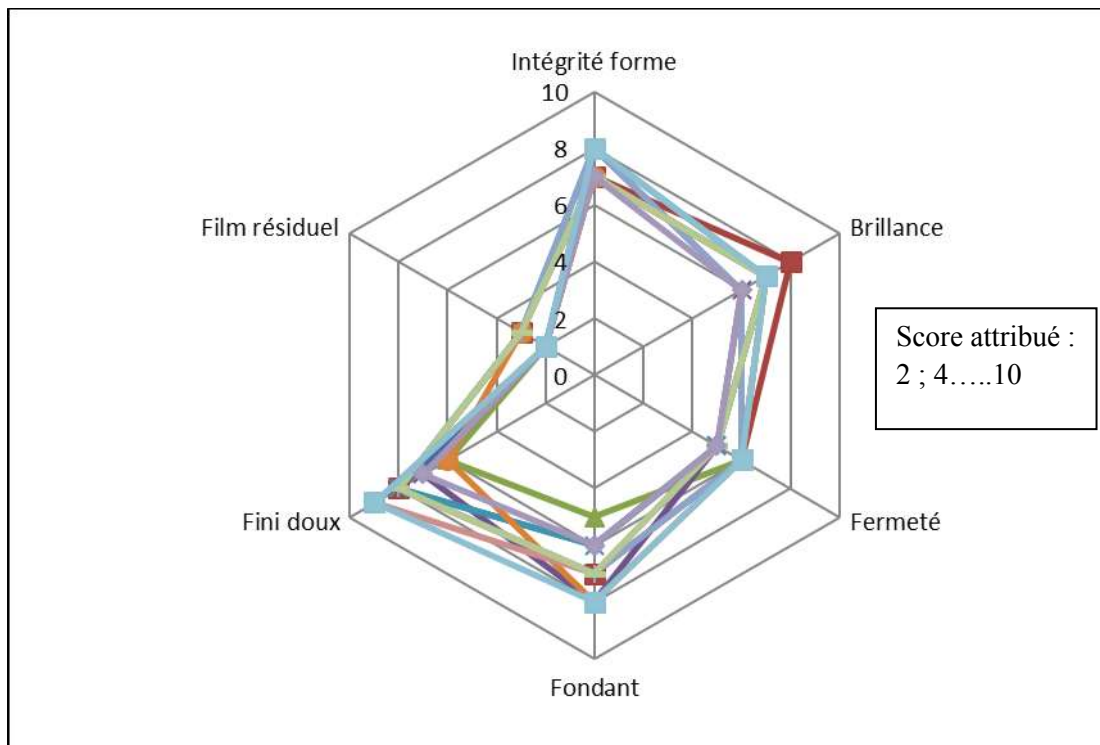


Figure 17 : Cartographie du profil sensoriel de la crème à J1

II.4.2- Test d'adhésion / test de dureté

II.4.2.1-Test d'adhésion

A J1, notre crème avait une force maximale de $0,137 \pm 0,015$ N et un travail de $0,324 \pm 0,50$ mJ.

II.4.2.2-Test de dureté

Notre crème avait une consistance de 0,042 N.mm et une dureté de 0,016 N à J1

II.5-Etude du comportement rhéologique à J1

Cette étude rhéologique a été faite comparativement à une crème du commerce, la crème « Familia ». Cette crème semble présenter une texture similaire à celle de notre crème.

II.5.1-Evolution de la viscosité en fonction de la température et selon la température de conservation.

Les viscosités mesurées (à 10 trs/mn) en fonction de la température sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 6°C, à 27±2°C et à 40°C pendant 24 heures ont permis d'obtenir des rhéogrammes. (Figures 18 et 19)

Quelque soit la température de conservation (à 6°C, à 27±2°C et à 40°C) pendant 24 heures, la viscosité de la crème *Moringa* à l'instar de la crème « Familia » diminuait avec l'augmentation de la température. Ces crèmes ont donc présenté un comportement thermofluidifiant. Notons que les viscosités des crèmes conservées à 6°C étaient plus importantes que celles conservées à 27±2°C et 40°C.

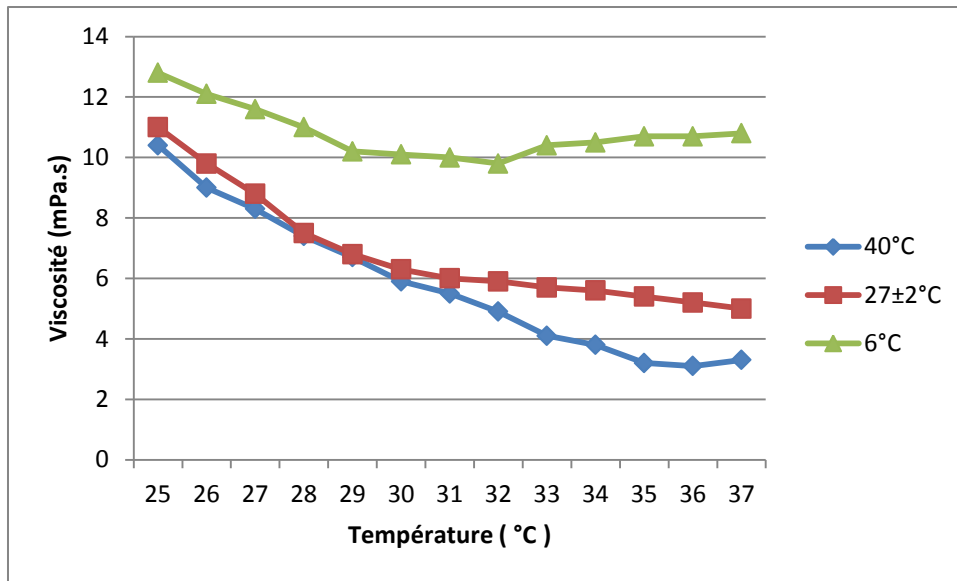


Figure 18 : Evolution de la viscosité en fonction de la température de la crème *Moringa* conservée à différentes températures pendant 24 heures.

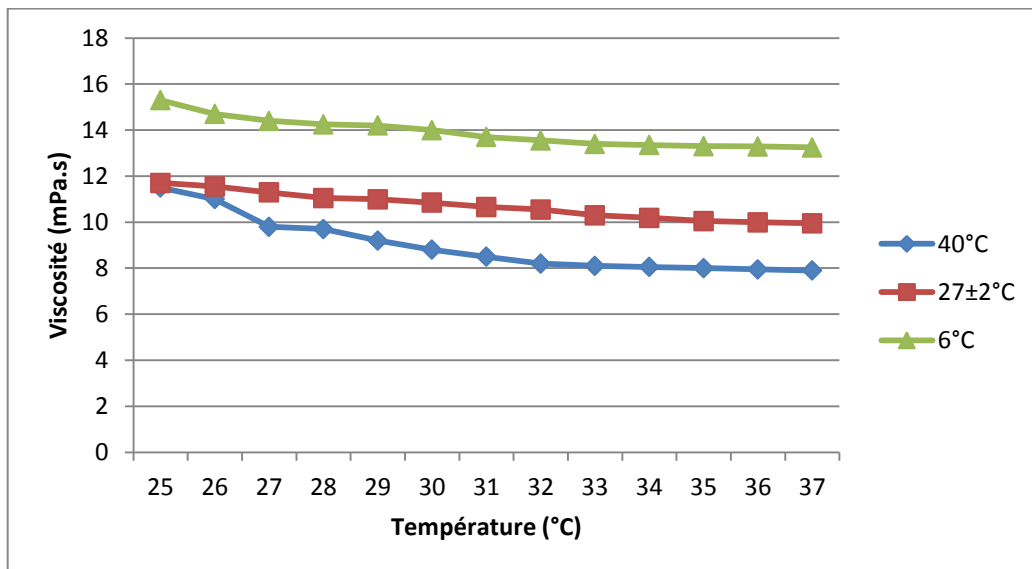


Figure 19 : Evolution de la viscosité en fonction de la température de la crème « Familia » conservée à différentes températures pendant 24 heures

II.5.2-Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement et selon la température de conservation

Les viscosités mesurées à 25°C et en fonction de la vitesse de cisaillement sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 40°C, à 27±2°C et à 6°C ont permis d'obtenir des rhéogrammes présentés aux figures 20 et 21.

Quelque soit la température de conservation à 6°C, 27±2°C et 40°C, la viscosité de la crème *Moringa* à l'instar de la crème « Familia » diminuait avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ces crèmes ont donc présenté un caractère rhéofluidifiant.

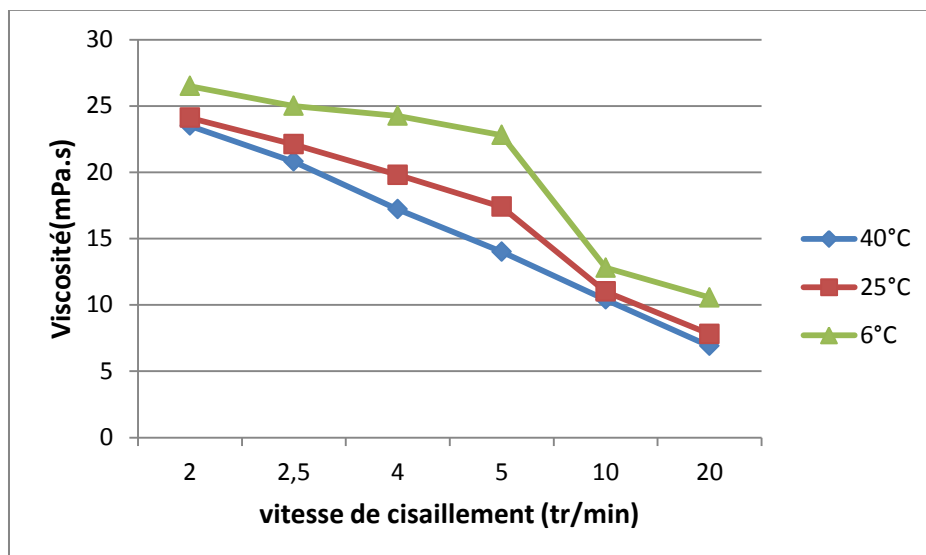


Figure 20 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème *Moringa* conservée à différentes températures pendant 24 heures

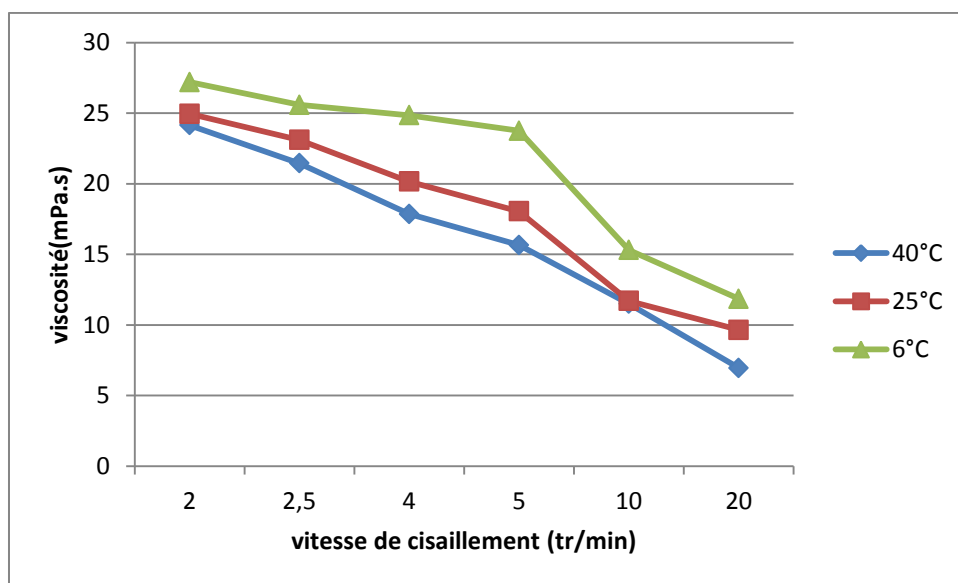


Figure 21 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème « Familia » conservée à différentes températures pendant 24 heures.

II.5.3-Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement et selon la température de conservation

Les viscosités mesurées à 25°C et en fonction de la force de cisaillement sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 6°C, à 27±2°C et à 40°C ont permis d'obtenir des rhéogrammes. (Figures 22 et 23).

Quelque soit la température de conservation à 6°C, 27±2°C et 40°C pendant 24 heures, la force de cisaillement de la crème *Moringa* à l'instar de la crème « Familia » croissait avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ces crèmes ont donc présenté un caractère rhéofluidifiant.

