

**République Algérienne Démocratique et Populaire**

**Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique**



**Université Saad Dahleb de Blida 1**  
**Faculté des Sciences Technologie**  
**Département des Génie des procédés**



**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de**  
**MASTER Académique en Génie des procédés**  
**Option : Génie des polymères**

**Thème**

***La formulation d'un gel purifiant à base d'extrait  
d'aloès Vera et la figue de barbarie***

**Présenté par :**

**OUSSAID ASMA**

**DERBAL FATIHA**

**Devant le jury composé de :**

**Dr. Mme Cheurfa.Z**

**Blida 1**

**Promotrice**

**Mr Boudissa.H**

**Blida 1**

**Co-promoteur**

**Année Universitaire 2021/2022**



**République Algérienne Démocratique et Populaire**

**Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique**



**Université Saad Dahleb de Blida 1**  
**Faculté des sciences Technologie**  
**Département des Génie des procédés**



**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de**  
**MASTER Académique en Génie des Polymères**  
**Option : Génie des polymères**

### **Thème**

***La formulation d'un gel purifiant à base d'extrait  
d'aloès Vera et la figue de barbarie***

**Présenté par :**

**OUSSAID ASMA**

**DERBAL FATIHA**

**Devant le jury composé de :**

**Dr. Mme Cheurfa.Z**

**Blida 1**

**Promotrice**

**Mr Boudissa.H**

**Blida 1**

**Co-promoteur**

**Année Universitaire 2021/2022**

# *Remerciements*

*Nous tenons tout d'abord à remercier le bon Dieu Allah, notre créateur le plus puissant de nous avoir donné la force, la volonté et le courage, et de nous avoir guidé vers le chemin du savoir afin d'accomplir*

*Ce modeste travail.*

*Nos profonds remerciements à notre promotrice Dr. Mme Cheurfa, z, pour ses encouragements, Ses conseils, son aide tout au long de ce travail.*

*Nous tenons également à remercier les membres de jury*

*Pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant de*

*Siéger à notre soutenance.*

*Nos sincères remerciements s'adressent au CHEF d'option Mr Fettaqa et à tout le personnel du laboratoire physico chimique et microbiologique de venus et à Mr Boudissa, H pour ses efforts,*

*Ses conseils, son aide et pour son encouragement*

*Nos remerciements vont également à toutes les personnes qui Ont contribuées de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Asma et Fatiha*

# Dédicace

*À mon très cher PAPA*

*À ma très chère maman*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.*

*Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorde santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.*

*À mes très chères sœurs MERIEM ET ZINEB*

*"Les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous. Aucun signe ne pourra décrire votre implication dans mon épanouissement.*

*Je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde".*

*À mes très chères grandes parentes, À l'âme de TITIS*

*Qui m'a accompagné par ses prières, ses Douaas et sa douceur, reby yerahmek o yeja3lek men ahl al Jenna*

*À mes chères copines MERIEM, NESSRINE, AMIRA ET SARAH*

*En souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables que nous avons passés ensemble. Veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et mon affection la plus sincère.*

*À ma chère binôme FATIHA*

*Je vous souhaite tous le bonheur et joie qui existe au monde*

*À tous les membres de la famille Oussaid et laib, petits et grands, surtout à mon cousin Samir.*

*À tous mes amies et la promotion 2021/2022.*

*ASMA*

## *Dédicace*

*A mes très chers parents DERBAL MOHAMED et YAKHOU SALIMA*

*Pour leur encouragement, tendresse, amour et soutien durant mes études.*

*Aucune Dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma  
considération*

*Pour les sacrifices que vous avez consentis pour mon instruction et mon bien être.*

*Je Vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon*

*Enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.*

*Que ce modeste*

*Travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables*

*Sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le Très*

*Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais*

*Je ne Vous déçoive.*

*À ma sœur ASSIA YAKHOU et sa fille AYA*

*Aucun mot ne saurait t'exprimer mon profond attachement et ma reconnaissance*

*Pour l'amour, la tendresse et la gentillesse et le soutien dont vous m'avez*

*entouré.*

*À mon très cher grand-père et grand-mère*

*YAKHOU MOHAMED et BRAHIM REHMANI ZOHRÀ, Je vous dédie*

*cette thèse en*

*Témoignage de gratitude d'estime et d'attachement. Puisse dieu vous accorde*

*santé*

*Longue vie et prospérité.*

*A mes grands-parents paternels*

*DERBAL SAID et FATIHA, que dieu vous gardé dans son vaste paradis*

*Incha'allah*

*A ma sœur et mon binôme OUSSAID ASMA*

*Qui ont partagées avec moi les bons et les mauvais moments durant mes études*

*A mes meilleures amies 'MARIEM ET IMENE...etc.'*

*Qui m'ont toujours aidé et encouragé, durant mon chemin d'étude supérieurs.*

*A notre promotion de master en génie des polymères promo (2021/2022)*

*A celle et ceux qui occupent une place dans mon cœur*

*Fatiha*

## Résumé

Le présent travail décrit la formulation de trois nouveaux gels purifiants à base des hydrogels naturels *d'Aloès Vera* et de figuier de barbarie et trois autres polymères agents gélifiants différents.

Après une extraction par entrainement physique des gels *d'Aloès Vera* et de *figue de barbarie*, ces dernières ont été utilisées pour la formulation de trois nouveaux gels hydratants à base de HEC, RC+ et la gomme de xanthane.

Toutes les mesures des paramètres physicochimiques de ces trois d'hydrogels ont montré que ces formulations obéissent aux normes réglementées. Les valeurs de pH varient entre 4,97 et 5,00, la viscosité entre 9800 et 30400 m Pa. s, la densité entre 0,98 et 1,00 g/ cm<sup>3</sup>, l'indice de réfraction est en moyenne égale à 1,336 ainsi que le control de stabilité satisfaisant.

L'étude rhéologique montre que les préparations élaborées sont rhéofluidifiante, car la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente.

L'étude microbiologique des différents hydrogels formulés, montrent que le taux des coliformes totaux, à température variée entre 20°C et 30°C est de 00 UFC/ml. Cependant celles des moisissures sont conforme sauf pour les gels à base HEC qui est 160 UFC/1ml

**Mots clés :** Polymères, gels, *aloe vera*, *figue de barbarie*, la rhéologie, infrarouge, cisaillement, indice de réfraction

## ملخص

يصف هذا العمل صياغة ثلاثة أنواع جديدة من المواد الهلامية المطهرة بناءً على الألوة فيرا الطبيعية وهلاميات التين الشوكي وثلاثة عوامل تبلور بوليمر مختلفة.

بعد استخلاص الألوة فيرا وجل التين الشوكي عن طريق التدريب البدني، تم استخدام هذا الأخير لتكوين ثلاثة مواد هلامية مرطبة جديدة تعتمد على الهيدروكسي سيليلوز والبولي اكليليك عالي التبلور وصمغ الزانتان.

أظهرت جميع قياسات المعلمات الفيزيائية والكيميائية لهذه الهلاميات المائية الثلاثة أن هذه التركيبات تتوافق مع المعايير المنظمة. حيث تتفاوت درجة الحموضة بين 4.97 و 5.00، واللزوجة بين 9800 و 30400 م باسكال، والكثافة بين 0.98 و 1.00 جم / سم<sup>3</sup>، ويكون معامل الانكسار في المتوسط يساوي 1.336 بالإضافة إلى تحكم مرضٍ في الثبات.

أوضحت الدراسة الريولوجية أن المستحضرات المحضرة ترقق القص، لأن اللزوجة تقل عندما يزداد معدل القص. تظهر الدراسة المكروبيولوجية لمختلف الهلاميات المائية المصاغة أن معدل القولونيات الكلية، عند درجة حرارة تتراوح بين 20 درجة مئوية و30 درجة مئوية، هو 00 مل/ل. ومع ذلك، فإن تلك القوالب متوافقة باستثناء المواد الهلامية القائمة على لهيدروكسي سيليلوز والتي تبلغ 160

**الكلمات المفتاحية:** البوليمرات، المواد الهلامية، الصبار، الكمثرى الشائك، الريولوجيا، الأشعة تحت الحمراء، القص. معامل الانكسار

### Abstract

This work describes the formulation of three new purifying gels based on natural Aloe Vera and prickly pear hydrogels and three other different polymer gelling agents.

After extraction by physical training of Aloe Vera and prickly pear gels, the latter were used for the formulation of three new moisturizing gels based on HEC, RC+ and xanthan gum.

All measurements of the physicochemical parameters of these three hydrogels have shown that these formulations comply with regulated standards. The pH values vary between 4.97 and 5.00, the viscosity between 9800 and 30400 m Pa. s, the density between 0.98 and 1.00 g/cm<sup>3</sup>, the refractive index is on average equal to 1.336 as well as satisfactory stability control.

The rheological study shows that the prepared preparations are shear thinning, because the viscosity decreases when the shear rate increases.

The microbiological study of the different formulated hydrogels show that the rate of total coliforms, at a temperature varied between 20°C and 30°C is 00 CFU/ml. However those of molds are compliant except for HEC-based gels which is 160 CFU/1ml

**Keywords:** Polymers, gels, *aloe vera*, *prickly pear*, rheology, infrared, shear, refractive index

## Liste des tableaux

<b>Tableau N° 1</b> : Les différents agents gélifiants usuellement utilisés.....	26
<b>Tableau N° 2</b> : Les polymères utilisés dans le domaine des cosmétiques.....	34
<b>Tableau N° 3</b> : Présente la composition chimique des raquettes de figue de barbarie.....	47
<b>Tableau N° 4</b> : Résultats d'analyses physico-chimiques de pH mètres des hydrogels formulés à bases des polymères gélifiantes (RC+, HEC, Xanthane) .....	74
<b>Tableau N° 5</b> : Résultats d'analyses physico-chimiques de la densité des hydrogels formulées à bases des polymères (RC+, HEC, Xanthane) .....	75
<b>Tableau N° 6</b> : Les valeurs affichées sur l'appareil viscosimètre qui indique la viscosité de chaque hydrogel.....	76
<b>Tableau N° 7</b> : Les résultats des germes recherchés dans la formulation d'hydrogels à base de polymères RC+ et Xanthane.....	85
<b>Tableau N° 8</b> : Les résultats des germes recherchés dans la formulation d'hydrogels à base de polymères HEC.....	85

## Listes des figures

<b>Figure N° 1 :</b> Gonflement d'un hydrogel dans une solution.....	22
<b>Figure N° 2 :</b> Hydrogel extra absorbant .....	23
<b>Figure N° 3 :</b> La structure d'hydrogel.....	23
<b>Figure N° 4 :</b> Schéma de deux différentes structures d'hydrogels. ....	24
<b>Figure N° 5 :</b> Les principales catégories des hydrogels.....	25
<b>Figure N° 6:</b> Schéma fonctionnel de la préparation de l'hydrogel à gonflement élevé.....	28
<b>Figure N° 7 :</b> L'utilisation des hydrogels en cosmétique.....	36
<b>Figure N° 8 :</b> Plante d'aloès vera .....	39
<b>Figure N° 9 :</b> Coupe transversale d'une feuille d' <i>Aloès Vera</i> .....	40
<b>Figure N° 10:</b> Structure du gel d' <i>Aloès Vera</i> .....	41
<b>Figure N° 11 :</b> La composition chimique du gel d' <i>Aloès Vera</i> .....	42
<b>Figure N° 12 :</b> Caractéristiques morphologiques de <i>figue de barbarie</i> .....	45
<b>Figure N° 13 :</b> Laboratoire de Venus SAPECO.....	49
<b>Figure N° 14:</b> Laboratoire physico-chimique Venus S.A.P.E.C.O.....	50
<b>Figure N° 15:</b> Laboratoire Microbiologique Venus SAPECO.....	50
<b>Figure N° 16 :</b> A droite Plante d' <i>Aloe Vera</i> ( <i>Aloès barbadensis Miller</i> ) et à gauche le figuier de barbarie .....	51
<b>Figure N° 17 :</b> Structure du Xanthane .....	52
<b>Figure N° 18 :</b> Formule développée du motif HEC.....	52
<b>Figure N° 19:</b> A droite la poudre de RC+ et à gauche la structure d'acide polyacrylique hautement réticulé.....	53

<b>Figure N° 20 :</b> Les additives utilisées.....	54
<b>Figure N° 21 :</b> Le retrait de gel d' <i>Aloès Vera</i> .....	58
<b>Figure N° 22 :</b> Le gel écraser avec la fourchette .....	58
<b>Figure N° 23:</b> La filtration de gel d' <i>Aloès Vera</i> .....	59
<b>Figure N° 24 :</b> Le gel d' <i>Aloès Vera</i> conserver dans des flacons stériles .....	59
<b>Figure N° 25 :</b> Les raquettes de figuier nettoyée et coupée .....	60
<b>Figure N° 26 :</b> Le gel de <i>figue de barbarie</i> mixée et conserver dans des flacons stériles ....	60
<b>Figure N° 27 :</b> Le gel de figuier filtré .....	61
<b>Figure N° 28 :</b> Homogénéisateur d'hydrogel .....	62
<b>Figure N°29 :</b> Mesure de pH mètre, à droite HEC et à gauche RC+ .....	64
<b>Figure N° 30 :</b> Mesure de la densité .....	65
<b>Figure N° 31 :</b> Mesure de la viscosité et la densité .....	66
<b>Figure N° 32 :</b> Teste de centrifugation .....	66
<b>Figure N° 33 :</b> Test de refractomètre .....	67
<b>Figure N° 34:</b> Un rhéomètre de type MCR 302 Anton-Paar.....	68
<b>Figure N° 35 :</b> La fiche détaillante de cône-plan.....	66
<b>Figure N° 36 :</b> Les normes de matière après un test viscoélasticité.....	68
<b>Figure N°37 :</b> Appareil spectroscopie IR à Transformée de Fourier 'FTIR-8900-SHIMADZU .....	69
<b>Figure N° 38 :</b> Produit finale .....	74
<b>Figure N° 39:</b> Viscosimètre utilisé pour calculer la viscosité de produit .....	76
<b>Figure N° 40 :</b> Contrôle de stabilité par teste de centrifugation .....	77
<b>Figure N° 41 :</b> Courbe d'écoulement pour le polymère HEC .....	78

<b>Figure N° 42</b> : Courbe d'écoulement pour le polymère RC+.....	78
<b>Figure N° 43</b> : Courbe de test de viscoélasticité pour le polymère HEC.....	80
<b>Figure N° 44</b> : Courbe de test de viscoélasticité pour le polymère RC+.....	81
<b>Figure N° 45</b> : Spectre FTIR de RC+.....	83
<b>Figure N° 46</b> : La structure chimique de RC+.....	84
<b>Figure N° 47</b> : Spectre FTIR de HEC.....	84
<b>Figure N°48</b> : La structure chimique de HEC.....	85
<b>Figure N° 49</b> : Les cultures des hydrogels obtenus.....	86

## Liste des abréviations

**°C** : Degré Celsius

**LVE** : linéaire viscoélastique

**G** : Gramme

**G'** : Module de conservation (stockage)

**G''** : Module de pert

**FTIR** : Fourier Transform InfraRed spectroscopy

**FDA** : Food and drug administration

**HEC** : Hydroxyéthyl cellulose

**ISO** : Organisation internationale de normalisation

**IR** : Infra-rouge

**KCG** : Conservateur

**KBR** : Bromure de potassium

**ml** : Millilitre

**MMP** : Métalloprotéases matricielle

**MPa.s** : Mini pascal. Seconde

**P-DG** : Président-directeur générale

**S.A.P.E.C.O** : Société algérienne de produits d'entretiens

**PH** : Potentiel d'hydrogéné

**RC+** : L'acide polyacrylique hautement réticule

**TEA** : Triethanolamine

**UE** : Union européenne

**MPa.s** : Mini pascal. Seconde

**NA**: normes algérienne

**UFC** : Unité formant colonie.

# Tables des matières

Liste des tableaux

Listes des figures

Listes d'abréviations

**Introduction .....20**

## **Partie théorique : Synthèse bibliographique**

### **I. Généralités sur les hydrogels**

<b>I.1</b> Définitions des hydrogels.....	22
<b>I.2</b> La Structure des Hydrogels.....	22
<b>I.3</b> Les différents types des hydrogels.....	23
<b>I.3.1</b> Les hydrogels physiques.....	23
<b>I.3.2</b> Les hydrogels chimiques.....	24
<b>I.4</b> Hydrogels issus des polymères naturels.....	24
<b>I.5</b> Classification des hydrogels.....	25
<b>I.6</b> Théories de la Gélification.....	26
<b>1.6.1.</b> Agents Gélifiants.....	26
<b>I.7</b> Technologies adoptées dans la préparation d'hydrogel.....	28
<b>I.8</b> Caractéristiques techniques de l'hydrogel.....	29
<b>I.9</b> Rhéologie des hydrogels.....	29
<b>I.10</b> Les applications des hydrogels.....	29
<b>I.10.1</b> En pharmaceutique.....	30
<b>I.10.2</b> Les pansements.....	30
<b>I.10.3</b> Lentilles de contact.....	31
<b>I.10.4</b> En cosmétique.....	31

## II. Le polymère en cosmétique

II.1 Historique.....	32
II.2 Définition.....	32
II.3 Origines Naturelles.....	33
II.4 Les polymères en cosmétique.....	33
II.4.1 Polymères synthétiques en cosmétique.....	34
II.4.2 Polymères naturels en cosmétique.....	35
II.5 Propriétés des polymères spécifiques aux cosmétiques.....	35
II.6 Hydrogels en cosmétiques.....	36
II.7 Applications des hydrogels en cosmétique.....	37
II.8 Formulation de l'hydrogel en cosmétique.....	37
II.9 Avantage des hydrogels en cosmétiques.....	38

## III. Le gel d'*Aloe Vera* et la *figue de barbarie*

### {Composition et extraction}

III.1 Introduction sur l' <i>Aloès Vera</i> .....	39
III.2 Originaire de l' <i>Aloès Vera</i> .....	39
III.3 La plante.....	39
III.4 La feuille.....	40
III.4.1 L'écorce.....	40
III.4.2 Le latex.....	41
III.4.3 La pulpe.....	41
III.5 Le gel d' <i>Aloe Vera</i> .....	41
III.5.1 La structure.....	41
III.5.2 La Composition du gel d' <i>Aloe Vera</i> .....	42
III.5.3 Propriétés hydratantes.....	42
III.5.4 Propriétés anti-âge.....	43
III.6 Usages cosmétiques.....	43
III.7 Procède de récupération du gel d' <i>Aloe Vera</i> .....	43
III.7.1 Retrait du gel.....	44

