

N° d'ordre :

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTÉ DES SCIENCES
DÉPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIÈRE
FILIÈRE : CHIMIE
SPÉCIALITÉ : [CHIMIE PHARMACEUTIQUE]

MEMOIRE DE MASTER ACADEMIQUE

THÈME

Formulation d'une crème hydratante à base de
principe actif naturel

Présenté par :

- Meliani Israa Yamina

- Mellah Tafath

Mémoire soutenu publiquement, le 26/06/2025 devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
BELMAHDI Lila	MAA	UMMTO	Président
BENCHOUAK Mounir	MAA	UMMTO	Examinateur
LAYEB Hatem	MCB	UMMTO	Encadrant

Promotion : 2024-2025

Remerciement

Avant tout, nous souhaitons exprimer notre reconnaissance envers Allah tout puissant pour nous avoir accordé le courage, la volonté et la force nécessaires pour mener à bien ce projet. Nous lui sommes reconnaissants d'avoir éclairé notre chemin vers la réussite.

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements et notre profonde gratitude envers toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Leur soutien et leur engagement ont été d'une importance capitale, et nous sommes profondément reconnaissants envers chacun d'entre eux.

*Nos remerciements vont également à nos examinateurs, **Dr.BENCHOUAK Mounir** et **Dr.BELMAHDI Lila**, d'avoir accepté d'examiner ce travail. Nous accueillerons avec attention toutes les remarques constructives qu'ils auront à formuler, car elles seront toujours enrichissantes pour notre progression.*

*Nous tenons à adresser notre respect et notre reconnaissance à notre promoteur, **Dr. LAYEB Hatem**, pour son encadrement fructueux. Nous sommes reconnaissantes de son suivi attentif tout au long de notre travail, ainsi que des précieuses informations, conseils et ressources qu'il a mis à notre disposition*

Enfin, à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail, nous tenons à exprimer nos grands et sincères remerciements. Votre contribution, votre soutien et votre implication ont été d'une valeur inestimable, et nous sommes reconnaissants pour tout ce que vous avez apporté.

Merci encore à tous pour votre précieuse collaboration.

Cordialement

Meliani, Mellah.

Dédicace :

Je dédie ce mémoire à mes chers parents, pour leur amour inconditionnel, leur patience et leur soutien indéfectible. Vous êtes mon pilier, ma motivation, ma force.

À ma grand-mère bien-aimée, douce âme présente à chaque battement de mon cœur. Ta tendresse et ton amour m'ont accompagnée dans chaque pas. Ce travail t'est dédié, avec tout mon amour.

À mes amis, pour leur bienveillance, leur écoute et leur présence précieuse durant ce parcours exigeant.

Avec ma plus profonde gratitude,

Mellah Tafath

Dédicace :

Je dédie ce mémoire à mes chers parents, pour leur amour profond, leurs sacrifices silencieux et leur soutien constant.

À ma grand-mère, aujourd'hui disparue, mais éternellement présente dans mon cœur. Ce travail est un hommage à ta mémoire, à ton amour et à tout ce que tu m'as transmis.

À ma tante, ma deuxième maman, pour son amour, son appui inconditionnel et son rôle irremplaçable dans ma vie.

À mon frère Youcef et à ma sœur Ansam, merci pour votre affection et votre présence réconfortante tout au long de ce chemin

À ma famille, merci pour votre amour, votre soutien et votre présence à chaque étape de mon parcours.

Et enfin, à mes amis, pour leur soutien, leurs encouragements et les moments de légèreté partagés.

Avec ma plus profonde gratitude,

Meliani Israa Yamina

Table de matière

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Résumé

Introduction

Synthèse bibliographique :

I.	Physiologie de la peau :	1
	1-Definition de la peau :	1
	1.1- L'épiderme :	1
	1.2- Le derme :	2
	1.3-Hypoderme :	2
	2- Vieillessement de la peau :	2
	3-Mecanisme d'absorption de la peau	3
II.	Crèmes et émulsions :	4
	1-Définition des crèmes :	4
	2-Les émulsions :	4
	2.1- Composition :	5
	2.1.1-Phases hydrophile :	5
	2.1.2- Phases lipophile :	5
	2.1.3- Emulsifiants :	5
	3-les divers types d'émulsions :	6
	3.1-Émulsions simples :	6
	3.2-Emulsions multiples :	7
III.	Présentation de la plante :	8
	1-Position taxonomique	8
	2-Cycle végétatif et productif de l'olivier	9
	3- Les exigences de l'olivier	9
	3.1-les exigences climatiques.....	9
	3.1.1-Exigences photopériodiques	9
	3.1.2-Le rayonnement solaire.....	9
	3.1.3-La température	9
	3.1.4-Hygrométrie	10
	3.2-Sol	10
	3.3-Exigences culturales	10
	4-L'oleiculture dans le monde.....	11

5-L'oleiculture en Algérie	11
6- Morphologie de l'olivier.....	12
7-Caractéristiques morphologiques	13
7.2. Le système aérien.....	13
7.2.1-Le tronc	13
7.2.2-Les fleurs :	13
7.2.3-Les fruits	14
7.2.4-Les feuilles	14
8-Techniques d'extraction et métabolites secondaires	15
8.1-Extraction végétale	15
8.2- Méthodes d'extractions classiques	15
8.2.1-La macération	15
8.2.2-La décoction	15
8.2.3-L'infusion	15
IV. Généralité sur les composés phénoliques :.....	17
1-Les flavonoïdes	17
2- les tanins.....	18
3-Activités d'Olea europaea	18
3.1- Activité antioxydante.....	19
3.1.1- Radical libre:.....	19
3.1.2- Stress oxydatif	19
3.2-Activité antibactérienne	19
3.3-Activité antimicrobienne	20
3.4-Activité anti-virale	20
3.5-Activité anti-inflammatoire.....	20
3.6-Effet anti-âge	20
4- utilisation thérapeutique	21

Références bibliographiques.

Matériel et méthodes

Matériels et méthode	1
I. Objectifs :	23
II. Type d'étude :	23
III. Cadre de l'étude :	23

Partie 01 : Étude de la plante

I.	Matériel :	24
	1-Matériel végétale :	24
	1.1-Présentation de la zone d'échantillonnage :	24
	1.2-Localisation géographique.....	24
	1.3- Climat et conditions de collecte :	25
	1.4-Justification du choix de la zone :	25
	2-Sèchage	25
	3-Broyage	25
II	Méthode :	26
	1-Screening phytochimique :	26
	1.1-Préparation de l'extrait méthanolique à tester :	26
	1.2-Préparation de réactif de Wagner :	27
	1.3-Préparation des solutions :	27
	1.4-Caractérisation qualitatif :	28
	1.4.1-Test pour les polyphénols:	28
	1.4.2-Test pour les Tanins:.....	28
	1.4.3-Test pour les flavonoïdes:	28
	1.4.4-Test pour les saponines :	28
	1.4.5- Test pour les quinones :	28
	2- Procédure d'extraction des polyphénols :	28
	3-Dosage des métabolites secondaires :	31
	3.1-Dosage des polyphénols totaux:.....	31
	3.2-Dosage des flavonoïdes :	32
	4- Activité biologique :	32
	4.1-Activité antioxydante :	32
	4.2-Activité antibactérienne :	34
	4.2.1-Lieu de l'étude :	34
	4.2.2- Matériel biologique et réactifs :	34
	4.2.3- Protocole expérimental :	34

Partie02 :Formulation de la crème hydratante anti-âge à base de feuilles d'oliviers.

I.	Matériel et produits :	38
	1-Choix des ingrédients :	38
	1.1-Eau distillée solvant principal (phase aqueuse) :	38

2-Glycérine (végétale) :	38
1.2-Huile de tournesol (Phase grasse – émollient) :	38
1.3- Span60 émulsifiant non ionique (lipophile) :	39
1.4- Extrait de feuilles d’olivier (antioxydant) :	39
1.5- Huile essentielle de lavande (Actif apaisant, parfumant, antibactérien) :	39
1.6- Vitamine E :	39
II. Formulation :	39
III. Contrôle qualité de la crème préparée :	41
1-Caractères organoleptiques :	41
2- Examen physico- chimique :	41
2.1- Test de stabilité à la centrifugation :	41
2.2- Test de stabilité à la température :	41
2.3-Test de stabilité physique :	41
2.4- Mesure de pH :	41
2.5-Mesure de la viscosité :	42
3-Examen microscopique :	42

Références bibliographiques.

Résultats et discussion

I. Tests du screening phytochimiques :	45
II. Extraction des composés phénoliques :	45
1-Rendement de l’extraction:	45
III. Analyses quantitative :	46
1-Dosage des polyphénol totaux:	46
2-Dosage des flavonoïdes :	47
IV. Activité biologique :	49
1-Activité antioxydante :	49
2-Activité antibactérienne :	51
I. Caractères organoleptiques :	53
II. Examen physico- chimique :	53
1- Test de stabilité à la centrifugation :	53
2-Test de stabilité à la température :	54
3-Mesure de pH :	55
4-Mesure de la viscosité :	56
III. Examen microscopique :	57

Références bibliographiques.

Conclusion

Liste des abréviations :

Abs : absorbance.

A.A : Acide Ascorbique.

A.G : Acide Gallique.

Cft : Concentration en flavonoïdes totaux.

CHU : Centre hospitalier universitaire.

Cppt : concentration en polyphenols totaux.

°C : degré Celsius.

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl.

E. coli : Escherichia coli.

ERO : d'espèces réactives de l'oxygène.

E/H : eau dans huile.

E/H/E : eau dans huile dans eau.

H/E : huile dans eau.

H/E/H : huile dans eau dans huile.

H : heure.

IC 50 : concentration inhibitrice à 50%.

me : masse de l'extrait brut en g.

m0 : masse sèche de l'échantillon végétale en g.

MH: Muller Hinton Agar.

min: minute.

mg AGE/g (MS) : milligramme d'acide gallique équivalent par gramme de matière sèche.

mg QE/g(MS) : milligramme de quercétine équivalent par gramme de matière sèche.

PH : Potentiel d'Hydrogène.

PI (%) : pourcentage inhibitrice

Pseudo : Pseudomonas aeruginosa, ATCC 27853.

R(%) : rendement.

RPM : tour par minute.

Staph : Staphylococcus aureus, ATTC 25923.

Tr/Min : tour par minute.

UV-vis : ultra-violet visible.

V/V : volume/volume.

Pages des figures

Figure 1 : Structure de la peau. (eucerin.be)

Figure 2 : Vieillessement de la peau.

Figure 3 : Distribution granulométrique d'une crème analysée au microscope.

Figure 4 : Emulsion phase dispersée et phase dispersant.

Figure 5 : Emulsifiants.

Figure 6 : Emulsion avec émulsifiant.

Figure 7 : Emulsion simple.

Figure 8 : Structure de nano, micro et macro-émulsion.

Figure 9 : Les 2 types d'émulsions doubles.

Figure 10 : L'oléiculture dans le monde

Figure 11 : L'oléiculture en Algérie.

Figure 12 : L'olivier.

Figure 13 : Les fleurs de l'olivier.

Figure 14 : Les fruits de l'olivier.

Figure 15 : Les feuilles de l'olivier.

Figure 16 : Structure de base des polyphénols.

Figure 17 : Structure des bases des flavonoïdes.

Figure 18 : Structure des tanins.

Figure 19 : Structure chimique de l'oleuropéine, composé majeur de l'extrait de feuille d'olivier.

Figure 20 : Récolte des feuilles d'oliviers.

Figure 21 : Localisation de la région de Boukhalfa.

Figure 23 : Broyage des feuilles d'oliviers.

Figure 24 : Pesée de 10g de poudre de feuilles d'oliviers.

Figure 25 : Le filtrat utilisé pour les tests phytochimiques.

Figure 26 : Extraction des polyphénols des feuilles d'oliviers.

Figure 27 : Décantation de l'extrait hydro-ethanolique avec l'hexane.

Figure 28 : Centrifugation de l'extrait récupéré.

Figure 29 : Elimination de l'éthanol par l'évaporateur rotatif.

Figure 30 : Elimination de l'eau à l'étuve.

Figure 31 : Les solutions d'acide gallique utilisé pour la courbe d'étalonnage

Figure 32 : les solutions de la quercitine utilisé pour la courbe d'étalonnage.

Figure 33 : Décoloration en fonction de concentration de l'acide ascorbique.

Figure 34 : Différentielle de décoloration en fonction de la concentration de l'extrait polyphénolique.

Figure 35 : Les souches bactériennes : E.coli, Staph et Pseudo.

Figure 36 : Purification des souches par ensemencement en stries par la méthode de trois cadrans.

Figure 37 : Préparation des suspensions bactériennes.

Figure 38 : Ensemencement des suspensions sur le milieu M-H.

Figure 39 : Dépôt des disques sur la gélose imprégné de 5 µl de l'extrait sur le milieu M-H.

Figure 40 : Glycérine.

Figure 41 : Huile de tournesol.

Figure 42 : Span 60.

Figure 43 : Extrait des feuilles d'olivier.

Figure 44 : Huile essentielle de lavande.

Figure 45 : Vitamine E.

Figure 46 : Chauffage des deux phases.

Figure 47 : Mélange des deux phases.

Figure 48 : Test de stabilité.

Figure 49 : Mesure de viscosité.

Figure 50 : Examen microscopique.

Figure 51 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

Figure 52 : Teneur en composées polyphénoliques de l'extrait des feuilles d'oliviers.

Figure 53 : Courbe d'étalonnage de la quercétine.

Figure 54 : Teneur en flavonoïdes de l'extrait des feuilles d'oliviers.

Figure 55 : Courbe de pourcentage d'inhibition du DPPH en fonction des concentrations de l'acide ascorbique(AA).

Figure 56 : Courbe Pourcentage d'inhibition d DPPH en fonction des concentrations de l'extrait des feuilles d'oliviers.

Figure 57 : Résultats de l'activité antibactérienne.

Figure 58 : La crème obtenue.

Figure 59 : Résultats des tests de centrifugation.

Figure 60 : Résultats des tests de stabilité.

Figure 61 : Résultat du test de PH.

Figure 62 : Micrographie optique de l'émulsion préparée.

Page des tableaux :

Tableau 1 : Classification botanique d'olivier.

Tableau 2 : Résumé des techniques appliquées dans l'extraction des composés bioactifs des feuilles d'olivier.

Tableau 3 : Effets thérapeutiques et mécanismes d'actions des extraits des feuilles d'olivier.

Tableau 4 : Grille d'interprétation des diamètres d'inhibition pour l'évaluation de la sensibilité bactérienne.

Tableau 5 : Listes des matériels, équipements et produits utilisés pour la formulation.

Tableau 6 : Quantité des produits utilisés pour 100g de crème.

Tableau 7 : Interprétation des résultats phytochimiques réalisé sur l'extrait des feuilles d'oliviers.

Tableau 8 : Les paramètres et données de l'extraction des feuilles d'oliviers.

Tableau 9 : Résultat de l'inhibition des germes.

Tableau 10 : Résultats de la mesure de viscosité à différentes vitesse de rotation.

Introduction générale :

Depuis la nuit des temps, les plantes médicinales occupent une place centrale dans les pratiques de soins à travers le monde. Bien avant l'avènement de la chimie moderne, les civilisations anciennes – de l'Égypte aux Grecs en passant par les civilisations arabes et asiatiques – ont su exploiter les vertus thérapeutiques de la flore environnante pour traiter divers maux. Ces remèdes naturels, transmis de génération en génération, ont constitué la base des premières pharmacopées et continuent encore aujourd'hui d'inspirer la recherche pharmaceutique moderne.

Parmi ces plantes, l'olivier symbole de force, de paix et de longévité, tient une place d'honneur dans la tradition méditerranéenne. Si ses fruits et son huile sont bien connus pour leurs bienfaits nutritionnels, les feuilles d'olivier ont été utilisées depuis des siècles pour leurs propriétés médicinales et cosmétiques. En infusion, en cataplasme ou en décoction, elles servaient à purifier la peau, cicatriser les plaies, apaiser les inflammations ou encore raviver l'éclat du teint.

Ce savoir traditionnel trouve aujourd'hui un nouvel écho grâce aux avancées scientifiques qui ont mis en évidence la richesse biochimique des feuilles d'olivier. Ces dernières contiennent en effet une forte concentration de polyphénols, notamment l'oléuropéine, et flavonoïdes, qui leur confèrent des propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires, antibactériennes et anti-âge particulièrement intéressantes pour le domaine de la dermocosmétique.

Dans le cadre de notre travail, nous avons développé une crème cosmétique enrichie en extrait de feuilles d'olivier, visant à exploiter ces vertus naturelles. Cette formulation, à la fois douce et respectueuse de la peau et de l'environnement. Elle s'inscrit dans une démarche innovante alliant tradition et modernité, en mettant à profit les composés bioactifs des feuilles pour améliorer l'hydratation, la protection et la régénération cutanée.

Notre mémoire est structuré en trois grandes parties. La première est une étude bibliographique dans laquelle nous présentons des généralités sur la physiologie de la peau, les crèmes et émulsions, les caractéristiques botaniques et pharmacologiques de l'olivier, ainsi qu'une revue des composés phénoliques et de leurs propriétés cosmétiques. La deuxième partie est consacrée aux matériels et méthodes utilisés, englobant la récolte des feuilles, l'extraction des composés phénoliques, la formulation de la crème, ainsi que les tests de stabilité et d'efficacité. Enfin, la troisième partie est dédiée à l'analyse, l'interprétation et la discussion des résultats obtenus.

À travers cette recherche, nous espérons mettre en lumière le potentiel cosmétique des feuilles d'olivier et proposer une formulation innovante, naturelle et prometteuse dans le domaine de la dermocosmétique.