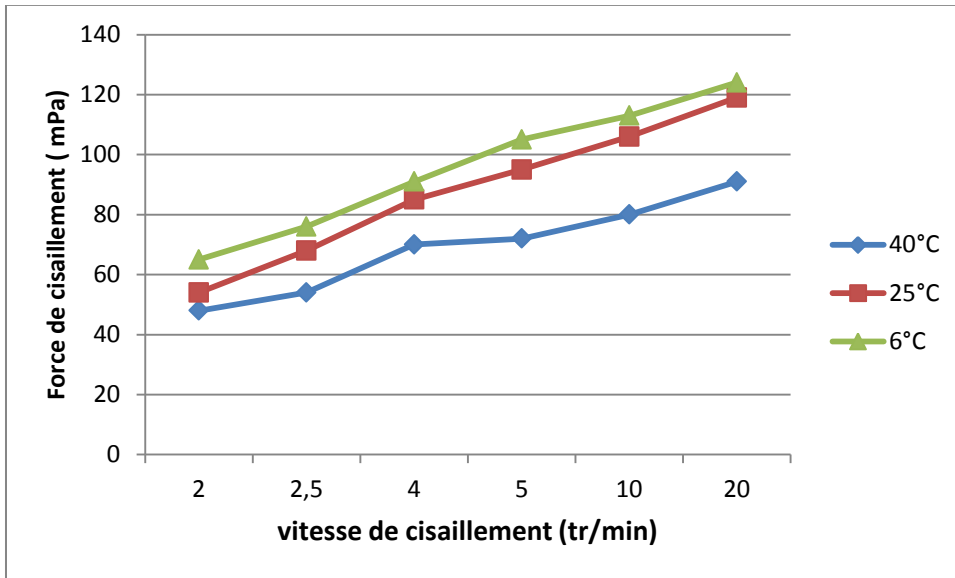


Figure 22 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème *Moringa* conservée à différentes températures pendant 24 heures

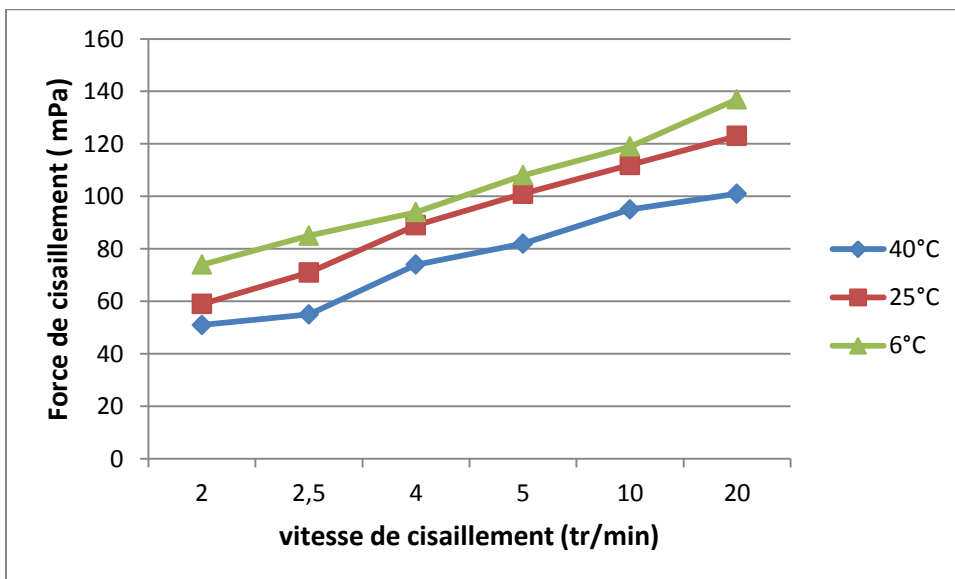


Figure 23 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème « Familia » conservée à différentes températures pendant 24 heures.

II.5.4-Etude du comportement thixotrope

La mesure de la force de cisaillement de la crème *Moringa* et de la crème « Familia » en fonction de la vitesse de cisaillement a permis d'obtenir les rhéogrammes. (Figures 24 et 25)

Le tracé de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement a été réalisé en augmentant la vitesse de cisaillement jusqu'à 20 tours/mn puis en la réduisant immédiatement jusqu'à son état initial.

Notons que les courbes ascendantes et descendantes ne coïncident pas. Cette variation entre les courbes ascendantes et descendantes correspondait au temps de repos. Les deux crèmes avaient donc un caractère thixotrope.

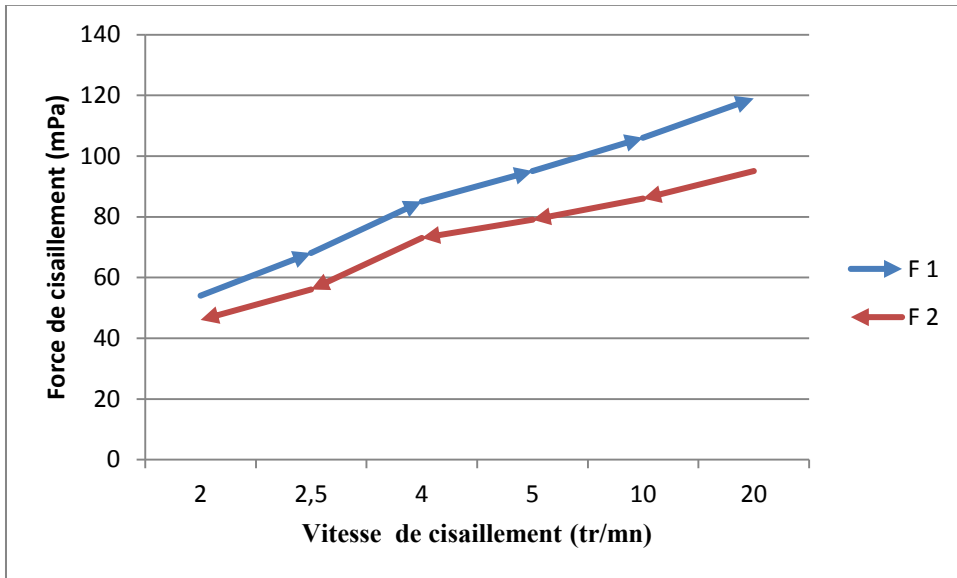


Figure 24 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème *Moringa* à J1

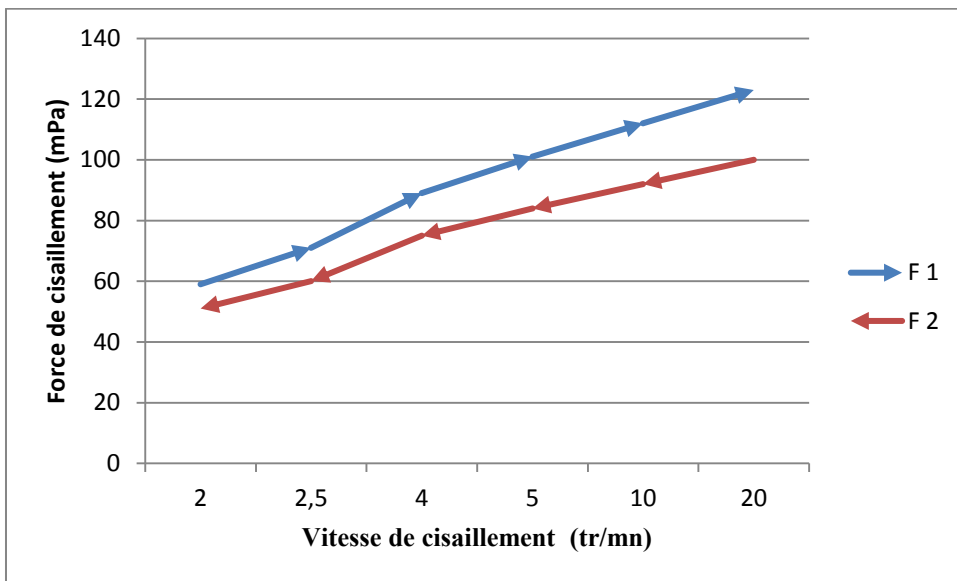


Figure 25 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème « Familia » à J1

III-ETUDE DE STABILITE SUR 28 JOURS (ETUDE DE CONSERVATION)

III.1-Essais organoleptiques

Les résultats obtenus pour la crème conservée à différentes températures sont regroupés dans le tableau XIII.

Tableau XIII : Caractères organoleptiques de la crème *Moringa (M.o)*

C.O T°C	Odeur		Couleur		Toucher	
	J1	J1 à J28	J1	J1 à J28	J1	J1 à J28
27±2°C	Caractéristique huile de <i>M.o</i>	Caractéristique huile de <i>M.o</i>	Blanche	Blanche	Onctueux	Onctueux
6°C	Caractéristique huile de <i>M.o</i>	Caractéristique huile de <i>M.o</i>	Blanche	Blanche	Onctueux	Onctueux
40°C	Caractéristique huile de <i>M.o</i>	Caractéristique huile de <i>M.o</i>	Blanche	Blanche	Onctueux	Onctueux

Pendant les 28 jours de conservation, il n'a pas été constaté de changement d'odeur, de couleur ni de toucher.

III.2-Essais physico-chimiques et galéniques

III.2.1-Détermination du pH

Les résultats obtenus pour la crème conservée à différentes températures (tableau XIV).

Tableau XIV : pH de la crème *Moringa* sous différentes conditions

Température	J1	J28
6°C	5,75±0,2	5,78 ±0,22
27±2°C	5,72±0,17	5,81±0,15
40°C	5,8±0,25	5,6±0,2

Au cours du temps, la variation du pH n'est pas significative.

III.2.2-Contrôle de la crème à différentes températures

- Stabilité au réfrigérateur

La crème était stable à 6°C pendant 28 jours d'observation.

- Stabilité macroscopique à température ambiante

La crème était stable à 27± 2°C pendant 28 jours d'observation. Elle ne présentait aucun changement d'aspect ni de texture durant toute la période d'observation.

- Stabilité à l'étuve

La crème était stable à 40°C pendant 28 jours d'observation

III.3-Analyse microscopique

III.3.1-Crème conservée à 6°C (Figure26)

De T0 à J28, les globules étaient de formes arrondies. Leurs tailles étaient entre 1 et 20µm, avec une prédominance des globules de tailles comprises entre 1 et 5µm (plus de 50%).

Notre crème est une émulsion moyenne.

III.3.2- Crème conservée à $27\pm 2^{\circ}\text{C}$ (Figure 27)

De T0 à J14, les globules étaient de formes arrondies. Les tailles étaient comprises entre 1 et $20\mu\text{m}$, avec une prédominance des globules de tailles comprises entre 1 et $5\mu\text{m}$ (plus de 50%). La crème était donc moyenne.

Après J14, la proportion des globules grande de taille ($>5\mu\text{m}$) augmentait progressivement. Elle était passée de 51,67% (jour 21) à 53,55% (jour 28) donc la crème était grossière.

III.3.3- Crème conservée à 40°C (Figure 28)

De T0 à T 2h, les globules étaient de formes arrondies. Leurs tailles étaient comprises entre 1 et $20\mu\text{m}$, avec une prédominance des globules de tailles comprises entre 1 et $5\mu\text{m}$ (plus de 50%). La crème était donc moyenne.

A partir de J1 (24heures) la proportion des globules de grande taille ($>5\mu\text{m}$) a augmenté progressivement. Elle est passée de 50,33% (jour 1) à 60,67% (jour 28). Notre crème est donc devenue grossière après 2 h de conservation.