<b>III.8</b> Généralité sur le <i>Figue de barbarie</i> .....	44
<b>III.9</b> Origine de la plante.....	44
<b>III.10</b> Description morphologique.....	45
<b>III.11</b> Composition chimique des raquettes.....	46
<b>III.12</b> Procède de récupération du gel de figue de barbarie .....	46
<b>III.13</b> Composition chimique de la figue de barbarie.....	46
<b>III.13. 1</b> Composition chimique de gel des raquettes.....	47
<b>III.14</b> Utilisation de la figue de barbarie .....	48
<b>III.14.1</b> Usage cosmétique.....	48

### **La partie expérimentale : Matériels et méthode**

<b>1.</b> Objectif de travail.....	49
<b>2.</b> Présentation de site de travail.....	49
<b>2.1</b> Laboratoire physicochimique de Venus.....	50
<b>2.2</b> Laboratoire microbiologique .....	50
<b>3.</b> Matériels biologiques.....	51
<b>3.1</b> Matériels végétales.....	51
<b>4.</b> Matériel non biologique.....	51
<b>4.1</b> Les Agents gélifiants utilisées pour formuler un hydrogel.....	51
<b>4.1.1</b> La gomme de Xanthane.....	52
<b>4.1.2</b> Hydroxyéthyl cellulose (HEC).....	52
<b>4.1.3</b> L'acide polyacrylique hautement réticulé ( RC+).....	53
<b>4.2</b> Les additives.....	53
<b>4.3</b> Les appareils physicochimique.....	54
<b>4.3.1</b> La balance .....	54
<b>4.3.2</b> Homogénéisateur cosmétique.....	54
<b>4.3.3</b> Bain marie.....	55
<b>4.3.4</b> PH Mètre.....	55
<b>4.3.5</b> Le densimètre (aréomètre).....	55
<b>4.3.6</b> Le viscosimètre.....	55
<b>4.3.7</b> Les réfractomètres.....	55

4.3.8 Pycnomètre.....	55
4.3.9 Centrifugeuse.....	55
4.3.10 KBR.....	56
4.4 Matériel analytique de spectrophotomètre infrarouge.....	56
4.5 Matériels microbiologiques.....	57
4.5.1 Le D/E neutralisant.....	57
4.5.2 Plate count agar.....	57
4.5.3 La gélose Sabouraud Dextrose.....	57
5. Méthodes .....	57
5.1 La préparation de la matière première.....	57
5.1.1 Le retrait de gel d' <i>Aloe Vera</i> .....	58
5.1.2 Le retrait de gel de <i>figuier de barbarie</i> .....	60
6. Préparation des hydrogels.....	61
6.1 Hydrogel à base de RC+ (Acide polyacrylique hautement réticulée).....	61
6.2 Hydrogel à base de HEC (Hydroxyéthyl cellulose).....	62
6.3 Hydrogel à base de la gomme de Xanthane.....	63
7. La mesure de pH mètre.....	63
8. Mesure de densité.....	64
9. Mesure de la viscosité .....	65
10. Contrôle de stabilité.....	66
10.1 Etuvage.....	66
10.2 Centrifugation.....	66
11. Mesure de l'indice de réfraction .....	67
12. Étude de la rhéologie.....	67
12.1 Le but de la rhéologie.....	68
12.2 Le mode opératoire de la rhéologie.....	69
12.2.1 Le test d'écoulement.....	69
12.2.2 Test de viscoélasticité .....	70
13. La spectrophotométrie infra-rouge.....	71
13.1 Préparation de l'échantillon (polymère HEC) .....	72
14. Etude microbiologique .....	73

## La partie expérimentale : Résultats et Discussion

1. Les hydrogels obtenus (produit finale) .....	74
2. Résultats et analyses.....	74
2.1 Physico-chimique.....	74
2.1.1 PH mètres.....	74
2.1.2 Calcule de la densité.....	75
2.1.3 Calcule de la viscosité.....	76
2.1.4 Teste de stabilité.....	77
2.1.5 Indice de réfraction.....	77
2.1.6 Etude de la rhéologie.....	77
2.1.6.1 Les courbes de test d'écoulement.....	78
2.1.6.1.1 Discussion.....	79
2.1.6.2 La viscoélasticité.....	80
2.1.6.2.1 Discussion.....	81
2.1.7 Infrarouge.....	82
2.1.7.1 Discussion.....	84
2.2 Analyse microbiologique.....	86
<b>Conclusion .....</b>	<b>88</b>

### Références bibliographique

### Introduction

Le développement de la chimie organique a conduit à un grand nombre de synthèses, il a été suscité d'une part par la curiosité scientifique et d'autre part par des impératifs économiques, au début de XXe Siècle, les progrès en chimie organique permettent la synthèse des molécules complexes en suivant un protocole par étapes, au même moment, les chercheurs ont découvert que les polymères et les enzymes étaient des molécules organiques de grande valeur. Dès lors, le développement des polymères a connu un essor considérable grâce à leurs propriétés modulables et à leur large spectre d'applications, ces matériaux ont permis d'importantes avancées dans des domaines variés. **(Tamura et al, 2011)**

Actuellement, un certain nombre de travaux portent sur la mise au point de réseaux semi interpénétrés et interpénètres à base de polymère réticulé de façon covalente et d'un polymère associés, les chaînes du second polymère sont reliées au réseau, soit par des liaisons physiques (cas des réseaux semi interpénétrés), soit par des liaisons chimique (cas des réseaux interpénétrés). Les associations de différents types de polymère confèrent aux réseaux des nouvelles propriétés en vue de nombreuses applications (Pharmaceutiques, biomédicales, environnementales...etc.) **(Shengfeng, 2010)**

Parmi ces matériaux, les Hydrogels qui constituent une classe particulière de polymère dont l'une des propriétés essentielles est leur capacité à absorber une grande quantité d'eau, de plus, l'intérêt de ces nouveaux matériaux réside dans la combinaison, à la fois des propriétés des liquides(Hydrogels) et des solides (Agent gélifiants) qui sont caractéristiques des matériaux viscoélastiques **(Payet et al, 2005)**.

En effet, ils sont à la base d'un grand nombre d'applications dans des domaines technologiques divers, dans le domaine des polymères vecteurs pour la libération contrôlée de médicaments, dans le domaine pharmaceutique, parapharmaceutique, les biotechnologies industriels, environnementales ainsi que dans les cosmétiques. **(Garnier et al, 2007)**

Les cosmétiques à base de gel *Aloe Vera* sont particulièrement conseillé, leur usage remonte à plus de 5000 ans, aujourd'hui, leur réputation est mondiale en particulier pour soigner les brûlures, les coups de soleil, la cicatrisation des plaies et la lutte contre le vieillissement des cellules. **(Christaki et al, 2010)**.

Le gel de la *Figue de Barbarie* est également reconnu dans la cosmétique pour ces propriétés Anti âge, grâce à sa teneur en vitamine E, Il protège la peau contre les radicaux libres, qui permettent de gommer les rides, de prévenir leur apparition et lutter contre le relâchement de la peau.

C'est dans ce contexte, que notre travail de mémoire s'inscrit, sur le développement d'un gel purifiant à base d'extrait d'*Aloe Vera* et la *Figue de barbarie*, en utilisant des polymères gélifiants naturels ou synthétiques qui permettent de donner aux mélanges la consistance d'un **gel**.

Dans le présent travail nous avons procédé à la formulation du nouveau gel purifiant à base de gels naturels d'*Aloe Vera* et le figuier de barbarie, le présent manuscrit illustre deux parties importante :

- ❖ La première partie est consacrée à une étude bibliographique, portant sur les hydrogels, leurs classifications, leurs propriétés ainsi que leurs synthèses et leurs domaines d'applications. Nous décrivons ensuite un aperçu sur les polymères en cosmétologie et les gels *Aloe Vera* et la *Figue de barbarie*, enfin on citera les procédés pour récupérer le gel d'*Aloe Vera* et la *Figue de barbarie*.
- ❖ La deuxième partie, est constituée par la partie expérimentale réalisée au niveau du laboratoire de Venus durant notre stage.
- ❖ Dans la troisième partie, nous présentons les résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

Nous terminons par une conclusion générale.

# **Partie théorique**

# **Bibliographique**

## I. Généralités sur les hydrogels

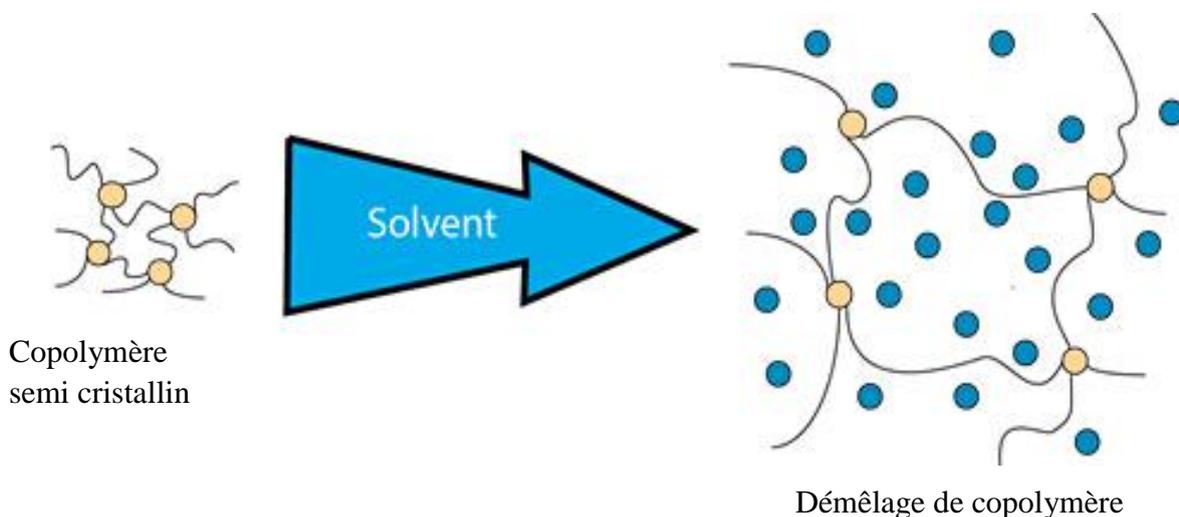
### I.1 Définition

Les hydrogels sont définis comme des réseaux macromoléculaires tridimensionnels composés de polymères hydrophiles, qui absorbent et maintiennent de très grandes quantités d'eau ou de fluide biologique, sans se dissoudre et sans perdre leur structure. Ces biomatériaux sont capables de gonfler et de dégonfler rapidement et peuvent retenir d'importantes quantités d'eau dans leur structure gonflée (jusqu'à 99% en masse d'eau). (Singh *et al*, 2013).

Le caractère hydrophile élevé des hydrogels est dû à la présence de groupes hydrophiles dans la chaîne polymère, tels que des groupes hydroxyde, carboxyle, amide ou amine ( $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{COOH}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{CONH}_2$ ,  $-\text{CONH}$  et  $-\text{SO}_3 \text{H}$ ) (Lin *et al*, 2006).

### I.2 La Structure des hydrogels

Dans leurs structures, les hydrogels incluent, soit des homopolymères, soit des copolymères ou des réseaux de copolymères de molécules hydrophiles ayant la propriété d'absorber une grande quantité d'eau, de solvant organique ou de fluide biologique sans se dissoudre mais en subissant un gonflement (Figure N°1). (Kuckling *et al*, 2002)



**Figure N° 1** : Gonflement d'un hydrogel dans une solution. (Kuckling *et al*, 2002)

Quand l'hydrogel est immergé dans un solvant compatible thermodynamiquement, le solvant diffuse dans l'hydrogel, et provoque une extension des chaînes considérable. Ainsi la diffusion du solvant provoque un gonflement du réseau jusqu'à un volume d'expansion qui peut être considérable. Cette expansion ou gonflement du réseau peut être exprimée par le taux de gonflement en volume ou le taux de gonflement en poids. (Hirose, 1998)

La capacité d'un hydrogel de gonfler dans l'eau dépend en premier du type de polymère et du degré de réticulation (Figure N°2). (Herbert et al, 1990).

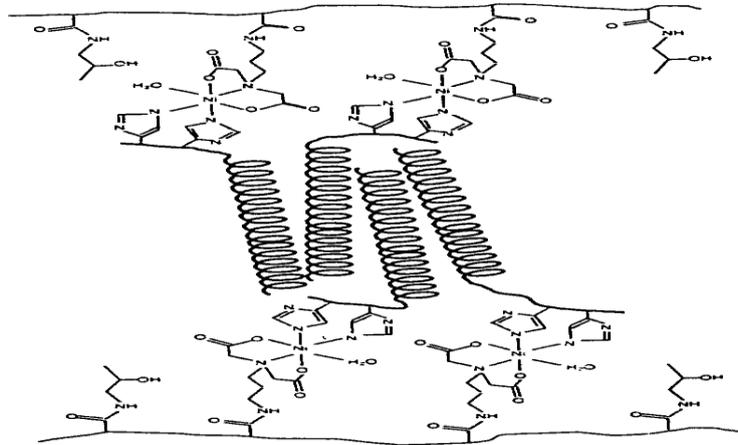


Figure N° 2 : Hydrogel extra absorbant (Herbert et al, 1990)

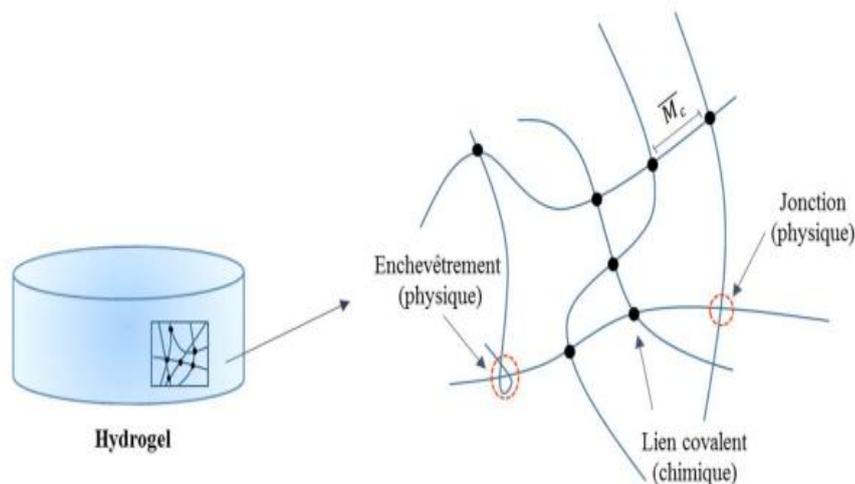


Figure N° 3 : la structure d'hydrogel (Herbert et al, 1990).

### I.3 Les différents types des hydrogels

Les gels polymères peuvent être classés en deux types : les gels chimiques et physiques.

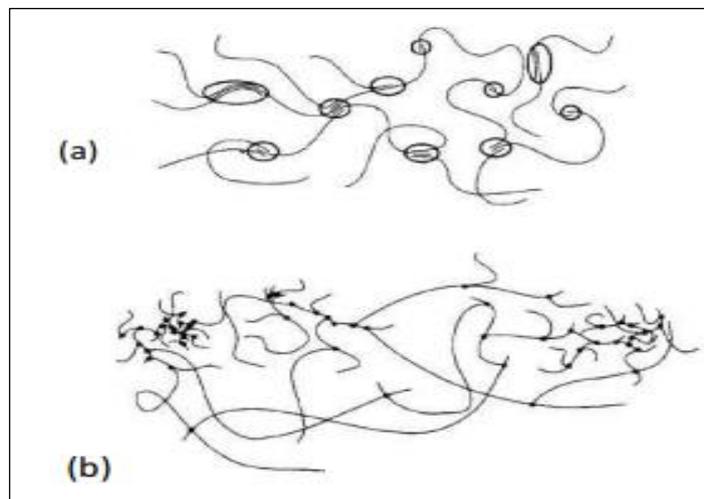
#### 1.3.1 Les hydrogels physiques

Les hydrogels physiques sont thermiquement réversibles et résultent d'une association intermoléculaire par van der Waals, d'interactions électrostatiques ou de liaisons hydrogène. (Hoffman, 2002).

### I.3.2 Les hydrogels chimiques

Les hydrogels chimiques sont des polymères en réseau réticulés de manière covalente gonflés dans une grande quantité de solvant et sont généralement thermiquement irréversibles. Ils peuvent être préparés par gonflement d'un polymère préalablement réticulé et polymérisation ou polycondensation en réseau, ainsi que par réticulation d'oligomères au niveau des groupements terminaux réactifs en milieu solvant. (**Hassan et al, 2012**). (Figure N°4)

Comme les hydrogels physiques, les hydrogels chimiques ne sont pas homogènes. Ils contiennent généralement des régions peut gonflées par l'eau où la densité de réticulation est élevée, Dans les hydrogels biochimiques, des agents biologiques tels que des enzymes ou des acides aminés participent au processus de gélification. (**Hoffman, 2002**)



**Figure N° 4** : Schéma de deux différentes structures d'hydrogels. (**Kohane et al, 2008**)

- Dans l'hydrogel physique (a), la partie qui présente des liaisons physiques forme des clusters (grappes) de taille finie.
- Dans l'hydrogel chimique (b), les points de réticulation comportent des parties considérées comme rares et denses.