Synthèse

Bibliographique

I. Physiologie de la peau :

1-Definition de la peau :

La peau est le plus grand organe du corps, représentant environ 15 % du poids corporel total chez l'adulte. Elle remplit de nombreuses fonctions vitales, notamment la protection contre les agressions physiques, chimiques et biologiques externes, ainsi que la prévention des pertes excessives d'eau et un rôle dans la thermorégulation. La peau est en continuité avec les muqueuses qui tapissent les surfaces du corps.

Le système tégumentaire est formé par la peau et ses structures dérivées. La peau est composée de trois couches : l'épiderme, le derme et le tissu sous-cutané.¹

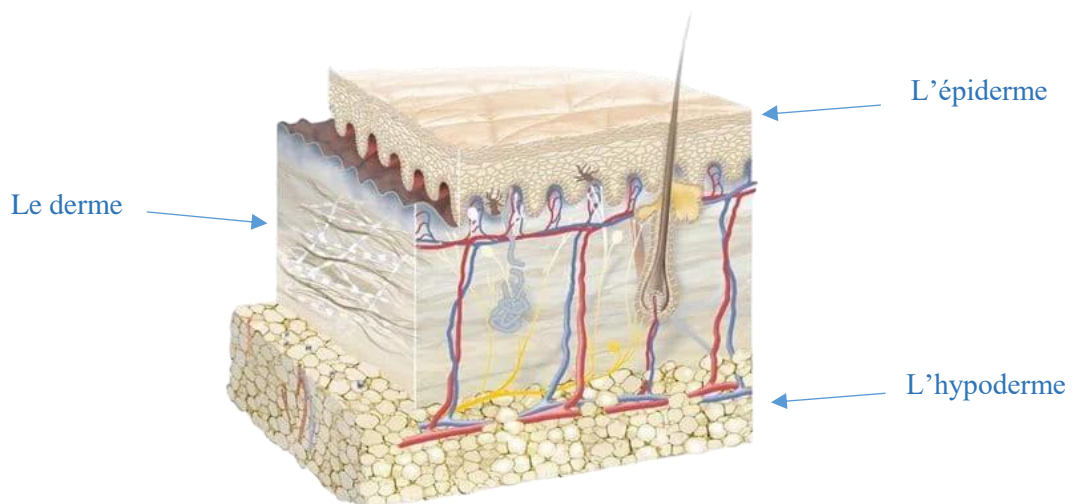


Figure 1 : Structure de la peau. (eucerin.be)

1.1- L'épiderme :

L'épiderme, la couche la plus externe de la peau, est subdivisé en :

- **Le stratum corneum** : contient des cornéocytes, qui sont des kératinocytes terminalement différenciés. Ces cellules sont continuellement remplacées par des kératinocytes situés dans le stratum basal².
- **Le stratum lucidum** : est une fine couche transparente composée de kératinocytes morts. Contrairement aux autres couches, ces kératinocytes ne contiennent pas de kératine, mais de l'éleïdine, une protéine intracellulaire transparente, qui donne à cette couche son aspect translucide.

- **Le stratum granulosum** : est une fine couche située entre le stratum lucidum et le stratum basal. Les kératinocytes du stratum granulosum contiennent des granules riches en cystéine et en histidine, qui permettent l'agrégation des filaments de kératine³
- **Le stratum basal** : contient les kératinocytes basaux, des cellules immunitaires comme les cellules de Langerhans et les lymphocytes T, ainsi que des mélanocytes, responsables de la pigmentation de la peau³.

1.2- Le derme :

Sous l'épiderme se trouve le derme, qui est divisé en deux sous-couches : Le derme papillaire, et le derme réticulaire⁴

Chez l'humain, le derme papillaire forme des prolongements qui s'étendent vers l'épiderme et contiennent des capillaires, facilitant le transport des nutriments⁴.

Le derme réticulaire est beaucoup plus épais que le derme papillaire, en raison de la forte concentration de fibres de collagène et de fibres réticulaires, qui sont étroitement entrelacées dans cette couche⁴.

1.3-Hypoderme :

Sous le derme se trouve la graisse sous-cutanée. Cette couche est composée de fibrocytes et adipocytes et est riche en protéoglycanes et glycosaminoglycanes, ce qui lui confère des propriétés muqueuses.⁵

2- Vieillessement de la peau :

Le vieillissement est le résultat de changements progressifs affectant à la fois la peau et les tissus sous-jacents sous l'influence de facteurs intrinsèques et extrinsèques. Le vieillissement intrinsèque fait référence aux effets des changements génétiques, hormonaux et biochimiques au fil du temps. Les facteurs extrinsèques, tels que le tabagisme et l'exposition au soleil, accélèrent le vieillissement du visage en entraînant des modifications de la peau, notamment une dysplasie épidermique et une perte de fibres élastiques et de collagène. La combinaison de ces facteurs intrinsèques et extrinsèques conduit aux caractéristiques cliniques d'un visage vieillissant, telles que la dyschromie, les rides, la dermatochalasis, la résorption osseuse, la protrusion des paupières inférieures et la perte de volume.⁶

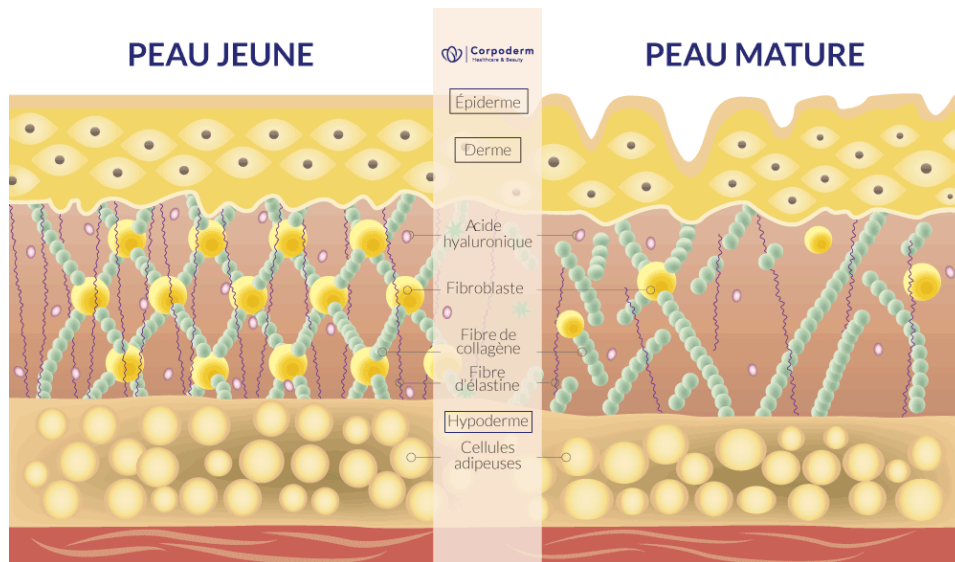


Figure 2 : Vieillesse de la peau.

3-Mecanisme d'absorption de la peau :

Les facteurs responsables de l'évaluation de l'efficacité des systèmes transdermiques (TDDS) incluent les caractéristiques physicochimiques du type de formulation. En revanche, l'efficacité du traitement dépend de la pénétration du médicament à travers les couches cibles de la peau à des concentrations efficaces.

La pénétration efficace de la molécule médicamenteuse joue un rôle important dans les TDDS. Il existe différentes voies de pénétration du médicament dans la peau. Les micro et macromolécules peuvent entrer dans la peau par trois voies distinctes.

- La voie intercellulaire, qui passe par la matrice lipidique occupant les espaces intercellulaires des kératinocytes, favorisant ainsi principalement les molécules lipophiles.
- La voie transcellulaire (intracellulaire), qui traverse directement les cornéocytes.
- La voie transappendageale, qui passe par les follicules pileux, les glandes sébacées et les glandes sudoripares.

Après application d'une formulation topique, la molécule médicamenteuse entre en contact avec la surface de la peau, où elle rencontre des débris cellulaires, des micro-organismes, du sébum et d'autres substances qui ont un effet négligeable sur la perméation.⁷

II. Crèmes et émulsions :

1- Crèmes :

Les crèmes sont définies comme des "émulsions huile-dans-eau ou eau-dans-huile liquides visqueuses ou semi-solides" dont la consistance varie entre l'huile et l'eau. Ce sont des formulations topiques qui sont appliquées sur la peau et qui sont déformées de manière irréversible par l'application d'une force suffisante pour leur permettre de s'étaler sous forme de film adhésif sur la surface de la peau (Ansel et *al.*, 1995)⁸

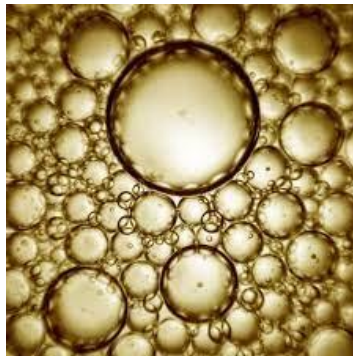


Figure 3: Distribution granulométrique d'une crème analysée au microscope.

2-Emulsions :

Une émulsion est une dispersion d'un liquide en fines gouttelettes dans un autre liquide, les deux liquides étant non miscibles : - le liquide sous forme de gouttelettes est qualifié de phase dispersée, phase discontinue ou phase interne ; - l'autre liquide est appelé phase dispersante, phase continue ou phase externe. Les émulsions appartiennent donc aux systèmes dispersés.

Ces deux phases n'ont pas la même solubilité. L'une est hydrophobe ou lipophile. On parle couramment de phase huileuse (mais elle n'est pas forcément lipidique). L'autre est hydrophile. On parle aussi de phase aqueuse⁸

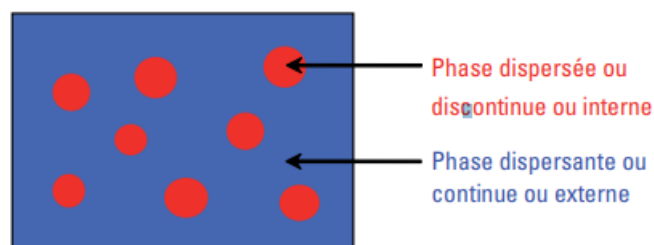


Figure4 : Emulsion; phase dispersée et phase dispersant.¹⁰

2.1- Composition :

2.1.1-Phase hydrophile :

La phase aqueuse ou phase hydrophile contient l'eau et divers composants hydrosolubles. Les solutés de la phase aqueuse sont de nature diverse : ions minéraux, acides, bases, vitamines, glucides, protéines, etc. En fonction du type d'émulsion (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique) des substances peuvent être ajoutées à l'une ou l'autre phase pour conférer au produit diverses propriétés (augmentation de la durée de conservation, modification du goût, de la texture, de l'aspect, maintien de l'humidité, etc). Les additifs utilisés sont très variés.⁹

2.1.2- Phase lipophile :

La phase huileuse, appelée également phase grasse, phase lipophile ou phase organique, comporte des huiles, des cires et des graisses (respectivement liquides, solides ou semi-solides à température ambiante) d'origine végétale, animale ou minérale. Des substances synthétiques dérivées ou non de substances naturelles sont aussi utilisées. La phase huileuse d'une émulsion est généralement composée d'un mélange d'ingrédients.⁹

2.1.3- Emulsifiants :

Les émulsions conventionnelles sont des systèmes thermodynamiquement instables qui se séparent, plus ou moins rapidement, en deux phases. On parle de systèmes hors équilibre. En raison de cette instabilité les émulsions industrielles comportent toujours des émulsifiants, ou émulsionnants, formant un film inter facial, ou film mince, ou membrane inter faciale, autour des globules de phase dispersée. Il s'agit le plus souvent de petites molécules amphiphiles appelées tensioactifs, surfactifs, surfactants ou agents de surface. La schématisation classique des tensioactifs met en évidence un pôle hydrophile et un pôle hydrophobe.⁹

Les parties hydrophile et hydrophobe ont de l'affinité respectivement pour la phase hydrophile et hydrophobe de l'émulsion. C'est cette polarisation fonctionnelle qui détermine l'organisation des tensioactifs dans l'émulsion.

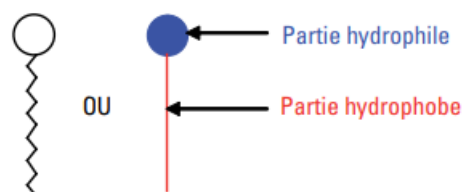


Figure5: Emulsifiants.¹⁰

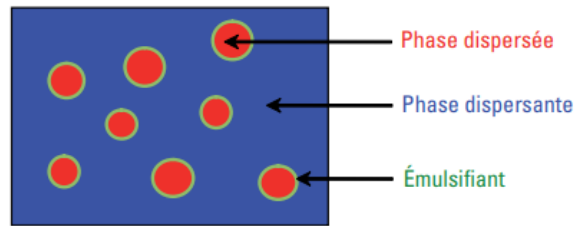


Figure6 : Emulsion avec émulsifiant.¹⁰

3-les divers types d'émulsions :

3.1-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. Les symboles **H/L** et **L/H** utilisés désignent toujours la phase dispersée en premier. Les émulsions de type huileux étant les moins courantes, elles sont parfois appelées émulsions inverses. En fonction de la taille moyenne des gouttelettes on distingue des émulsions plutôt grossières, appelées émulsions ou macro émulsions et des émulsions plus fines, submicroniques, appelées mini ou nano émulsions.¹⁰

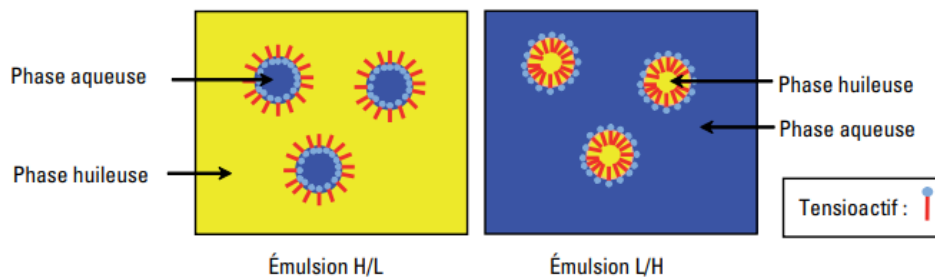


Figure7 : Emulsion simple.¹⁰

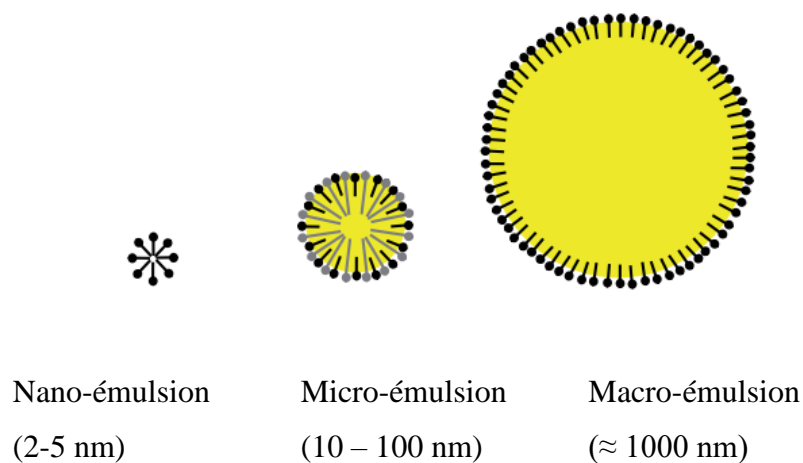


Figure 8: Structure de nano, micro et macro-émulsion.¹⁰

3.2-émulsions multiples :

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

- la dispersion d'une émulsion E/H dans une phase aqueuse donne une émulsion E/H/E.
- à l'inverse, la dispersion d'une émulsion H/E dans une phase huileuse donne une émulsion H/E/H.

Ces deux exemples correspondent au cas le plus simple d'émulsions multiples (les émulsions doubles), on y distingue trois phases : interne, intermédiaire, externe.¹⁰

Les sphères formées par la phase intermédiaire sont généralement qualifiées de globules, dispersés dans la phase externe, et les sphères de phase interne sont appelées gouttelettes. Cette distinction n'existe pas pour les émulsions simples pour lesquelles les sphères de phase dispersée sont appelées indifféremment gouttelettes ou globules.¹⁰

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.¹⁰

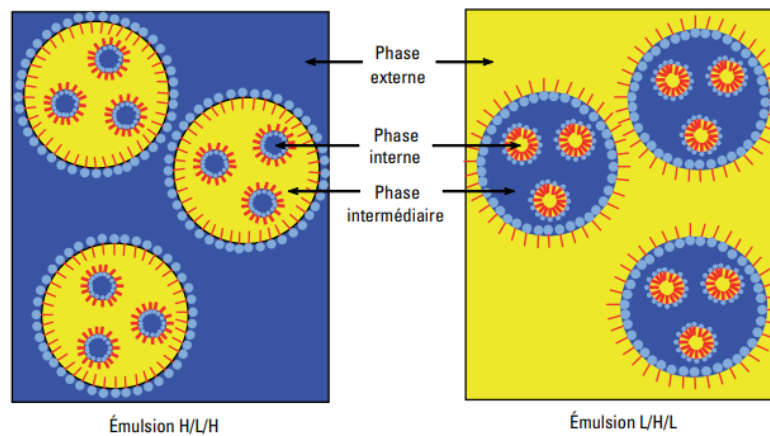


Figure 9: Les 2 types d'émulsions doubles.¹⁰

III. Présentation de la plante :

1-Position taxonomique :

L'olivier est une plante à fleurs qui produit des graines. Il possède 46 chromosomes (il est diploïde : $2n = 46$) et peut se reproduire plus ou moins facilement avec lui-même, selon les variétés (FONTANAZZA et BALDONI, 1990).