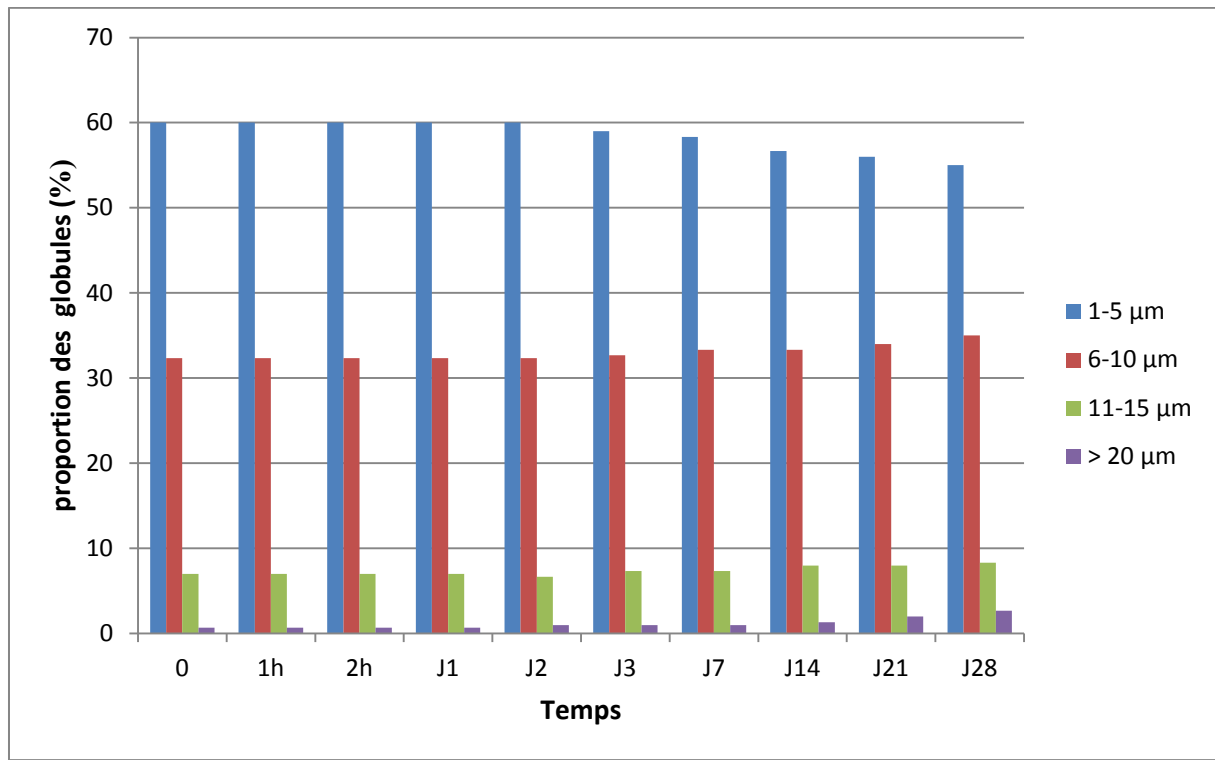


Figure 26 : Evolution de la granulométrie des globules de la crème *Moringa* conservée au réfrigérateur (6°C) pendant 28 jours.

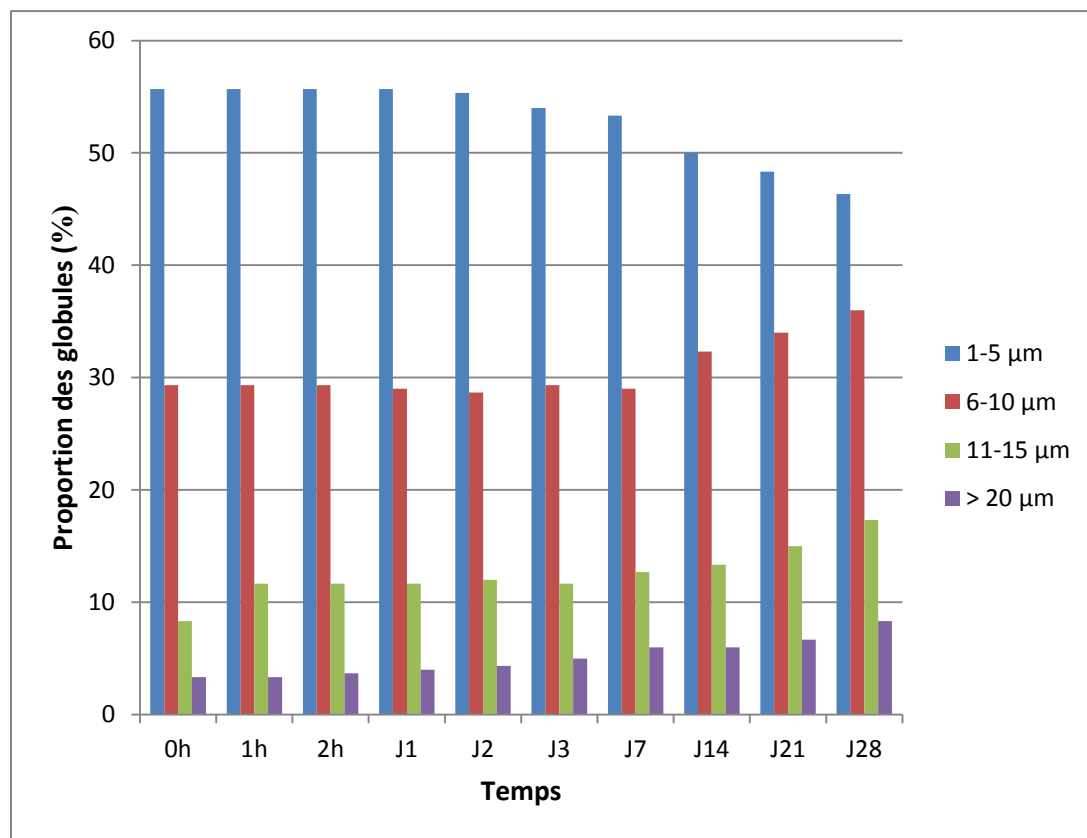


Figure 27 : Evolution de la granulométrie des globules de la crème *Moringa* conservée à la température ambiante ($27 \pm 2^\circ\text{C}$) pendant 28 jours

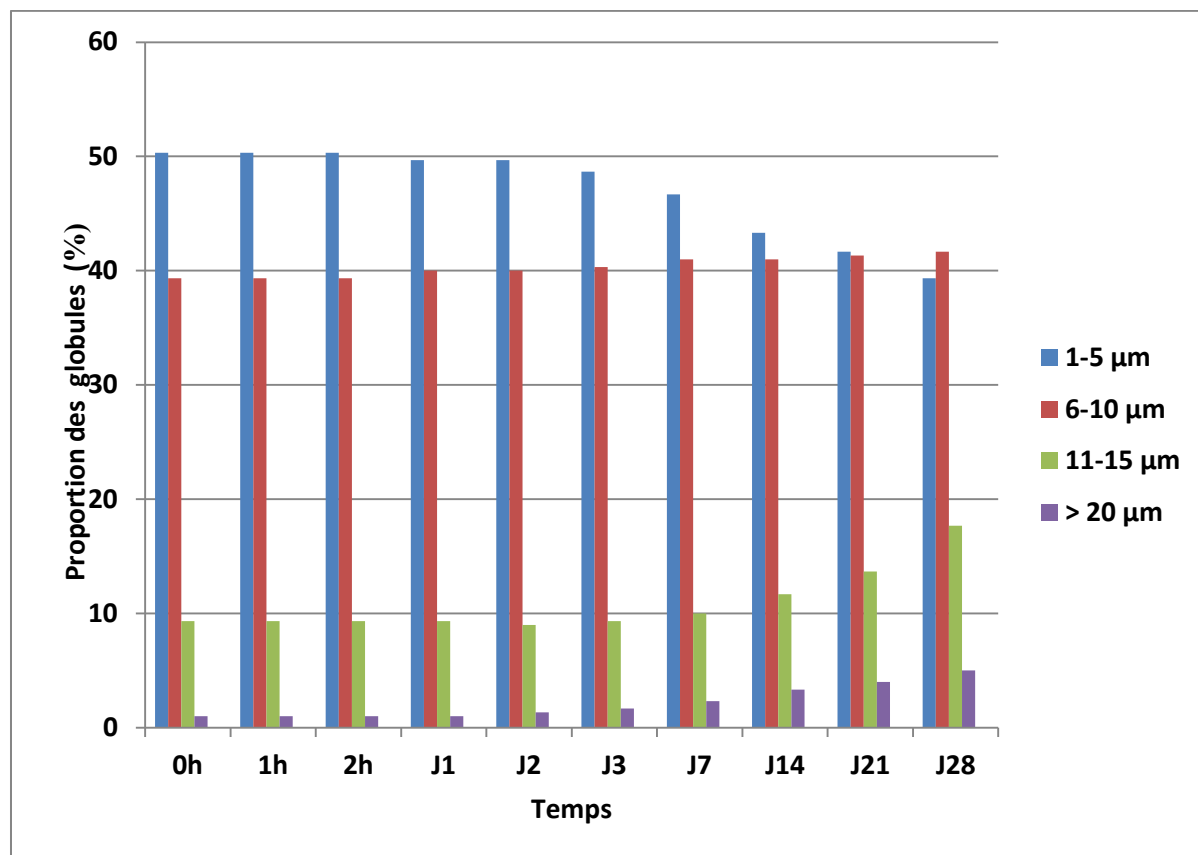


Figure 28: Evolution de la granulométrie des globules de la crème *Moringa* conservée à l'étuve (40°C) pendant 28 jours.

Tableau XV: Résumé de l'analyse microscopique.

Température	Aspect émulsion
6°C	-T ₀ à J ₂₈ : émulsion moyenne
27±2°C	-T ₀ à J ₁₄ : émulsion moyenne -Après J ₁₄ : émulsion grossière ± stable
40°C	-T ₀ à T _{2h} : émulsion moyenne -T _{2h} à J ₂₈ : émulsion grossière ± stable

Conservée à 6°C, la crème à base d'huile de *Moringa* était moyenne pendant 28 jours. Cependant conservée à 27±2°C, elle était moyenne seulement jusqu'au quatorzième jour puis elle est devenue grossière.

Conservée à 40°C, la crème est devenue grossière après 2h.

III.4-Analyse texturale

III.4.1-Analyse sensorielle

Au cours du temps, la brillance a été conservée de même que le fini doux. Par contre le caractère fondant a diminué et la crème à base d'huile de *Moringa* est devenue plus ferme. La conservation de l'intégrité de la forme a été améliorée. Par ailleurs le film résiduel peu perçu au départ était de plus en plus perçu. (Figure29)

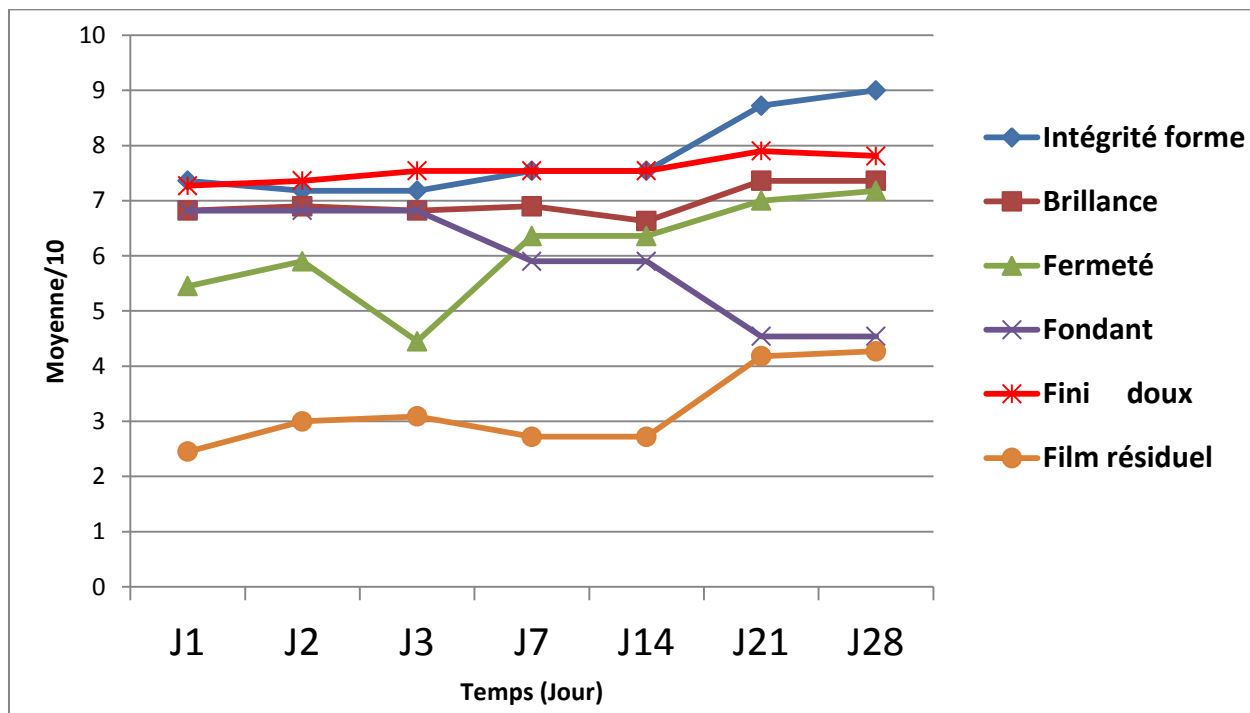


Figure 29: Evolution des différents descripteurs au cours du temps (28 jours).