### I.4. Hydrogels issus des polymères naturels

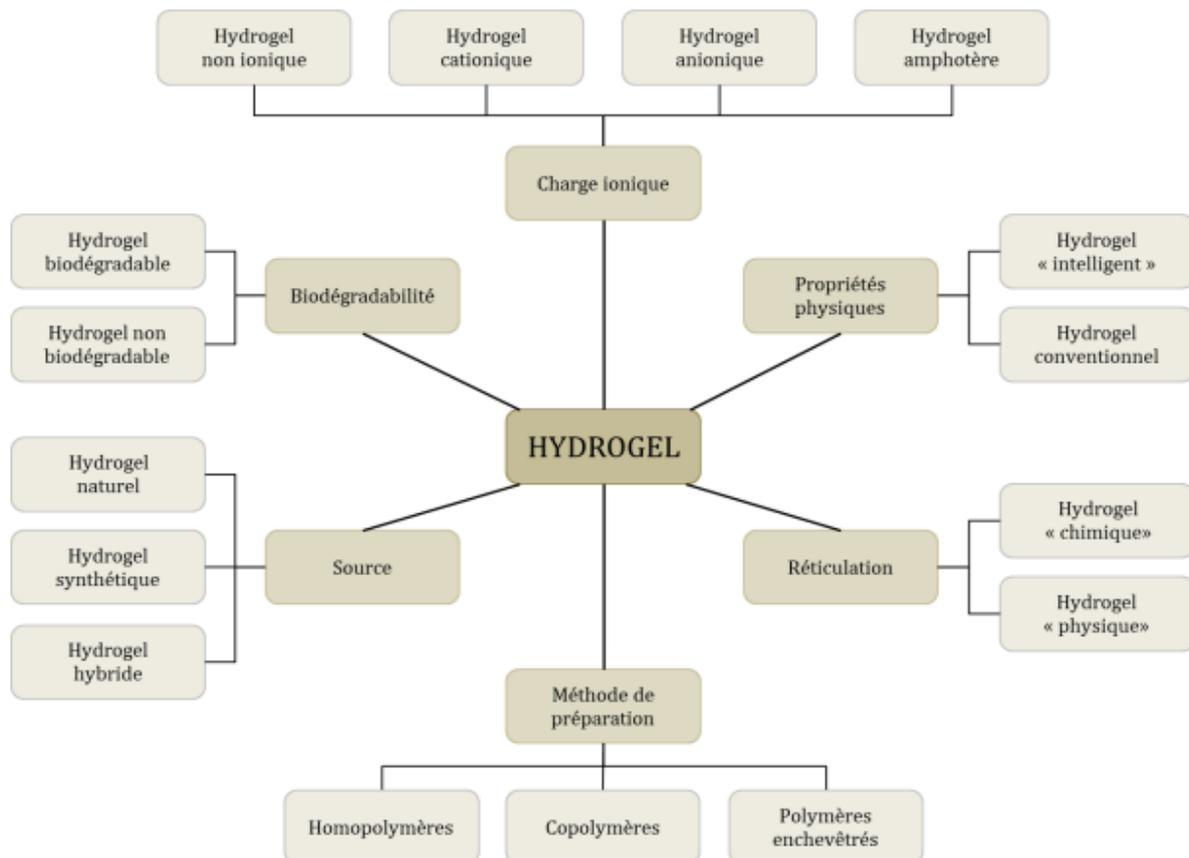
Une large gamme de polymères naturels, semi-synthétiques et synthétiques peut être utilisée comme matériaux de départ pour la synthèse des hydrogels, Les polymères d'origine naturelle les plus rencontrés sont l'alginate, le collagène et l'acide hyaluronique (HA) etc. Les hydrogels issus de polymères naturels offrent généralement des propriétés spécifiques avantageuses telles que la

biocompatibilité et pour certaines applications la biodégradabilité. Ils peuvent contenir aussi des fragments biologiques favorisant l'activité biologique (Singh *et al*, 2010)

### I.5 Classification des hydrogels

En raison de leur grande diversité, différents critères peuvent être considérés pour leur classement (Singh *et al*, 2010). (Figure N°5)

- La source du polymère.
- La nature de la réticulation.
- La méthode de préparation.
- La charge globale des groupes fonctionnels dans le réseau polymère.
- Leur durée de vie dans l'organisme.
- Les propriétés physiques.



**Figure N° 5** : les principales catégories des hydrogels. (Patel et Mequanint, 2011)

## I.6 Théories de la Gélification

La gélification est un processus aboutissant à la formation d'un gel, lors du passage de l'état fluide ou liquide à un état presque solide appelé état gel. Il y a solidification par refroidissement. Elle peut être forcée par l'apport de gélifiants qui augmentent la viscosité. (Herbert *et al*, 1990).

### 1.6.1. Agents Gélifiants

Les agents gélifiants utilisés en pharmaceutique et en cosmétique doivent être inertes, sans danger et ne réagissant pas avec les autres composants de la formulation. (Herbert *et al*, 1990)

Les agents gélifiants usuellement utilisés en formulations pharmaceutiques sont regroupés en dérivés ioniques (anioniques et cationiques), et dérivés non ioniques (Tableau N° 1).

**Tableau N° 1** : les différents agents gélifiants usuellement utilisés. (Herbert *et al*, 1990)

Agent gélifiant	Caractéristiques	Type
<b>Carbopols</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Poudre blanche</li> <li>- Odeur acétique</li> <li>- Insoluble dans l'eau</li> <li>- Forme colloïdal après dispersion dans l'eau</li> <li>- Hygroscopique</li> <li>- Stabilisant</li> </ul>	<b>Dérivés anioniques</b>
<b>Alginate (de Sodium, de Calcium)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Poudre blanche</li> <li>- Inodore et sans saveur</li> <li>- Très soluble dans l'eau</li> <li>- Synthétisé à partir de l'acide alginique</li> <li>- Extrait d'algues brunes</li> </ul>	<b>Dérivé anionique</b>
<b>Cellulose (carboxyméthylcellulose sodique)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Poudre blanche</li> <li>- Soluble dans l'eau</li> </ul>	<b>Dérivés anioniques</b>
<b>Chitosane</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Extrait de la coquille des crustacés</li> </ul>	<b>Dérivé cationique</b>
<b>Gomme Agar gar</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Très puissant gélifiant</li> <li>- propriétés laxatives</li> <li>- N'est pas digéré dans l'estomac et les intestins</li> </ul>	<b>Dérivés ioniques non</b>
<b>Gomme Xanthane</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Poudre blanchâtre inodore et insipide</li> <li>- Polyoside ramifié</li> <li>- Stable en milieu acide</li> <li>- Soluble dans l'eau</li> <li>- Insoluble dans l'alcool</li> </ul>	<b>Dérivés ioniques non</b>
<b>Celluloses (hydroxyéthylcellulose)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Substance colloïdal</li> <li>- Possibilité d'être combiné à un autre polymère hydrosoluble non ionique</li> <li>- Emprisonnement de l'eau</li> </ul>	

## I.7. Technologies adoptées dans la préparation d'hydrogel

En général, les hydrogels peuvent être préparés à partir de polymères synthétiques ou de polymères naturels. Les polymères synthétiques sont de nature hydrophobe et chimiquement plus résistants que les polymères naturels. Leur résistance mécanique se traduit par un taux de

dégradation lent, mais d'un autre côté, la résistance mécanique assure également la durabilité. Ces deux propriétés opposées doivent être équilibrées par une conception optimale. (Tabata, 2009).

Les polymérisations radicalaires de copolymérisation/réticulation sont couramment utilisées pour produire des hydrogels en faisant réagir des monomères hydrophiles avec des agents de réticulation multifonctionnels. Les polymères linéaires hydrosolubles d'origine naturelle et synthétique sont réticulés pour former des hydrogels de plusieurs manières : (Tabata, 2009).

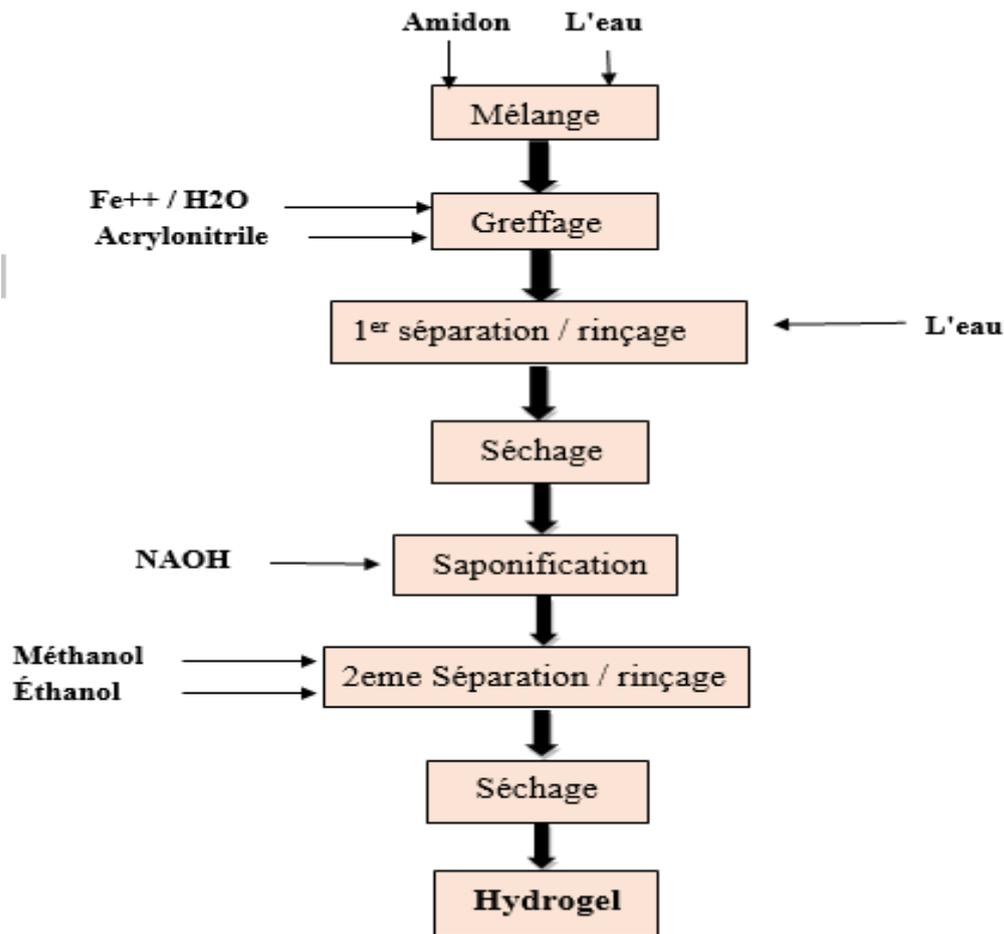
- ❖ Lier les chaînes polymères par réaction chimique.
- ❖ Utilisation de rayonnements ionisants pour générer des radicaux libres de la chaîne principale qui peuvent se recombinaison sous forme de jonctions réticulées.
- ❖ Interactions physiques telles que les enchevêtrements, l'électrostatique et la formation de cristallites.

En général, les trois parties constituantes de la préparation des hydrogels sont :

- ❖ Le distinctif.
- ❖ L'initiateur.
- ❖ L'agent de réticulation.

Pour contrôler la chaleur de durcissement et les propriétés finales des hydrogels, des diluants pouvant être utilisés, tels que l'eau ou d'autres solutions aqueuses.

Ensuite, la masse d'hydrogel doit être lavée pour éliminer les impuretés laissées par le processus de préparation. Ceux-ci incluent les produits indésirables n'ayant pas réagi, les initiateurs, les agents de réticulation et les produits indésirables par des réactions secondaires (Tabata, 2009). (Figure N°6)



**Figure N° 6:** Schéma fonctionnel de la préparation de l'hydrogel à gonflement élevé. (Tabata, 2009).

### 1.8 Caractéristiques techniques de l'hydrogel

Les caractéristiques fonctionnelles d'un matériau hydrogel idéal peuvent être énumérées comme suit: (Aji et al, 2008).

- La capacité d'absorption la plus élevée (gonflement à l'équilibre maximal).
- Taux d'absorption souhaité (taille de particule et porosité préférées) en fonction des exigences de l'application.
- Le contenu soluble le plus bas et le monomère résiduel.
- Le prix le plus bas.
- La plus grande durabilité et stabilité dans l'environnement du gonflement et pendant le stockage.
- La biodégradabilité la plus élevée sans formation d'espèces toxiques suite à la dégradation.
- Neutralité du pH après gonflement dans l'eau.

- Incolore, inodore et absolument non toxique.

Deux caractéristiques importantes sont la biocompatibilité et les propriétés mécaniques. La perméabilité dans les hydrogels est également un paramètre nécessaire à étudier aux vues des applications potentielles d'encapsulation.

### **I.9 Rhéologie des hydrogels**

La rhéologie est une méthode appropriée pour caractériser les propriétés mécaniques de l'hydrogel car elle est rapide, sensible, nécessite des échantillons de petite taille et révèle des différences d'architecture telles que le degré de réticulation, la proximité de la transition vitreuse, l'homogénéité/hétérogénéité structurelle et le poids moléculaire. (**Van et al, 2013**).

Diverses conditions expérimentales conviennent pour étudier les propriétés rhéologiques de l'hydrogel. Les plus utilisés sont le balayage temporel à fréquence et déformation constante ou le balayage fréquentiel à amplitude de contrainte de cisaillement constante. La Formation d'hydrogels peut également être caractérisé par différentes méthodes rhéologiques, c'est-à-dire balayage de fréquence, balayage de déformation ou mode de balayage de contrainte. (**Van et al, 2013**).

La détermination des propriétés rhéologiques des biogels est importante pour l'impression des tissus en contrôlant les propriétés physiques et en développant des systèmes efficaces d'administration de médicaments. (**Van et al, 2013**).

### **I.10 Les applications des hydrogels**

L'utilisation des hydrogels pour des applications biomédicales remonte aux années 60 lorsque Wichterle et Lim ont mis au point les premières lentilles de contact flexibles à base de poly (Hydroxyéthyl méthacrylate). Depuis lors, la technologie des hydrogels a progressé de façon spectaculaire pour couvrir une large gamme d'applications industrielles, telles que l'industrie agroalimentaire, cosmétique et la pharmacie (**Herbert et al, 1990**)

Les hydrogels peuvent être appliqués également aux produits hygiéniques (**Singh et al, 2010**) à l'agriculture, à l'étanchéité, déshydratation du charbon, neige artificielle, ingénierie tissulaire et médecine régénérative, diagnostics, séparation de biomolécules ou de cellules et matériaux barrières pour réguler les adhérences biologiques, et biocapteur (**Martin et al, 1995**)

**I.10.1 En pharmaceutique**

Dans le domaine pharmaceutique les hydrogels peuvent se présenter en plusieurs types:

- ❖ Les gels transdermiques : Ils appartiennent aux préparations semi-solides tout comme les pommades, les crèmes. Mais les gels sont entrain de gagner de plus en plus de popularité grâce à leur facilité d'application et leur absorption percutanée. (**Saroha et al, 2013**).
- ❖ Les gels dentaires : Ils doivent présenter un comportement thixotrope - Avoir une bonne viscosité pour pouvoir remplir les fissures (Figure N°7)
- ❖ Les gels nasaux : Ils doivent être adhérents, inodores, non irritants, hydrosolubles
- ❖ Les gels vaginaux : doivent être stables en milieu acides, adhérents, non irritants, sans graisse, non collants, lubrifiants)
- ❖ Les gels ophtalmiques : ils doivent être: clairs, stériles, mucomimétiques

**I.10.2 Les pansements**

Le pansement hydrogel permet d'assurer la bonne hydratation de la plaie pour une meilleure cicatrisation en milieu humide. C'est un pansement neutre pour la peau saine au voisinage de la plaie mais qui évite la macération tout en absorbant les exsudats et débris fibrinoleucocytaires de la plaie. (**Hoffman, 2002**).

**I.10.3 Lentilles de contact**

Les hydrogels utilisés pour la production de lentilles de contact peuvent couvrir la plupart des exigences nécessaires lors de l'utilisation dans différentes conditions physiologiques. Pour un matériau hydrogel utilisé comme lentille de contact, il existe certaines nécessités pour le rendre confortable pendant l'utilisation. Ces nécessités comprennent la teneur en eau, de bonnes propriétés mécaniques, la perméabilité à l'oxygène, la mouillabilité de la surface, de bonnes installations optiques, la stabilité à l'hydrolyse et à la stérilisation, une nature non toxique et une tolérance biologique suffisante pour les cellules vivantes (**Shang et al, 2008**)

**I.10.4 En cosmétique**

Les hydrogels sont également très utilisés dans le secteur du cosmétique. Ils permettent de piéger des ingrédients actifs cosmétiques et de les libérer de manière contrôlée, grâce à un stimulus extérieur comme une variation de pH par exemple. De plus, les actifs piégés dans

l'hydrogel sont protégés de l'environnement extérieur pouvant éventuellement les dégrader. (**Kim et al, 2011**).

Les propriétés mécaniques des hydrogels confèrent aux formulations une stabilité et une résistance utiles pour le stockage pendant plusieurs mois, voire plusieurs années, dans un flacon soumis éventuellement à des contraintes et des chocs (transport). De plus, il est possible de jouer sur la rhéologie des hydrogels et de leur donner des formes et des textures variées et adaptées à l'usage que l'on souhaite en faire (solution viscoélastique, solide plus ou moins mou, membrane fine, billes, etc.). (**Kim et al, 2011**).

## II. Le polymère en cosmétique

### II.1 Historique

L'histoire des cosmétiques remonte à plusieurs milliers d'années, ils existaient dans l'Égypte ancienne, la Grèce, Rome, la Chine et le Japon. Les gens semblent être naturellement attirés par le changement d'apparence, que ce soit à des fins esthétiques ou rituelles, il est donc naturel que la tendance se poursuive aujourd'hui sous la forme d'une industrie de plusieurs milliards de dollars.

**(Larousse, 2010)**

Les Egyptiens, dont l'intérêt porté aux soins du corps constituait une marque de raffinement, savaient-ils déjà élaborer toute une gamme de couleurs pour le maquillage des yeux en mélangeant différentes poudres d'origine végétale ou minérale. L'utilisation de graisse, de lait, de miel, de cire ou de résines en concentration variable leur permettaient également d'adapter la texture d'un produit à son utilisation comme poudre, fard, kôhl, masque de beauté, lotion, crème ou pommade.

**(Larousse, 2010).**

### II.2 Définition

**Selon l'article 2 du règlement (CE) n° 1223/2009 du parlement européen et du conseil du 30 novembre 2009** relatif aux produits cosmétiques " un produit cosmétique est toute substance ou préparation autre que les médicaments destinés à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain ou avec les dents et muqueuses en vue de les nettoyer, de les protéger ou de les maintenir en bon état, d'en modifier l'aspect, de les parfumer ou d'en corriger l'odeur corporelle ".

Les hydrogels, associés à d'autres composants chimiques, peuvent constituer une formulation cosmétique, qui peut trouver plusieurs applications topiques sur la surface du corps et des cheveux. Selon les réglementations de l'UE et de la FDA, un cosmétique est une substance ou une préparation destinée à être mise en contact avec toute partie externe du corps humain, y compris les muqueuses de la cavité buccale et des dents. Les fonctions que les cosmétiques peuvent remplir sont les suivantes : **(Schueller et al, 1999)**

- Modifier les odeurs corporelles.
- Modifier l'apparence du corps.
- Nettoyer la peau et les cheveux ou les maintenir en bon état.
- Parfumer ou protéger.