Le nom scientifique de l'olivier, *Olea europaea*, a été donné par le botaniste Linné en 1753. Il pensait à l'époque que cette plante ne poussait qu'en Europe, d'où le nom « europaea », mais ce n'était pas tout à fait exact.

Selon la classification botanique moderne, reprise par IOANNIS (2009), l'olivier fait partie des angiospermes, c'est-à-dire des plantes à fleurs.¹¹

Tableau 1: Classification botanique d'olivier.¹¹

Taxonomie	Description
Règne	<i>Plantae</i>
Embranchement	<i>Magnoliophyta</i>
Sous- embranchement	<i>Magnoliophytina</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous-classe	<i>Dialypétales</i>
Ordre	<i>Lamiales</i>
Famille	<i>Oleaceae</i>
Genre	<i>Olea</i>
Espèce	<i>Olea europaea L.</i>
Sous-espèce	<i>O.europaea subsp.europaea</i> <i>var.sylvestris</i> <i>O.europaea subsp.europaea var.</i> <i>europaea</i>

2-Cycle végétatif et productif de l'olivier :

Au cours de son cycle annuel de développement, l'olivier passe par les phases suivantes :

Le repos hivernal qui s'étend de novembre à février, le réveil printanier se manifeste en mars-avril par l'apparition de nouvelles pousses terminales et l'éclosion de bourgeons axillaires. La floraison a lieu en mai-juin. C'est en juillet-août que l'endocarpe se durcit. Les fruits atteignent leur maturation en septembre-octobre.¹²

3- Exigences de l'olivier :

Les exigences de l'olivier varient entre des besoins climatiques, sol et culturales.

3.1- Exigences climatiques :

3.1.1-Exigences photopériodiques :

L'olivier croît normalement dans les zones subtropicales et méditerranéennes : on le rencontre entre 22° et 45 ° nord, dans l'hémisphère nord. En altitude, sa culture s'étend jusqu'à l'équateur, dans les Andes. Dans l'hémisphère sud, il existe de l'Equateur (en altitude) au 37ème parallèle, au Chili, et en Argentine) ; il prospère aussi sur les hauts plateaux du sud de l'Angola, en Afrique du Sud et en Australie.¹³

Il semble donc que l'espèce *Olea Oleupea*, ou au moins certaines variétés ou cultivars bien adaptés, est susceptible de fructifier plus ou moins régulièrement, quel que soit le régime photopériodique de la région : plus qu'à la photopériode, l'espèce paraît sensible aux variations thermo-périodiques (extrêmes jour-nuit et amplitudes entre saisons).¹³

3.1.2- Rayonnement solaire :

L'Olivier exige de fortes quantités d'énergie solaire pour assurer son développement reproductif surtout une fructification normale. Les zones de production optimale, l'énergie solaire incidente décadaire moyenne pendant les phases de différenciation des bourgeons à fruit, de floraison puis de fructification, demeurent régulièrement supérieures à 1800 J.cm² par jour.¹³

3.1.3-Température :

La culture de l'olivier est associée à la zone méditerranéenne, caractérisée par la douceur et l'humidité de l'hiver et la chaleur sèche de son été. L'olivier peut résister à la chaleur (jusqu'à +40°C) grâce à ses racines très importantes surtout si son alimentation hydrique est satisfaisante, cependant il craint le froid. Les températures négatives peuvent être dangereuses, particulièrement si elles se produisent au moment de sa floraison (LOUSSERT et BROUSSE,

1978). Les derniers auteurs ont montré que des températures de -7°C provoquent des dégâts qui peuvent être importants si elles surviennent brutalement, même sur les arbres en période de repos.¹³

3.1.4-Hygrométrie :

L'olivier redoute des taux d'humidité élevés de l'air ambiant, ce qui interdit sa culture à proximité immédiate de la mer. Une humidité excessive et permanente favorise le développement de certains parasites (maladies cryptogamiques) (LOUSSERT et BROUSSE, 1978).¹³

3.2-Sol :

Le sol doit être profond, perméable, bien équilibré en éléments fins (50% d'argile + limons) et 50% en éléments grossiers (sables moyens et grossiers). Le pH peut aller jusqu'à 8 à 8,5 avec, cependant des risques d'induction de carence en fer et en magnésium (cas de sols trop calcaires).¹⁴

3.3-Exigences culturales :

L'entretien du sol vise principalement à éliminer la végétation spontanée qui concurrence les oliviers pour l'eau et les nutriments. L'espacement des arbres et des techniques culturales légères améliorent l'aération, l'incorporation des engrais, la perméabilité du sol et limitent l'évaporation de l'eau.¹⁵

L'irrigation est possible en cas de sécheresse persistante, surtout au printemps pour favoriser la croissance et jusqu'à la véraison en été afin de réduire les pertes d'eau et favoriser la lignification du noyau.¹⁵

La taille des oliviers se décline en plusieurs types :

- **Taille de formation** : oriente la croissance des jeunes arbres et accélère l'entrée en production.
- **Taille de fructification** : équilibre la frondaison et la nutrition de l'arbre.
- **Taille de rajeunissement** : renouvelle les rameaux fructifères en supprimant les plus âgés.
- **Taille de régénération** : plus sévère, elle rénove la charpente des arbres âgés pour favoriser une nouvelle frondaison.¹⁵

4-L'oléiculture dans le monde :

L'olivier, *Olea europaea* L., est la seule espèce de la famille des Oleaceae qui produit un fruit comestible. L'initiation de sa culture remonte à environ 5 000 à 6 000 ans dans la partie Est de la Méditerranée et les zones sous-jacentes (FERNANDEZ-DIEZ, 1971). Elle s'est par la suite diffusée dans plusieurs régions dont le climat est proche de celui dit méditerranéen tel que de l'Australie, le Sud de l'Afrique, le Chili et d'autres à climat tempéré telles que la Nouvelle-Zélande et l'Argentine. Il y a environ 850 millions d'arbres productifs dans le monde, couvrant une superficie équivalente à plus de dix millions d'hectares.¹⁶

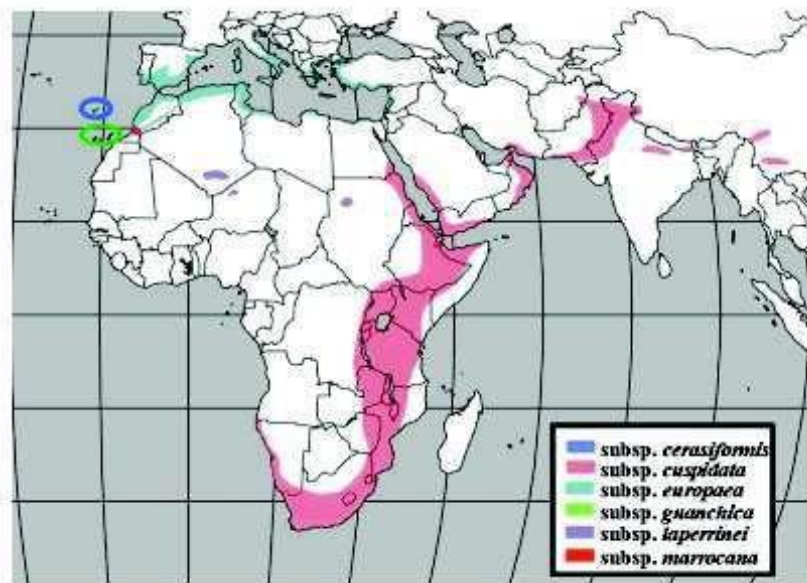


Figure 10: L'oléiculture dans le monde.

5-L'oléiculture en Algérie :

Les plantations d'oliviers en Algérie sont localisées à 80% dans les zones de montagnes et de piémonts avec une pluviométrie annuelle de 350 à 900 mm.

La superficie des oliveraies est passée de 165 000 ha en 1999 à 312 000 ha en 2008, grâce au Plan National de Développement Agricole et Rural (PNDAR). L'oliveraie de table est située essentiellement dans les plaines de l'Ouest, wilaya de Mascara, Relizane et Oran, elle représente environ 18% de la superficie totale et est constituée de la variété Sigoise (KERBAOUA, 2008). La Variété Chemlal, réputée pour produire une huile d'excellente qualité, est cultivée essentiellement en Grande Kabylie où elle occupe une place importante dans l'économie de la région. Elle représente environ 40% des oliviers cultivés en Algérie (HADDADI et YAKOUB-BOUGDAL, 2010).¹⁶

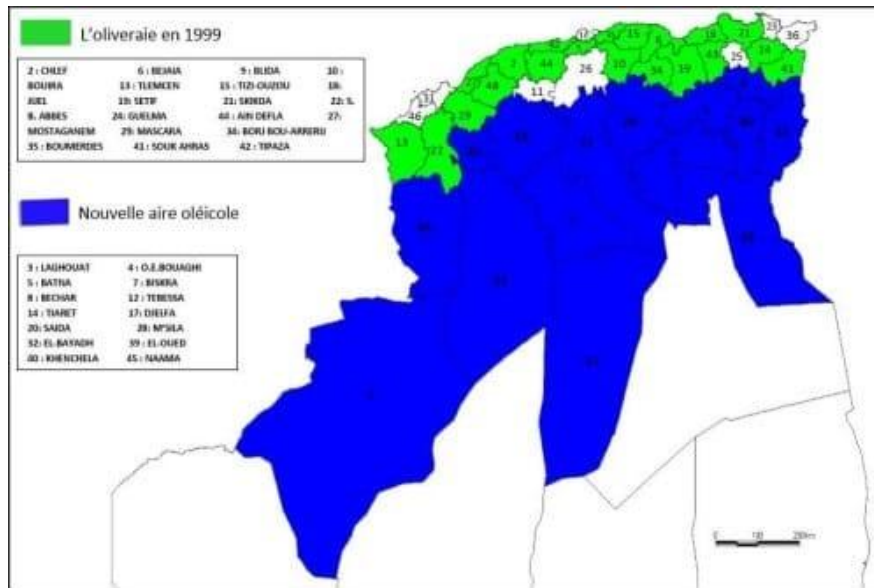


Figure 11 : L'oléiculture en Algérie.

6- Morphologie de l'olivier :

L'olivier est un arbre de 6 à 15m de hauteur, à tronc tortueux et à écorce grisâtre, crevassé. Les feuilles sont blanches argentées à la face inférieure, vertes grisâtres à la face supérieure, opposées, persistantes, coriaces, lancéolées. Les fleurs, petites et blanches, à quatre pétales, sont réunies en grappes dressées. Les fruits, olives, sont des drupes ovoïdes, vertes puis noires à maturité, pour les noires ; d'autres couleurs sont bien connues (vert, violet...). Le noyau est dur et fusiforme.¹⁷



Figure 12 : L'olivier.

7- Caractéristiques morphologiques :

7.1. Le système racinaire :

Le développement du système racinaire de l'arbre dépend des caractéristiques physicochimiques du sol, sa profondeur, sa texture et sa structure. A l'état adulte, l'olivier présente deux trois racines pivotantes qui s'enfoncent profondément et de celles-ci, part un système racinaire peu profond à développement latéral, qui donne naissance à des racines secondaires et des radicelles pouvant explorer une surface de sol considérable (**Kasraoui, 2010**).¹⁸

7.2. Le système aérien :

7.2.1- Le tronc :

C'est le principal support de l'arbre (un soutien à l'arbre) ; sur jeune arbre, le tronc est lisse de couleur grise verdâtre, puis devient en vieillissant noueux, fendu et élargi à la base. Il prend une teinte grise foncé et donne naissance à des cordes (Loussert et Brousse, 1978). Ces charpentières se ramifient en sous-charpentières. Les feuilles portées sur les rameaux ont une position opposée et elles sont de petite taille (de 3 à 8 cm de long et de 1 à 2,5 cm de large), de durée de vie moyenne de deux années et demie. La forme, la taille et les caractéristiques de la feuille de l'olivier peuvent être différentes selon les cultivars, mais les caractéristiques principales sont les mêmes dans la plupart des variétés.¹⁹

7.2.2- Les fleurs :

Les fleurs sont petites, ovales, blanches et odorantes. Elles sont disposées en grappes (en moyenne de 10 à 40) dressées à l'aisselle des feuilles (**Fabbri et Benelli, 2000**). Les fleurs individuelles peuvent être hermaphrodites ou staminées (**Loussert et Brousse, 1978**).¹⁹



Figure 13: Les fleurs de l'olivier.

7.2.3-Les fruits :

La période de la mise à fruit s'étale d'octobre à novembre les fruits sont ovoïdes gros (1.5 à 2 cm), longtemps verts, puis noirs à complète maturité, de forme variable suivant les variétés à pulpes charnue huileuse. ¹⁹



Figure 14: Les fruits de l'olivier.

7.2.4-Les feuilles :

L'olivier est un arbre à feuillage persistant, ses feuilles coriaces et vernissées révèlent sa parfaite adaptation à la sécheresse (**Serge, 2012**). Les feuilles sont persistantes et d'une durée de vie de trois ans, elles confèrent à la famille des Oléacées un caractère botanique du fait de leur disposition opposée sur le rameau indiquant que la forme et les dimensions des feuilles sont très variables suivant les variétés, elles peuvent être ovales ; oblongues ; lancéolées oblongues et parfois linéaires. Les dimensions de la feuille varient de 3 à 8 cm de long et de 1 à 2,5 cm de large. ¹⁹



Figure 15: Les feuilles de l'olivier.

8-Techniques d'extraction et métabolites secondaires :

8.1-Extraction végétale :

Le principe d'extraction végétale repose sur l'isolement des constituants ou de composés d'intérêt présents à l'intérieur des plantes. En effet c'est une extraction dite solide/liquide du fait que la matière végétale qui présente un état solide est mise en contact avec un liquide qui présente le solvant.²⁰

La solubilisation donne une solution (principe actif et solvant) qui constituent l'extrait ensuite elle est isolée de la matière végétale par une technique de filtration ou de centrifugation.²⁰

8.2- Méthodes d'extractions classiques :

Ces méthodes consistent à la séparation des parties médicalement actives des tissus végétaux en utilisant des solvants sélectifs, et parmi eux on trouve:

8.2.1-La macération :

Cette technique d'extraction est la plus simple qui existe mais nécessite l'utilisation d'une très grande quantité de solvant et qui consiste à laisser tremper la matrice végétale avec un solvant dans un récipient bouché à température ambiante pendant une durée déterminée (allant de quelques heures au quelques jours) tout en agitant fréquemment.²¹

Ce traitement permet de ramollir et de briser les parois cellulaires de la plante afin de libérer les molécules cibles puis le mélange est ensuite filtré ou pressé.²¹

8.2.2-La décoction :

Elle s'applique généralement aux parties les plus dures de la plante, ou le solide est plongée dans un solvant porté à l'ébullition. L'extrait est ensuite refroidi et filtré et le filtrat est recueilli dans des récipients propres.²²

8.2.3-L'infusion :

Cette méthode convient à l'extraction des constituants bioactifs qui sont facilement solubles.

Elle consiste à verser un solvant chaud (proche de l'ébullition) sur le solide puis le laisser tremper pour dissoudre les substances solubles.²³

Tableau 2: Résumé des techniques appliquées dans l'extraction des composés bioactifs des feuilles d'olivier

Nature de l'étude	Méthodes d'extractions	Avantages	Références
Optimisation de l'extraction de l'oleuropéine, les flavonoïdes, la lutéoline-7-Oglucoside	Extraction liquide sous pression. Solvant : éthanol/eau.	- Isolement efficace des composés phytochimiques. -faible coût d'exploitation. -grande vitesse et meilleure récupération.	(Lama-Muñoz et al., 2019)
Étude des différentes méthodes d'extraction et évaluation de l'influence des paramètres conçus sur la récupération des phénoliques totaux et de l'activité antioxydante	-Extraction assistée par micro-ondes (MAE). -Extraction assistée par ultrasons (UAE). -Extraction conventionnelle par macération.	MAE : Méthode rapide et plus efficace. UAE : Une température plus basse fournit une meilleure qualité et un rendement plus élevé.	(Da Rosa et al., 2019)
Développement efficace de l'extraction phénolique à l'aide de décharges électriques à haute tension par rapport à la méthode conventionnelle	Voltages à haute tension (analyse de caractérisation réalisée par chromatographie liquide ultra-performante couplée à la spectrométrie de masse en tandem).	-utilisation de solvants organiques. -méthode d'extraction efficace (forte extractibilité).	(Žuntar et al., 2019)
Amélioration du rendement de l'isolement de l'oléuropéine	Technique d'extraction hybride : l'extrait éthanolique aqueux (issu de l'extraction liquidesolide) a été soumis à une extraction supercritique par antisolvant pour obtenir de l'oléuropéine précipitée/concentrée.	Méthode efficace qui permet la précipitation et la formation de poudre d'oléuropéine ; -Seules des traces d'éthanol subsistent dans l'extrait final.	(Baldino et al., 2018)
Investigation des composés phénoliques totaux par le développement de l'extraction par fluide supercritique	Extraction par fluide supercritique	-Haute vitesse de séparation avec isolement sélective. -Méthode automatisés. -nécessite moins de solvant.	(Le Floch et al., 1998)

IV. Généralité sur les composés phénoliques :

Les composés phénoliques ou les polyphénols sont des produits du métabolisme secondaire des végétaux, et sont distribués dans tous les organes de la plante (Apak et al., 2007). Ils sont caractérisés par la présence dans leur structure d'au moins un noyau benzénique auquel est directement lié au moins un groupe hydroxyle, libre ou engagé dans une fonction éther, ester, ou hétéroside (Bruneton, 1999; Handique et Baruah, 2002).²⁴

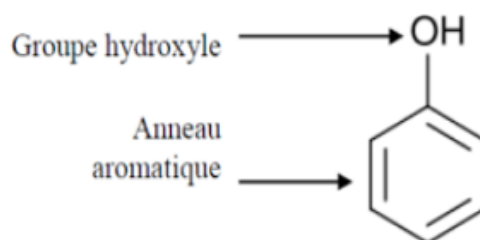


Figure 16: Structure de base des polyphénols (Manallha, 2012).