A J28, les résultats détaillés sur la figure 30 peuvent se résumer de la manière suivante :

- 100% du panel a trouvé que la crème avait une très bonne intégrité de forme.
- 70% ont trouvé la crème très douce et très ferme
- 30% ont trouvé la crème douce et ferme
- 40% ont trouvé la crème fondante et brillante
- 60% ont trouvé la crème peu fondante et très brillante
- 50% ont trouvé un film résiduel faible
- 50% ont trouvé un film résiduel plus important. (Figure 30)

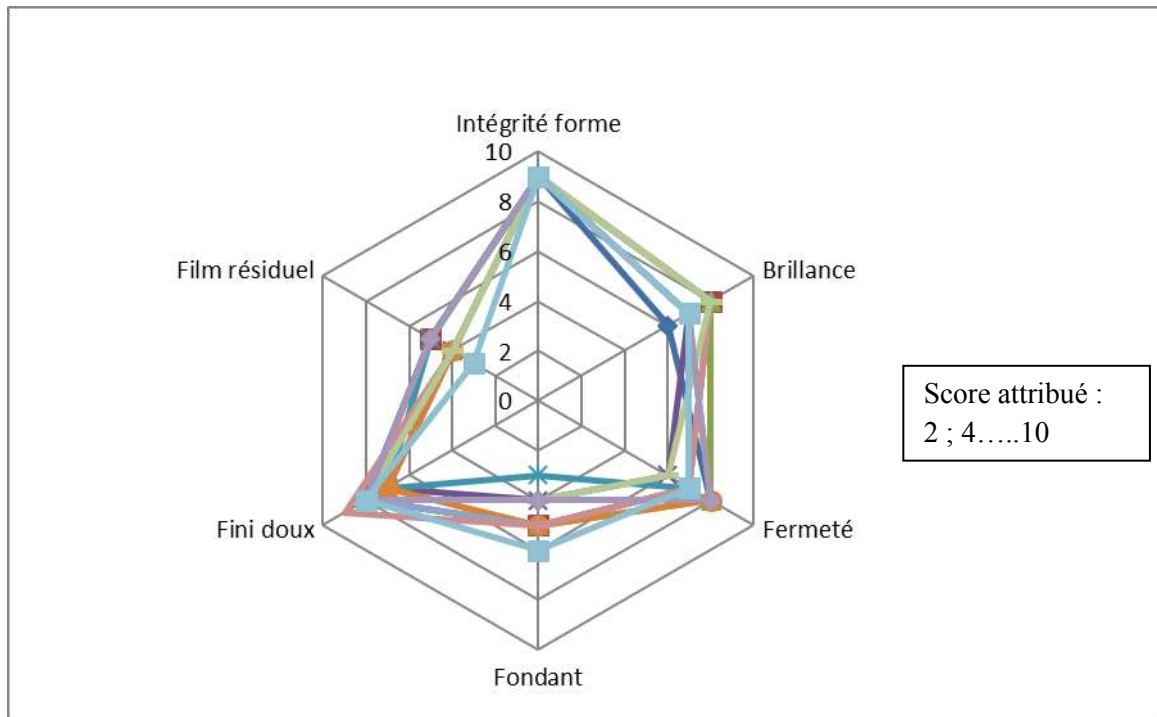


Figure 30 : Cartographie du profil sensoriel de la crème à J28

III.4.2- Test d'adhésion

A J1, notre crème avait une force maximale de $0,137 \pm 0,015$ N et un travail de $0,324 \pm 0,50$ mJ.

A J28, notre crème avait une force maximale de $0,155 \pm 0,024$ N et un travail de $0,375 \pm 0,62$ mJ.

III.5-Etude du comportement rhéologique

III.5.1-Evolution de la viscosité en fonction du temps

Les viscosités mesurées à 25°C, à la vitesse de cisaillement de 10 tours/min (vitesse simulée d'application sur le corps) et en fonction du temps sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 40°C, à 27±2°C et à 6°C ont permis d'obtenir des rhéogrammes présentés aux Figures 31 et 32.

Les viscosités mesurées à 37°C, à la vitesse de cisaillement de 10 tours/min (vitesse simulée d'application sur le corps) et en fonction du temps sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 40°C, à 27±2°C et à 6°C ont permis d'obtenir des rhéogrammes présentés aux Figures 33 et 34.

Aussi bien pour les mesures à 25°C qu'à 37°C, La viscosité des deux crèmes conservées à 6°C et à 27±2°C augmentait au cours du temps tandis que la viscosité des crèmes conservées à 40°C diminuait au cours du temps.

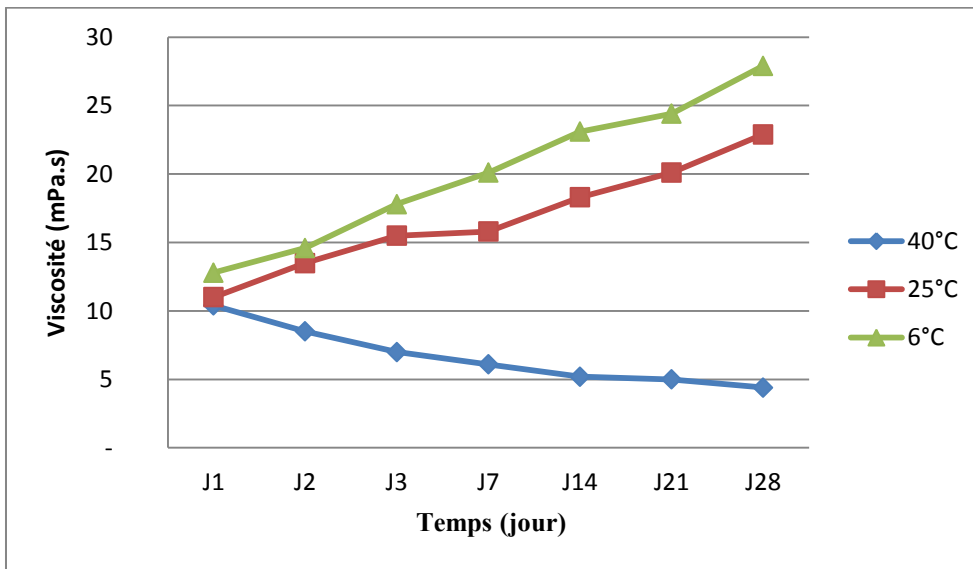


Figure 31 : Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème *Moringa* (conservée à différentes températures) à 25°C

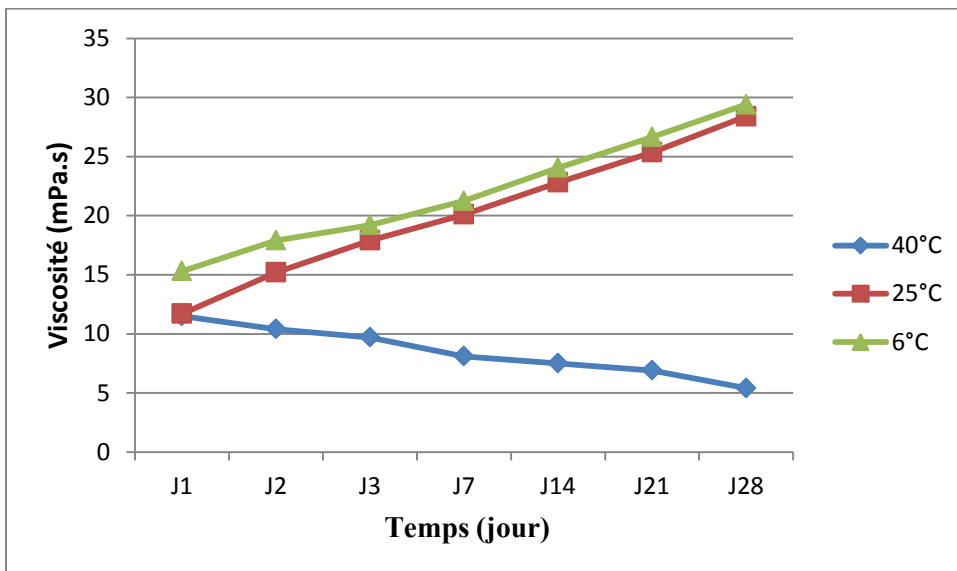


Figure 32 : Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème « Familia » (conservée à différentes températures) à 25°C

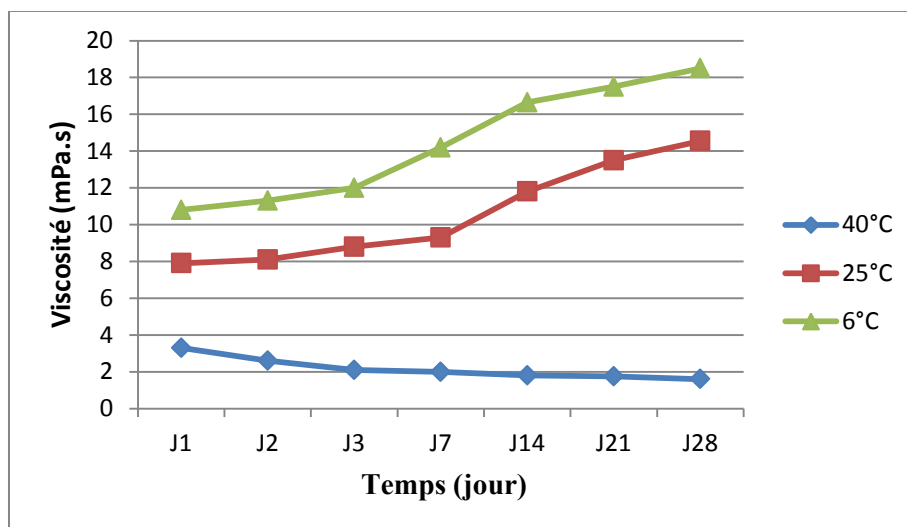


Figure 33: Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème *Moringa* (conservée à différentes températures) à 37°C

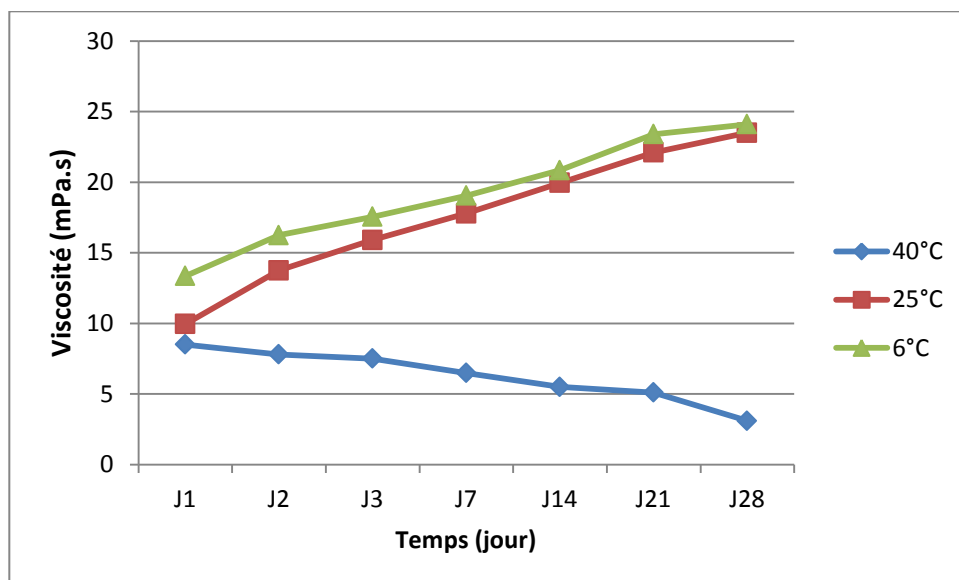


Figure 34: Evolution de la viscosité en fonction du temps (mesurée à 10 trs/min) de la crème « Familia » (conservée à différentes températures) à 37°C

III.5.2- Evolution de la viscosité en fonction de la température (Jour 28)

Les viscosités mesurées à la vitesse de cisaillement de 10 tours/min (vitesse simulée d'application sur le corps) et en fonction de la température sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 40°C, à 27±2°C et à 6°C ont permis d'obtenir les rhéogrammes. (Figures 35 et 36)

A J28, les différents rhéogrammes nous ont montré que la viscosité de la crème *Moringa* à l'instar de la crème « Familia » diminuait avec l'augmentation de la température.

Ces crèmes ont donc présenté un comportement thermofluidifiant conservé dans le temps.