**II.3 Origines Naturelles**

À l'origine, les cosmétiques et les produits de beauté utilisaient des ingrédients végétaux et minéraux naturels, notamment des huiles de ricin et d'olive, des huiles aromatiques, de la cire d'abeille, de l'eau de rose, du henné, du carbone, de la gélatine, des blancs d'œufs, du carthame et de la poudre de riz. Le maquillage naturel a été utilisé dans une certaine mesure sur tous les continents jusqu'au 20<sup>ème</sup> siècle lorsqu'influencé par l'industrie cinématographique la production de masse de cosmétiques a commencé. Le développement simultané de l'industrie chimique a fait des composants synthétiques un élément indispensable de l'industrie cosmétique. **(Patil et al, 2013)**

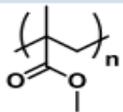
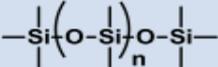
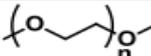
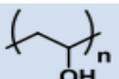
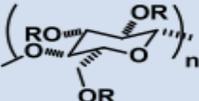
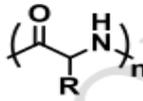
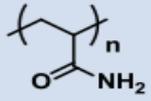
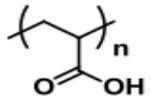
**II.4 Les polymères en cosmétique**

L'objectif des fabricants de cosmétiques est d'élaborer des produits finis performants, stables, avec des qualités sensorielles et toxicologiques irréprochables pour la sécurité du consommateur. Les polymères sont des ingrédients importants dans les formulations cosmétiques. On distingue les polymères synthétiques, obtenus par synthèse, les polymères naturels, issus de la nature et les polymères artificiels obtenus par modification des polymères naturels. **(Patil et al, 2013)**

**II.4.1. Polymères synthétiques en cosmétique**

L'utilisation spécifique de composant polymériques en cosmétique a un intérêt tout particulier par rapport à d'autres composants, tout simplement car ils ne pénètrent pas dans la peau. Plus précisément, il est décrit que la masse molaire minimum considérée pour qu'un composant ne traverse pas la peau est de 500 g.mol. La plupart des macromolécules rentrent dans cette catégorie, elles sont illustrées dans le tableau 2 qui représente les grandes familles de polymères utilisées en cosmétique, ainsi que leurs propriétés et leurs utilisations dans les produits finis. **(Korichi et al, 2009)**

Tableau N° 2 : Les Polymères utilisés dans le domaine des cosmétiques. (Korichi et al, 2009)

Structure	Propriétés	Utilisation
 <b>PMMA</b>	Filmogène	Maquillage Crème Shampooing
 <b>Silicone</b>	Hydratants Emollientes Anti-mousse	Shampooing Maquillage Crème Rouge à lèvres
 <b>Polyéthylène glycol</b>	Emulsifiant Solubilisant	Crème
 <b>Alcool polyvinylique</b>	Filmogène Contrôle de la viscosité	Maquillage Rouge à lèvres Vernis à ongles
Structure	Propriétés	Utilisation
 <b>Polysaccharide</b>	Hydratants Filmogène, Gélifiant Contrôle de la viscosité	Crème Shampooing Vernis à ongles
 <b>Polyamide</b>	Antimicrobiennes Antibactériennes Opacifiant Hydratant	Crème Shampooing Vernis à ongles Rouge à lèvres
 <b>Polyacrylamide</b>	Antistatique Liant Filmogène Agent de fixation capillaire	Shampooing
 <b>Acide polyacrylique</b>	Liant Stabilisateur d'émulsion Filmogène Gélifiant Contrôle de la viscosité	Crème Shampooing

#### II.4.2 Polymères naturels en cosmétique

L'industrie cosmétique s'oriente vers des matières premières issues du naturel (le végétal ou le marin) d'où une conception de produits et de procédés permettant de réduire ou d'éliminer

l'utilisation et la synthèse de substances nocives. Ces polymères connaissent un réel essor à cause de leurs origines naturelles et surtout de leur caractère biodégradable et biocompatible

Les polymères naturels interviennent dans tous les types de formulations. Ils sont utilisés dans les produits de soins (les produits solaires, les produits pour cheveux) et dans les formulations de produits de maquillage comme les vernis à ongles, les mascaras, les fonds de teint ou les poudres compactées colorées. Ces polymères apportent des propriétés filmogènes, d'hydratation, d'adhésion, rhéologiques et de gélification pour répondre aux nombreuses fonctions de ces formulations cosmétiques. La nécessité de trouver le compromis optimal entre toutes les fonctionnalités d'une formulation impose l'usage de plusieurs polymères naturels au sein de celle-ci qui peuvent, dans certaines conditions, présenter une certaine synergie entre eux. (**Korichi et al, 2009**). Ainsi, dans les formules cosmétiques, ils sont ajoutés :

- Comme agents filmogènes dans les mascaras, les vernis à ongles.
- Comme épaississants et modificateurs de rhéologie dans les émulsions, les gels.
- Comme agents émulsifiants dans les lotions, les crèmes solaires.
- Comme hydratants, émollients, dispersants et produits résistants à l'eau.

## **II.5 Propriétés des polymères spécifiques aux cosmétiques**

Les polymères sont incorporés dans les formules cosmétiques pour : (**Tranchant et al, 2020**)

- Former des films.
- Contrôler la rhéologie des produits cosmétiques ; c'est-à-dire jouer le rôle d'épaississant, de donner un toucher avec une bonne compatibilité des constituants de la formule....
- Stabiliser les émulsions.
- Donner de l'adhésion au film sur les différents supports du corps humain (peau, lèvres, ongles, cils, cheveux...).
- Jouer sur l'hydratation de la peau une fois le film formé.
- Encapsuler des principes actifs pour moduler la biodisponibilité de ces derniers.
- Créer des effets visuels particuliers.

La solution généralement retenue est de faire des mélanges de plusieurs polymères en jouant sur les avantages de chacun et de créer des synergies.

## II.6 Hydrogels en cosmétiques

Les hydrogels utilisés dans les préparations cosmétiques peuvent être à base de nombreux biopolymères, entre autres collagène, gélatine, acide hyaluronique, alginate, chitosane, gomme xanthane, pectine, amidon, cellulose et ses dérivés. Les hydrogels à base de biopolymères sont utilisés pour développer de nouveaux produits cosmétiques, tels que les "masques de beauté". Ces masques sont censés hydrater la peau, restaurer son élasticité et favoriser les performances anti-âges. (Mitura *et al*, 2020).

Les hydrogels super absorbants, en particulier les matériaux à base d'acrylate, sont largement utilisés dans les produits d'hygiène pour absorber les fluides car ils sont capables d'éloigner l'humidité de la peau, de favoriser la santé de la peau, de prévenir l'érythème fessier et d'offrir un confort. (Mitura *et al*, 2020)

## II.7 Applications des hydrogels en cosmétique

Dans les applications cosmétiques, les hydrogels sont principalement appliqués par voie topique, sur la peau, les cheveux, et ils sont également utilisés dans les soins bucco-dentaires (figure N°8) (Korichi *et al*, 2009)

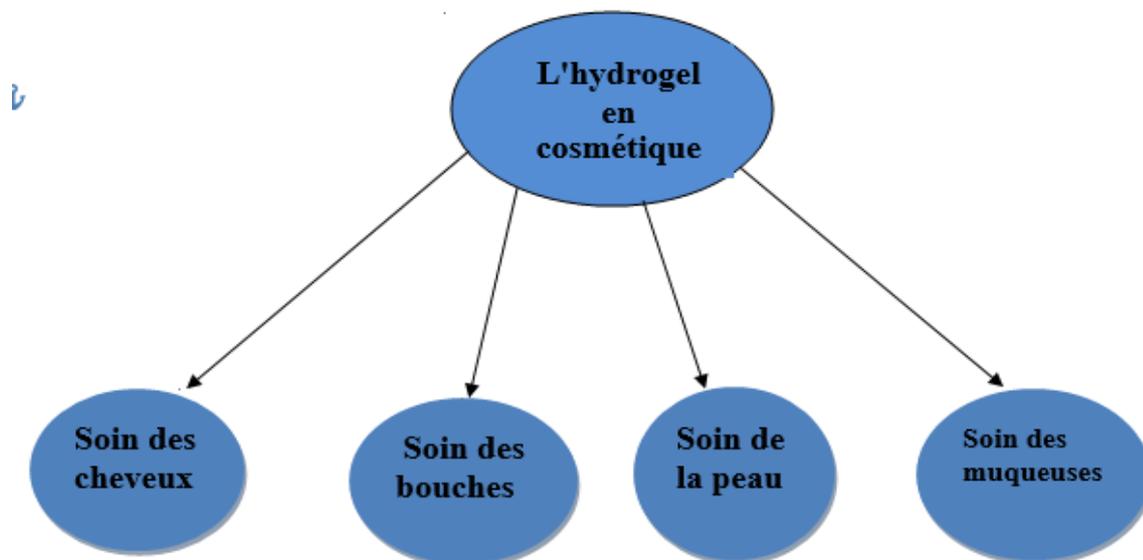


Figure N° 7 : L'utilisation des hydrogels en cosmétique (Korichi *et al*, 2009)

L'utilisation d'hydrogels bio adhésifs à des fins de soins de la peau présente des avantages importants, par exemple des temps de séjour longs sur le site d'application et une fréquence d'administration réduite du produit (**Schueller et al, 2001**)

### II.8 Formulation de l'hydrogel en cosmétique

La pharmacopée européenne définit les hydrogels comme des préparations dont l'excipient est habituellement de l'eau, du glycérol ou du propylène glycol gélifiés à l'aide d'agents gélifiants appropriés, tels que des poloxamères, de l'amidon, des dérivés de la cellulose, des carbomères ou des silicates de magnésium-aluminium (PE 04/2010:0132). Un hydrogel est très simple à formuler puisqu'il comprend une phase aqueuse ou hydroalcoolique ou hydroglycolique simple, qui constitue 98 % de la préparation et un gélifiant ou épaississant à une concentration de 0,1 à 2,0 %. (**Bolzinger et al, 2015**)

En matières première on distingue deux types d'agents utilisés pour structurer le gel : (**Bolzinger et al, 2015**)

- **Les agents épaississants** qui présentent des propriétés épaississantes quand ils ne peuvent s'associer fortement entre eux ; l'augmentation de la viscosité est alors liée à la concentration en macromolécules et à leur masse molaire.

- **Les agents gélifiants** qui présentent des propriétés gélifiantes avec la formation d'un réseau tridimensionnel grâce aux molécules qui interagissent pour former des zones de jonction ; la solidité et le nombre de zones de jonction déterminent la rigidité et la réversibilité...

Les hydrogels sont des systèmes constitués d'une phase dans laquelle des agents gélifiants contrôlent les propriétés rhéologiques, soit des systèmes multiphasiques où les propriétés rhéologiques sont assurées par la coagulation en un réseau tridimensionnel de la phase dispersée liquide (émulsions) ou solide (dispersions) (**Bolzinger et al, 2015**)

### II.9 Avantages des hydrogels en cosmétiques

De nombreuses structures d'hydrogels ont été préparées et caractérisées pour des applications cosmétiques. Ils présentent un avantage important, car ils permettent un temps de séjour plus long sur le site d'application. Les caractéristiques importantes des réseaux d'hydrogels pour des applications en cosmétique incluent une capacité de dégonflement et une résistance mécanique. La biodégradabilité constitue également un avantage de ces matériaux. (**Hau et al, 2018**)

La capacité de modification structurelle des biopolymères peut conduire à la formation de nouveaux dérivés applicables. L'incorporation de substances actives dans une structure d'hydrogel ainsi que l'encapsulation à l'aide de biopolymères comme coque peuvent conduire au développement de nouveaux produits cosmétiques. La préparation de l'hydrogel, les performances modifiées et le mécanisme de réticulation sont généralement liés à l'objectif fixé, par exemple la préparation pour les cheveux, la peau, les ongles, les soins bucco-dentaires. (**Hau et al, 2018**)

L'incorporation d'ingrédients actifs dans une structure d'hydrogel exerce leur action sur les couches profondes de la peau. D'autre part, les biogels offrent un avantage unique en ce qu'ils délivrent à la fois des médicaments hydrophobes et hydrophiles par voie transdermique. La modification des biopolymères et/ou le mélange de deux ou même plusieurs biopolymères peuvent entraîner le développement de nouveaux hydrogels pour des applications cosmétiques. (**Hau et al, 2018**)

### III. Le gel d'*Aloès Vera* et la *figue de barbarie*

#### {Composition et extraction}

#### III.1 Introduction sur l'*Aloès Vera*

Aujourd'hui, l'*Aloès Vera* est utilisée dans de nombreux produits, notamment dans le domaine de la cosmétologie partout dans le monde. Il est courant d'en retrouver dans les crèmes pour visage ou pour les mains, dans les fonds de teint, les nettoyants, les crèmes solaires, les shampoings ou les toniques pour cheveux, crèmes à raser, dans le maquillage, produits de bain et les lotions ou lingettes pour bébé. (Boudreau et al, 2006)

#### III.2 Origine de l'*Aloès Vera*

Elle est originaire d'Afrique du Sud, la plante est adaptée aux régions les plus secs et elle est capable de stocker une très grande quantité d'eau dans ses tissus afin de l'utiliser au besoin, Aujourd'hui, elle est adaptée à la plupart des climats tropicaux voir chauds et est cultivée principalement au Mexique ainsi que dans toute l'Amérique du sud mais aussi en Chine, en Thaïlande et aux Etats-Unis. (Martin et al, 2010)

#### III.3 La plante

Il s'agit une plante grasse pouvant atteindre de 2 à 3 mètres de haut. La plante d'*Aloe Vera* a une durée de vie approximative de douze ans. Mature après quatre ans, elle se caractérise par des feuilles vertes charnues, pointues, et épineuses sur les bords (entre douze et seize feuilles par plantes) pouvant atteindre entre 60 et 90cm de long et disposée en rosette sur une tige robuste, Les fleurs d'*Aloe Vera* sont jaunes (contrairement à d'autres espèces d'*Aloe*), tubulaires et réunies en grappes. (Martin et al, 2010) (Figure N°9)



Figure N° 8 : Plante d'*Aloe Vera* (Martin et al, 2010)

### III.4 La feuille

La feuille est la partie de l'*Aloe Vera* la plus utilisée, La coupe transversale de la feuille permet de distinguer successivement, en allant de l'extérieur vers l'intérieur : l'écorce , une couche épidermique chlorophyllienne ; un derme cellulosique dans lequel circule une sève (ou Latex) rouge brunâtre, substance très amère ; et enfin, au centre, la pulpe proprement dite, parenchyme mucilagineux incolore très épais (figure 8), qui contient le fameux gel, partie la plus riche et la plus active de la plante contenant les nombreuses substances thérapeutiques(vitamines, acides aminés, minéraux, oligo-éléments, sucres, enzymes,...) que nous décrirons plus loin. A l'heure actuelle, seule la feuille est utilisée, les autres parties telles que les racines et les fleurs ne présentent pas d'intérêt médical. (Eshun et al, 2004) (Figure N°10).



Figure N° 9 : Coupe transversale d'une feuille d'*Aloe Vera* (Eshun et al, 2004)

#### III.4.1 L'écorce

L'écorce est la partie extérieure de la feuille, elle représente 20% à 30% de son poids. Cette partie, d'un vert caractéristique de la plante, est composé de dix-huit couches de cellules avec des chloroplastes où sont synthétisés des lipides, des carbohydrates ainsi que des protéines. (Guo et al, 2016).

#### III.4.2 Le latex

Juste au-dessous de l'écorce se trouve la sève de l'*Aloe Vera* aussi nommée le latex. Ce mucilage jaune et amer est riche en composés phénoliques (dont les anthraquinones). Il s'agit

du système vasculaire de la plante, il permet, entre autres, le transport jusqu'à la pulpe de l'eau, des minéraux et des molécules synthétisées dans les racines. (Boudreau et al, 2006).

### III.4.3. La pulpe

La partie blanche et mucilagineuse à l'intérieur de la feuille est composée de cellules parenchymateuses à paroi fine contenant le gel d'*Aloe Vera*. Il représente 65% à 80% du poids de la plante. Ce gel, incolore, sert de réserve énergétique, suivant les études, il y aurait entre 98% et 99,5% d'eau ainsi que les carbohydrates synthétisés et stockés par la plante. C'est cette partie de l'*Aloe Vera* qui est la plus utilisée en cosmétiques. (Femenia et al, 1999).

### III.5 Le gel d'*Aloe Vera*

Le gel frais d'*Aloe Vera* est un agent antibactérien et antifongique qui peut détruire facilement les micro-organismes et nettoyer le corps des toxines. Il peut également renforcer votre système immunitaire et accélérer votre métabolisme. Les caractéristiques principales du gel sont : (Morin, 2008).

- Aspect visqueux.
- L'absence de couleur, transparent.
- Son gout légèrement amer.

#### III.5.1. La structure

Le gel d'*Aloe Vera* a souvent été étudié comme étant un seul composant. Pourtant, il est possible de différencier trois parties bien distinctes et de compositions en polysaccharides assez différentes : les parois cellulaires, les organites cellulaires et le gel intracellulaire. (Turner et al, 2004) (Figure N°11)

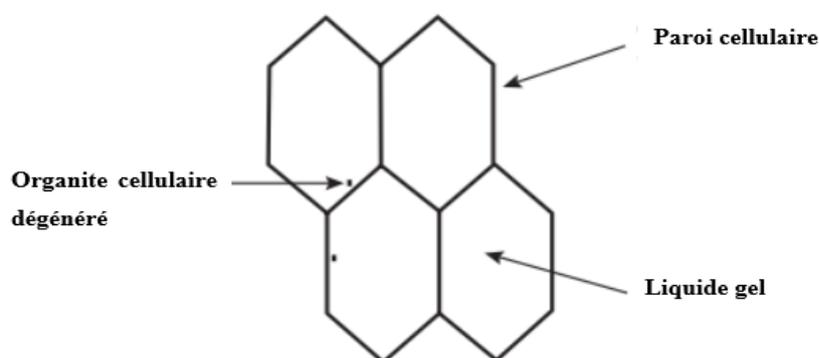
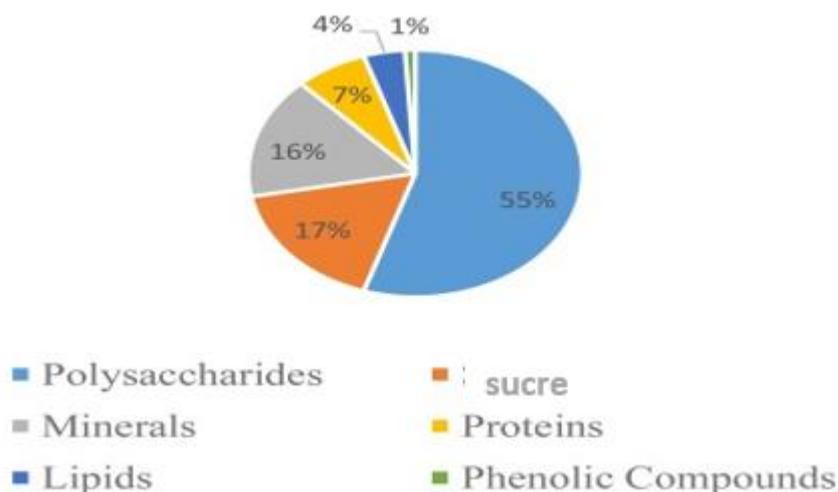


Figure N° 10 : Structure du gel d'*Aloe Vera* (Turner et al, 2004)

### III.5.2 La Composition du gel d'*Aloe Vera*

Plus de 200 substances sont présentes dans le gel d'*Aloe Vera*. Les polysaccharides sont majoritaires mais il est aussi possible de retrouver des protéines, des glycoprotéines, des vitamines, des minéraux, des enzymes ainsi que des substances à bas poids. La composition peut énormément varier d'une plante à l'autre suivant sa situation géographique, son âge ou la saison. Il est donc impossible de caractériser chaque élément (Singh et al, 2010)

Sa composition se complète alors progressivement au fil des années avec l'évolution des moyens techniques d'analyse, de plus en plus performants, dont disposent les chercheurs. *L'Aloe Vera* contient ainsi 75 constituants potentiellement actifs : vitamines, enzymes, minéraux, glucides, lignines, saponines, acides salicyliques et des acides aminés. (Figure N° 12) (Singh et al, 2010)



**Figure N° 11** : La composition chimique du gel d'*Aloe Vera* (Singh et al, 2010)

### III.5. 3. Propriétés hydratantes.

Le gel d'*aloe Vera* est composé de 98,5% d'eau, ce qui lui confère ses propriétés hydratantes. Mais ces dernières ne sont pas seulement dues à l'eau contenue dans le gel mais aussi à certains composants qui améliorent l'hydratation cutanée. En effet, une étude portée sur des préparations cosmétiques contenant plusieurs concentrations de gel d'*Aloe Vera* lyophilisé a montré une augmentation de la teneur en eau de la couche stratum corneum (ou couche cornée) après une seule application. (Beloit et al, 2006).