Dans la cellule, les composés phénoliques sont essentiellement localisés sous forme soluble dans les vacuoles. Ils peuvent également s'accumuler dans les parois végétales.

Ces composés formant une grande famille de plus de 8000 composés chimiques (Bouchouka, 2016) sont classés en deux groupes : les composés flavonoïdes et les composés non flavonoïdes dont les tanins.²⁴

1-Les flavonoïdes :

Les flavonoïdes représentent la majorité des composés phénoliques qui sont caractérisés par leurs faibles poids moléculaires. Les flavonoïdes sont responsables de la pigmentation chez les plantes, ces pigments sont responsables des colorations (jaune, orange, rouge) de divers organes de la plante (Chdira, 2005).

Les flavonoïdes partagent tous la même structure de base (squelette) à quinze atomes de carbone qui sont combinés à une configuration C6-C3-C6 (Tapas et al., 2008). Constitué de deux noyaux benzéniques A et B accolés par un cycle pyranique central.²⁵

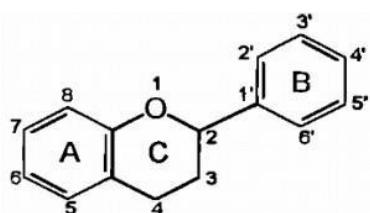


Figure 17: Structure des bases des flavonoïdes.

2- les tanins :

La majeure propriété de ces substances est leur capacité à se lier à de grosses molécules comme les protéines.

Deux groupes de tanins différents par leur structure et par leur origine biogénétique, ce sont : Les tanins hydrolysables, Les tanins condensés.²⁶

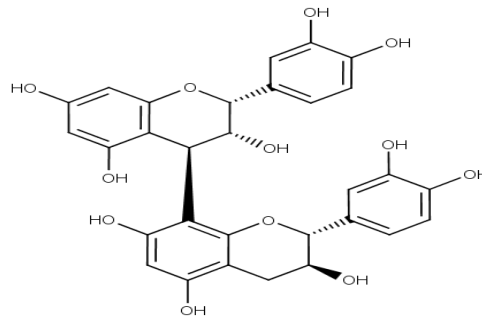


Figure 18 : Structure des tanins.

➤ Les composés phénoliques des feuilles d'olive :

Les feuilles d'olivier (*Olea europaea*) contiennent des composés phénoliques aux propriétés bioactives importantes, tels que des flavonoïdes, des acides phénoliques et les tanins. Ces composés sont reconnus pour leurs effets antioxydants, anti-inflammatoires et antimicrobiens.²⁷

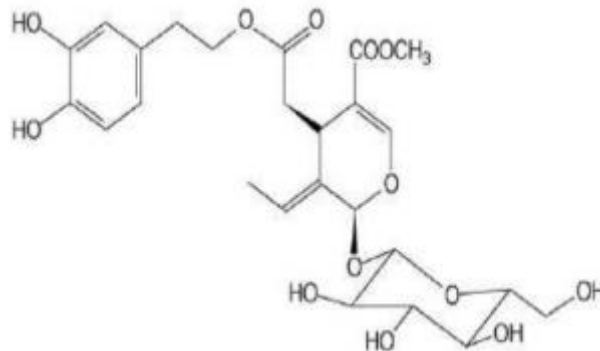


Figure 19 : Structure chimique de l'oleuropéine, composé majeur de L'extrait de feuille d'olivier.

3-Activités d'*Olea europaea* :

L'olivier et ses composants sont connus pour exercer plusieurs effets bénéfiques en raison de leur activité antioxydant, antimicrobienne, anti-inflammatoire et leur effet chimio préventif

3.1- activité antioxydant :

C'est la capacité d'une substance à retarder ou à prévenir les dommages causés par les radicaux libres, en effet, cette activité correspond à sa capacité à résister à l'oxydation.²⁸

De plus, ces substances appelées antioxydants, possèdent plusieurs mécanismes physiologiques comme le piégeage des radicaux libres ou et par activations des enzymes antioxydants où les superoxydes dismutases SOD éliminent les radicaux superoxydes par dismutation du radical en H₂O₂ et en OH⁺ et OH⁻ dans la mitochondrie et cytosol et les érythrocytes.²⁹

3.1.1- Radical libre:

Un radical libre est une espèce chimique, molécule, morceau de molécule ou simple atome, capable d'avoir une existence indépendante (libre) en contenant un ou plusieurs électrons célibataires et cela lui confère une grande réactivité donc une demi-vie très courte. En effet, ce radical libre aura toujours tendance à remplir son orbitale en captant un électron pour devenir plus stable et il va donc se réduire en oxydant.³⁰

3.1.2- Stress oxydatif:

Le stress oxydatif ou oxydant est défini comme un déséquilibre entre la production d'espèces réactives de l'oxygène (ERO) et la défense antioxydant où les pro-oxydants (ERO) dominent largement les antioxydants qui est du plusieurs causes: le dysfonctionnement de la chaîne mitochondriale, Activation de certains enzymes (comme la xanthine oxydase, la NADPH oxydase, et glucose oxydase) et également oxydation de certaines molécules comme le glucose et l'hémoglobine.³¹

Ce déséquilibre entrainera plusieurs conséquences notamment des dommages sur les tissus et les cellules en causant des maladies et des vieillissements accélérés comme il peut également altérer des fonctions cognitives en contribuant à des troubles neurodégénératifs.

3.2-Activité antibactérienne :

L'activité antibactérienne est la capacité d'une substance ou d'un agent à tuer ou à inhiber la croissance des bactéries, comme les antibiotiques, et conduit à réduire globalement leur efficacité dans le temps du fait de la capacité d'adaptation de ces derniers.

La sensibilité des bactéries aux antibiotiques est déterminée principalement par deux techniques:

La mesure de la concentration minimale inhibitrice qui consiste à mesurer la première concentration qui inhibe la croissance d'une souche bactérienne qui est appelé méthode par dilution, et la mesure d'un diamètre d'inhibition autour d'un disque contenant une quantité connue d'antibiotiques obtenue sur une gélose inoculée avec la souche étudiée qui est appelé méthode par diffusion.³²

3.3-Activité antimicrobienne :

L'huile d'olive et les extraits d'olive ont une activité antimicrobienne grâce à certains composés appelés phénols. Ces substances empêchent la croissance de plusieurs bactéries dangereuses. Des chercheurs ont montré que les formes spéciales de deux composés, l'oléuropéine et le ligstroside, sont les plus efficaces. Ils se trouvent principalement dans les olives et sont responsables d'une grande partie de l'effet antimicrobien.³³

3.4-Activité anti-virale :

L'extrait de feuilles d'olivier présente une activité antivirale, attribuée au calcium élénolate, un dérivé de l'acide élénolique. Le sel calcique isolé de l'acide élénolique a été testé comme un agent antiviral à large spectre, actif contre tous les virus testés. Parmi les virus inhibés par le calcium élénolate in vitro, on trouve le rhinovirus, les myxovirus, l'herpès simplex de type I, l'herpès simplex de type II, l'herpès zona, l'encéphalomyocardite, les virus de la poliomyélite types 1, 2 et 3, deux souches de virus de la leucémie, ainsi que de nombreuses souches de virus de la grippe et de para-influenza.³⁴

3.5-Activité anti-inflammatoire :

L'olive s'est avérée être un substitut sûr et peu coûteux pour réduire l'inflammation et est impliquée dans le maintien ou la régulation des gènes impliqués dans ce processus. La consommation d'olives provoque une inhibition de la cyclooxygénase et de l'enzyme lipoxygénase (Lucas et al., 2011).³⁵

3.6-Effet anti-âge :

L'olivier est riche en composés bioactifs qui confèrent à la peau des propriétés protectrices et réparatrices. Parmi ces composés, la vitamine E joue un rôle clé en tant qu'antioxydant liposoluble. Elle aide à neutraliser les radicaux libres générés par l'exposition aux rayons ultraviolets (UV), qui sont responsables du vieillissement prématuré de la peau. En limitant les dommages oxydatifs, la vitamine E contribue au maintien de l'élasticité, de l'hydratation

et de la douceur de la peau, tout en réduisant l'apparition des rides et des taches pigmentaires.³⁶

Par ailleurs, l'hydroxytyrosol, un polyphénol puissant présent dans l'olive et ses feuilles, possède une activité antioxydant exceptionnelle, bien supérieure à celle de la vitamine C. Il agit en piégeant efficacement les espèces réactives de l'oxygène produites notamment sous l'effet du stress oxydatif, de la pollution ou du rayonnement solaire. Les ROS, s'ils ne sont pas neutralisés, endommagent les cellules cutanées, entraînant une dégradation du collagène et de l'élastine, deux protéines fondamentales pour la jeunesse et la fermeté de la peau.³⁶

Ainsi, grâce à l'action combinée de la vitamine E et de l'hydroxytyrosol, l'olive et ses extraits offrent un effet anti-âge naturel, en prévenant les altérations structurelles de la peau, en soutenant sa régénération cellulaire, et en améliorant visiblement son aspect général.³⁶

4- Utilisation thérapeutique :

Tableau 3: Effets thérapeutiques et mécanismes d'actions des extraits des feuilles d'olivier

Extrait	Application In vivo / in vitro	Effets thérapeutiques	Mécanismes d'actions	Références
Extrait aqueux de feuilles de l'olivier (OLE)	In vivo : diabète de type 2 provoqué par l'injection de streptozotocine (STZ) sur des rats sains (40 mg/Kg de poids corporel)	-Traitement du diabète sucré de type 2. -OLE contrôlait efficacement le taux de glucose dans le sang, les fonctions rénales et hépatiques.	Activité antioxydante puissante avec réparation des enzymes hépatiques et prévention des complications du diabète associé au stress oxydatif	Mansour et al., 2023
Oleuropéine (19,8 %), lutéoline-7-Oglucoside (0,04 %), apigénine-7-	In vitro : Les leucocytes du sang périphérique de six volontaires en bonne santé (4	-protection des leucocytes du sang périphérique contre les	-Activation synergique de plusieurs mécanismes moléculaires tels que le piégeage des	

O-glucoside (0,07 %), quercétine (0,04 %) et 0,02 % d'acide caféique.	femmes et 2 hommes)	dommages à l'ADN induits par l'adrénaline	espèces réactives de l'oxygène (ROS) et l'augmentation de la capacité antioxydante des cellules.	Cabarkapa et al., 2014
Aromadendrine (dihydrokaempférol)	In vitro : Kératinocytes humaines NCTC 2544	Modulation de l'inflammation	-Diminution marquée de l'expression des molécules membranaires (ICAM-1) et de la libération de facteurs inflammatoires solubles (MCP-1 et IL-8) induite par l'IFN- γ et l'histamine dans les kératinocytes normaux NCTC 2544	Venditti et al., 2013
Oléuropeine (356 mg/g), tyrosol (3,73 mg/g), hydroxytyrosol (4,89 mg/g) et acide caféique (49,41 mg/g)	In vivo : Trente-cinq rats SpragueDawley : administration la gentamicine (100 mg/kg/j)	Amélioration de la néphrotoxicité à la gentamicine	-Inhibition de la peroxydation lipidique, augmentation du contenu en glutathion rénal et activité des enzymes antioxydantes	Tavafi et al., 2012

Références bibliographique:

- [1]. Goodwin, C. (2011). Anatomy and Physiology of the Skin. *Journal of the Dermatology Nurses' Association*, 3(4), 203-213.
- [2]. Hsu, Y.C.; Li, L.; Fuchs, E. Emerging interactions between skin stem cells and their niches. *Nat. Med.* 2014, 20, 847–856.
- [3]. Ovaere, P.; Lippens, S.; Vandenabeele, P.; Declercq, W. The emerging roles of serine protease cascades in the epidermis. *Trends Biochem. Sci.* 2009, 34, 453–463.
- [4]. Shirshin, E.A.; Gurfinkel, Y.I.; Priezzhev, A.V.; Fadeev, V.V.; Lademann, J.; Darvin, M.E. Two-photon autofluorescence lifetime imaging of human skin papillary dermis in vivo: Assessment of blood capillaries and structural proteins localization. *Sci. Rep.* 2017, 7, 1171.
- [5]. Wong, R.; Geyer, S.; Weninger, W.; Guimberteau, J.C.; Wong, J.K. The dynamic anatomy and patterning of skin. *Exp. Dermatol.* 2016, 25, 92–98.
- [6]. Keaney, T. C. (2016). Aging in the male face: intrinsic and extrinsic factors. *Dermatologic Surgery*, 42(7), 797-803.
- [7]. Supe, S., & Takudage, P. (2021). Methods for evaluating penetration of drug into the skin: A review. *Skin research and technology*, 27(3), 299-308.
- [8]. **Derras, M. I., Bechlaghem, M. (2017).** Essais de mise au point de formulation d'une crème cosmétique hydratante anti âge. Thèse de Doctorat, Université Abou bekr belk aïd faculté de médecine, Telemcen.
- [9]. Márquez, A. L., Medrano, A., Panizzolo, L. A., & Wagner, J. R. (2010). Effect of calcium salts and surfactant concentration on the stability of water-in-oil (w/o) emulsions prepared with polyglycerol polyricinoleate. *Journal of colloid and interface science*, 341(1), 101-108.
- [10]. Doumeix, O. (2001). Les émulsions. *Opérations unitaires en génie biologique Scéren CNDPCRD*.
- [11]. (Hammad, M., Moudir, Y., & Moudir, A. (2024). *Formulation d'une crème cicatrisante à base de produits biosourcés*).
- [12]. (Foudia, S. (2011). *Etude de la verticilliose de l'olivier, Olea europaea L., variété Chemlal* (Doctoral dissertation, Alger).
- [13]. Baldy, C. (1990). Le climat de l'olivier (*Olea europaea L.*). *Ecologia mediterranea*, 16(1), 113-121.
- [14]. Connell, J.H. and P.M. Vossen. 2007. Organic Olive Orchard Nutrition. In: Vossen, P.M., Ed., Organic Olive Production Manual, Publication 3505, University of California, Oakland, California, 37-43.

- [15]. (Foudia, S. (2011). *Etude de la verticilliose de l'olivier, Olea europaea L., variété Chemlal* (Doctoral dissertation, Alger).
- [16]. Berkal, D., Guendoul, T. N., & Rouane Amghar, K. (2022). *Analyse quantitative et évaluation des activités antioxydantes d'extrait de graines et Evaluation des activités antibactérienne et antibiofilms des extraits bruts de feuilles l'olivier de Laperrine Olea europaea subsp. laperrinei (Batt. et Trab.) Cifferi sur deux souches bactériennes.*
- [17]. (Foudia, S. (2011). *Etude de la verticilliose de l'olivier, Olea europaea L., variété Chemlal.*
- [18]. Oukkal, Y. (2014). *Mis en évidence des symbiotes mycorhizien dans les racines de l'olivier (olea europea L.) après apport de margines sous une oliveraie de l'ITAF de Sidi Aich (Wilaya de Bejaïa)* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- [19]. Benrabia Assia, B. Z. (2023). *La biodiversité de l'olivier: Etude de la plante de l'olivier: Chorologie, écologie et phytochimie.* (Doctoral dissertation).
- [20]. Rasul.2018. Conventional Extraction Methods Use in Medicinal Plants, Their Advantages and Disadvantages.
- [21]. Manuscrit_Alice_Dallarmellina. 2021, Extraction-formulation de produits naturels issus du végétal dans des émulsions stables et conception de formulations sèches bioactives, Thèse de doctorat, avignon.
- [22].Rasul.2018. «Conventional Extraction Methods Use in Medicinal Plants, Their Advantages and Disadvantages >>».
- [23]. Abdullahi et Mainul, 2020, preparation of medicinal plant basic extraction and fractionation procedures for experimental purpose.
- [24]. Ghedira, K. (2008). L'olivier. *Phytothérapie*, 6(2), 83-89.
- [25]. Benalia Hassina, N. D. (2020). *Evaluation de l'activité antioxydant de l'extrait des feuilles d'olivier* (Doctoral dissertation).
- [26]. Hagerman, A.E., & Butler, L.G. (1978). Protein precipitation method for the quantitative determination of tannins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 26(4), 809–812.
- [27]. Djenane, D., Yangüela, J., Derriche, F., Bouarab, L., & Roncales, P. (2012). Utilisation des composés de feuilles d'olivier comme agents antimicrobiens; application pour la conservation de la viande fraîche de dinde. *Nature & Technology*, (7), 53.
- [28]. Medjekal, Saker, Ghadbane,2016, Benderradji, Bousseboua, Etude phytochimique et activités biologiques d'une plante médicinale de la région de m'sila Mentha pulegium L.