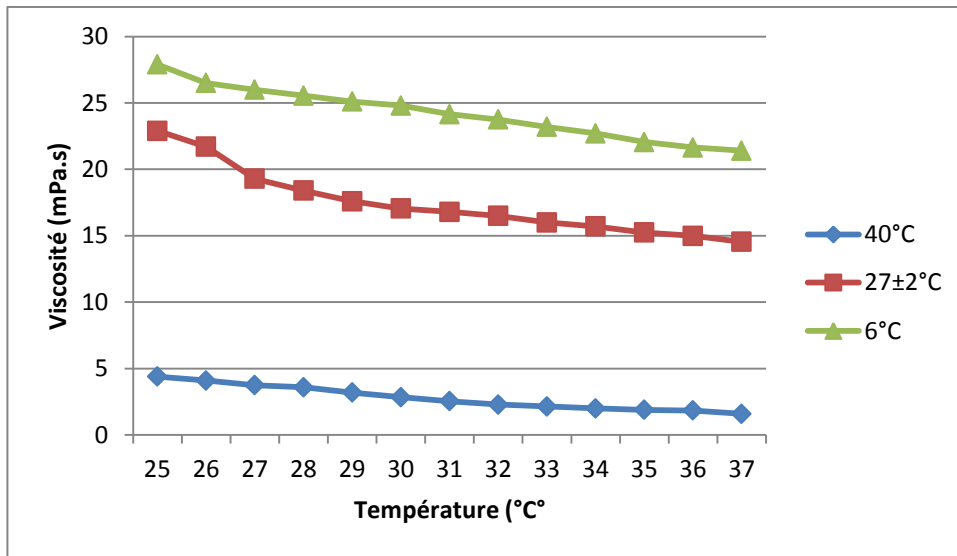


Figure 35 : Evolution de la viscosité en fonction de la température (mesurée à 10 trs/min) de la crème *Moringa* (conservée à différentes températures) à J28

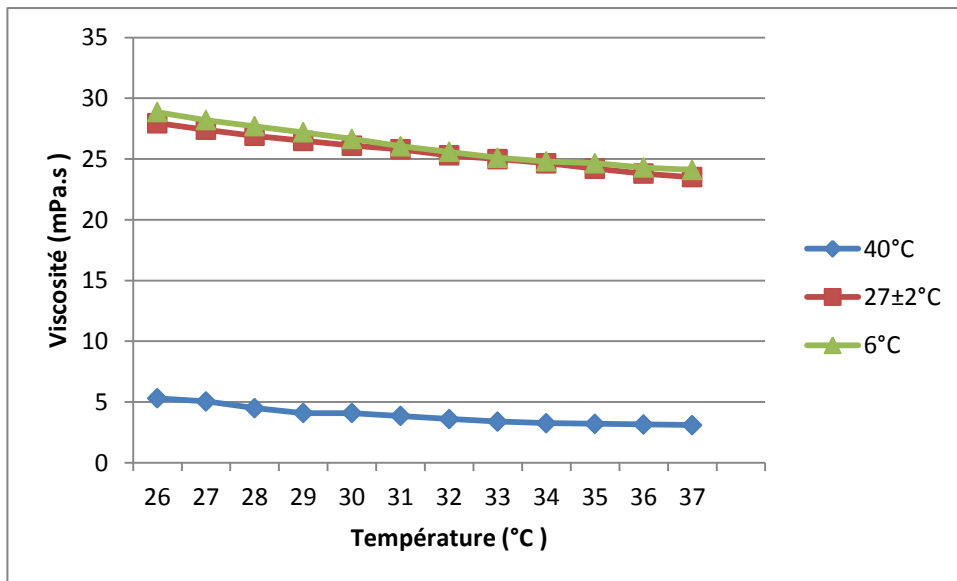


Figure 36 : Evolution de la viscosité en fonction de la température (mesurée à 10 trs/min) de la crème « Familia » (conservée à différentes températures) à J28

III.5.3- Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement (Jour 28)

Les viscosités mesurées à 25°C sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à la température ambiante ont permis d'obtenir les rhéogrammes. (Figures 37 et 38)

A J28, les différents rhéogrammes ont montré que la viscosité de la crème *Moringa* à l'instar de la crème « Familia » diminuait avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ces crèmes ont donc présenté un caractère rhéofluidifiant qui a été maintenu dans le temps.

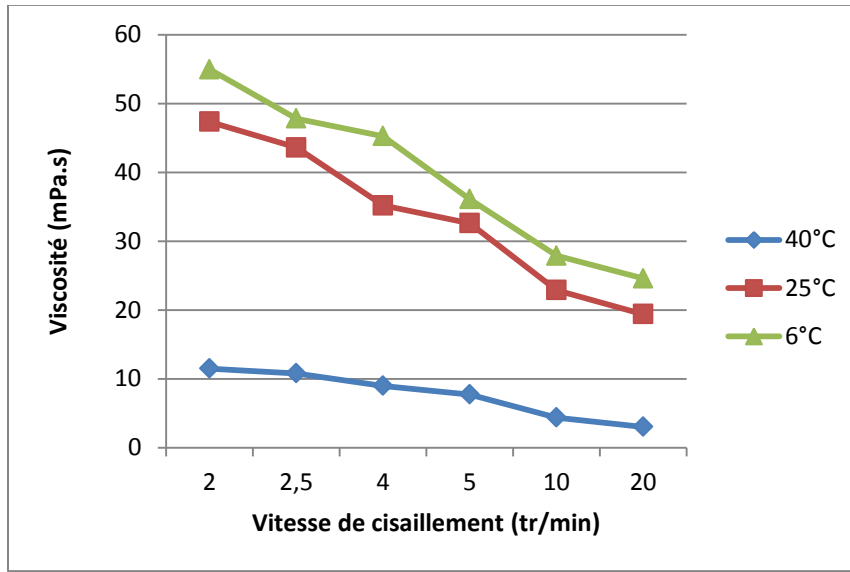


Figure 37 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème *Moringa* (conservée à différentes températures) à J28.

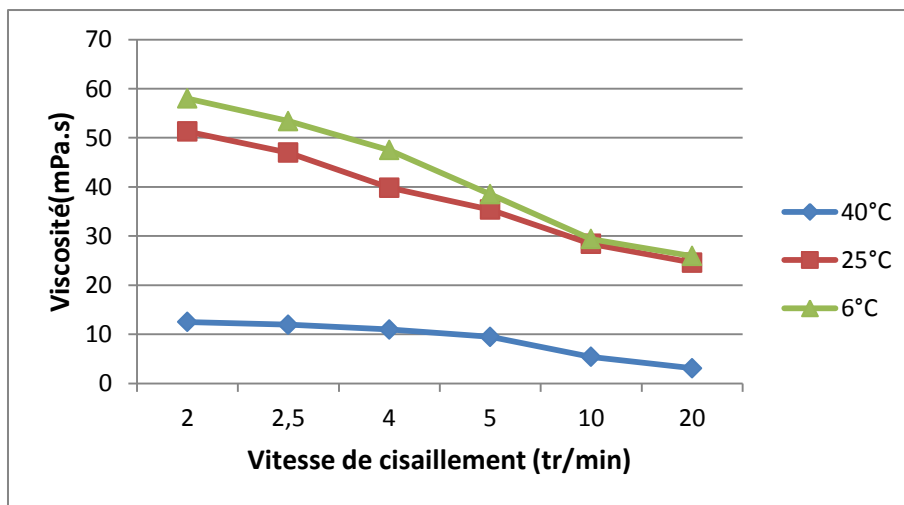


Figure 38 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème « Familia » (conservée à différentes températures) à J28.

III.5.4- Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement (jour 28)

Les forces de cisaillement mesurées à 25°C sur la crème *Moringa* et la crème « Familia » conservées à 6°C, 27±2°C et 40°C ont permis d'obtenir les rhéogrammes présentés aux figures 39 et 40.

Les différents rhéogrammes ont montré que la force de cisaillement de la crème à base d'huile de *Moringa* à l'instar de la crème « Familia » croissait avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ces crèmes ont donc présenté un caractère rhéofluidifiant qui a été maintenu dans le temps.

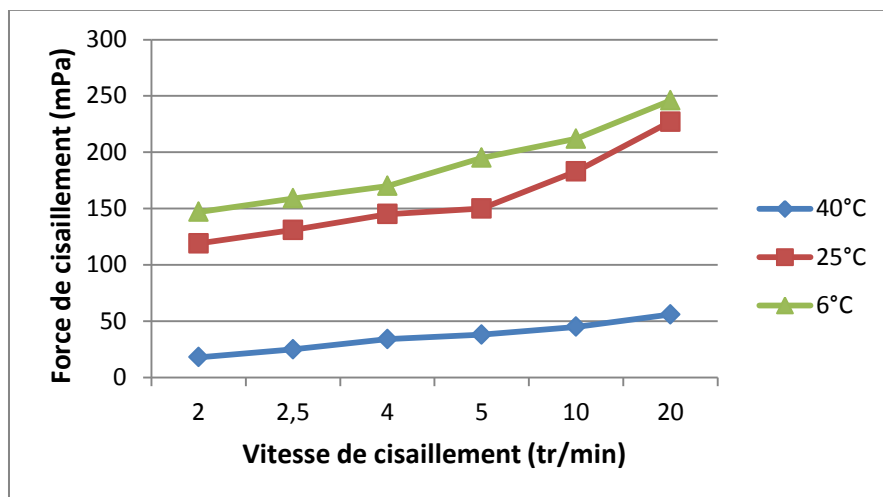


Figure 39 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème *Moringa* (conservée à différentes températures) à J28.

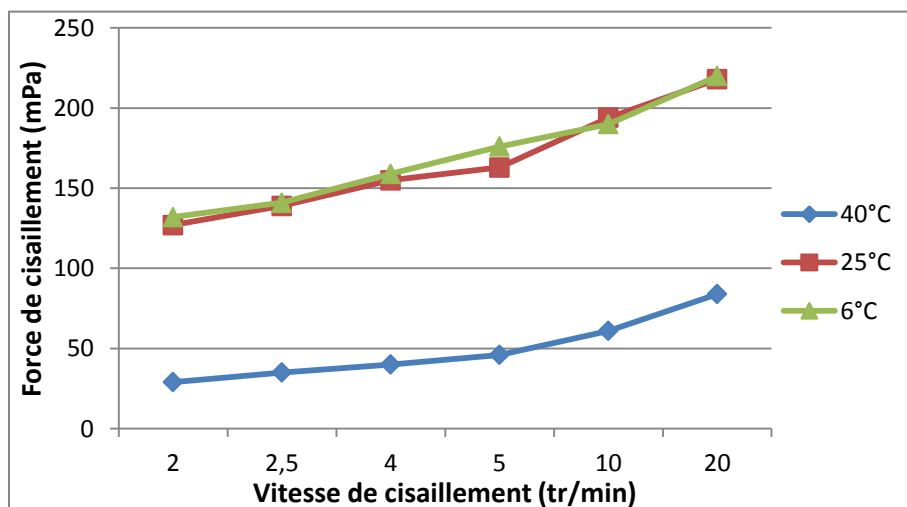


Figure 40 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème « Familia » (conservée à différentes températures) à J28.

III.5.5- Etude du comportement thixotrope

La mesure de la force de cisaillement de la crème *Moringa* et de la crème « Familia » en fonction de la vitesse de cisaillement a permis d'obtenir les rhéogrammes. (Figures 41 et 42)

Le tracé de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement a été réalisé en augmentant la vitesse de cisaillement jusqu'à 20 tours/mn puis en la réduisant immédiatement jusqu'à son état initial.

Notons que les courbes ascendantes et descendantes ne coïncident pas. Cette variation entre les courbes ascendantes et descendantes correspondait au temps de repos. Les deux crèmes avaient donc un caractère thixotrope conservé au fil du temps (28 jours).