### III.5.4. Propriétés anti-âge

Dans une étude réalisée chez 30 femmes âgées de plus de 45 ans, l'application de gel pendant 90 jours a considérablement amélioré l'aspect des rides et l'élasticité de la peau en augmentant la production de collagène et diminuant l'expression du gène MMP-1 dégradant le collagène. Cependant, aucune relation dose-dépendante n'a été relevée. Le mécanisme d'action est inconnu (Soyun et al, 2009).

### III.6. Usages cosmétiques

L'utilisation d'*Aloe Vera* dans les cosmétiques n'est pas nouvelle. *Aloe Vera* est utilisée à des concentrations variant de 1 à 98%. Il est bien connu que le gel d'*Aloe Vera* permet de conserver l'humidité pour des périodes extrêmement longues et a des effets apaisants. Ainsi, le gel d'*aloe Vera* a trouvé une application étendue dans les industries cosmétiques et de toilette, tels que les hydratants, nettoyants, lotions solaires, dentifrices, rince-bouche, crèmes à raser, déodorants et shampooings. (Christaki et al, 2010)

L'industrie des produits cosmétiques l'utilise de plus en plus dans la formulation des baumes pour les lèvres, des masques, de crèmes et produits solaires pour éviter et guérir les brûlures. Aussi bien dans les dermatites obtenues après irradiation par les rayons que dans les brûlures accidentelles. Le gel accélère la guérison plus ou moins selon leur gravité, ainsi l'aloès en crème de peau a les propriétés de supprimer les boutons, la poudre d'aloès dans les produits et les savons de douche a un excellent effet anti irritant et de désodorisant. (Li, 2009)

### III.7. Procédé de récupération du gel d'*Aloe Vera*

Le procédé utilisé pour récupérer le gel d'*Aloe Vera* est extrêmement important. En effet, différentes problématiques sont à prendre en compte afin de ne pas altérer ses propriétés physico-chimiques : (Ramachandra et al, 2008)

- Les composants du latex ne doivent pas être présents dans le produit final afin d'éviter les propriétés laxatives et l'amertume.
- Le gel s'oxyde très rapidement en contact avec l'oxygène.
- Le gel se décompose s'il atteint les 65°C pendant plus de 15min

### III.7.1 Retrait du gel

- **La méthode traditionnelle** consiste à retirer l'écorce du gel à l'aide d'un couteau. Cette technique assez précise permet de ne pas toucher au latex qui pourrait endommager le gel.
- **La méthode de la feuille entière** consiste à découper la feuille d'*Aloe Vera* en tranches puis la broyer entièrement avant d'utiliser un traitement chimique permettant de libérer les constituants. Le gel est ensuite pressé et filtré afin de retirer les particules d'écorces puis traité avec du carbone activé qui permet d'enlever le latex, qui décolore le gel.

Afin de pouvoir conserver les bienfaits de ce gel *l'Aloe Vera* et le commercialiser, une étape de pasteurisation et d'ajout de conservateurs est nécessaire. Il peut aussi être concentré afin de réduire la quantité d'eau ou même complètement séché afin d'obtenir une poudre. Finalement, le gel *l'Aloe Vera* doit être stocké dans des conditions particulières de température et d'humidité afin de conserver au maximum ses propriétés. (Soriano, 2016)

## III.2 Généralité sur la *Figue de barbarie*

### III.2.1 Origine de la plante

Le figuier de Barbarie est une plante originaire des zones tropicales du continent Nord-américain, en particulier du Mexique (Arba et al, 2009). Il s'est diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen et s'y est naturalisé au point de devenir un élément caractéristique du paysage, le figuier de barbarie est maintenant cultivé un peu partout dans le monde. (Benattia, 2017).

Dans certains pays tels que l'Italie, l'Espagne ou le Mexique, la culture du cactus est pratiquée de façon intensive et moderne avec des programmes de recherche- développement pour la production du fruit ou de fourrage et même pour des usages industriels, en Algérie, l'introduction de cactus a été similaire à celle du Maroc et de la Tunisie. Le Fiquier de Barbarie est également appelé "Figuier d'Inde", "Nopal" et "Poire Cactus".

### III.2.2 Description morphologique

Le figuier de Barbarie est une plante arborescente, caractérisée par des tiges en forme de raquettes plates charnues et ovales pouvant atteindre 3 à 4 mètres de haut. Les raquettes, appelées cladodes, mesurent 30 à 40 centimètres de long, sur 15 à 25 cm de large et 1,5 à 3 cm d'épaisseur. De couleur verte, elles s'unissent les unes aux autres, en formant des sortes de branches.

Le figuier de Barbarie donne des fleurs et des fruits en abondance. Les fleurs apparaissent sur le dessus des raquettes, larges de 4 à 10 cm et de couleur jaune, orange ou rouge. Ces fleurs donnent naissance au fruit. (**Adjeroud et al, 2018**).

**Les fleurs** du figuier de Barbarie sont comme toutes les fleurs des cactées, éphémères mais d'une grande beauté, constituées de pétales de soie jaunes, jaune orangé ou rouges selon les variétés, entourant un bouquet d'étamines bien fourni. Elles apparaissent en début d'été, voire tout au long de l'année en climat chaud, Au printemps des fleurs en forme de coupe apparaissent puis elles laissent la place à des fruits. (**Adjeroud et al, 2018**).

**La raquette** ou les cladodes sont indiqués ce sont des tiges modifiées de forme ovoïde ou allongé mesurent 30 à 60 cm de longueur, 20 à 40 cm de largeur et 1,9 à 2,8 cm d'épaisseur. Le cladode de figuier de barbarie a une couleur verte opaque et ses épines sont absentes au niveau jeunes cladodes, elles sont couvertes de petites aréoles, et de glochides blancs (**Habibi, 2004**) (**Allai et al, 2017**)

**Le fruit** de figuier de barbarie est plus ou moins gros (30 à 150g), bacciformes ou piriformes (4-9cm), verdâtre et deviennent jaune à rouge à maturité, à pulpe molle juteuse, sucrée, contenant dans un mucilage de nombreuses petites graines. (Figure N°13).



**Figure N° 12** : caractéristiques morphologiques de figuier de barbarie. (**Habibi, 2004**)

### III.2.3 Composition chimique des raquettes

Les raquettes du figuier de barbarie sont caractérisées par un déséquilibre nutritionnel bien qu'il soit une source d'énergie et d'eau. Les teneurs en eau des raquettes fraîches varient de 80 à 90%. Les raquettes sont réputées être riches en minéraux essentiellement le calcium et les oxalates et en mucilage, polysaccharides de structure chimique parfois très complexe retrouvés dans plusieurs plantes supérieures. La fraction majoritaire du mucilage du figuier de barbarie, est constituée d'un polysaccharide neutre et les analyses de sucres montrent une prédominance de D-galactose, de D-xylose, de L-arabinose, de L-rhamnose et d'acide D-galacturonique. Elle a la capacité d'absorber des grandes quantités d'eau ou de solvants et se disperse en formant des colloïdes visqueux ou gélatineux. (Allai et al, 2017).

### III.2.4 Procédé de récupération du gel de figuier de barbarie

Il existe plusieurs techniques d'extraction des produits à haute valeur présenté dans les plantes. Ces techniques sont manuelles et elles sont utilisées depuis longtemps. (Bayer et al, 2017)

- **La première méthode manuelle** : C'est la plus répandue, elle consiste à épilucher la raquette et couper en dés, en fait passer ces derniers au mixeur, il reste des fibres dures, on filtre pour pouvoir utiliser le gel.
- **La deuxième méthode manuelle** : Consiste à couper la raquette dans le sens de la longueur, sans les épilucher pour obtenir facilement le gel à l'aide d'une cuillère, on filtre pour se débarrasser des fibres. Les raquettes plus jeune son tendre et contiennent moins de fibres.

### III.2.5 Composition chimique de la *figue de barbarie*

Elle a été déjà signalé que les différentes parties de figuier de barbarie : Cladode, fruit, fleurs contiennent essentiellement une grande quantité d'eau et sont riches en minéraux tels que le calcium, magnésium, potassium, phosphore et cuivre. Elles sont également une excellente source de protéines, y compris les acides aminés essentiels. (Allai et al, 2017)

Les fibres du Nopal, comme la plupart des fibres végétales sont de qualité, elles régularisent le transit intestinal, elles préviennent l'organisme de la constipation. Les vitamines A, B1, B2, B3 et C sont présentes naturellement dans le Nopal ainsi que sels minéraux (sodium, potassium, fer...). Les fibres sous forme de lignine, de cellulose, d'hémicellulose, de pectine, de mucilages et de gommes, contribuent avec les acides aminés

présents, à désintoxiquer l'organisme en général et plus particulièrement le foie (Schweizer,1997).

### III.2.5.1 Composition chimique de gel des raquettes

Les raquettes du figuier de barbarie sont caractérisées par un déséquilibre nutritionnel bien qu'il soit une source d'un antioxydant et d'eau. Les teneurs en eau des raquettes fraîches varient de 80 à 90%. Les raquettes sont réputées être riches en minéraux essentiellement le calcium et les oxalates et en mucilage, polysaccharides de structure chimique parfois très complexe retrouvés dans plusieurs plantes supérieures. (Habibi, 2004)

Le figuier de barbarie, est constitué d'un polysaccharide neutre et les analyses de sucres montrent une prédominance de D-galactose et d'acide D-galacturonique. Ce dernier a la capacité d'absorber des grandes quantités d'eau ou de solvants et se disperse en formant des colloïdes visqueux ou gélatineux. (Allai et al ,2017).

La substance mucilagineuse qui fait la richesse de figes c'est la pectine (1 kg de tiges fraîches fournit 7,5 grammes de pectate calcomagnésien). Ses cendres sont riches en fer. (Schweizer, 1997)

**Tableau N° 3** : présente la Composition chimique des raquettes de figuier de barbarie (Barka et al, 2017)

Caractéristique	Valeur en % de matière sèche
Cellulose	15
Amidon	12
Matières azotées totales	5 à 7
Matières grasses	2
Cendres	16 à 18
Calcium	2 à 4
Phosphore	0.2

### II.2.6 Utilisation du figuier de barbarie

Le figuier de Barbarie est une plante très utile pour les régions arides. Ses utilisations sont multiples, il est utilisé en tant que anti-inflammatoire, antiviral, antibactérien, antioxydant, anti-ulcère, cicatrisant, antidiabétique (diabète type 2) antirides (elle contient la vitamine E),

anti-cancer diminue le cholestérol et l'obésité. Il est utilisé aussi dans l'industrie cosmétique comme gel, crème de lifting, crème de soin, shampoing et même parfum. (Angulo et al, 2014)

### II.2.6.1 Usage cosmétique

Depuis des décennies, le figuier de barbarie est utilisé par les femmes berbères et indiennes du continent américain pour ses vertus cosmétiques. Les femmes berbères utilisaient l'huile pour cicatriser et pour protéger leur peau du vent brûlant du désert. Selon elles, l'huile de *figue de barbarie* constitue une arme redoutable pour lutter contre les agressions du temps et redonne à la peau du visage son tonus et sa fermeté. (Angulo et al, 2014)

Aujourd'hui, les industriels s'intéressent de plus en plus à la production de gel (raquette) et d'huile des graines de figues de barbarie grâce à sa richesse exceptionnelle en vitamine E et en stérols qui lui confèrent une aptitude hors de commun à protéger la peau contre les radicaux libres. Cependant, les Indiennes préparaient du savon et des onguents à base de mucilage des raquettes (gel de figuier de barbarie). Elles préservaient de la même manière leur visage agressé par le soleil. Le suc de certaines variétés servait et sert toujours à la préparation de fards et de rouges à lèvres. Les extraits de la plante sont présents dans la composition de nombreux produits cosmétique. Il remplace avantageusement la graisse de baleine dans la préparation des crèmes et des pommades. (Habibi, 2004)

Les raquettes de figuier de barbarie contiennent un gel aux propriétés comparables à celles du gel d'aloès, C'est pour cela que cette plante est intéressante tant du point de vue nutritif (elle est entièrement comestible) que du point de vue cosmétique. (Habibi, 2004)

On cite dans ce qui suit quelques propriétés cosmétologiques : (Adjeroud et al ,2020)

- **Hydratante:** L'intérieur de la raquette est composé principalement d'eau. Sa consistance gélatineuse en fait un hydratant parfait puisqu'il crée une couche protectrice sur la peau.
- **Régénérant :** Comme celui d'aloès, le gel de raquettes de figuier de barbarie aide la peau à se régénérer lorsqu'elle subit des petites lésions ou des ustions légères (parfait en cas de coup de soleil).
- **Antibactérienne :** Le figuier de barbarie contient des substances qui permettent à la plante de se protéger des bactéries et qui peuvent aussi être intéressantes en cosmétique

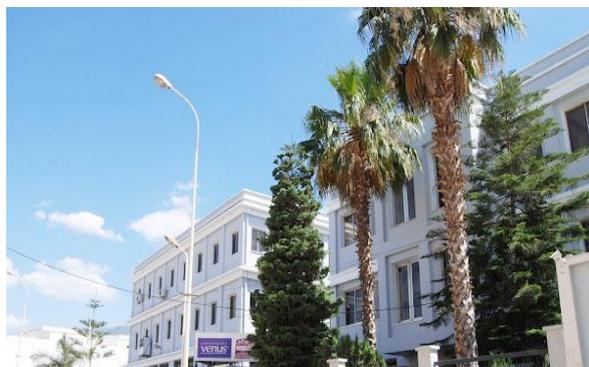
**Partie  
expérimentale  
Matériels  
et Méthodes**

### 1. Objectif de travail

L'objectif de ce travail est d'étudier la capacité de formuler un hydrogel purifiant à base d'*Aloe Vera* et de *Figue de barbarie* par l'utilisation des additifs et des polymères gélifiants naturels et synthétiques, qui ayant la propriété de former un gel. De plus la réalisation d'une étude comparative entre ces polymères et déterminer leurs stabilités à partir d'une étude rhéologique et microbiologique.

### 2. Présentation de site de travail

Notre étude a été réalisée au niveau de laboratoire physico-chimique et microbiologique de Venus/S.A.P.E.C. O qui se situé dans la zone industrielle de la ville d'Ouled Yaich à Blida, Venus est une entreprise de production de produits cosmétiques algérienne. Elle a été fondée en 1981 par son actuel P-DG Mourad Moula. Son activité initiale qui a débuté avec trois (03) shampoings, a vite évolué vers une plus grande variété de produits cosmétiques et d'hygiène corporelle, qui englobe présentement plus de quatre-vingt (80) produits. Les produits de soin dermique sont fabriqués sous licence en collaboration avec l'Entreprise française SOFIA / COSMÉTIQUES (Figure N°14)



**Figure N° 13** : Laboratoire de Venus SAPECO

#### 2.1 Laboratoire physicochimique de Venus

Les analyses physico-chimique consiste à analyser des matériaux et leurs caractéristiques afin de confirmer leurs compositions ou d'identifier des défauts en fonction des problématiques rencontrés selon les besoins particuliers de produits, en respectant la référentielle réglementaire normative ISO 685, NA ISO 6840, NA8288, NA 11403...etc. (Figure N°15)



**Figure N° 14 : Laboratoire physico-chimique Venus S.A.P.E.C.O (Photo personnelle, 2022)**

### **2.2 Laboratoire Microbiologique**

Les analyses microbiologiques réalisées en laboratoire sont des contrôles microbiologiques de chaque lot de produit fini avant la commercialisation. Ces contrôles incluent généralement une détermination du nombre de germes dans le produit et le contrôle de sa conservation (Figure N°16)



**Figure N°15 : Laboratoire microbiologique Venus SAPECO (Photo personnelle, 2022)**

**3. Matériels biologiques**

**3.1 Matériels végétales**

Les matériels végétaux choisis dans la présente étude sont représentés par les feuilles d'*Aloe Vera* (*Aloès barbadensis Miller*), et les raquettes de *Figue de Barbarie*.