- [29]. Mc Cord JM, Fridovich I. Superoxyde dismutase : les vingt premières années. *Free Rad Biol Med* 1988 ; 5 : 363-9.
- [30]. Halliwell B. Mécanismes impliqués dans la génération de radicaux libres. *Pathologie Biologie* 1996 ; 44 : 6-13
- [31]. Joël, Bonjean, Cayeux Jean-Olivier. Mécanismes physiologiques de la défense antioxydante Physiological action of antioxidant defences. *Nutrition clinique et métabolisme* 16 (2002) 233-239.
- [32]. Pascal S, Alain b, C Chauvin, Pierre-Louis Toutain. 2011. Utilisation des antibiotiques en élevage et enjeux de santé publique. *INRA Prod. Anim.*, 24, 199-204.
- [33]. Medina, E., de Castro, A., Romero, C., Brenes, M. (2006). Comparison of the concentrations of phenolic compounds in olive oils and other plant oils: correlation with antimicrobial activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(14), 4954–4961.
- [34]. Heinze, J. E., Hale, A. H., & Carl, P. L. (1975). Specificity of the antiviral agent calcium elenolate. *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 8(4), 421-425.
- [35]. Visioli, F., & Bernardini, E. (2011). Extra virgin olive oil's polyphenols: biological activities. *Current pharmaceutical design*, 17(8), 786-804.
- [36]. Viola, P., & Viola, M. (2009). Virgin olive oil as a fundamental nutritional component and skin protector. *Clinics in dermatology*, 27(2), 159-165.

Matériel et méthodes

I. Objectifs :

1-Objectif principal :

Développer une crème hydratante innovante à base d'extrait de feuilles d'olivier, en évaluant ses propriétés physico-chimiques, sensorielles et son efficacité hydratante.

2-Objectifs secondaires :

Réaliser une extraction optimale des composés actifs des feuilles d'olivier (polyphénols, flavonoïdes, etc.) en choisissant la méthode d'extraction la plus adaptée.

- **Caractériser l'extrait obtenu** (identification et dosage des principes actifs, propriétés antioxydantes, etc.).
- **Formuler différentes crèmes hydratantes anti âge** contenant cet extrait, en testant plusieurs concentrations et combinaisons d'ingrédients (phase grasse, émulsifiants, conservateurs naturels...).
- **Évaluer la stabilité physico-chimique de la formulation** (pH, viscosité, aspect, stabilité à différentes températures...).
- **Effectuer des tests sensoriels et Analyse rhéologique** (odeur, texture, étalement...).

II. Type d'étude :

Il s'agit d'une étude expérimentale, exploratoire et appliquée, menée dans le domaine de la formulation cosmétique naturelle.

III. Cadre de l'étude :

La majorité des expériences réalisées dans notre mémoire ont été effectuées au sein de la faculté des sciences de Tizi-Ouzou en particulier au niveau du laboratoire pédagogique, d'autres au niveau laboratoire de microbiologie au CHU Tizi Ouzou

Partie 01 :

Étude de la plante.

I. Matériel :

1-Matériel végétale :

1.1-Présentation de la zone d'échantillonnage :

L'échantillonnage des feuilles d'olivier a été effectué dans la région de Boukhalfa, située dans la wilaya de Tizi-Ouzou, au nord de l'Algérie. Cette zone, à vocation majoritairement rurale, est caractérisée par une forte présence d'oliveraies, exploitées traditionnellement pour la production d'huile d'olive.



Figure 20 : Récolte des feuilles d'oliviers.

1.2-Localisation géographique :

Boukhalfa se trouve à environ 7 km au sud-ouest du centre-ville de Tizi-Ouzou, à une altitude moyenne avoisinant les 250 à 300 mètres. Elle est localisée dans la région de Kabylie, connue pour son relief vallonné, son climat méditerranéen et sa richesse en biodiversité végétale.

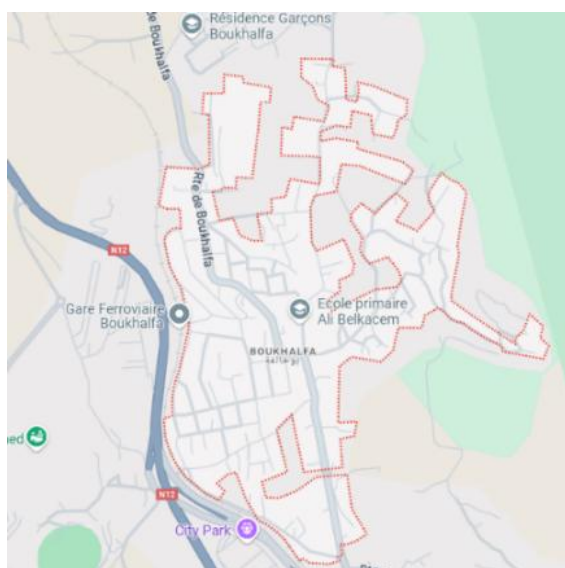


Figure 21: Localisation de la région de Boukhalfa.

1.3- Climat et conditions de collecte :

Le climat de la région est de type méditerranéen, avec des hivers doux et humides. La collecte des échantillons a été réalisée au cours du mois de janvier, période correspondant à la fin de la Taille hivernale des oliviers. Les conditions météorologiques durant cette période étaient fraîches, avec des températures moyennes comprises entre 10 °C et 16 °C, ce qui garantit la préservation des principes actifs thermosensibles dans les feuilles.

1.4-Justification du choix de la zone :

La région de Boukhalfa a été choisie pour :

- La **disponibilité et l'abondance** des oliviers, cultivés sans intrants chimiques majeurs.
- La **qualité des feuilles**, récoltées à l'état frais et sain.
- La **proximité géographique**, facilitant une collecte rapide et le transport immédiat au laboratoire, limitant ainsi l'oxydation ou la dégradation des composés bioactifs

2-Séchage :

Après la collecte, les feuilles d'olivier ont été soigneusement triées afin d'éliminer les feuilles abîmées, jaunies ou présentant des signes de contamination. Le séchage a été effectué à l'air libre, dans un espace propre, sec et bien ventilé, à l'abri de la lumière directe du soleil, afin de préserver les composés bioactifs thermosensibles (notamment les polyphénols et flavonoïdes).



Figure22: Séchage des feuilles d'oliviers à l'air libre.

3-Broyage :

Une fois le séchage complet, les feuilles d'olivier ont été soumises à une étape de broyage afin de réduire leur taille et faciliter l'extraction des composés bioactifs. Le broyage a été

réalisé à l'aide d'un broyeur à café électrique propre et sec, permettant d'obtenir une poudre fine.



Figure23: Broyage des feuilles d'oliviers.

II Méthode :

1-Screening phytochimique :

1.1-Préparation de l'extrait méthanolique à tester :

Dans le but d'extraire efficacement les composés phytochimiques des feuilles d'olivier, une **macération à chaud** a été réalisée. Cette méthode permet d'accélérer l'extraction des principes actifs grâce à une température modérée, tout en évitant leur dégradation.

➤ *Protocole expérimental :*

- *Matière végétale utilisée* : 10 g de poudre de feuilles d'olivier séchées.



Figure24: Pesée de 10g de poudre de feuilles d'oliviers.

- **Solvant d'extraction** : Méthanol à 70 % (v/v), en raison de sa bonne capacité d'extraction des composés polaires et semi-polaires.
- **Volume de solvant** : 100 ml.
- **Méthode** :
 - La poudre végétale a été placée dans un bécher contenant le solvant.
 - Le mélange a été chauffé à une température contrôlée à **50 °C** pendant **1h30min**, à l'aide d'un bain-marie.
 - Une agitation régulière a été maintenue durant l'extraction pour favoriser le contact solvant/plante.
- Filtration après refroidissement à température ambiante, le mélange a été filtré à l'aide de papier filtre.



Figure 25: Le filtrat utilisé pour les tests phytochimiques.

1.2-Préparation de réactif de Wagner :

Dissoudre 2g d'iodure de potassium (KI) et 1,27 g d'iode ont été dissout dans 100 ml de l'eau distillée.³⁷

1.3-Préparation des solutions :

➤ **Solution de Chlorure Ferrique alcoolique à 2%:**

Dissoudre 2g de chlorure ferrique (FeCl₃) ont été dissout dans 100 ml de méthanol.

➤ **Solution de Chlorure d'Aluminium a 2%:**

Dissoudre 2 g de chlorure d'aluminium (AlCl₃) ont été dissout dans 100 ml de l'eau distillée.

1.4- Caractérisation qualitatif :

1.4.1- Test pour les polyphénols:

Le test a été réalisé selon la méthode décrite par Wagner (1983). A 2 ml d'extrait est ajoutée une goutte de chlorure ferrique alcoolique à 2% et l'apparition d'une couleur bleue plus ou moins foncée ou d'un vert noirâtre indique leurs présences".³⁸

1.4.2- Test pour les Tanins:

2 ml de $FeCl_3$ a été ajouté à 2 ml de filtrat. L'apparition d'une couleur bleue noir indique la présence des tanins dans l'extrait.³⁹

1.4.3- Test pour les flavonoïdes:

Quelques gouttes d'une solution d'aluminium ($AlCl_3$) à 2% ont été ajoutées à une portion de l'échantillon. Une coloration jaune indique la présence de présence de flavonoïdes.⁴⁰

1.4.4- Test pour les saponines :

5 ml d'eau distillée sont ajoutés à 0,5 ml du filtrat de l'extrait. Le mélange est agité pendant 15 secondes, et laissé au repos durant 15 minutes. L'apparition d'une mousse persistante d'une hauteur de 1 cm indique la présence de saponines.⁴¹

1.4.5- Test pour les quinones :

Sur un volume de chacun de nos extraits, on ajoute quelques gouttes de NaOH 1%. L'apparition d'une couleur qui vire au jaune, rouge ou violet indique la présence des quinones libres (Oloyde, 2005).⁴²

2- Procédure d'extraction des polyphénols :

100g de poudre végétale de la plante sont introduits dans un bécher contenant 1500 ml d'un mélange eau-éthanol (50/50, V/V)

Le becher est ensuite placé dans un bain thermostaté réglé à une température de 50 °C et ce afin d'effectuer le processus d'extraction sous chauffage modéré.

Le mélange est soumis à une agitation à hélice d'environ 100 tr/min durant 1h30min, et l'infusé obtenu est ensuite filtré à l'aide d'un papier filtre standard de marque Medilips et récupération du filtrat obtenu.

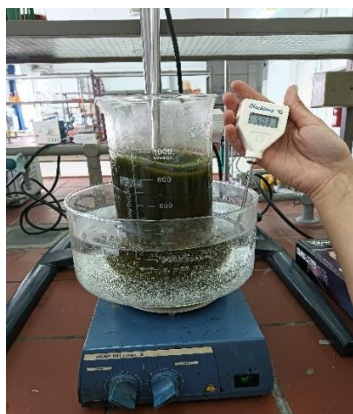


Figure 26 : Extraction des polyphénols des feuilles d’oliviers.

100 ml d'hexane ont été ajouté au filtrat obtenu. Après décantation, la phase hydroalcoolique a été récupérée. Cette étape est faite 3 fois. L'objectif derrière cette étape est d'éliminer le maximum de corps gras de notre extrait.



Figure 27 : Décantation de l’extrait hydro-ethanolique avec l’hexane.

La phase eau-éthanol récupérée est soumise à une centrifugation à 6000tr/min pendant 3min.



Figure 28 : Centrifugation de l’extrait récupéré.

Elimination de l'éthanol par évaporation sous vide en se servant d'un évaporateur rotatif réglé à une température de 50°C.



Figure 29 : Elimination de l'éthanol par l'évaporateur rotatif.

La phase aqueuse obtenue a été mélangée avec le Chloroforme ($v = 200\text{ml}$) pour éliminer les pigments. Cette étape est faite 2 fois.

Séparation des deux phases, aqueuse et chloroformique de l'extrait par décantation et récupération de la phase aqueuse.

Elimination de l'eau par évaporation à l'aide d'une étuve réglée à une température 70°C pour obtenir l'extrait final des polyphénols.

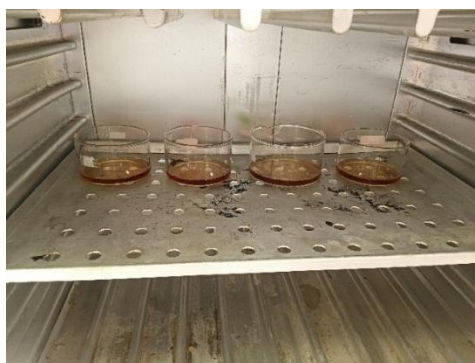


Figure 30 : Elimination de l'eau à l'étuve.

➤ **Détermination de rendement:**

Le poids de l'extrait sec est déterminé entre le poids des verreries pleines (après séchage) et le poids de la verrerie vide.

$$R(\%) = x = \frac{m_e}{m_0} \times 100$$

3-Dosage des métabolites secondaires :

3.1-Dosage des polyphénols totaux:

➤ *Principe:*

Le dosage des polyphénols totaux est une méthode colorimétrique utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce réactif réagit avec les groupes hydroxyles des polyphénols pour former un complexe bleu dont l'absorbance est mesurée à 765 nm et leur concentration est ensuite déterminée par comparaison avec une courbe standard d'acide gallique.⁴³

➤ *Mode opératoire :*

La teneur totale en composés phénoliques a été déterminée dans les extraits de feuille d'olivier selon la méthode décrite par Mc Donald et al. (2001), en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. À 0,5 ml de l'extrait éthanolique (3mg/ml), ajouter respectivement 5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu (dilué au dixième avec de l'eau distillée) et 4 ml de carbonate de sodium (1 M). Après 15 minutes d'incubation à température ambiante, la densité optique a été mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre à 765 nm. L'acide gallique, a été préparé dans un mélange de solvants éthanol/eau (50/50, v/v), et a été utilisé comme étalon à des concentrations allant de 0 à 250 mg/L.

La teneur totale en composés phénoliques de l'extrait a été exprimée en équivalents d'acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/gMS).⁴⁴

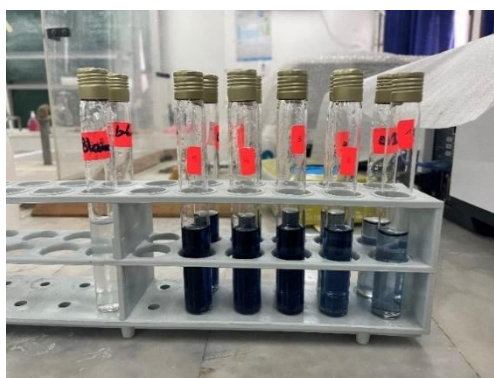


Figure 31 : Les solutions d'acide gallique utilisé pour la courbe d'étalonnage.

3.2-Dosage des flavonoïdes :

➤ *Principe :*

Le chlorure d'aluminium $AlCl_3$ forme des complexes acides stables avec le groupe cétone en position (4) et l'un des deux groupes hydroxyles sur les positions C3 et C5 chez les flavones et les flavonols, comme il forme aussi des complexes acides labiles avec les groupes ortho-dihydroxyls dans les deux cycles A et B des flavonoïdes. Ces complexes formés sont caractérisés par une longueur d'onde d'absorption moyenne de 415nm.⁴⁵

➤ **Mode opératoire :**

La méthode colorimétrique au chlorure d'aluminium a été utilisée pour la détermination des flavonoïdes (Chang et al, 2002). Chaque extrait de plante (0,5 ml d'une solution à 1:10 g/ml dans le méthanol) a été mélangé séparément avec 1,5 ml de méthanol, 0,1 ml de chlorure d'aluminium à 10 %, 0,1 ml d'acétate de potassium 1 M et 2,8 ml d'eau distillée. Le mélange a été laissé à température ambiante pendant 30 minutes ; l'absorbance du mélange réactionnel a ensuite été mesurée à 415 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV/Visible.⁴⁶ La teneur totale en flavonoïde de l'extrait a été exprimée en équivalents de la quercétine par gramme de matière sèche (mg EAG/gMS).



Figure 32 : les solutions de la quercétine utilisé pour la courbe d'étalonnage.

4- Activité biologique :

4.1-Activité antioxydant :

➤ *Principe :*

Le test DPPH (diphénylpicrylhydrazyl) est une méthode largement utilisée dans l'analyse de l'activité antioxydant.

En effet, le DPPH se caractérise par sa capacité à produire des radicaux libres stables. Cette stabilité est due à la délocalisation des électrons libres au sein de la molécule. La présence de ces radicaux DPPH donne lieu à une coloration violette foncée de la solution. La réduction des radicaux DPPH par un agent antioxydant entraîne une décoloration de la solution, le changement de couleur peut être suivi par spectrophotométrie à 517nm et de cette façon le potentiel antioxydant d'une substance ou un extrait de plante peut être déterminée.⁴⁷

➤ **Protocole :**

La méthode utilisée a été décrite par Molyneux (2003). Une quantité de 4 mg de poudre de DPPH• a été dissoute dans 100 mL de méthanol. Dans chaque tube à essai contenant 0,8 mL d'une solution méthanolique de l'extrait testé à différentes concentrations initiales (0.05; 0.074 ; 0.1 ; 0.15 et 0.2 mg/mL), la solution de DPPH• (3,2 mL) a été rajoutée. L'acide ascorbique, utilisé comme antioxydant de référence, a également été testé à des concentrations : (0.06 ; 0.09 ; 0.12 ; 0.18 et 0.25mg/ml) La lecture de l'absorbance a été faite au bout de 30 minutes au spectrophotomètre à 517 nm en utilisant méthanol comme blanc.⁴⁸

L'activité antioxydante liée à l'effet de piégeage du radical DPPH est exprimée en pourcentage d'inhibition (PI) à l'aide de la formule suivante :

$$PI\% = [(A \text{ blanc} - A \text{ écha}) / A \text{ blanc}] \times 100$$

- A blanc: absorbance DPPH.
- A écha: absorbance échantillon testé après 30 minutes.

L'IC50 (concentration inhibitrice de 50%) est défini comme étant la concentration nécessaire pour inhiber 50% des radicaux libres et qui est obtenue à partir de l'équation de la courbe de l'activité antioxydant (%) en fonction de la concentration de l'antioxydant. La capacité antioxydant d'un composé est d'autant plus élevée que son IC50 est petite.⁴⁹



Figure 33 : Décoloration en fonction de concentration de l'acide ascorbique.