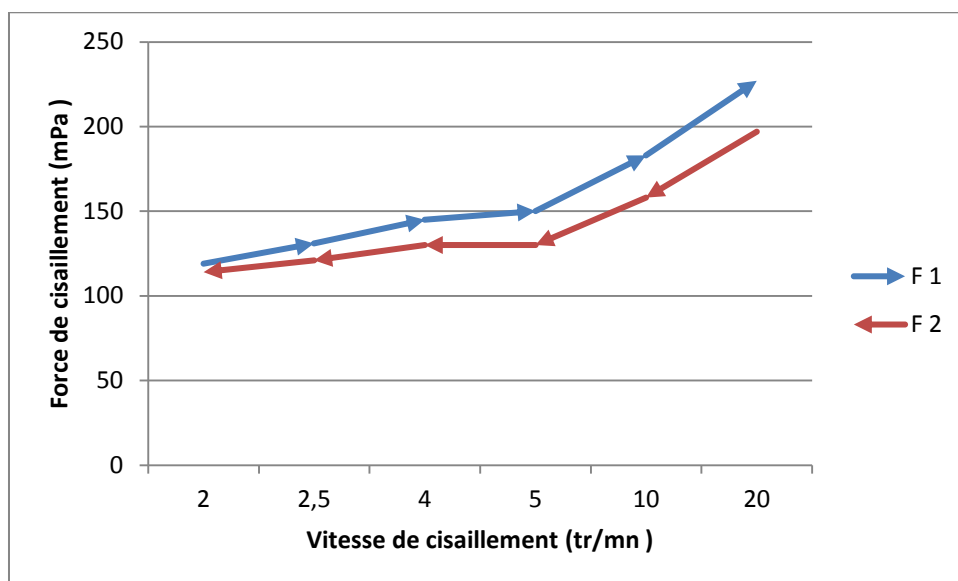


Figure 41 : Evolution de la force de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement de la crème *Moringa* à J28

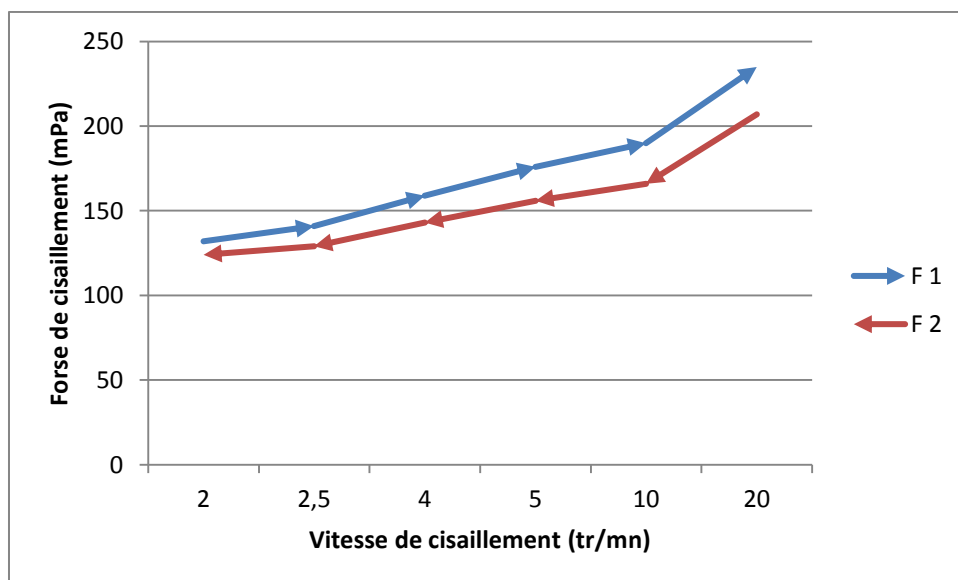


Figure 42 : Evolution de la force de cisaillement fonction de la vitesse de cisaillement de la crème « Familia » à J28.

Résumé de l'étude du comportement rhéologique (Tableau XVI)

Tableau XVI : Résumé de l'étude du comportement rhéologique

Paramètres	J1	J28	J1 à J28
Evolution de la viscosité (V) en fonction du temps	- A 6°C, V =12,8 mPa.s - A 27±2°C, V =11 mPa.s - A 40°C, V =10,4 mPa.s	- A 6°C, V =27,9 mPa.s - A 27±2°C, V =22,9 mPa.s - A 40°C, V =4,4 mPa.s	-Augmentation de la viscosité de la crème conservée à 6°C et 27±2°C. -Diminution de la viscosité crème conservée à 40°C
Evolution de la viscosité (V) en fonction de la température	A 6°C { 25°C, V =12,8 mPa.s 37°C, V=10,8 mPa.s A 27±2°C { 25°C, V=11 mPa.s 37°C, V=5 mPa.s A 40°C { 25°C, V=10,4 mPa.s 37°C, V=3,3 mPa.s Comportement thermofluidifiant observé	A 6°C { 25°C, V=27,9 mPa.s 37°C, V=21,4 mPa.s A 27±2°C { 25°C, V=22,9 mPa.s 37°C, V= 14,55 A 40°C { 25°C, V=4,4 mPa.s 37°C, V=1,6 mPa.s Comportement thermofluidifiant observé	Comportement thermofluidifiant conservé
Evolution de la viscosité (V) en fonction de la vitesse de cisaillement	A 6°C { 2 tr/mn, V=26,5 mPa.s 10 tr/mn, V=12,8 mPa.s A 27±2°C { 2 tr/mn, V=24,1 mPa.s 10 tr/mn, V=11 mPa.s A 40°C { 2 tr/mn, V=23,5 mPa.s 10 tr/mn, V=10,4 mPa.s Comportement rhéofluidifiant observé	A 6°C { 2 tr/mn, V=54,94 mPa.s 10 tr/mn, V=27,9 mPa.s A 27±2°C { 2 tr/mn, V=47,35 mPa.s 10 tr/mn, V=22,9 mPa.s A 40°C { 2 tr/mn, V=11,5 mPa.s 10 tr/mn, V=4,4 mPa.s Comportement rhéofluidifiant observé	Comportement rhéofluidifiant conservé

<p>Evolution de la force de cisaillement en fonction (F) de la vitesse de cisaillement</p>	<p>A 6°C { 2 tr/mn, F=65 mPa.s 10 tr/mn, F=113 mPa.s</p> <p>A 27±2°C { 2 tr/mn, F=54 mPa 10 tr/mn, F=106 mPa</p> <p>A 40°C { 2 tr/mn, F=48 mPa 10 tr/mn, F=80 mPa</p> <p>Comportement rhéofluidifiant observé</p>	<p>A 6°C { 2 tr/mn, F=147 mPa 10 tr/mn, F=212 mPa</p> <p>A 27±2°C { 2 tr/mn, F=119 mPa 10 tr/mn, F=183 mPa</p> <p>A 40°C { 2 tr/mn, F=18 mPa 10 tr/mn, F=45 mPa</p> <p>Comportement rhéofluidifiant observé</p>	<p>Comportement rhéofluidifiant conservé</p>
<p>Etude de la thixotropie</p>	<p>-A charge, 10 trs/mn, F = 106 mPa -A décharge, 10trs/mn, F= 86 mPa</p> <p>Comportement thixotrope observé</p>	<p>-A charge, 10 trs/mn, F = 183 mPa -A décharge, 10trs/mn, F= 158 mPa</p> <p>Comportement thixotrope observé</p>	<p>Comportement thixotrope conservé</p>

IV-ESSAIS TOXICOLOGIQUES

IV.1-Test pour la détermination de l'indice d'irritation oculaire chez le lapin

Tableau XVII: Tableau récapitulatif des observations faites 1h ,24h et 48h après application de la crème *Moringa* chez des lapins albinos (n=3)

Période		1H	24H	48H
Atteinte				
Conjonctive	Chemosis A	Pas de gonflement	Pas de gonflement	Pas de gonflement
	Larmoiement B	Absence de larmoiement	Absence de larmoiement	Absence de larmoiement
	Enanthème C	Vaisseaux normaux	Vaisseaux normaux	Vaisseaux normaux
Iris	Réflexe photomoteur direct de la pupille	L'iris ne réagit pas à la lumière	L'iris ne réagit pas à la lumière	L'iris ne réagit pas à la lumière
	Degré de congestion	L'iris ne présente aucune anomalie	L'iris ne présente aucune anomalie	L'iris ne présente aucune anomalie
Cornée	Degré d'opacité	Aucune opacité	Aucune opacité	Aucune opacité
	Ulcération	Pas d'ulcération	Pas d'ulcération	Pas d'ulcération
	Granulation	Pas de granulation	Pas de granulation	Pas de granulation

Nous ne notions aucune observation particulière chez le lapin n°1, lapin n°2 et lapin n°3. Ils étaient tous normaux.

Nous pouvons conclure que notre produit était non irritant pour les yeux.

V.2-Détermination de l'indice d'irritation primaire cutanée

Tableau XVIII: Tableau récapitulatif des observations faites 24h ,48h et 72h après application de la crème chez des lapins albinos (n=6)

période	24H	48H	72H
Evaluation de l'atteinte			
Lésion érythémateuses et escarotiques	-Pas d'érythème -Cicatrisation de la partie scarifiée	-Pas d'érythème -Cicatrisation de la partie scarifiée	-Pas d'érythème -Cicatrisation la partie scarifiée
Lésions œdémateuses	Pas d'œdèmes	Pas d'œdèmes	Pas d'œdèmes

Aucun symptôme d'irritation n'a été observé chez les 6 lapins

Nous pouvons conclure que notre produit était non irritant pour la peau

V.3-Test de tolérance cutanée aux applications itératives chez le lapin pendant quatre semaines

Tableau XIX: Tableau récapitulatif des observations faites aux applications de la crème chez des lapins albinos (n=6)

Période Atteinte	Semaine 1	Semaine 2	Semaine 3	Semaine 4
Evaluation de l'érythème	Pas d'érythème	Pas d'érythème	Pas d'érythème	Pas d'érythème
Evaluation de l'œdème	Pas d'œdème	Pas d'œdème	Pas d'œdème	Pas d'œdème
Evaluation de la sécheresse de la peau	Pas de sécheresse	Pas de sécheresse Repousse abondante des poils	Pas de sécheresse Repousse abondante des poils	Pas de sécheresse Repousse abondant des poils
Lésions érythémateuses et escarotiques	Pas d'érythème	Pas d'érythème	Pas d'érythème	Pas d'érythème
Lésions œdémateuses	Pas d'œdème	Pas d'œdème	Pas d'œdème	Pas d'œdème

Les différents résultats obtenus ont permis de caractériser l'innocuité de notre crème vis-à-vis de la peau.

Ces résultats précliniques ont été confirmés par ceux obtenus sur les coupes histologiques analysées au Service Anatomopathologique du CHU de Cocody.(Figures 43 et 44)

Interprétation des coupes histologiques.

Les fragments de la peau traitée montrent des follicules pilosébacés dissociés par un tissu conjonctif sans infiltrat inflammatoire ou tumoral. L'épithélium malpighien est sans anomalies architecturales et donc conforme aux fragments de la peau témoin examinée.