- Une quantité de 19 feuilles longues pour l'*Aloe Vera* utilisées et achetés au niveau du cimetière des martyrs de 13 mai –Blida amené de DJELFA, ont été élevée à la maison (2 ans). (Figure N°16)
- Une quantité de 6 feuilles moyennes pour la *Figue de barbarie* utilisées et coupée au niveau de HTATBA-Tipaza, au mois d’avril 2022 (figure 16)



**Figure N°16 :** A droite Plante d'*Aloe Vera* (*Aloès barbadensis Miller*) et à gauche le figuier de barbarie (Photo personnelle, 2022)

**4. Matériel non biologique**

**4.1. Les agents gélifiants utilisés pour formuler un hydrogel**

Nous avons utilisé dans notre présente étude des polymères gélifiants (Agents gélifiants)

**4.1.1 La gomme de Xanthane**

La gomme de Xanthane est un bio polysaccharide exocellulaire anionique, soluble dans l'eau mais pas dans les solvants organiques, elle est utilisée pour gélifier l'eau et les solutions aqueuses (hydrolats...) (Melton *et al*, 1976) (Figure N°17)

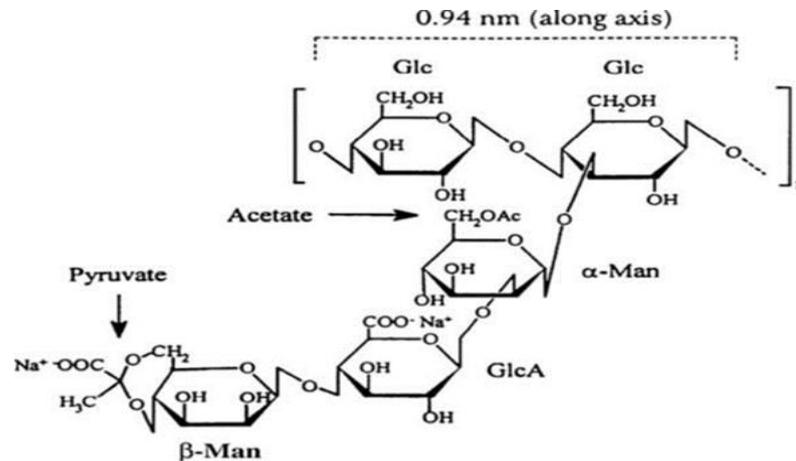


Figure N°17 : Structure du Xanthane (Jansson *et al*, 1975)

#### 4.2.1 Hydroxyéthyl cellulose (HEC)

L'hydroxyéthyl cellulose une substance colloïdale non ionique de la famille des éthers de la cellulose, elle peut être utilisée pour plusieurs fonctions, entre autre comme épaississant colloïdal dans la formulation des gels. (Martin *et al*,1996) (Figure N°19)

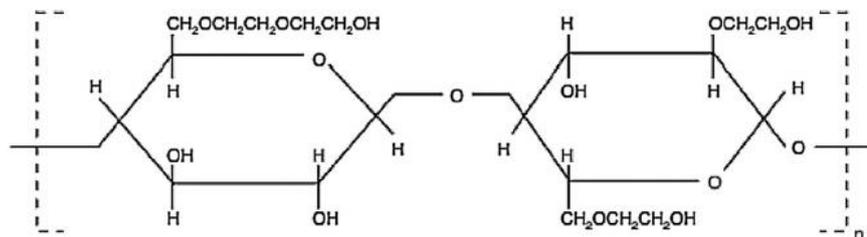
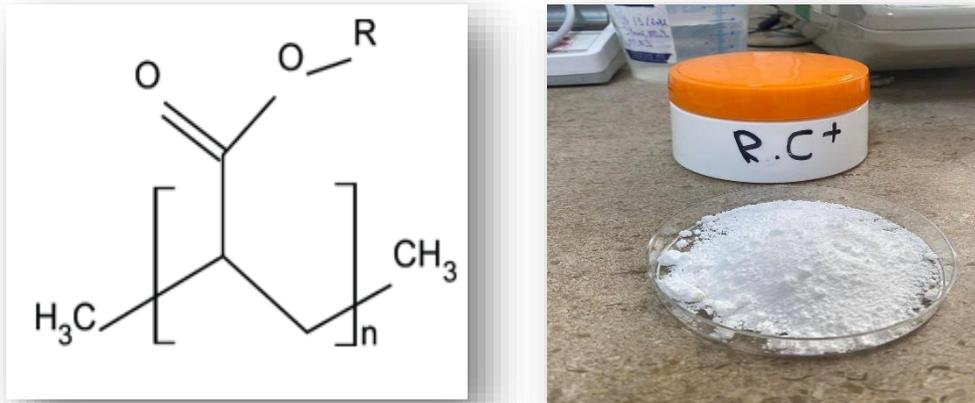


Figure N° 18 : Formule développée du motif HEC. (Martin *et al*, 1996)

#### 4.1.3 L'Acide polyacrylique hautement réticulé (Highly crosslinked polyacrylic acid) (RC+)

L'Acide acrylique est utilisé pour la production du polymère poly (acide acrylique). La capacité de gonflement élevée du réseau de polyacide acrylique a permis d'utiliser ce polymère comme un matériau super-absorbant. (Bouchholz *et al*, 1994) (Figure N°20)



**Figure N° 19** : A droite la poudre de RC+ et à gauche la structure d'Acide Polyacrylique hautement réticulé (Marliere, 2013)

#### 4.2 Les additives (Figure N°21)

- ❖ **Collagène** : Consiste à maintenir l'élasticité et la fermeté de la peau. Les acides aminés présents dans le collagène apportent tonicité à la peau pour éviter la flaccidité.
- ❖ **Butylène glycol** : Est utilisé en tant qu'humectant dans les soins de la peau. Il empêche le produit de sécher et rend la formulation plus résistante à l'humidité.
- ❖ **Conservateur KCG** : Est utilisé afin d'éviter une contamination bactérienne et microbienne.
- ❖ **Le régulateur de pH (TEA)** : Le triethanolamine permet équilibrer le pH en fonction du degré d'acidité de la formule, le pH des Hydrogels se situe généralement dans la plage [4.5-5.0].
- ❖ **L'allantoïne** : Est un actif cosmétique connu pour ses propriétés régénérantes et cicatrisantes. Hydratante, elle maintient le film hydrolipidique cutané et rend la peau souple et douce.
- ❖ **Parfum** : Le choix du parfum et de la couleur a un effet dramatique sur le succès commercial du gel.
- ❖ **Eau distillé**



**Figure N° 20 : Les additives utilisées (photo personnelle, 2022)**

### **4.3 Matériel analytique de spectrophotomètre "Infrarouge"**

- La spectrophotométrie Infra-rouge
- Un mortier en agathe
- La mole pour obtenir une pastille translucide
- La presse à pastille
- Support d'analyses dans l'appareil d'IR.

### **4.4. Matériels microbiologiques**

#### **4.4.1 Le D/E neutralisant**

La gélose neutralisante D/E et le bouillon neutralisant D/E ont la capacité de neutraliser les produits chimiques antimicrobiens et sont utilisés pour l'échantillonnage environnemental pour la détection et le dénombrement des micro-organismes présents sur les surfaces d'importance sanitaire.

#### **4.4.2 Plate count agar**

Le PCA est un milieu de culture utilisé pour le dénombrement de la flore mésophile aérobie totale. C'est un milieu nutritif sans inhibiteurs, dont l'intérêt est de favoriser le développement à 30 °C de tous les microorganismes

#### **4.4.3 La gélose Sabouraud Dextrose**

La gélose SABOURAUD dextrose avec 4% de chloramphénicol est un milieu de culture spécifique pour la croissance des levures et moisissures pour des prélèvements environnementaux.

## 5. Méthodes

### 5.1 La préparation de la matière première

#### 5.1.1 Le retrait de gel d'*Aloe Vera*

##### Mode opératoire

- Laver soigneusement les feuilles d'*Aloe Vera* avec du l'eau
- Retirer l'écorce du gel à l'aide d'un couteau, éviter de ne pas toucher au latex qui pourrait endommager le gel (Figure N°27)
- Mettre le gel dans une assiette
- Écraser le gel à l'aide d'une fourchette (Figure N°28)
- Le gel écrasé est filtré à travers un tamis en papier Whatmann N°1 (Figure N°29)
- Mettre le mélange dans des flacons stériles (200ml) (Figure N°30)
- Conserver les boîtes dans le réfrigérateur -5°C



Figure N° 21 : Le retrait de gel d'*Aloe Vera* (Photo personnelle, 2022)



Figure N° 22 : Le gel écrasé avec la fourchette (Photo personnelle, 2022)



Figure N° 23 : La filtration de gel d'*Aloe Vera* (photo personnelle, 2022)



Figure N° 24 : Le gel d'*Aloe Vera* conservé dans des flacons stériles (Photo personnelle, 2022)

### 5.1.2 Le retrait de gel de figuier de barbarie

#### Mode opératoire

- Les raquettes de figuier de barbarie sont nettoyées et lavées avec l'eau pour éliminer les poussières et les saletés. (Figure N°25)
- Ils sont par l'ensuite séchées à l'air libre et à l'abri du soleil.

- Par la suite, les raquettes sèches sont coupées en petit morceaux et broyé avec un mixeur puis conservé dans des flacons stériles à  $-5^{\circ}\text{C}$  (Figure N°26)
- Les raquettes sont filtrées à travers un tamis en papier Whatmann N°1, (Figure N°33)



**Figure N° 25 :** Les raquettes de figuier de barbarie nettoyées et coupées (Photo personnelle, 2022)



**Figure N° 26 :** Le gel de figuier de barbarie mixé et conservé dans des flacons stériles (Photo personnelle, 2022)



Figure N° 27 : Le gel de figuier de barbarie filtré (photo personnelle, 2022)

## 6. Préparation des hydrogels

### 6.1 Hydrogel à base de RC+ (Acide polyacrylique hautement réticulée)

#### Mode opératoire

- Filtrer les gels *d'Aloe Vera* et la *Figue de barbarie*
- Peser les ingrédients utilisés à l'aide d'une balance (eau, RC, parfums, conservateur KCG, *Aloe Vera*, *Figue de barbarie*, collagène, butylène glycol, TEA)
- Mettre 382,6 g d'eau distillée dans un bécher en plastique
- Ajouter 4 g de polymère RC+ (Acide polyacrylique)
- Agiter le mélange pendant 10 minutes à l'aide d'un homogénéisateur (Figure N°34)
- Ajouter 50g de gel *d'aloé Vera* filtré et 50g de gel de figuier de barbarie
- Après 5 minutes d'agitation, ajouter 5g de collagène et 0,4g de conservateur KCG
- Après 7 minutes d'agitation, ajouter 5g de butylène glycol
- Ajouter 30 gouttes de TEA (neutralisateur de pH)
- Agiter pendant 5 minutes puis ajouter 2,5g de parfum



Figure N°28 : Homogénéisateur d'hydrogel (Photo personnelle, 2022)

## 6.2. Hydrogel à base de HEC (Hydroxyéthyl cellulose)

### Mode opératoire

- Filtrer les gels *d'Aloe Vera* et la *Figue de barbarie* à l'aide d'un filtre
- Chauffer l'eau à 55°C dans un bain marie
- Peser les ingrédients utilisés à l'aide d'une balance (HEC, parfums, conservateur KCG, *Aloe Vera*, *Figue de barbarie*, butylène glycol, allantoïne)
- Mettre 364,6 g d'eau distillée chauffé dans un bécher en plastique
- Ajouter 7,5 g de polymère HEC
- Agiter le mélange pendant 10 minute à l'aide d'un homogénéisateur
- Ajouter 10g d'allantoïne dans le mélange.
- Agiter pendant 10 minutes.
- Ajouter 50g de gel *d'aloé Vera* filtré et 50g de gel de figuier.
- Après 5 minutes d'agitation, ajouter 5g de butylène glucose et 0,4g de conservateur KCG.
- Agiter pendant 60 minutes puis ajouter 2,5g de parfum.

**6.3 Hydrogel à base de la gomme de Xanthane****Mode opératoire**

- Filtrer les gels *d'Aloe Vera* et la *Figue de barbarie*
- Chauffer l'eau à 55°C à l'aide d'un bain marie
- Peser les ingrédients utilisés à l'aide d'une balance (eau, Xanthane, parfums, conservateur KCG, *Aloe Vera*, *Figue de barbarie*, collagène, butylène glycol)
- Mettre 386,85 g d'eau distillée chauffé dans un bécher en plastique
- Ajouter 7,5 g de polymère Xanthane
- Agiter le mélange pendant 10 minutes à l'aide d'un homogénéisateur
- Ajouter 50 g de gel *d'aloë Vera* filtré et 50g de gel de figuier
- Agiter le mélange pendant 5 minutes
- Ajouter 5g de collagène et 0,4g de conservateur KCG
- Après 7 minutes d'agitation, ajouter 5g de butylène glucose
- Agiter pendant 5 minutes puis ajouter 2,5g de parfum.

**7 La mesure de pH mètre****Mode opératoire**

Les produits et matières concernées : Produit Fini

- Allumer l'instrument par appui sur le bouton ON/OFF
- Plonger l'électrode sur environ 4 cm dans la solution à mesurer et remuez brièvement
- Relever la température de la solution à l'aide d'un thermomètre type CHECKTEMPC.
- Appuyer sur la touche °C et à l'aide du bouton marqué Température réglez la température à la valeur lue sur le thermomètre (Figure N°35)
- Puis appuyer sur la touche marqué pH, l'instrument affichera la bonne valeur de pH en fonction de la température.



**Figure N° 29** : Mesure de pH mètre, à droite HEC et à gauche RC+ (Photo personnelle, 2022)

## 8 Mesure de densité

Les produits et matières concernées : Produit fini (Figure N°36)

### Mode opératoire

- ❖ Mettre la matière à mesurer dans la température adéquate de 20°C pour la mesure de la densité selon la fiche technique de la matière prélevée, en la mettant dans un bain marie à la même température.
- ❖ Laver et sécher le pycnomètre, puis le peser avec son bouchon à l'aide d'une balance de précision à 0,0001g près, et déterminer son poids vide.
- ❖ Remplir le pycnomètre avec l'eau distillée, et déterminer la masse apparente de son contenu en eau
- ❖ Vider, laver et sécher le pycnomètre, le remplir de nouveau avec le produit à examiner, et de la même manière on détermine la masse de son contenu en produit. Calculer  $D = (m_3 - m_1) / (m_2 - m_1)$  sachant que  
D : densité.  
m1 : masse du pycnomètre (g).  
m2 : masse du pycnomètre rempli d'eau distillée (g).  
m3 : masse du pycnomètre rempli de produit (g).



Figure N° 30 : Mesure de la densité (Photo personnelle, 2022)

## 9 Mesure de la viscosité

Les produits et matières concernées : produit fini. (Figure N°37)

### Mode opératoire

- ❖ Monter le viscosimètre, muni de son étiré de garde, sur son support.
- ❖ Remplir le bécher avec le gel, en faisant attention à ne pas introduire de bulles d'air.
- ❖ Monter le mobile choisi sur l'axe de l'appareil en tenant fixe cet axe et en vissant le manchon de l'assemblage.
- ❖ Abaisser l'appareil sur son support de telle sorte que le mobile soit immergé dans le produit jusqu'au bas de repère figurant sur son axe.
- ❖ Vérifier la verticalité de cet axe au moyen du niveau à bulle.
- ❖ Mettre le moteur en marche et passer à la vitesse désirée en respectant les indications du constructeur
- ❖ Lire la valeur indiquée et calculer :

$$\eta = K.I$$

Sachant que :

$\eta$  : La viscosité en mPa.s

K : Coefficient qui dépend du mobile/vitesse

I : La valeur lue sur le cadran du viscosimètre après cinq tours.



**Figure N° 31:** Mesure de la viscosité et la densité (Photo personnelle, 2022)

## 10. Contrôle de stabilité

### 10.1 Etuvage

Ce test consiste à mettre un échantillon du produit fini dans un tube à essai pour le placer dans étuve réglée à 45°C avec un temps de suivi déterminé afin simuler un vieillissement accéléré du produit.

### 10.2 Centrifugation

Ce test est réalisé en mettant deux échantillons de 30g chacun du produit fini dans une centrifugeuse et régler la vitesse de rotation sur 10000 R.C.F et la température sur 27°C.

(Figure N°38)



**Figure N° 32 :** Test de centrifugation (Photo personnelle, 2022)

## 11. Mesure de l'indice de réfraction

- ❖ Verser deux (2) gouttes d'échantillon sur la platine échantillon (Figure N°39)
- ❖ Appuyer la touche READ
- ❖ Lire le résultat. (Figure N°39)

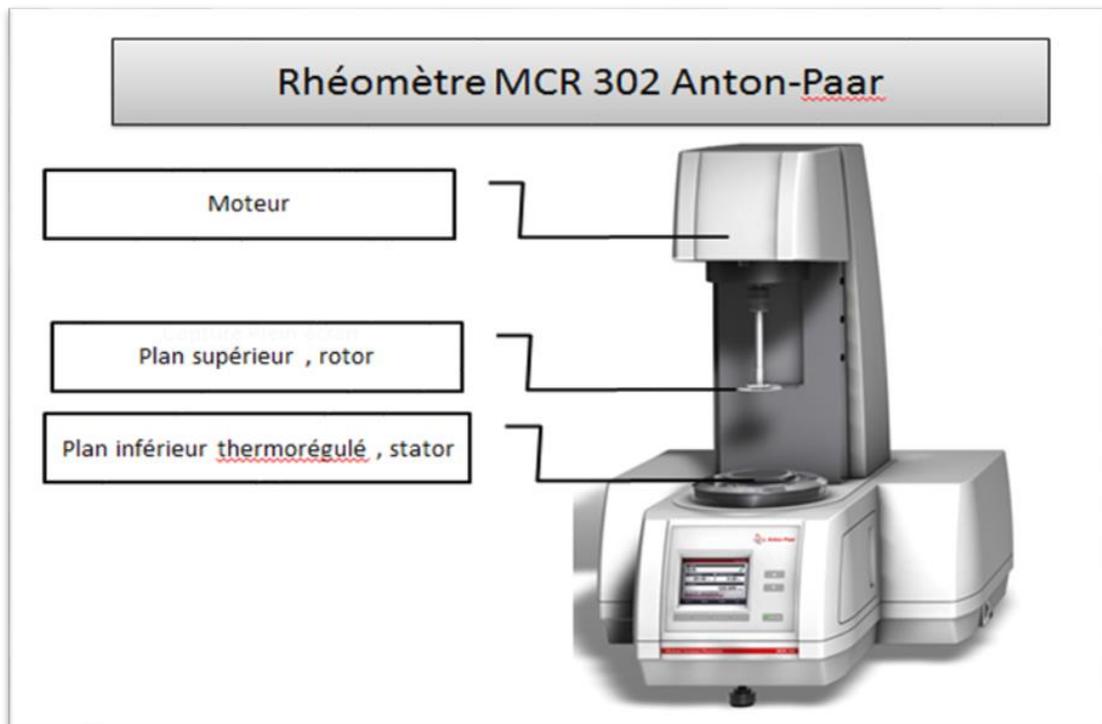


**Figure N° 33 : Test de refractomètre (Photo personnelle, 2022)**

## 12. Etude de la Rhéologie

### 12.1 Le but de la Rhéologie

Le but de cette étude est de caractériser le comportement rhéologique de gel en fonction d'un écoulement variable afin de distinguer à quel modèle rhéologique elle Obéit. (Figure N°40)



**Figure N° 34 :** Un rhéomètre de type MCR 302 Anton-Paar

Nous avons utilisé un rhéomètre à plusieurs types de tête, chaque tête est spécifique pour chaque produit. Dans notre présente étude, nous avons utilisé un cône-plan de diamètre de 60 mm (ce cône spéciale pour les gels et les crèmes), Le rhéomètre utilisé est de type cône-plan de marque PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR300. La fiche suivante détaille le cône plan (Figure N°41).