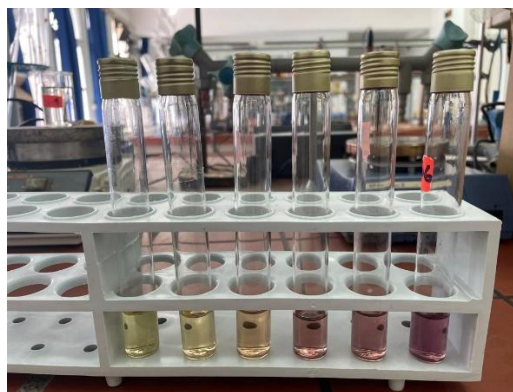


Figure 34 : Décoloration en fonction de la concentration de l'extrait polyphénolique.

4.2-Activité antibactérienne :

4.2.1-Lieu de l'étude :

L'ensemble des manipulations microbiologiques a été réalisé au **niveau du laboratoire de microbiologie au CHU de Tizi Ouzou.**

4.2.2- Matériel biologique et réactifs :

Souches bactériennes :

- Escherichia coli ATCC 25922
- Pseudomonas aeruginosa, ATCC 27853
- Staphylococcus aureus, ATTC 25923

Origine : Ces souches ont été gracieusement fournies par le laboratoire de microbiologie du CHU de Tizi Ouzou, à partir de leur collection de souches cliniques isolées.

Milieux de culture :

- **Gélose Hektoen** : utilisée pour l'isolement des entérobactéries (*E. coli*) et pseudomonas.
- **Gélose Chapman** : sélective pour *Staphylococcus aureus*.
- **Gélose Mueller-Hinton (MH)** : pour les tests de sensibilité antimicrobienne.

Autres éléments : eau physiologique, boîtes de Pétri, micropipettes, anse de platine, disques de papier stériles, pipettes Paster, étuve à 37 °C, règle millimétrée.

4.2.3- Protocole expérimental :

- ***Préparation des milieux de culture :***

Les milieux Hektoen, Chapman et Mueller-Hinton ont été préparés selon les protocoles standards, puis stérilisés à l'autoclave. Les boîtes de Pétri ont été remplies sous hotte stérile.⁵⁰

Objectif : favoriser la croissance sélective et l'isolement des bactéries ciblées, puis fournir un support neutre pour les essais antibactériens.

➤ ***Isolement et purification des souches :***

Les souches bactériennes reçues du laboratoire ont été cultivées sur des milieux de culture sélectifs appropriés : milieu Hektoen pour *Escherichia coli* et *Pseudomonas aeruginosa*, et milieu Chapman (mannitol salt agar) pour *Staphylococcus aureus*. À l'aide d'une pipette Paster, l'ensemencement a été réalisé selon la méthode des trois cadrans sur des boîtes de Pétri stériles préparées. Les boîtes ont ensuite été incubées dans une étuve réglée à 37 °C pendant 24 h. Des colonies bien isolées ont été repiquées sur de nouveaux milieux afin d'assurer la pureté des souches.⁵⁰

Objectif : obtenir des cultures pures pour garantir la fiabilité des tests microbiologiques.



Figure 35: Les souches bactériennes : E.coli, Staph et Pseudo.



Figure 36: Purification des souches par ensemencement en stries par la méthode de trois cadrans.

➤ *Préparation de l'extrait polyphénolique :*

0.5g de polyphénols extrait de feuilles d'olivier ont été dissoutes dans 1ml de solvant (eau distillée).

➤ *Préparation des suspensions microbiennes :*

A partir de colonies bactériennes fraîches (âgées de 18 à 24 heures), isolées sur les milieux sélectifs, des suspensions microbiennes ont été préparées dans des tubes à essai stériles contenant 9 ml d'eau physiologique stérile (NaCl 0,9 %). À l'aide d'un écouvillon stérile, une petite quantité de colonies a été prélevée et homogénéisée dans le liquide physiologique par agitation douce.⁵⁰

Objectif : standardiser les inoculum pour des conditions de test homogènes.



Figure 37: Préparation des suspensions bactériennes.

➤ *Test de diffusion sur gélose (méthode des disques) :*

Les boîtes de gélose MH ont étéensemencées par étalement homogène. Deux disques stériles, chacun imprégné de 5 μ l de l'extrait polyphénolique, ont été déposés sur chaque boîte.

L'incubation a été effectuée à 37 °C pendant 24 h.⁵⁰

Objectif : tester l'effet inhibiteur de l'extrait végétal sur les souches bactériennes sélectionnées.

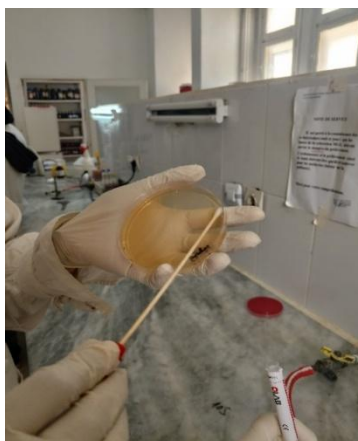


Figure 38: Ensemencement des suspensions sur le milieu M-H.

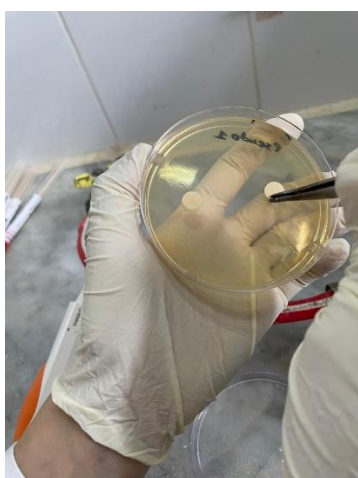


Figure 39 : Dépôt des disques sur la gélose imprégné de 5 μ l de l'extrait sur le milieu M-H.

➤ **Lecture des résultats :**

Les zones d'inhibition ont été mesurées avec précision à l'aide d'une règle millimétrée. La présence et la taille de la zone d'inhibition ont permis d'évaluer l'efficacité de l'extrait.⁵⁰

Objectif : déterminer la sensibilité de chaque souche à l'extrait de feuilles d'olivier.

Tableau 4: Grille d'interprétation des diamètres d'inhibition pour l'évaluation de la sensibilité bactérienne.⁵¹

Taille de diamètre d'inhibition	conclusion
$\text{Ø} \leq 8 \text{ mm}$	La sensibilité du germe est nulle.
$9 \text{ mm} \leq \text{Ø} \leq 14 \text{ mm}$	La sensibilité du germe est limitée.
$15 \text{ mm} \leq \text{Ø} \leq 19 \text{ mm}$	La sensibilité du germe est moyenne.
$\text{Ø} \geq 20 \text{ mm}$	Le germe est très sensible.

Partie02 :

Formulation de la
crème hydratante anti-
âge à base de feuilles
d'oliviers.

La crème a été préparée au laboratoire pédagogique dans des conditions contrôlées. Toutes les étapes de la formulation ont été réalisées en respectant les règles d'hygiène et de sécurité, afin de garantir un produit de qualité.

Le travail a été mené avec soin et selon une méthode précise, assurant la fiabilité et l'efficacité de la crème obtenue.

I. Matériels et produits :

Tableau 5: listes des matériels, équipements et produits utilisés pour la formulation.

<i>Matériels</i>	<i>équipements</i>	<i>ingrédients</i>
Becher-spatules- thermomètre-pissette- verre de montre- tube a essaie plus support.	Balance-agitateur magnétique chauffant- PH-mètres-centrifugeuse- agitateur à hélice- étuve.	Huile de tournesol-eau distillé- extrait des feuilles d'olivier-glycérine-span60- huile essentiel de lavande-

1-Choix des ingrédients :

La sélection des ingrédients de la crème hydratante a été faite en tenant compte de leur efficacité, de leur origine naturelle, et de leur compatibilité. L'objectif est de formuler un produit qui hydrate, nourrit et protège la peau, tout en ayant une texture agréable et une bonne stabilité.

1.1-Eau distillée Solvant principal (phase aqueuse) :

L'eau distillée constitue le vecteur principal des substances hydrosolubles et permet l'hydratation de la peau. Elle est indispensable à la formation de l'émulsion.

2-Glycérine (végétale) :

La glycérine est un agent hydratant humectant, non toxique, capable de retenir l'eau dans la couche cornée de la peau. Elle améliore la souplesse cutanée et contribue à la sensation de confort.⁵²

1.2-Huile de tournesol (Phase grasse – émollient) :

L'huile de tournesol est riche en acide linoléique (oméga-6) et en vitamine E, ce qui lui confère des propriétés nourrissantes, antioxydantes et réparatrices. Elle convient particulièrement aux peaux sèches et sensibles.⁵³

1.3- Span60 Émulsifiant non ionique (lipophile) :

Le Span60 est utilisé pour stabiliser les émulsions de type eau dans huile (E/H) ou pour épaissir une émulsion. Il assure la stabilité et la texture de la crème.⁵⁴

1.4- Extrait de feuilles d'olivier (antioxydant) :

Cet extrait est riche en antioxydants naturels, notamment l'oleuropéine, qui aide à lutter contre les signes du vieillissement cutané. Il protège la peau des agressions extérieures, améliore son élasticité et ralentit l'apparition des rides. Il apporte aussi une action purifiante grâce à ses propriétés antibactériennes.⁵⁵

1.5- Huile essentielle de lavande (Actif apaisant, parfumant, antibactérien) :

L'huile essentielle de lavande est utilisée pour ses propriétés calmantes, antiseptiques et cicatrisantes. Elle confère à la crème une odeur agréable tout en renforçant l'action antimicrobienne de l'extrait de feuilles d'olivier.⁵⁶

1.6- Vitamine E :

La vitamine E (α -tocophérol) est un puissant antioxydant utilisé en cosmétique pour protéger les huiles de l'oxydation et renforcer la stabilité de la formule. Elle agit également au niveau cutané en luttant contre le vieillissement prématuré de la peau, en améliorant son élasticité et en favorisant la régénération cellulaire.⁵⁷

II. Formulation :

Tableau 6: quantité des produits utilisés pour 100g de crème.

<i>phase</i>	<i>Ingrédients</i>	<i>quantité</i>
Phase aqueuse	Eau distillé	64%
	Extrait des feuilles d'olivier	4.4%
	Glycérine	3.5%
Phase huileuse	Huile de tournesol	23%
	Span60	4.6%
additifs	Huile essentiel de lavande	5goutes
	Vitamine E	0.5%

➤ **Protocole :**

La formulation de la crème hydratante anti-âge a été réalisée selon une méthode d'émulsification à chaud, visant à obtenir une texture homogène et stable.

La phase aqueuse, constituée d'eau distillée, de glycérine végétale et de l'extrait de feuilles d'olivier, a été chauffée à 60 °C. En parallèle, la phase huileuse, composée d'huile de tournesol et de l'émulsifiant Span 60, a été chauffée séparément à la même température jusqu'à une fusion complète des corps gras.



Figure 46: Chauffage des deux phases.

Une fois les deux phases à température égale, la phase aqueuse a été versée dans la phase huileuse sous agitation continue à une vitesse de 300 (tr/min), permettant la formation de l'émulsion. Le mélange a été maintenu sous agitation pendant environ 10 minutes afin d'assurer une bonne homogénéisation.



Figure 47: Mélange des deux phases.

Après refroidissement à environ 40 °C, l'huile essentielle de lavande a été incorporée à froid pour préserver ses propriétés.

III. Contrôle qualité de la crème préparée :

1-Caractères organoleptiques :

Il s'agit de contrôler l'aspect, l'odeur et la couleur de l'émulsion.

2- Examen physico- chimique :

2.1- Test de stabilité à la centrifugation :

Ce test consiste à soumettre la crème pendant 10 minute à des vitesses de centrifugation de 1000 tr/min jusqu'à 2000 tr/min et de noter chaque fois l'apparition ou non des phénomènes de crémage, sédimentation ou déphasage.⁵⁸

2.2- Test de stabilité à la température :

Un test de stabilité a été réalisé afin d'évaluer le comportement physico-chimique de la crème hydratante soumise à différentes conditions de température. Des échantillons identiques ont été conservés dans des récipients fermés à trois températures : 4 °C (réfrigérateur), température ambiante (environ 25 °C) et 40 °C (étuve ou incubateur). La durée du test a été fixée à 48H.⁵⁸



Figure 48: Test de stabilité.

2.3-Test de stabilité physique :

Le test de stabilité à l'éprouvette a été réalisé afin d'évaluer la stabilité physique de notre crème. Pour ce faire, une quantité de la crème a été introduite dans une éprouvette graduée propre, puis laissée au repos en position verticale à température ambiante (environ 25 °C) pendant une période de deux mois.⁵⁸

2.4- Mesure de pH :

La mesure du pH a été réalisée en introduisant une bandelette de papier pH directement dans la crème, puis en comparant la couleur obtenue avec l'échelle colorimétrique fournie par le fabricant, afin de déterminer la valeur approximative du pH.⁵⁸

2.5-Mesure de la viscosité :

La mesure de la viscosité de la crème hydratante a été effectuée afin d'évaluer sa consistance et sa stabilité rhéologique. Cette caractéristique est essentielle pour garantir une bonne applicabilité du produit sur la peau et une expérience sensorielle satisfaisante. La mesure a été réalisée à température ambiante à l'aide du viscosimètre. Un échantillon de la crème a été placé dans un bécher, et la lecture a été faite à différentes vitesses : 3, 6 et 12RPM avec le rotor 3 (adapté à la mesure des fluides de viscosité moyenne, Utilisable pour des viscosités allant de 500 à 50 000 mPa·s). Cette mesure permet également de suivre l'évolution de la stabilité physique de la crème au cours du temps.⁵⁹



Figure 49: mesure de viscosité.

3-Examen microscopique :

L'examen microscopique de la crème formulée a été réalisé afin d'observer la structure de l'émulsion et d'évaluer l'homogénéité du mélange. Une petite quantité de la crème a été prélevée à l'aide d'une spatule propre, puis étalée en fine couche sur une lame porte-objet. Une lamelle a été délicatement posée par-dessus, et l'observation a été effectuée à l'aide d'un microscope optique à un grossissement de $10\times/0.25$. L'analyse a permis de visualiser la répartition des globules gras dans la phase continue aqueuse.⁵⁸



Figure 50 : Examen microscopique.

Reference bibliographique:

[38].Blaise, Affouet, Raphael, Angora, Constant, Claude, Kouamé, Barthélemy, Phytochemical screening, determination of total polyphenols and flavonoids, and evaluation of the antibacterial activity of leaves of *Turraea heterophylla* Smith (Meliaceae), *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry* 2021; 10(5): 16-21.

[38].Blaise, Affouet, Raphael, Angora, Constant, Claude, Kouamé, Barthélemy, Phytochemical screening, determination of total polyphenols and flavonoids, and evaluation of the antibacterial activity of leaves of *Turraea heterophylla* Smith (Meliaceae), *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry* 2021; 10(5): 16-21.

[39].JIGNA, CHANDA. In vitro Antimicrobial Activity and Phytochemical Analysis of Some Indian Medicinal Plants, Department of Biosciences, Saurashtra University, Rajkot 360 005-INDIA.2007

[40].Ayoola, G. A., Coker, H. A., Adesegun, S. A., Adepoju-Bello, A. A., Obaweya, K., Ezennia, E. C., & Atangbayila, T. O. (2008). Phytochemical screening and antioxidant activities of some selected medicinal plants used for malaria therapy in Southwestern Nigeria. *Tropical journal of pharmaceutical research*, 7(3), 1019-1024

[41].JIGNA, CHANDA, in vitro Antimicrobial Activity and Phytochemical Analysis of Some Indian Medicinal Plants, 1-1-2007.

[42].Himour, S., Yahia, A., Belattar, H., & Bellebcir, L. (2016). Etude phytochimique des feuilles d'*Olea europaea* L. var *Chemlel* d'Algérie. *J. of Biores. Valorization*, 1(1), 34-38.

[43].Wong SP, Leong LP, William-Koh JH (2006) Antioxidant activities of extracts of selected plants. *Food Chem* 99: 775-83

[44].Diane, K., Oumar, Y., Idrissa, D., Felix, Y., David, N., & Joseph, D. (2021). Evaluation of the Antioxidant Activity and Dosage of Polyphenols in Aqueous, Hydroethanolic and Hexane Extracts of the Bark of *Spathodea campanulata* P. Beauv.(Bignoniaceae). *Int. J. Curr. Microbiol. App. Sci*, 10(07), 154-163.

- [45]Benchoulak M., 2008. Etude de l'effet des flavonoïdes de la *Foeniculum vulgare* Mill. dans la prévention de la cardiotoxicité de la doxorubicine. Mémoire de Magister, Université de Jijel
- [46].Pourmorad, F., Hosseinimehr, S. J., & Shahabimajd, N. (2006). Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of some selected Iranian medicinal plants. *African journal of biotechnology*, 5(11)
- [47].Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. L. W. T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology*, 28(1), 25-30.
- [48].Sarr, S. O., Fall, A. D., Gueye, R., Diop, A., Diatta, K., Diop, N., ... & Diop, Y. M. (2015). Etude de l'activité antioxydante des extraits des feuilles de *Vitex doniana* (Verbenacea). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(3), 1263-1269.
- [49].Belhachat. Etude phytochimique des extraits de *Pistacia Lentiscus*. Activité antioxydante, antimicrobienne et insecticide. Thèse de Doctorat. Ecole Nationale Supérieure Agronomique-El-Harrach-Alger. 2019
- [50].CASFM 2024 V1.0 – Société Française de Microbiologie.
- [51].DJILLALI, F., KOUCHIH, A., & SALAH, M. (2018). *Analyse du pouvoir réducteur des extraits aqueux des fruits de quelques populations de jujubier sauvage (ZizyphuslotusL. Desf.) vis-à-vis de Erwinia carotovora et Pseudomonas aeruginosa* (Doctoral dissertation, université ibn khaldoun-tiaret).
- [52].Chen, H. J., Lee, P. Y., Chen, C. Y., Huang, S. L., Huang, B. W., Dai, F. J., Chau, C. F., Chen, C. S., & Lin, Y. S. (2022). Moisture retention of glycerin solutions with various concentrations: a comparative study. *Scientific Reports*, 12, 10232.
- [53]Smith, J. A., & Doe, R. L. (2020). Sunflower Seed Oil: A Non-Volatile Oil with Potential Skin Benefits. *Journal of Dermatological Science*, 98(2), 123-130.
- [54].Chen, H. J., et al. (2022). *Moisture retention of glycerin solutions with various concentrations: a comparative study*.
- [55].Wanitphakdeedecha R, Ng JNC, Junsuwan N, Phaitoonwattanakij S, Phothong W, Eimpunth S, Manuskiatti W. Efficacy of olive leaf extract-containing cream for facial rejuvenation: A pilot study.