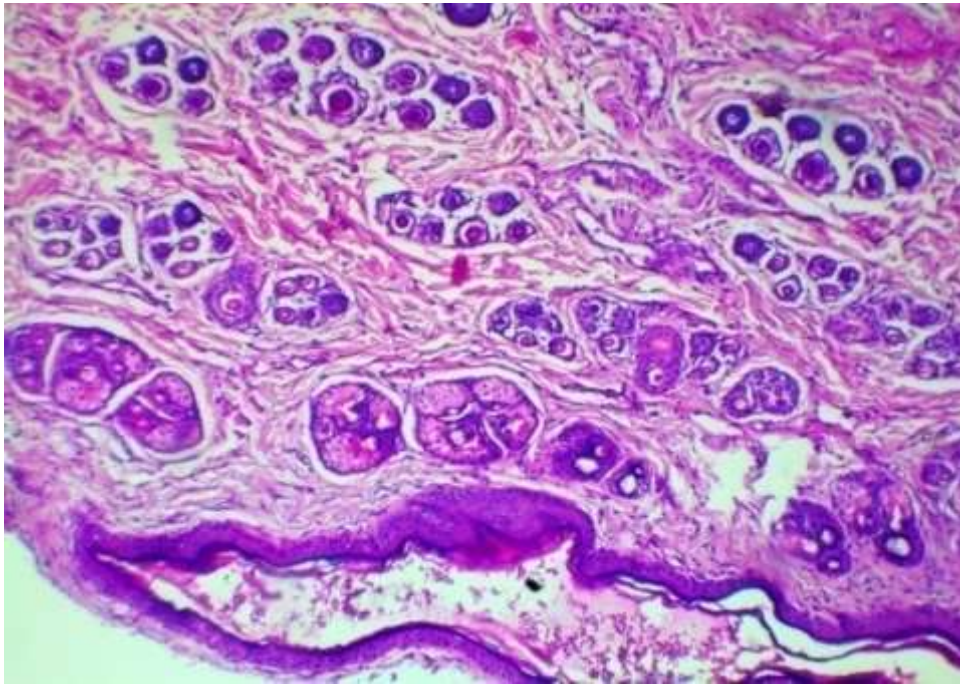


Figure 43 : Image histologique HE x 250 tissu cutané témoin

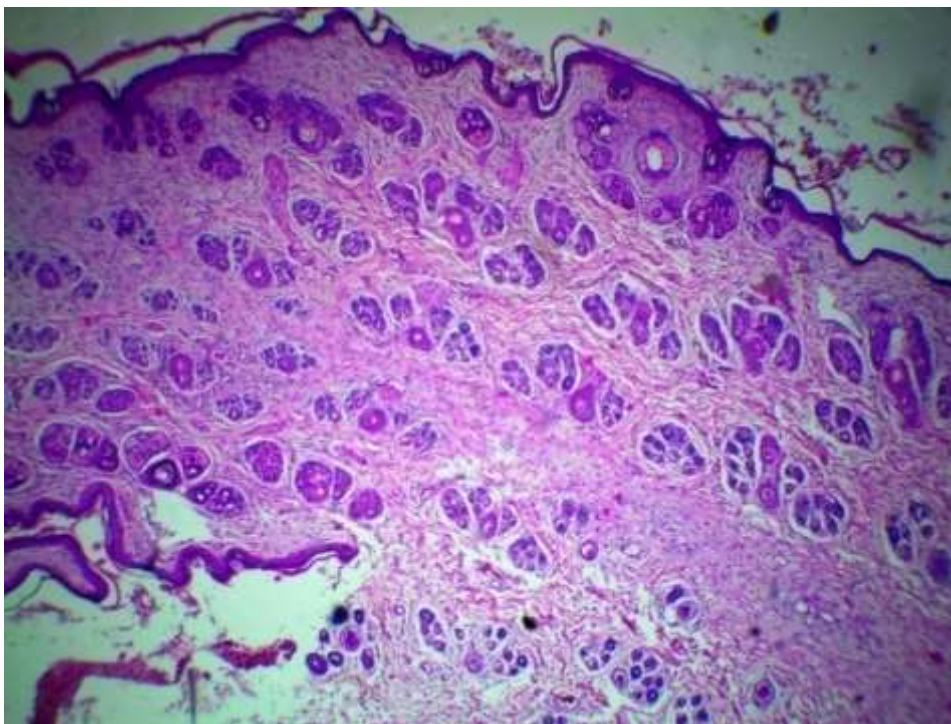


Figure 44 : Image histologique HE x 100 d'un tissu cutané traité

DISCUSSION

L'objectif de ce travail a consisté en la caractérisation et à l'évaluation de la tolérance d'une crème à base d'huile de *Moringa*. A cet effet, nous avons d'abord évalué les paramètres organoleptiques, physico-chimiques et galéniques puis analysé sa texture. Nous avons ensuite étudié sa stabilité sur une période de 28 jours de même que sa tolérance.

I-ESSAIS ORGANOLEPTIQUES ET DE L' HOMOGENEITE

A J1, la crème était homogène, de couleur blanche, onctueuse au toucher avec une odeur agréable (caractéristique de l'huile de *Moringa*). Elle présentait les mêmes caractéristiques que la crème obtenue par **Aka et al, 2013**.

Au cours du temps (28 jours), les caractères organoleptiques de notre crème sont restés constants. Notre crème a donc présenté une stabilité macroscopique quelque soit la température de conservation (6°C, 27±2°C et 40°C)

II-CONTROLES PHYSICO-CHIMIQUE ET GALENIQUE

II.1-Détermination du pH

Le pH de notre crème était respectivement de 5,8±0,25 à 40°C ; 5,72±0,17 à 27±2°C et 5,75±0,2 à 6°C au jour 1 .Ce pH correspond au pH des formules cosmétiques qui est généralement compris entre 5 et 7. Ces préparations sont donc adaptées pour une application cutanée puisque compatibles avec le pH de la peau compris entre 5-7 [34].

Au jour 28, le pH de notre crème était respectivement de 5,81±0,15 après conservation à 27±2°C, de 5,78±0,22 après conservation à 6°C et de 5,6±0,2 après conservation à 40°C. Les conditions de conservation n'ont donc pas influencé la stabilité du pH de notre formulation qui est demeuré compatible avec celui de la peau [34]. D'un autre côté une stabilité du pH au cours du temps est un bon signe de non prolifération microbienne. En effet selon la littérature,

Rosso et al, 1995 ont montré que la stabilité du pH au cours du temps est un marqueur qui pourrait être un indicateur de la contamination microbienne. [37]

II.2-Détermination du type de crème

Notre crème était de type huile dans eau. Ce type d'émulsion présente l'avantage d'être facilement lavable à l'eau et moins occlusif. Le résultat est semblable à celui obtenu par **Aka et al, 2013**.

Comme l'indique la littérature ce type de crème à prédominance hydrophile (H/E) applicable au vieillissement cutané présente des avantages dont particulièrement celui de renforcer l'hydratation de la peau en favorisant la pénétration du principe actif. [33]

II.3-Essais à différentes températures et à la centrifugation

Les essais de stabilité réalisés au jour 1 sur la crème ont révélé une crème stable aussi bien à température ambiante, au froid, qu'à la chaleur. Cette stabilité a été également observée après cinq cycles de gel-dégel. De même, la crème était stable à la centrifugation à 1000, 2000, 5000 trs/ mn pendant 5 mn et à 2000 trs/ mn pendant 10 mn. Nous avons observé un début de crémage à 5000 trs/mn pendant 5 mn. Les résultats obtenus sont similaires à ceux de **Aka et al, 2013**.

Au cours du temps (28 jours) la crème conservée à différentes températures demeurait stable.

Notons que selon la littérature, il peut être établi une correspondance entre la température et la durée d'exposition du produit. En effet, **Anchisi et al, 2001** affirment que pour une émulsion H/E stable entre 25°C et 42°C, la durée d'exposition du produit est de 6 mois.

III-ANALYSE MICROSCOPIQUE

Au jour 1, la crème conservée à $27\pm 2^{\circ}\text{C}$, à 6°C et 40°C présentait une dominance des globules de taille comprises entre 1 et 5 μm (plus de 50% des globules) semblables aux résultats obtenus par **Aka et al, 2013**.

La taille des globules de la crème à base d'huile de Moringa a augmenté quelque soit la température de conservation (6°C , $27\pm 2^{\circ}\text{C}$ et 40°C) au cours du temps (J1 à J28). En effet, pour la crème à 40°C , la proportion de globules de diamètre allant de 1 à 5 μm est passée de 60% à J1 à 55% à J28 tandis que celle des globules de diamètre supérieure à 5 μm est passée de 40% à J1 à 45% à J28. De même, pour la crème conservée à $27\pm 2^{\circ}\text{C}$, la proportion des globules allant de 1 à 5 μm est passée de 55,67% à J1 à 46,33 % à J28 tandis que celle des globules supérieurs à 5 μm est passée de 44,33% à J1 à 53,67% à J28. Par ailleurs, pour la crème conservée à 40°C , la proportion des globules allant de 1 à 5 μm est passée de 50,33% à J1 à 39,33 % à J28 tandis que celle des globules supérieurs à 5 μm est passée de 49,67% à J1 à 60,67% à J28

Au cours du temps, nous avons constaté une influence de la température de conservation sur la taille des globules. Cette observation a été plus marquée sur la crème à 40°C . Ce début de coalescence des globules de petites tailles entraînant leur grossissement peut conduire à une floculation au fil du temps. A la longue, il pourrait se produire un problème d'instabilité avec séparation de phases.

IV-ANALYSE TEXTURALE

IV.1-Evaluation du profil sensoriel

Au jour 1, notre crème était douce, brillante, moyennement ferme et conservait l'intégrité de sa forme. Cependant, elle était fondante avec un film résiduel pratiquement inexistant.

Au cours du temps (28 jours), la crème est devenue plus douce, plus brillante. De plus, elle est devenue plus ferme avec une intégrité de forme meilleure.

Par ailleurs, la crème est devenue peu fondante et un film résiduel a été perçu. Cette évolution du profil sensoriel qualifiée de murissement pourrait être due à une modification structurale des globules et des couches de tensioactifs à l'interface des liquides non miscibles.

IV.2- Test d'adhésion et test de dureté

IV.2.1-Test d'adhésion

Notre crème avait une force maximale de détachement et un travail d'adhésion faibles.

Au cours du temps (28 jours), la force maximale de détachement et le travail d'adhésion de notre crème ont augmenté. Ces résultats se rapprochent de ceux obtenus par l'évaluation sensorielle ; en l'occurrence, l'augmentation de certains descripteurs tels que la fermeté.

IV.2.2-Test de dureté

Notre crème avait une dureté supérieure à celle de l'eau, mais était facile d'application.

V-ETUDE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

Cette étude rhéologique a été faite comparativement à une crème du commerce, la crème « Familia ». Cette crème semble présenter une texture similaire à celle de notre crème.

La viscosité d'un produit au comportement non newtonien dépend de la vitesse de cisaillement utilisée pour la mesure, de la température mais aussi du temps.

La viscosité de la crème Moringa et la crème « Familia » conservées à différentes températures diminuait avec l'augmentation de la température : notre préparation a un comportement thermofluidifiant..

La viscosité des deux crèmes diminuait quand la vitesse de cisaillement augmentait tandis que la force de cisaillement de celles-ci augmentait avec la vitesse de cisaillement. Dans les deux cas de figures, les deux crèmes présentaient un comportement rhéofluidifiant. Ce comportement démontre aussi le bon étalement de la crème.

Les deux crèmes étudiées ont présenté des contraintes en décharge plus faibles que celles en charge pour une même vitesse de cisaillement. Lorsque ce phénomène est observé, le comportement est dit thixotrope.

Nous avons constaté au cours du temps que la viscosité des deux crèmes conservées à $27 \pm 2^\circ\text{C}$ et 6°C augmentait tandis que la viscosité de celles-ci conservées à 40°C diminuait.

Il en ressort une influence de la température de conservation sur la viscosité pour les deux types de crème.

Pour une viscosité stable il serait préférable de conserver notre crème soit à 6°C ou à $27 \pm 2^\circ\text{C}$. Dans le cas d'une conservation à 40°C , il faudrait envisager l'apport de composés épaississants pouvant conserver la viscosité du produit à des températures élevées.

Au cours du temps, les deux crèmes conservaient leurs comportements thermofluidifiant, rhéofluidifiant et thixotrope.

V- ESSAIS TOXICOLOGIQUES

La tolérance étant la faculté d'un organisme vivant à supporter sans dommage apparent les effets chimiques ou physiques auxquels il est exposé. Les tests de tolérance *in vivo* sont effectués chez le lapin de type Néozélandais. Nous pouvons au terme du test réalisé déduire que notre crème était bien tolérée par les lapins. Ces résultats ont été consolidés par l'étude histologique qui n'a démontré aucune modification du tissu malpighien ni la présence d'infiltrat de type inflammatoire et tumoral. En effet, la littérature n'a relevé aucune toxicité de l'huile de *Moringa* et les ingrédients utilisés étaient tous de type pharmaceutique.



CONCLUSION

Dans cette étude, notre objectif était de caractériser et d'évaluer la tolérance de notre crème à base d'huile de *Moringa*.

A J1, Les contrôles effectués ont montré une crème de couleur blanche avec une odeur agréable caractéristique d'huile de *Moringa*. Notre crème était douce, brillante, moyennement ferme et conservait l'intégrité de sa forme. Cependant, elle était fondante avec un film résiduel pratiquement inexistant. Notre crème était de type H/E. Son pH ($5,72 \pm 0,17$ à $27 \pm 2^\circ\text{C}$) était compatible avec celui de la peau et est resté stable au cours du temps. Elle était stable à différentes températures ($27 \pm 2^\circ\text{C}$, 6°C , 40°C) et à la centrifugation à 1000, 3000, 5000 trs/mn pendant 5 minutes. Notre préparation était thermofluidifiante, rhéofluidifiante et thixotrope. Cette crème présentera donc une très bonne application cutanée.

Durant 28 jours, les évaluations comprenant les contrôles organoleptiques, les contrôles physico chimiques et galéniques, l'analyse texturale et l'étude du comportement rhéologique ont montré qu'elle demeurerait stable quelque soit la température de conservation. Par conséquent, elle devrait présenter une durée de stabilité acceptable. Toutefois pour une meilleure stabilité à des températures élevées (40°C), il serait intéressant d'utiliser des agents épaississants capables de supporter des températures élevées.

Enfin notre crème a présenté une bonne tolérance cutanée.



PERSPECTIVES

A l'issue de ce travail se dégagent les perspectives suivantes :

- ✓ Réalisation d'un contrôle microbiologique
- ✓ Evaluation de l'efficacité de la crème par les méthodes de l'effet perçu et de l'effet ressenti
- ✓ Etude in vitro pour démontrer la revendication anti-âge.
- ✓ Détermination de la sécurité d'emploi en évaluant le passage transcutané.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

1. AKA BAVIEBA MONIQUE.

Mise au point d'une crème à base d'huile de *Moringa oleifera* lam.
(moringacees) utilisée pour atténuer les effets du vieillissement cutané, 146p.
Thèse : Pharmacie : Abidjan : 2014, n°1646

2. ANTI-AGE: MYTHE ET REALITE

(Consulté le 04/10/2015)

<http://www.laveritesurlescosmetiques.com/themen_018_fr.php>

3. ANWAR F., LATIF S., ASHRAF M. et al.

Moringa oleifera: A food plant with multiple medicinal uses.
Phytotherapy Research. 2007; 21: 17-25.