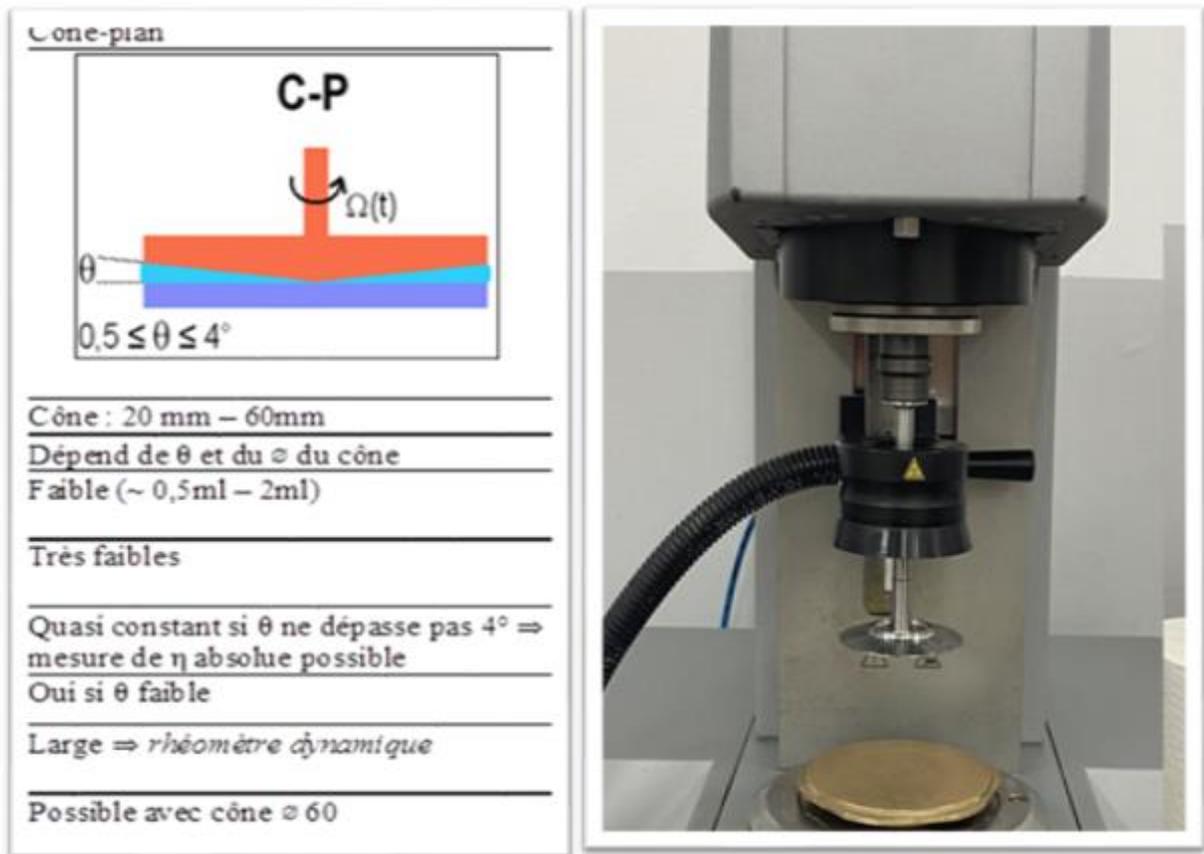


Figure N° 35 : La fiche détaillée de cône-plan (Photo personnelle, 2022)

## 12.2 Le mode opératoire de la Rhéologie

Après la formulation de gel, il est important d'étudier son comportement rhéologique, le test a été effectué après avoir laissé le gel reposer pendant 24 heures au moins.

Les propriétés et les paramètres rhéologiques dépendent de la contrainte et la durée de l'application de celle-ci.

Pour les gels il y'a deux test qui nous intéresse à la rhéologie c'est :

- Test d'écoulement
- Test de viscoélasticité

### 12.2.1 Le test d'écoulement

- ❖ Utiliser le cône-plan pour le cisaillement
- ❖ Faire une série de vérification pour les interfaces de rhéomètre, et vérifier l'air
- ❖ Avant de faire les essais, initialiser le système de mesure

❖ Choisir le système de mesure (la distance entre le cône plan et le rhéomètre est 0,121 mm, et la température fixée à 20°C)

**Remarque :** Ce système contient un thermocouple qui mesure la température d'échantillon.

- ❖ Prendre 3 ml d'échantillon pour cisailer par le rhéomètre
- ❖ Après la descente de cône plan, racler le reste d'échantillon (pour mesurer la viscosité d'échantillon)
- ❖ La configuration de mesure, imposer une rampe de vitesse de cisaillement entre (0,001 à 6000 s<sup>-1</sup>)
- ❖ Calculer le descartes, (calculer le nombre de point dans échelle logarithmique) :

### 12.2.1.1 Les conditions de test d'écoulements

- Une échelle logarithmique
- Temps de mesure
- Une rampe de vitesse
- Configuration de mesure

### 12.2.2 Test de viscoélasticité

C'est un système pour colloïde (les macromolécules) un système stable, les notions de rhéologie on test de viscoélasticité

La rhéologie est contrôlée par :

- ❖ Le module élastique (au plateau ou au temps court)
- ❖ Le temps de relaxation de la contrainte, la viscosité est le produit des deux quantités
- ❖ L'analyse précise du (ou des) phénomène(s) passe par l'étude du module viscoélastique. Ce test est pour les gels, pour voir le rapport entre  $G'$  et  $G''$ , la fiche suivante pour voir l'aspect de matière quand on fait un test viscoélasticité : (Figure N°42)

<i>visqueux</i>		←	<i>viscoélastique</i>		→	<i>élastique</i>	
$G'' \gg G'$		$G'' > G'$		$G'' = G'$		$G' > G''$	
<u>structure d'un liquide</u>		<u>Au point gel</u>		<u>Structure d'un gel</u>			
$\tan\delta \gg 1$ → ∞		$\tan\delta > 1$		$\tan\delta = 1$		$\tan\delta < 1$ → 0	

$\tan\delta = G'' / G'$

Figure N° 36 : Les normes de matière après un test viscoélasticité.

### 13 Analyse de spectrophotométrie Infra-rouge

#### 13.1 Préparation de l'échantillon (polymère HEC)

L'échantillon se prépare par un mélange homogène d'environ 50 mg de KBr et 1 mg de HEC préparé, puis finement broyé et déposé dans un moule, puis soumis à une très forte pression (5Pa) dans une presse hydraulique.

Il est ensuite extrait du moule sous forme d'une pastille (KBr +HEC), Les échantillons sont incorporés à un support de KBr pour absorber les rayons d'infra-rouge.

#### Mode opératoire

- Le porte-échantillon contenant la pastille KBr/produit est placé dans le compartiment de mesure de spectre sur le trajet du faisceau incident. (Figure N°43)
- Le signal enregistré par le détecteur du Spectre prend en compte l'absorption du rayonnement IR par le produit à étudier
- Les spectres sont enregistrés en transmittance. (Figure N°44)

**Remarque :** les mêmes étapes pour la préparation de deuxième échantillon avec un autre polymère (RC+)



**Figure N°37** : Appareil spectroscopie IR à Transformés de Fourier 'FTIR-8900-SHIMADZU (photo personnelle, 2022)

#### 14. Etude Microbiologique

Après avoir terminé la formulation des trois types d'hydrogels (hydrogels à base de polymère RC+, hydrogels à base de polymère HEC et hydrogel à base de polymère de Xanthane), Nous avons passé aux analyses microbiologiques pour déterminer la conformité des produits fabriqués (formulés).

##### Mode opératoire

- ❖ Préparer une dilution de  $10^{-1}$  (mettre dans un tube à essai 900ml de D/E neutralisant et 1 ml de produit formulé hydrogel à base de RC+ ou HEC ou Xanthane).
- ❖ Enlever 1 ml de la dilution et la mettre dans deux boîtes de pétri stériles.
- ❖ Ajouter la gélose Plate count agar (PCA) dans la première boîte de pétri et la gélose Sabouraud dans la seconde.
- ❖ Faire des rotations pour homogénéiser la gélose et la dilution de produit formulé.
- ❖ Conserver les géloses dans une étuve à  $30^{\circ}\text{C}$  pendant 3 jours pour la gélose PCA et 5 jours pour la gélose Sabouraud.
- ❖ Compter le nombre des colonies sur les géloses, s'ils ont présenté.
- ❖ Calculer la conformité de produit formulé à l'aide de la formule suivante :

$$N = \frac{\Sigma \text{colonies}}{V \times (n_1 + 0.1n_2) \times d_1}$$

N: Nombre d'UFC par gramme ou par ml de produit initial.

$\Sigma$  colonies: Somme des colonies des boites interprétables.

V: Volume de solution déposé (1ml).

$n_1$ : Nombre de boîte considérée à la première dilution retenue.

$n_2$ : Nombre de boîte considérée à la seconde dilution retenue.

$d_1$ : Facteur de la première dilution retenue.

## 1. Les hydrogels obtenus (produit finale)



Figure N° 38 : Produit finale (photo personnelle, 2022)

## 2. Résultats et analyses

### 2.1 Physico-chimique

#### 2.1.1 Mesure de pH

Les différents résultats des mesures de pH des hydrogels formulés à bases des polymères gélifiants (RC<sup>+</sup>, HEC, Xanthane) sont énoncés dans le tableau ci-dessous

**Tableau N° 4** : Résultats des analyses physico-chimiques du pH mètres des hydrogels formulés à bases des polymères gélifiants (RC<sup>+</sup>, HEC, Xanthane).

pH d'hydrogel a base :	Résultat de laboratoire	Normes européennes
RC <sup>+</sup>	4.77	[4.50-4.90]
HEC	4.50	[4.50-4.90]
Xanthane	5.09	[4.50-4.90]

Les résultats d'analyses de pH mètre des produits finaux (Hydrogels à base de RC<sup>+</sup> et HEC, Xanthane) sont conformes par rapport aux normes présentés sur la fiche technique du producteur.

### 2.1.2 Calcule de la densité

Nous avons calculé la densité des hydrogels par l'utilisation de l'équation suivante :

$$D(RC^+) = \frac{\text{pycnomètre remplie de produit} - \text{pycnomètre vide}}{\text{Pycnomètre avec l'eau}}$$

$$D(RC^+) = \frac{66.041 \text{ g} - 34.482}{25.718}$$

$$D(RC^+) = 0.99 \text{ g/cm}^3$$

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant:

**Tableau N° 5 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de la densité des hydrogels formulées à bases des polymères (RC<sup>+</sup>, HEC, Xanthane)

Densité d'hydrogel a base :	Résultat de laboratoire g/cm <sup>3</sup>	Normes Européenne
RC <sup>+</sup>	0.99	[0.99-1.050]
HEC	1.00	[0.99-1.050]
Xanthane	0.98	[0.99-1.050]

Les résultats des analyses de la densité des hydrogels à base de RC<sup>+</sup> et HEC sont dans les normes de la fiche technique du gel purifiant donc sont conformes au produit de référence, tandis que la densité de xanthane est inférieure légèrement aux normes présentes sur la fiche technique du gel purifiant, et cela est due probablement aux erreurs de manipulations lors de la préparation de ce gel.

### 2.1.3 Calcule de la viscosité

Nous avons utilisé la tête N° 4 et la tête N°5 pour calculer la viscosité des hydrogels formulés par l'*Aloe Vera* et la *figue de barbarie*, et a base des polymères gélifiants (RC<sup>+</sup>, HEC, Xanthane). (Figure N°39)



**Figure N°39** : Viscosimètre utilisé pour calculer la viscosité de produit (Photo personnelle, 2022)

**Tableau N°6** représente les valeurs affichées sur l'appareil viscosimètre qui indique la viscosité de chaque hydrogel

Viscosité d'hydrogel a base	Résultat de laboratoire mPa.s	Normes Européennes
<b>RC<sup>+</sup></b>	<b>30400</b>	<b>[14400 - 184200]</b>
<b>HEC</b>	<b>9800</b>	<b>[14400 - 184200]</b>
<b>Xanthane</b>	<b>14300</b>	<b>[14400 - 184200]</b>

Les résultats d'analyses de la viscosité des hydrogels à base de RC<sup>+</sup> et Xanthane sont dans les normes de la fiche technique du gel purifiant donc sont conformes au produit de référence, tandis que la viscosité de hydrogels à base de HEC est inférieure aux normes réglementaire, mais ce paramètre n'est pas assez influant devant les autres paramètres (pH, densité...).

### 2.1.4 Teste de stabilité

Les produits finals (hydrogels à base de RC<sup>+</sup> et HEC) ne présentent aucun déphasage ni changement dans l'aspect, la couleur et l'odeur, donc nous jugeons que les produits sont stables, (Figure N° 45) tandis que le produit final d'hydrogel à base de Xanthane présente un changement dans l'aspect, et aucun changement dans la couleur et l'odeur, ces paramètres sont d'une importance considérée vu la sensibilité de ces produits naturels aux différentes conditions de stockage et de conservation.



**Figure N° 40 : Contrôle de stabilité par test de centrifugation (Photo personnelle, 2022)**

### 2.1.5 Indice de réfraction

La valeur d'indice de réfraction mesurée des différents hydrogels des formules est de 1.3365 à T = 25°C, ce qui est proche de la valeur de l'indice de réfraction de l'eau qui est de 1.333 dans les conditions standard, et cela est dû à la grande quantité d'eau présente dans la formulation de l'hydrogel.

### 2.1.6 Etude de la Rhéologie

L'étude rhéologique des différents polymères utilisés dans nos formulations donnent lieu à des courbes de test d'écoulement des hydrogels naturels formulés. La variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement est présentée dans les figures N°48 et N°49.

**Remarque :** On peut aussi modéliser les courbes de test d'écoulement par logiciel qui s'appelle **STATISTICA**.

#### 2.1.6.1 Les courbes de test d'écoulement

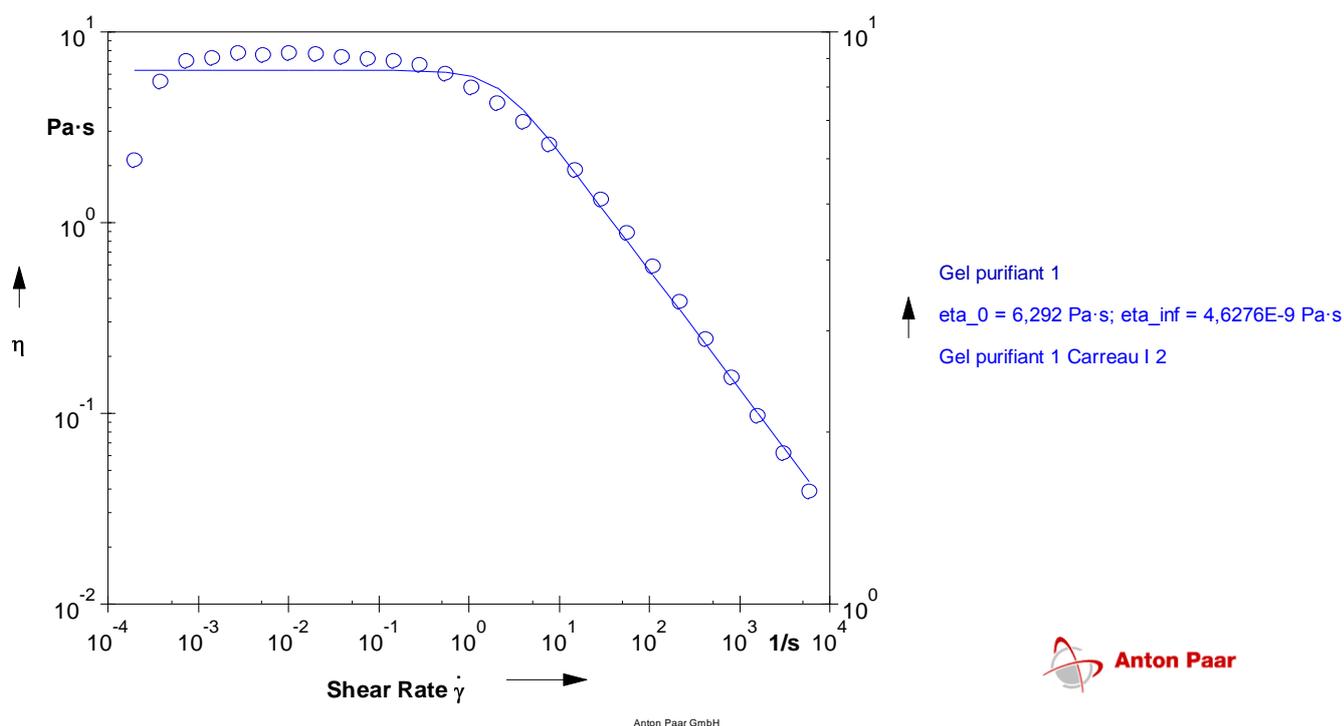
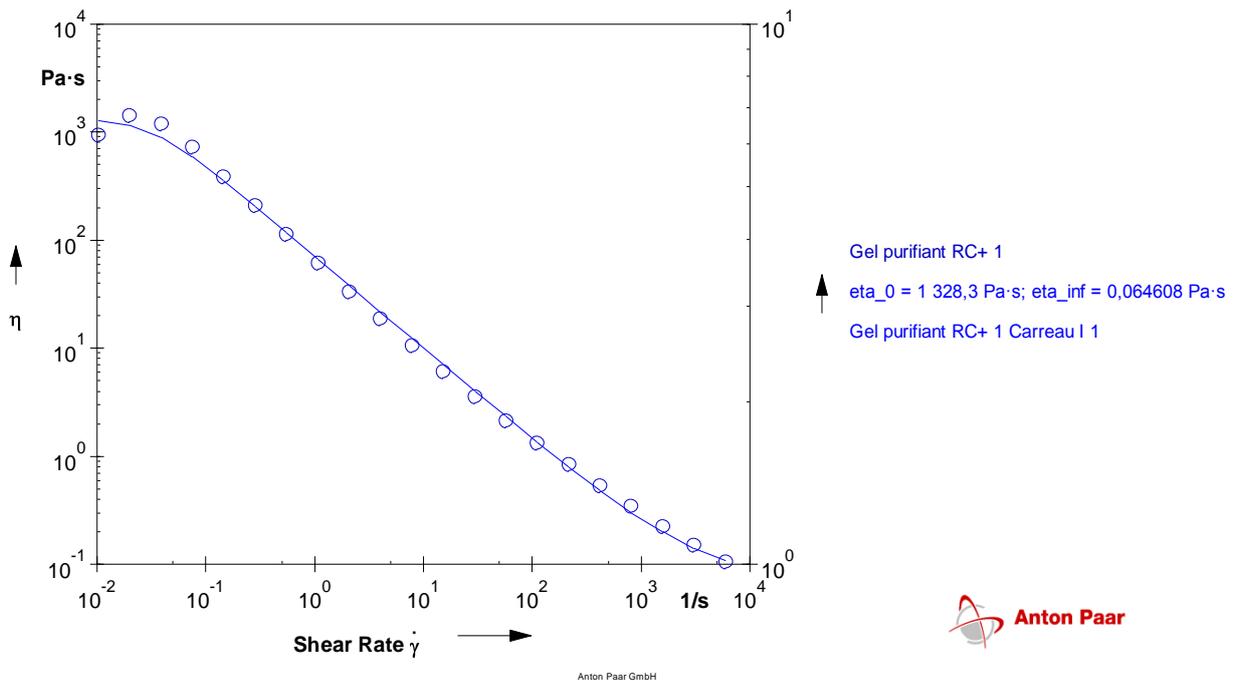


Figure N° 41 : Courbe d'écoulement pour le polymère HEC



**Figure N° 42 :** Courbe d'écoulement pour le polymère RC<sup>+</sup>

### 2.1.6.1.1 Discussion

Les figures montrent que la préparation élaborée est rhéofluidifiante, car la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente.