[56].Walasek-Janusz, M., Grzegorzcyk, A., Zalewski, D., Malm, A., Gajcy, S., & Gruszecki, R. (2022). Variation in the Antimicrobial Activity of Essential Oils from Cultivars of *Lavandula angustifolia* and *L. × intermedia*.

[57].Thiele, J. J., & Ekanayake-Mudiyanselage, S. (2007). Vitamin E in dermatology. *Indian Dermatology Online Journal*, 2(1), 1–4.

[58].Bouchene, D., & Iaoudaren, N. (2021). Extraction, analyse physico-chimique et étude biologique de l'huile essentielle de lavande papillon (*Lavandula stoechas* L.)-Essai de formulation d'une crème cosmétique bio (Doctoral dissertation, UMMTO).

[59].Tadros, T. F. (2013). Emulsion formation, stability, and rheology. *Emulsion formation and stability*, 1-75.

Résultats et discussion

PARTIE01 : Plante.

I. Tests du screening phytochimiques :

Les tests phytochimiques réalisées sur l'extrait des feuilles d'olivier ont révélé la présence des composés photochimiques :

Tableau 7: interprétation des résultats phytochimiques réalisés sur l'extrait des feuilles d'oliviers.

Famille de composés	Résultat	Interprétation
Polyphénols totaux	+++	Présence très abondante
Flavonoïdes	++	Présence confirmée
Tanins condensés	++	Présence confirmée
saponines	+	Présence faible
quinones	-	Absence

II. Extraction des composés phénoliques :

1-Rendement de l'extraction:

Le rendement d'extraction est le rapport entre la masse de l'extrait sec obtenu après évaporation du solvant et la masse initiale de la matière végétale utilisée.

Il s'exprime généralement en **pourcentage (%)** :

$$R\% = \left(\frac{me}{m_0}\right) \times 100$$

Tableau 8: les paramètres et données de l'extraction des feuilles d'oliviers.

Paramètre	donnée
Quantités de feuilles d'oliviers	100g
Volume du solvant (eau-éthanol 50 :50)	1500ml
Durée d'extraction	1h30min
Rendement%	21.34%
Aspect	visqueux
couleur	marron

➤ **Interprétation :**

Le rendement de 21,34 % indique une extraction efficace des polyphénols présents dans les feuilles d'olivier, ce rendement est inférieur à celui trouvé par **Arab, K., Bouchenak, O., & Yahiaoui, K. (2013)**, qui était de 38.73%.⁶⁰

La variation des valeurs du rendement peut être due à la variation de la méthode et les conditions d'extraction, la saison et la région de la récolte, le solvant de l'extraction.

III. Analyses quantitative :

1-Dosage des polyphénol totaux:

La teneur en polyphénols totaux de l'extrait a été déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu.

L'équation de la courbe d'étalonnage obtenue préparée par l'acide gallique comme solution de référence est la suivante :

$$Y = 5,33x - 0,2617$$

$$\text{Abs} = Y = 1.07 \text{nm}$$

$$C_{\text{ppt}} = x = \left(\frac{Y + 0.2617}{5.33} \right) = 0.27 \text{mg/ml.}$$

Avec un coefficient de détermination: $R^2 = 0,99$.

Dont:

Y: Absorbance mesurée par spectrophotomètre

x: Concentration de la solution hydrométhanolique de l'acide gallique préparée dans un mélange d'eau/ méthanol.

Cppt: Concentration des polyphénols totaux dans la solution analysée des extraits des feuilles.

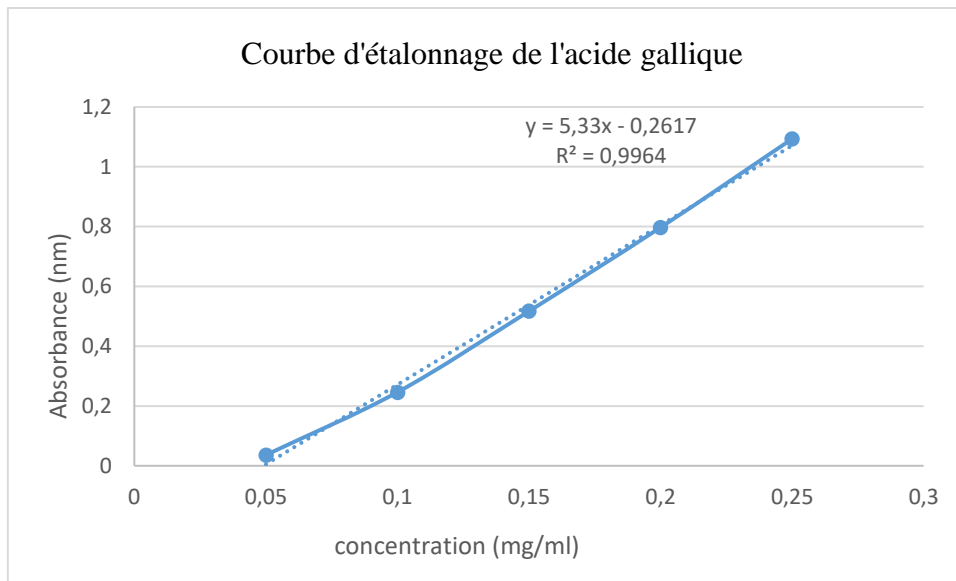


Figure 51: courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

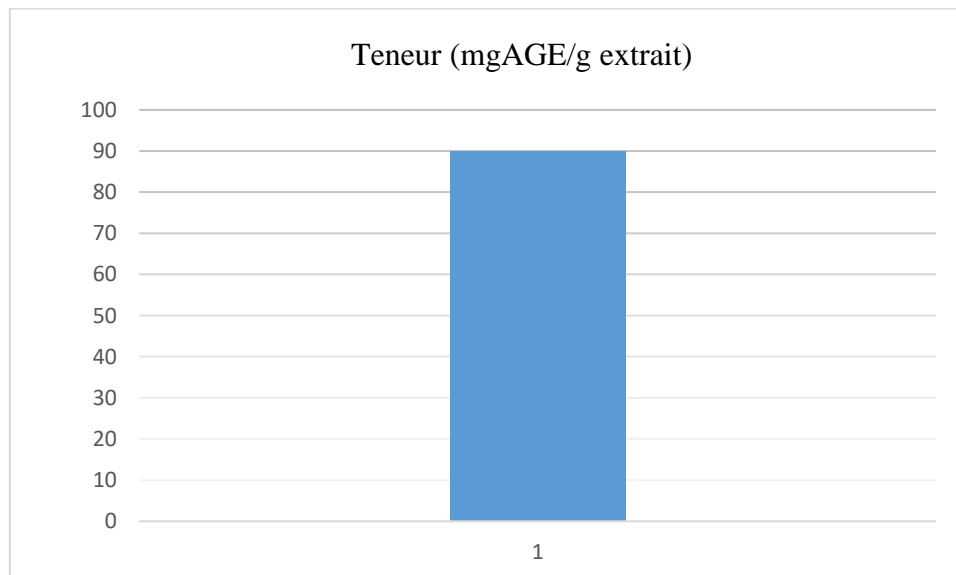


Figure 52: teneur en composés polyphénoliques de l'extrait des feuilles d'oliviers.

La teneur totale en polyphénols obtenue à partir de l'extrait des feuilles d'olivier dans cette étude est de 90 mg d'équivalents d'acide gallique par gramme de matière sèche (mg GAE/g MS). Ce résultat montre que l'extrait des feuilles d'olivier est riche en polyphénols ce qui est comparable à celui rapporté par **Di Meo et al. (2021)**, dont les valeurs varient de 85,21 à 169,20 mg GAE/g (MS) selon les cultivars et la période de récolte.⁶¹

2-dosage des flavonoïdes :

Teneur en flavonoïdes a été déterminée par la méthode colorimétrique avec le chlorure d'aluminium.

L'équation de la courbe d'étalonnage obtenue préparée par la quercétine comme une référence est la suivante :

$$y = 5,4967x - 0,0144$$

$$\text{Abs} = y = 0.116 \text{ nm}$$

$$\text{Cft} = x = \left(\frac{Y+0.0144}{5.4967} \right) = 0.024 \text{ mg/ml}$$

Avec un coefficient de détermination R=0,99

Dont:

Y: Absorbance mesurée par le spectrophotomètre

x: Concentration de la solution de la quercétine

Cft : Concentration des flavonoïdes totaux dans la solution analysée des extraits des feuilles.

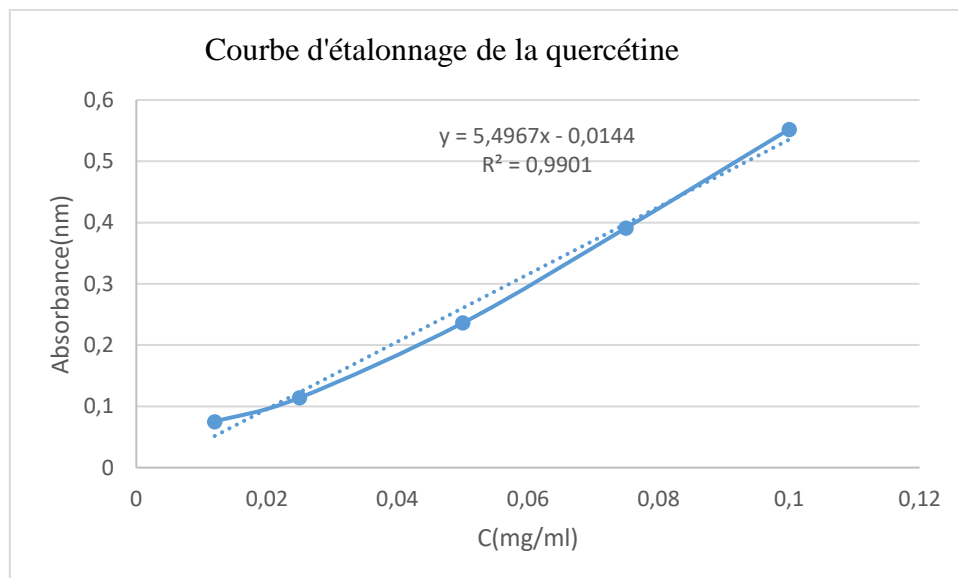


Figure 53: Courbe d'étalonnage de la quercétine.

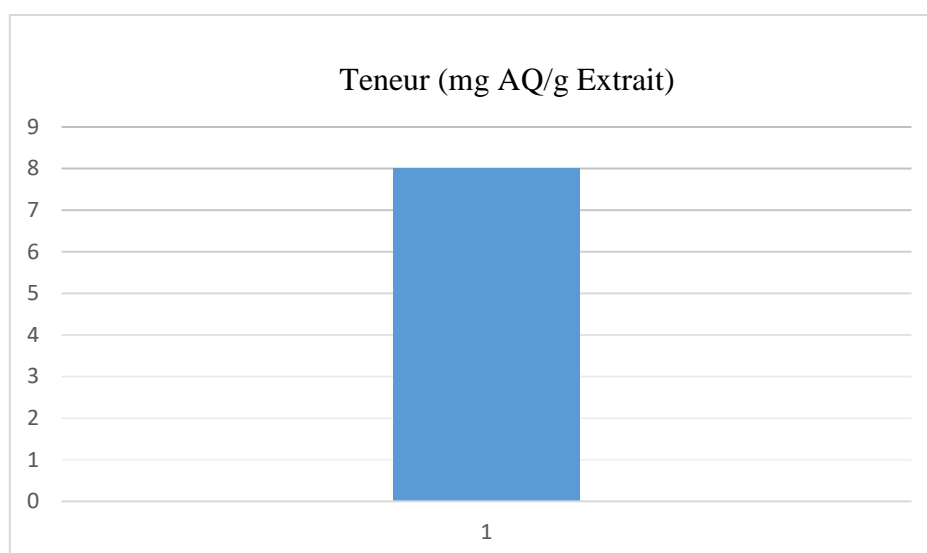


Figure 54: Teneur en flavonoïdes de l'extrait des feuilles d'oliviers.

Interprétation :

La teneur en flavonoïdes totaux mesurée dans cette étude est de 8 mg EQ/g de matière sèche (MS) montre que notre extrait de feuilles d'olivier est pauvre en flavonoïdes. Ce résultat est très proche de celui rapporté par Zhang et al. (2022), qui ont étudié l'effet de différentes méthodes de séchage sur la composition phytochimique des feuilles d'olivier (*Olea europaea*). Ces auteurs ont trouvé des concentrations en flavonoïdes variant de 2,03 à 8,05 mg/g(MS).⁶²

IV. Activité biologique :

1-Activité antioxydante :

L'activité antioxydant de l'extrait hydro-éthanolique des feuilles d'oliviers a été réalisée par la méthode de piégeage des radicaux libres de DPPH, et évaluée par mesure de l'absorbance des différentes dilutions (0.06 à 0.25mg/ml) de l'extrait à 517 nm par un spectrophotomètre UV-VIS. Après avoir calculer les pourcentages d'inhibition pour chaque concentration d'extrait, nous avons tracé la courbe de pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations de l'extrait, puis nous avons déterminé la concentration inhibitrice à 50%. L'acide ascorbique a été utilisé comme molécule de référence.

Plus la valeur de IC50 est petite plus l'activité est grande.

Les résultats sont représentés comme suite :

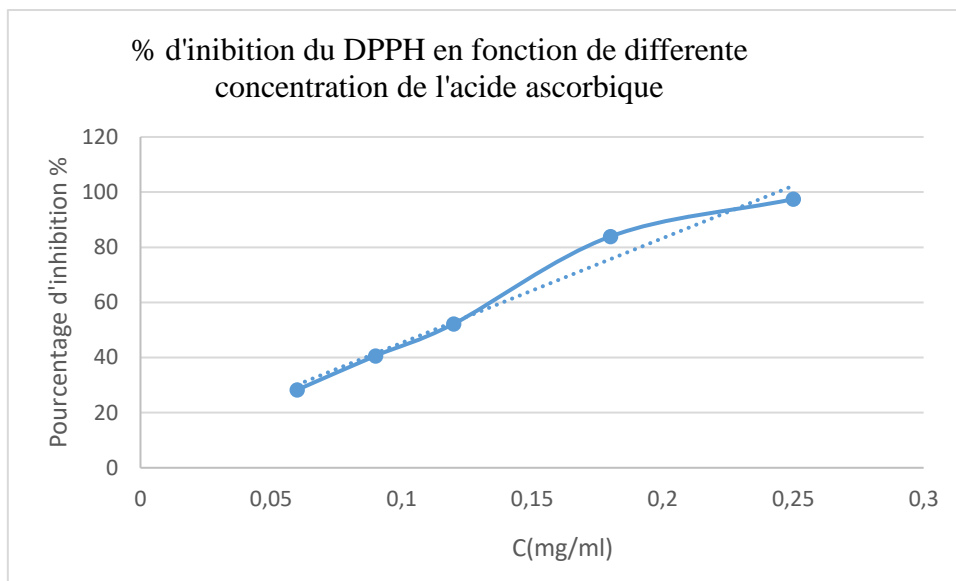


Figure 55: Courbe de pourcentage d'inhibition du DPPH en fonction des concentrations de l'acide ascorbique(AA).

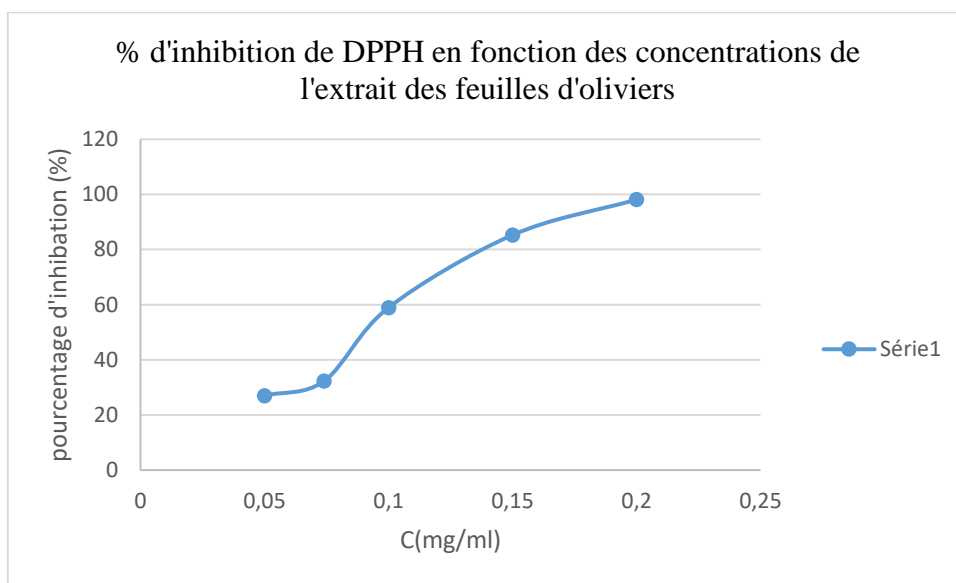


Figure 56: Courbe Pourcentage d'inhibition d DPPH en fonction des concentrations de l'extrait des feuilles d'oliviers.