4. ANWAR F., UMER R.

Physico-chemical characteristics of *Moringa oleifera* seeds and seeds oil from a wild provenance of Pakistan. Pak. J. Bot. 2007; 39 (5): 1443-1453.

5. AREHN. Rouen

Dossier : La face cachée des cosmétiques

(Consulté le 26 juin 2015)

<www.arehn.asso.fr/dossiers/cosmetiques/cosmetiques.html>.

6. ASTM STANDARD E

Standard Practice for Descriptive Skinfeel Analysis of Creams and Lotions.
International, ed. West Conshohocken, PA, 1490, 1992, 1997

7. BARNES, H.A, HUTTON, J.F and WALKERS, K.

Introduction to rheology. 1989. Amsterdam : Elsevier

8. BENNETT RN., MELLON FA., FOIDL N.et al.

Profiling glucosinolates and phenolics in vegetative and reproductive tissues of the multi-purpose trees *Moringa oleifera* L. and *Moringa stenopetala* L.
J. Agric. Food Chem. 2003; 51: 3546-3553.

9. BHATTACHARYA SB, DAS AK, BANERJI N.

Chemical investigations on the gum exudates from Sonja (*Moringa oleifera*). Carbohydr.Res. 1982; 102 : 253-262

10. BUSANI M., PATRICK J., ARNOLD H. et al.

Nutritional characterization of *Moringa oleifera* Lam. leaves
African Journal of Biotechnology. 2011; 10 (60): 12925-12933.

11. CHOI CM., BERSON DS.

Cosmeceuticals. Semin. Cutan. Med. Surg. 2006; 25 (3) : 163-168.

12. CIVILE, G.V. and DUS. C.A.

Evaluating tactile properties of skincare products : A descriptive analysis
technique.

Cosmet. Toiletries 1991 ; 106,83-88

13. DOUMEIX O.

Opérations unitaires en génie biologique : les émulsions. Collection BIO-TECH.
(Consulté le 16/04/2015)

<http://www2.cndp.fr/29410/files/156606-23234-29410.pdf>.

14. FAIZI S., SIDDIQUI BS., SALEEM R. et al.

Hypotensive constituents from the pods of *Moringa oleifera*.

Planta Med. 1998; 64: 225-228.

15. FAIZI S., SIDDIQUI BS., SALEEM R. et al.

Isolation and structure elucidation of new nitrile and mustard oil glycosides
from *Moringa oleifera* and their effect on blood pressure.

J. Nat. Prod. 1994 ;57 : 1256-1261.

16. FISHER G.J., KANG S., VARANI J. et al.

Mechanisms of photo aging and chronological skin aging.

Arch. Dermatol. 2002; 138: 1462-1470.

17. FOIDL N., MAKKAR H.P.S., BECKER K.

Potentiel de *Moringa oleifera* en agriculture et dans l'industrie.

In : Colloque potentiel de développement des produits du moringa. Dar-es-Salam Tanzanie 29 Oct- 2 Nov 2001. 20 p.

18. GARCÍA-FAYOS B., ARNAL J.M., VERDÚ G. et al.

Study of *Moringa oleifera* oil extraction and its influence in primary coagulant activity for drinking water treatment. International conference on food innovation. Valencia Spain. 22- 29 Oct 2010. 5 p.

19. GARIMA M., PRADEEP S., RAMESH V. et al.

Traditional uses, phytochemistry and pharmacological properties of *Moringa oleifera* plant: An overview.
Der Pharmacia Letter. 2011; 35 (2):141-164.

20. GEORGIEVA S., KARSHEVA M., ALEXANDROVA S.

Etude des émulsions cosmétiques aux extraits naturels par des méthodes rhéologiques (effet de la température). Revue de Génie Industriel. 2010; 5: 133-142.

21. GUILLEMIN, J-P.

Rhéologie de suspensions concentrées des matériaux énergétiques recyclables .2008 : Ecole Nationale Supérieure des mines de Saint Etienne

22. JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE FRANCAISE

Méthode officielle pour l'évaluation de l'irritation oculaire. Article 1 du 10 juillet 1992,

23. JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE FRANCAISE

Méthode officielle pour l'évaluation de l'irritation superficielle cutanée par application itérative pendant 28 jours consécutifs d'un produit cosmétique ou d'hygiène corporelle. Article 1 du 25 mai 1993,

24. KERHARO PJ.

Un remède populaire Sénégalais: Le 'Nebreday' (*Moringa oleifera* Lam.) emplois thérapeutiques en milieu Africain chimie et pharmacologie. Plantes Med. Phytother. 1969; 3: 214-219.

25. LE HIR A.

Abrégés de pharmacie galénique : bonnes pratiques de fabrication des médicaments. T 8. Paris: Ed. Masson, 2006. P 158-167.

26. MARTINI MC.

Introduction à la dermatopharmacie et à la cosmétologie. T 3. Paris : Ed. Lavoisier, 2011. 469 p.

27. MINGZHAO.H

Slurry rheology of limestone and limestone and its effects on wet ultra-fine grinding, licentiate thesis, University of technology, SE-97187, 2005, Luella, Sweden.

28. NAE, H. N

Introduction to rheology, in rheological properties of cosmetics and toiletries. 1993 Vol 13. Pp.9-33. D. Laba

29. NAGAR PK., IYER RI., SIRCAR PK.

Cytokinins in developing fruits of *Moringa pterigosperma* Gaertn. Physiol. Plant 1982; 55: 45-50.

30. NZIKOU J.M., MATOS L., MOUSSOUGA J.E. et al.

Characterisation of *Moringa oleifera* seed oil variety Congo-Brazaville. Journal of food and technology. 2009; 7 (3): 59-69.

31. OECD TEST GUIDELINES PROGRAMME

Final report of the OECD workshop on harmonisation of validation and acceptance criteria for alternative toxicological test methods.

Held in Solna, Sweden, 22-24 January 1996

(<http://www.oecd.org/ehs/test/background.htm>)

32. OLSON M.E.

Wood and bark anatomy in *Moringa* (Moringaceae).

Haseltonia. 2001; 8: 85-121.

33. PENSEE-LHERITIER ANNE-MARIE.

Conception des produits cosmétiques

Editions Lavoisier, TEC & DOC. 2^{ème} Ed. 2016 ; p131.

34. PHARMACOPEE EUROPEENNE.

Préparations semi- solides pour application cutanée : les crèmes.

6^e Ed.2008 p 801.

35. PLATON J.F.

Les lipides en cosmétologie. Oléagineux Corps Gras lipides. 1997; 4: 275-281.

36. PRICE M. L.

The moringa tree. ECHO Technical Note. ECHO, Florida, USA. 2007; 22 p.

(Consulté le 06/06/2015)

<<http://www.moringanews.org/>>.

37. ROSSO L., LOBRY J-R, BAJARD S., FLANDROIS J-P. (1995).

Description of the combined effect of temperature and pH on microbial growth by a convenient model. *Applied and Environmental Microbiology*, 61 : 610-616.

38. RUCKMANI K., KAVIMANI S., ANANDAN R. et al.

Effect of *Moringa oleifera* Lam. on paracetamol-induced hepatotoxicity.

Indian J. Pharm. Sci. 1998; 60: 33-35.

39. SAADABI AM., ABU ZAI.

An in vitro antimicrobial activity of *Moringa oleifera* L. seed extracts against different groups of microorganisms. *Asian J. Basic Appl. Sci.* 2011; 5: 129-134.

40. SCHWARTZ, N.O..

Adaptation of sensory texture profile method to skin care products. *J.*

Texture Studies, 1975. 33-42.

41. SIDDHURAJU P., BECKER K.

Antioxidant properties of various solvent extracts of total phenolic constituents from three different agro-climatic origins of drumstick tree (*Moringa oleifera* Lam.). *J. Agric. Food Chem.* 2003; 15: 2144-2155.

42. SUDHIR P., DEBASIS M., GOUTAM G. et al.

Medicinal uses and pharmacological properties of *Moringa oleifera*.

International Journal of Phytomedicine. 2010; 2:210-216.

43. TSAKNIS J.; LALAS S.

Characterization of *Moringa oleifera* seed oil variety "Periyakulam 1"

Journal of Food Composition and Analysis. 2002; 15: 65-77

44. VON PONGRACZ G., HOFFMANN-LA ROCHE F., BASEL A.G.

g-Tocopherol als natürliches Antioxidans.

Fette Seif. Anstrich. 1984; 12: 455-460.

45. WAHIDUL K. BISWAS

Project: Life Cycle Analysis: Life cycle assessment of biodiesel production from *Moringa oleifera* oilseeds. Final report. Australia: Centre of Excellence in Cleaner Production Curtin University of Technology, 2008. 20 p.

46. WOUESSI DJEWE D.

Formes galéniques administrées par voie cutanée ; cours de pharmacie galénique 2010-2011. Université Joseph-Fourier de Grenoble.

(Consulté le 12/05/2015)

<<http://www.uvp5.univ-paris5.fr/>>.



ANNEXES



ANNEXE I : Microvortex HERDOLPH RZR1



ANNEXE II: Texturomètre TA1



ANNEXE III: Viscosimètre rotatif HAAKE relié à un cryostat JULABO F12



ANNEXE IV: Etuve MEMMERT



ANNEXE V: Microscope optique MOTIC

Formulaire de consentement libre et éclairé
[Etabli en 2 exemplaires dont 1 remis à l'intéressé(e)
et le second à l'encadreur de thèse]

Je soussigné(e) : NomPrénom..... né(e) le :
.....

Certifie avoir été pleinement informé(e)

Par l'étudiante: Nom Prénom

Adresse
.....
.....

1°- des raisons et des conditions de l'évaluation du profil sensoriel d'une crème anti-oxydante à base d'huile de *Moringa oleifera*.

2°- du caractère strictement confidentiel des résultats qui seront obtenus.

3°- de la prise en compte des frais hospitalier en cas d'éventuels problèmes dermatologiques

Donne mon accord pour l'évaluation du profil sensoriel de la crème sur ma peau.

Fait à le

RESUME

INTRODUCTION : Le vieillissement cutané se définit comme l'ensemble des altérations du revêtement cutané, résultant soit de la modification progressive de ses constituants au fil des années, soit d'une mauvaise hygiène de vie. Plusieurs huiles végétales contenant des principes actifs régénérants sont utilisés dans la prévention et le traitement du vieillissement cutané en l'occurrence l'huile de *Moringa*. De précédents travaux ont permis de déterminer le HLB critique de cette huile et de la mettre sous forme de crème. Ainsi, l'objectif général de notre travail a été de caractériser et d'évaluer la tolérance de la crème à base d'huile de *Moringa* à activité anti-oxydante.

MATERIELS ET METHODES : Le matériel utilisé entre autres l'étuve, le microscope, le viscosimètre et le texturomètre etc... nous a permis de formuler la crème, de réaliser des contrôles sur celle-ci, d'analyser sa texture, d'étudier sa stabilité sur une période de 28 jours et d'évaluer sa tolérance chez des lapins Néozélandais.

RESULTATS : A J1, les contrôles effectués ont montré que crème était de couleur blanche avec une odeur agréable caractéristique d'huile de *Moringa*. Notre crème était douce, brillante, moyennement ferme et conservait l'intégrité de sa forme. Cependant, elle était fondante avec un film résiduel pratiquement inexistant. Notre crème était de type H/E. Son pH ($5,72 \pm 0,17$ à $27 \pm 2^\circ\text{C}$) était compatible avec celui de la peau et est resté stable au cours du temps. Elle était stable à différentes températures ($27 \pm 2^\circ\text{C}$, 6°C , 40°C) et à la centrifugation à 1000, 3000, 5000 tours /mn pendant 5 minutes. Par ailleurs, notre préparation avait un comportement thermofluidifiant, rhéofluidifiant et thixotrope. Durant 28 jours, les évaluations comprenant les contrôles organoleptiques, les contrôles physico chimiques et galéniques, l'analyse texturale et l'étude du comportement rhéologique ont montré qu'elle demeurait stable quelque soit la température de conservation.

CONCLUSION : Dans cette étude, notre objectif était de caractériser et d'évaluer la tolérance d'une crème à base d'huile de *Moringa*. Les évaluations comprenant les contrôles organoleptiques, les contrôles physico chimiques et galéniques, l'analyse texturale, l'étude du comportement rhéologique et la tolérance oculaire et cutanée ont montré qu'elle demeurait non seulement stable quelque soit la température de conservation pendant 28 jours mais également présentait une bonne tolérance cutanée et oculaire.

MOTS CLES : technologique ; crème ; innocuité ; *Moringa oleifera* ; anti-oxydante