➤ **Interprétation :**

L'évaluation de l'activité antioxydante par la méthode DPPH a révélé une inhibition maximale de **98 %** pour l'extrait de feuilles d'olivier à la concentration de 1 mg/ml, comparée à **97 %** pour l'acide ascorbique utilisé comme référence.

L'IC₅₀ de l'extrait de feuilles d'olivier (0,0946 mg/ml) est inférieure à celle de l'acide ascorbique (0,1125 mg/ml). Cela signifie qu'une plus faible concentration de l'extrait d'olivier est nécessaire pour inhiber 50 % des radicaux libres DPPH, comparée à l'acide ascorbique.

Ces résultats sont nettement supérieurs à ceux rapportés par **Boudjelthia et al. (2018)** dans leur étude comparative sur des extraits de feuilles d'*Olea europaea* L. de l'Est algérien qui a présenté une inhibition maximale de 96,22 %. Cette différence pourrait s'expliquer par des facteurs géographiques, agronomiques ou technologiques (type d'olivier, mode de récolte, méthode d'extraction, richesse en polyphénols...).

2-L'activité antibactérienne :

L'évaluation de l'activité antibactérienne de l'extrait phénolique des feuilles d'olivier a été réalisée par la technique de diffusion sur disque en milieu gélosé solide (M-H). L'activité antibactérienne est déterminée en termes de diamètre de zone d'inhibition produite autour de disque après 24h d'incubation à la température de 37°C pour le développement des germes.

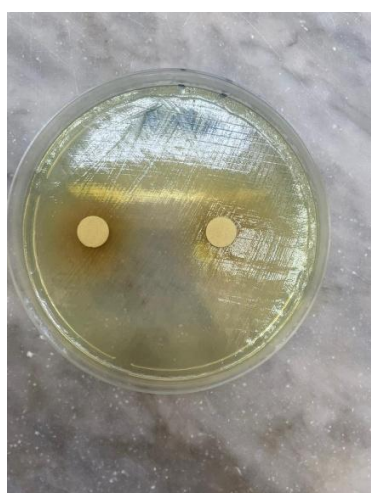


Image 1



Image 2



Image 3

Figure 57: résultats de l'activité antibactérienne image1 : *Pseudomonas aeruginosa*, image2 : *Staphylococcus aureus*, image3 : *Escherichia coli*.

Observation :

Tableau 9: résultat de l'inhibition des germes.

Souches bactérienne	Diamètre des zones d'inhibition	Référence
Staphylococcus aureus	12 mm	$9 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 14 \text{ mm}$
Pseudomonas aeruginosa	-	$\varnothing \leq 8 \text{ mm}$
Escherichia coli	-	$\varnothing \leq 8 \text{ mm}$

Interprétation :

L'évaluation de l'activité antibactérienne de l'extrait phénolique des feuilles d'olivier a permis d'obtenir les résultats suivants :

- **Staphylococcus aureus** : une zone d'inhibition de 12 mm a été observée autour du disque imprégné de l'extrait. Selon les critères de référence ($9 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 14 \text{ mm}$), cette valeur indique une activité antibactérienne modérée. Cela suggère que l'extrait contient des composés phénoliques capables d'inhiber partiellement la croissance de cette bactérie Gram positive.
- **Pseudomonas aeruginosa et Escherichia coli** : aucune zone d'inhibition n'a été observée, ce qui indique une résistance totale de ces deux souches à l'extrait testé ($\varnothing \leq 8 \text{ mm}$). Ces deux bactéries, de type Gram négatif, possèdent une membrane externe lipopolysaccharidique qui pourrait limiter la pénétration des composés actifs, expliquant leur résistance.

Les résultats obtenus dans cette étude révèlent une activité antibactérienne modérée de l'extrait des feuilles d'olivier vis-à-vis de *Staphylococcus aureus*, avec un diamètre de zone d'inhibition mesuré à 12 mm. Ces données sont cohérentes avec celles rapportées par **Sudjana et al. (2009)**.⁶³

Ces résultats montrent que l'extrait phénolique des feuilles d'olivier exerce une action sélective, plus marquée contre les bactéries Gram positives que Gram négatives. Cette différence pourrait être due à la nature chimique des parois cellulaires bactériennes et à la capacité de diffusion des molécules phénoliques à travers celles-ci.

PARTIE02 : formulation de la crème.

L'évaluation de l'émulsion comprend le contrôle de son aspect, de son odeur, de sa couleur et de sa stabilité. Ces paramètres sont essentiels pour garantir la qualité du produit et la satisfaction du consommateur.

I. Caractères organoleptiques :

Tableau 6 : Caractère organoleptique de la crème formulée.

Couleur	odeur	Texture	application	Aspect visuel
Blanc cassé	agréable	Texture douce, lisse et non grasse.	Sensation légère, non collante, avec une absorption rapide.	Crème brillante homogène, sans grumeaux ni séparation de phase visible.



Figure 58: la crème obtenue.

II. Examen physico- chimique :

1- Test de stabilité à la centrifugation :



Image 1



Image 2

Figure 59: résultats des tests de centrifugation.

➤ **Observations :**

• **À 1000 et 1500 tr/min:**

Comme le montrent les tubes dans la première image, aucune séparation de phase ni floculation visible n'a été observée. La crème est restée homogène, signe d'une bonne stabilité de l'émulsion à ces vitesses.

• **À 2000 tr/min:**

La deuxième image montre clairement une floculation (agglomération de globules gras) ainsi qu'une légère séparation de phase (aspect plus clair en surface), ce qui indique le début d'une instabilité sous stress mécanique élevé. Cela reste toutefois modéré.

Interprétation :

Ces résultats indiquent que la crème présente une bonne stabilité mécanique dans des conditions normales de stockage et de manipulation. La légère instabilité à 2000 tr/min est attendue et n'indique pas nécessairement une instabilité à long terme, mais elle permet d'identifier un seuil de tolérance au stress mécanique.

2-Test de stabilité à la température :



Figure 60: résultats des tests de stabilité.

➤ **Observation :**

• **À 4 °C:**

La crème a conservé un aspect homogène, sans modification de texture, de couleur ou d'odeur. Cela montre une bonne stabilité à basse température, sans phénomène de cristallisation ni de rupture d'émulsion.

• **À température ambiante:**

Aucun changement significatif n'a été observé. L'émulsion est restée stable, avec une texture et un pH constants. Cette stabilité à température ambiante confirme que le produit peut être conservé dans des conditions normales d'utilisation sans altération.

- **À 40 °C:**

Une légère modification de la texture a été notée, accompagnée dans certains cas d'un début de floculation. Ces effets sont typiques d'une exposition prolongée à des températures élevées. Toutefois, l'émulsion n'a pas subi de séparation de phase marquée, ce qui indique une stabilité thermique acceptable, bien que des ajustements (conservateur, émulsifiant) puissent améliorer la tolérance à la chaleur.

- **Interprétation:**

Les résultats obtenus montrent que la crème hydratante formulée est stable à froid et à température ambiante. La stabilité reste globalement satisfaisante à 40 °C, bien que des signes précoces d'instabilité puissent apparaître. Ces observations sont conformes aux critères de stabilité attendus pour un produit cosmétique naturel, et elles suggèrent une durée de conservation raisonnable dans des conditions standards.

3-Mesure de pH :



Figure 61: résultat du test de PH.

- **Observation :**

Le test de pH a été réalisé à l'aide de papier indicateur universel. Une petite quantité de la crème a été appliquée directement sur la bandelette, puis laissée en contact pendant quelques secondes. La coloration obtenue a été immédiatement comparée à l'échelle de couleurs fournie sur l'emballage. La couleur observée correspondait à un pH d'environ 6,5 à 7.

- **Interprétation :**

Cette valeur indique que la crème présente un pH proche de la neutralité, ce qui est compatible avec le pH physiologique de la peau humaine (4,5 à 6,5). Un pH de 6-6,5 est idéal pour préserver la barrière cutanée sans perturber le film hydrolipidique naturel et réduire les risques de

réactions d'irritation ou de sécheresse aussi assurer la stabilité des ingrédients actifs, notamment l'extrait de feuilles d'olivier et l'huile essentielles.

4-Mesure de la viscosité :

Un échantillon de la crème a été analysé à l'aide d'un viscosimètre muni du rotor n°3, selon trois vitesses de rotation : 3, 6 et 12 RPM. Les mesures ont été effectuées à température ambiante, et les résultats sont consignés dans le tableau suivant :

Tableau 10: résultats de la mesure de viscosité à différentes vitesse de rotation.

Vitesse de rotation (RPM)	Viscosité (mPa.s)	Pourcentage de couple moteur (%)
3	17688	44.2
6	12389	61.9
12	7074	70.7

➤ **Observation :**

Les résultats montrent une diminution progressive de la viscosité avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. La viscosité passe de 17 688 mPa.s à 3 RPM à 7 074 mPa.s à 12 RPM. En parallèle, les valeurs de couple (% torque) se situent entre 44,2 % et 70,7 %, ce qui indique que les mesures sont fiables, car elles restent dans la plage optimale de fonctionnement du viscosimètre (15–80 %).

➤ **Interprétation :**

Le profil rhéologique obtenu met en évidence un comportement non newtonien (pseudoplastique) où la viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ce phénomène est dû à la réorganisation des structures internes de la crème sous l'effet du cisaillement : au repos, les interactions entre les composants confèrent à la crème une viscosité élevée, assurant une bonne stabilité dans son contenant. Lors de l'application (augmentation du cisaillement), ces structures se désorganisent partiellement, rendant la crème plus fluide, ce qui facilite son étalement sur la peau.

Ce type de comportement est recherché dans les formulations cosmétiques, car il garantit à la fois une bonne tenue au repos (absence d'écoulement ou de séparation de phases), et un confort d'utilisation élevé, avec une texture facile à appliquer.⁶⁴

III. Examen microscopique :



Figure 62: Micrographie optique de l'émulsion préparée.

➤ **Observation :**

L'examen microscopique de la crème, réalisé à l'aide d'un microscope optique, révèle une dispersion homogène de globules sphériques dans le champ microscopique. Ces globules, de taille relativement uniforme, sont bien répartis sans agglomération ni coalescence apparente. Aucun signe de séparation de phases, de cristallisation ou de particules étrangères n'a été observé (figure 62)

➤ **Interprétation :**

L'image observée est typique d'une émulsion stable de type huile dans eau (H/E). La morphologie sphérique et régulière des globules ainsi que leur répartition homogène témoignent d'une bonne qualité d'émulsification. La stabilité physique est confirmée par l'absence de phénomènes indésirables tels que la coalescence (fusion des globules), la floculation (regroupement), ou la formation de zones claires indiquant un début de séparation de phases.

La crème présente des caractéristiques structurales compatibles avec une bonne stabilité physique.

Référence bibliographique :

[60].Arab, K., Bouchenak, O., & Yahiaoui, K. (2013). Évaluation de l'activité biologique des feuilles de l'olivier sauvage et cultivé. *Afrique Science: Revue Internationale des Sciences et Technologie*, 9(3), 159-166.

[61].Di Meo, M. C., De Cristofaro, G. A., Imperatore, R., Rocco, M., Giaquinto, D., Palladino, A., ... & Varricchio, E. (2021). Microwave-assisted extraction of olive leaf from five Italian cultivars: Effects of harvest-time and extraction conditions on phenolic compounds and in vitro antioxidant properties. *ACS Food Science & Technology*, 2(1), 31-40.

[62].Zhang, C., Zhang, J., Xin, X., Zhu, S., Niu, E., Wu, Q., ... & Liu, D. (2022). Changes in phytochemical profiles and biological activity of olive leaves treated by two drying methods. *Frontiers in Nutrition*, 9, 854680.

[63].Sudjana, A. N., D'Orazio, C., Ryan, V., Rasool, N., Ng, J., Islam, N., ... & Hammer, K. A. (2009). Antimicrobial activity of commercial *Olea europaea* (olive) leaf extract. *International journal of antimicrobial agents*, 33(5), 461-463.

[64].Moravkova, T., & Stern, P. (2011). Rheological and textural properties of cosmetic emulsions. *Applied rheology*, 21(3), 35200.

Conclusion générale :

L'étude menée dans le cadre de ce travail a permis d'exploiter le potentiel bioactif des feuilles d'olivier à travers une série d'étapes allant de l'extraction des composés phénoliques à la formulation finale d'une crème cosmétique. La méthode d'extraction des polyphénols a été réalisée à l'aide de la méthode de macération dont les conditions suivantes : température ambiante, 1h30min, solvant hydroalcoolique eau/ethanol (50/50), avec un rendement d'extraction de 21.34 %.

Sur le plan phytochimique, et d'après nos résultats obtenus, la plante étudiée de la région de Boukhalfa est riche en métabolite secondaires tels que les polyphénols, les tanins, les flavonoïdes, les saponines.

Le dosage des polyphénols a confirmé une forte concentration en composés antioxydants dans l'extrait, avec une activité antioxydante supérieure à celle de l'acide ascorbique, démontrant ainsi un excellent pouvoir de neutralisation des radicaux libres. Ces résultats renforcent l'intérêt de l'extrait dans les applications anti-âge et protectrices pour la peau.

L'évaluation de l'activité antibactérienne a mis en évidence une résistance notable d'E. coli et de Pseudomonas aeruginosa, tandis qu'une activité modérée a été observée contre Staphylococcus aureus, indiquant une action ciblée contre certaines bactéries Gram positives, mais limitée face aux Gram négatives.

La formulation a abouti à une crème à la texture légère et homogène, présentant une bonne stabilité dans des conditions normales de conservation, et répondant aux exigences esthétiques et sensorielles attendues pour un produit dermocosmétique.

Ces résultats expérimentaux démontrent la faisabilité de la valorisation des feuilles d'olivier dans une formulation d'une crème naturelle à effet hydratant et anti-âge, et ouvrent des perspectives prometteuses pour le développement de cosmétiques à base d'ingrédients végétaux locaux.

ملخص:

تناول هذا البحث استغلال أوراق الزيتون في تحضير كريم مرطب يعتمد على مستخلصات نباتية. تم استخراج المركبات الفينولية عن طريق النقع باستخدام مذيب مائي كحولي، حيث بلغ مردود الاستخلاص 21.34%. أظهر الفحص الكيميائي النباتي وجود البوليفينولات، الفلافونويدات، التانينات والصابونين. كما بين المستخلص نشاطاً مضاداً للأكسدة بدرجة عالية. وقد تم اختبار النشاط المضاد للبكتيريا للمستخلصات ضد كل من الإشريكية القولونية، العنقودية الذهبية والزائفة الزنجارية باستخدام طريقة الانتشار على الأقراص، وأظهرت النتائج فعالية محدودة ضد العنقودية الذهبية. بعد ذلك، تم دمج المستخلص في كريم، وتم تقييم خصائصه الفيزيائية والكيميائية. وقد أظهر الكريم المصنوع نسيجاً متجانساً، وثباتاً جيداً، وخصائص مرطبة ومضادة للشبخوخة، مما يؤكد الإمكانيات التجميلية لمستخلص أوراق الزيتون.

الكلمات المفتاحية: أوراق الزيتون – البوليفينول – الفلافونويدات – النشاط المضاد للبكتيريا – كريم مرطب – تركيبة تجميلية – اللزوجة – المستحلب.

Résumé:

Ce travail a porté sur l'exploitation des feuilles d'olivier pour la formulation d'une crème hydratante à base d'extraits végétaux. Les composés phénoliques ont été extraits par macération avec un solvant hydroalcoolique avec un rendement de 21.34 %. Un criblage phytochimique a permis d'identifier la présence de polyphénols, de flavonoïdes, de tanins et de saponines. L'extrait a montré une forte activité antioxydant. L'activité antibactérienne des extraits a été testée sur *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa* par la méthode de diffusion sur disque. Les résultats ont montré une activité limitée pour *Staphylococcus aureus*. L'extrait a ensuite été incorporé dans une crème dont les propriétés physico-chimiques ont été évaluées. La crème formulée présente une texture homogène, une bonne stabilité et des propriétés hydratantes et anti-âge, confirmant le potentiel cosmétique des extraits de feuilles d'olivier.

Mots clés : Feuilles d'olivier – Polyphénols – Flavonoïdes – Activité antibactérienne – Crème hydratante – Formulation cosmétique – Viscosité – Émulsion.

Abstract:

This work focused on the exploitation of olive leaves for the formulation of a moisturizing cream based on plant extracts. Phenolic compounds were extracted by maceration using a hydroalcoholic solvent, yielding 21.34%. A phytochemical screening revealed the presence of polyphenols, flavonoids, tannins, and saponins. The extract showed strong antioxidant activity. The antibacterial activity of the extracts was tested against *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, and *Pseudomonas aeruginosa* using the disk diffusion method. The results showed limited activity against *Staphylococcus aureus*. The extract was then incorporated into a cream whose physicochemical properties were evaluated. The formulated cream exhibited a homogeneous texture, good stability, and moisturizing and anti-aging properties, confirming the cosmetic potential of olive leaf extracts.

Keywords: Olive leaves – Polyphenols – Flavonoids – Antibacterial activity – Moisturizing cream – Cosmetic formulation – Viscosity – Emulsion.