**La Figure N° 41 :** Représente la viscosité apparente  $\eta$  dépend de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . La viscosité est constante dans la région newtonienne, dans ce cas elle peut être déterminée.

La région newtonienne dans les gels varie entre ( $10^3$  à  $10^4$ ), dans cet écart le paramètre de cisaillement est nulle et conditionnée par le polymère. A l'échelle microscopique, quand elle commence à chuter, le polymère subit la déstructuration dans le sens de déploiement de sa force de cisaillement, elle domine les forces d'interaction de nos polymères, et cette déstructuration est partielle et dépend du cisaillement imposé. Au repos la viscosité est importante, donc le gel préservé sa forme comme un gel

**Figure N°42 :** Pour le deuxième graphe quand la valeur tend vers le zéro, à l'échelle microscopique la déstructuration est totale, le polymère est complètement dispersé.

Ainsi, les résultats obtenus sont conformes pour décrire cette préparation en tant qu'un gel. L'application de modèles mathématiques permet une description plus rationnelle du

Comportement rhé fluidifiant. Le modèle le plus adapté a été celui de **Carreau** car il Présente:

Un coefficient de corrélation  $R = 0,99772$

- On note des viscosités limites et final pour le RC<sup>+</sup>

$$n_o = 1328,3 \text{ Pa.s et } n_f = 0,064608 \text{ Pa.s}$$

- On note des viscosités limites et final pour le HEC

$$n_o = 137,54 \text{ Pa.s et } n_f = 7,1667 \text{ Pa.s}$$

### 2.1.6.2 la Viscoélasticité

L'étude de la viscoélasticité des polymères HEC et RC<sup>+</sup> donne lieu aux courbes qui sont Éluclidés dans les figures N°50 et N°51 et aussi on peut modéliser les courbes par **Excel** pour voir bien le rapport entre  $G'$  et  $G''$  à l'échelle logarithmique :

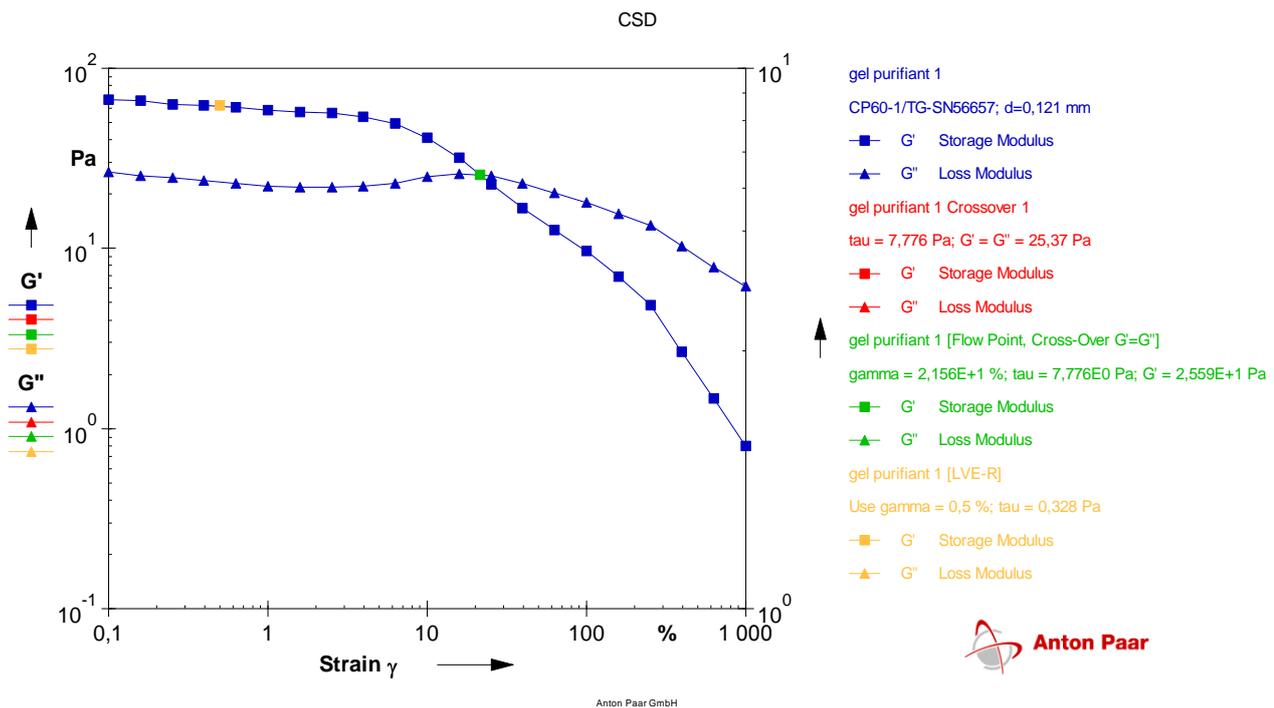


Figure N° 43 : Courbe de test de viscoélasticité pour le polymère HEC

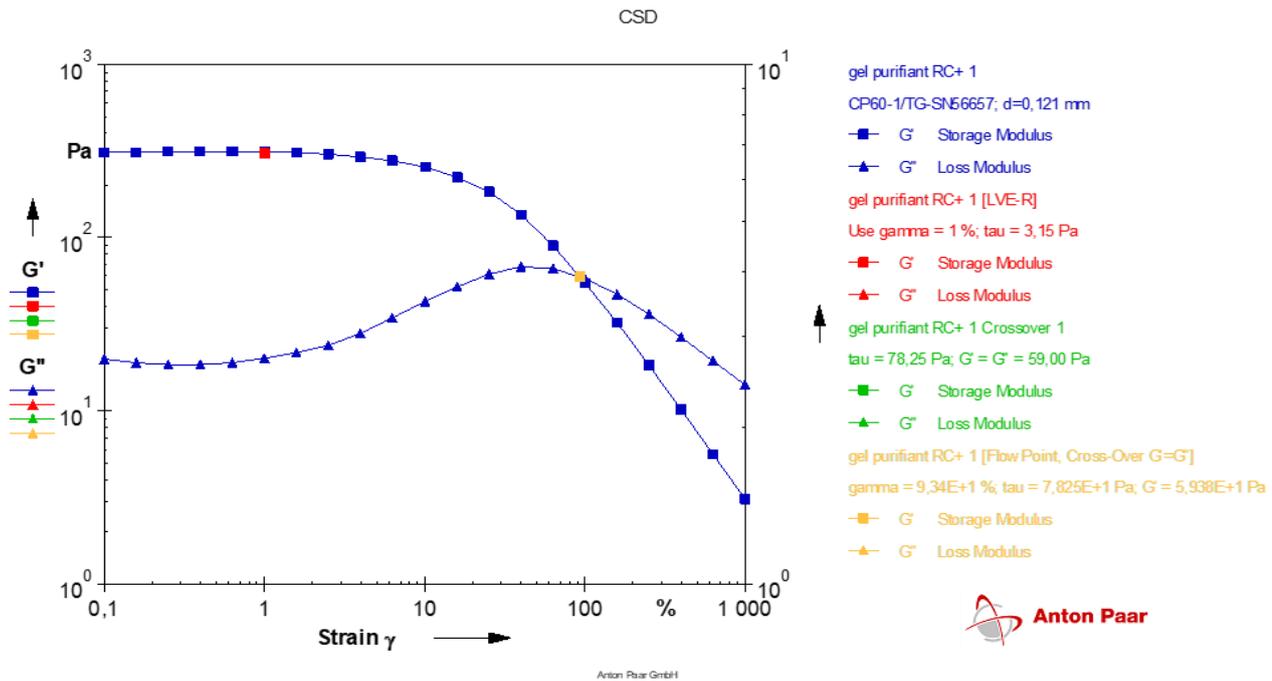


Figure N° 44 : Courbe de test de viscoélasticité pour le polymère RC

### 2.1.6.2.1 Discussion :

- Pour la courbe de RC<sup>+</sup>

$G'$  est supérieur à  $G''$  dans la région LVE (linéaire viscoélastique) c'est une zone de repos pour les polymères, ce qui veut dire que le gel considéré reste au repos dans cette gamme de déformation et se comporte comme une solide viscoélasticité

Le gel se comporte en fonction de :

- ❖ Avant la contrainte seuil le comportement est à dominance solide, c'est le modèle de **kelvin-voit** (réversible)
- ❖ Après la contrainte seuil le comportement est à dominance liquide, c'est le modèle de **Maxwell** (irréversible)
- Au point gel :
  - Pour le polymère HEC au point gel :  $G' = G'' = 25,37$  Pa et  $\tau = 7,776$  Pa
  - Pour le polymère RC<sup>+</sup> au point gel :  $G' = G'' = 59,00$  Pa et  $\tau = 78,25$  Pa

Donc le RC<sup>+</sup> est plus résistant par rapport au HEC, il s'écoule à une force plus grande (à 59 Pa) de ce fait le RC<sup>+</sup> est plus rigide à la déformation, donc le meilleur gel entre les deux et le plus stable c'est le RC<sup>+</sup>

- Calculer la déformation seuil (contrainte seuil) au point gel :

$$D = \text{Tang A} \times \text{déformation} \times \text{contrainte A}$$

- ✓ D : déformation seuil
- ✓ A : point gel
- ✓ Tang A :  $G'/G''$

- Pour RC<sup>+</sup> :  $D = \text{Tang} (59/59) \times 100 \times (7,97 \times 10^1) = 139,11 \text{ Pa}$
- Pour HEC :  $D = \text{Tang} (25,37/25,37) \times 25,1 \times (2,27 \times 10^1) = 9,94 \text{ Pa}$

### 2.7.1 L'analyse spectroscopie d'infra rouge

- Pour le RC<sup>+</sup> Le premier spectre est celui du RC<sup>+</sup> poudre (brute) est présenté dans la figure suivante

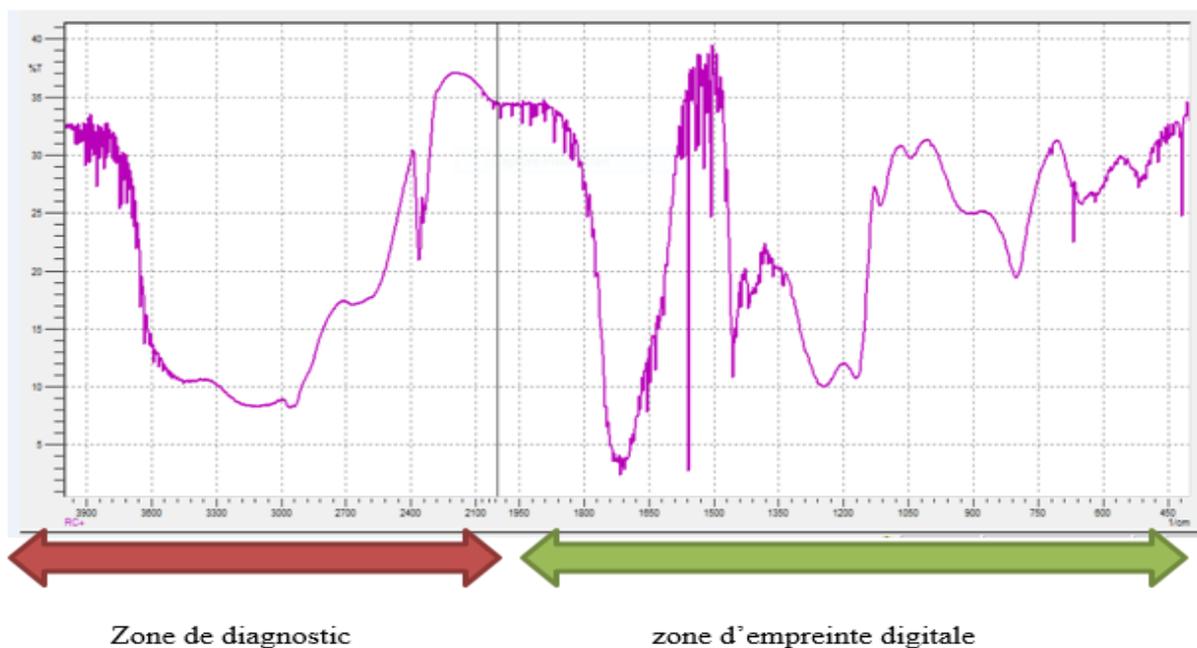


Figure N° 45 : Spectre FTIR de RC<sup>+</sup>

### Discussion

Dans la zone de diagnostic, Le spectre IR a montré un pic caractéristique de l'étirement de la liaison (O-H) dans l'intervalle ( $2700-2400\text{ cm}^{-1}$ ) la forme de ce pic est fine, Celui de la liaison (C-H) à  $2932\text{ cm}^{-1}$  ensuite une bande correspondant à l'étirement de la liaison (C=O) en liaison avec les groupements de dérivés acryliques aux environs de  $1700\text{ cm}^{-1}$

Dans la zone des étirements et de déformation (zone d'empreinte digitale) on distingue plusieurs pic fine et intense entre ( $1200-900\text{ cm}^{-1}$ ), cette zone c'est la plus proche à l'infrarouge est mise en évidence la présence des liaisons (C-H) (à  $1025\text{ cm}^{-1}$  et  $988\text{ cm}^{-1}$ ).

Notons que toutes ces vibrations sont en accord avec les bandes signalées dans la littérature

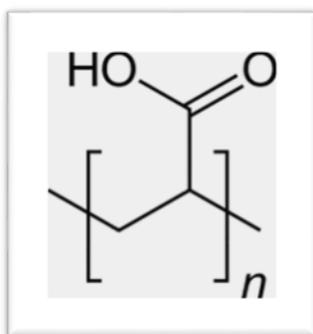


Figure N° 46 : La structure chimique de RC+ (Marliere, 2013)

## ➤ Pour le HEC

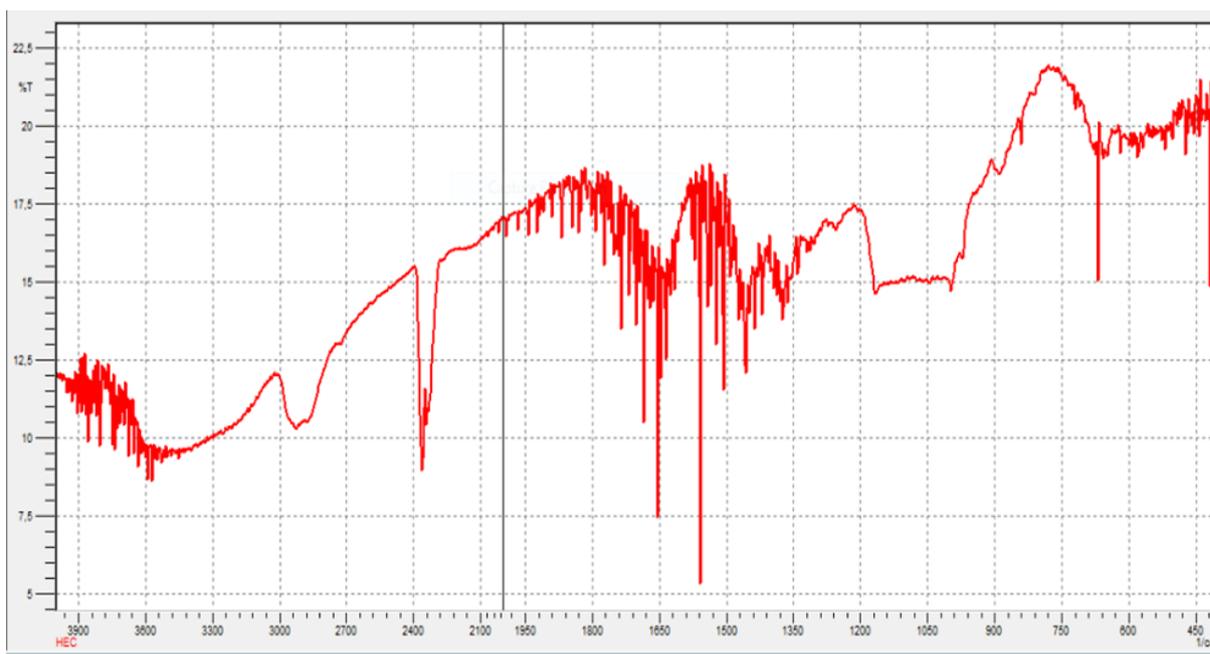


Figure N° 47 : Spectre FTIR de HEC

**Discussion :**

Le HEC est caractérisé par la présence de plusieurs pics et bandes dans la zone d'empreinte digitale, il ya des étirements et des déformations sous forme de pic intense entre (1636-1040  $\text{cm}^{-1}$ ), C'est-à-dire la présence des liaisons (C-O) à 1636  $\text{cm}^{-1}$  et des liaisons (C-H) à 1366  $\text{cm}^{-1}$ , et pour la zone diagnostic on a deux pics variés entre (3384 et 28730  $\text{cm}^{-1}$ ) pour des liaison (O-H) et (C-H)

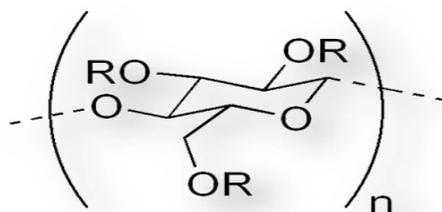


Figure N° 48 : La structure chimique de HEC (Martin, 1996)

## 2.2 Analyse Microbiologique

Les résultats d'analyses microbiologiques de l'hydrogel formulé à base d'extrait d'Aloe Vera et le gel de la raquette de figuier sont représentés dans le tableau N° 7 et le tableau N°8

**Tableau N° 7 :** Les résultats des germes recherchés dans la formulation d'hydrogels à base de polymères RC+ et Xanthane.

Germes recherchés	Résultats UFC/1ml	Normes UFC/1ml	Références
Levures et moisissures 20-25°C	00	<100	ISO 17516
Coliformes totaux 30°C	00	<1000	ISO 4832

Au vu des résultats de tableau N°7, le taux des coliformes totaux, ainsi que les levures et les moisissures à température varié entre 20°C et 30°C est de 00 UFC/ml. Ces résultats sont conformes et inférieurs à la norme, qui est de l'ordre de 1000 UFC/ml.

**Tableau N° 8 :** Les résultats des germes recherchés dans la formulation d'hydrogels à base de polymères HEC.

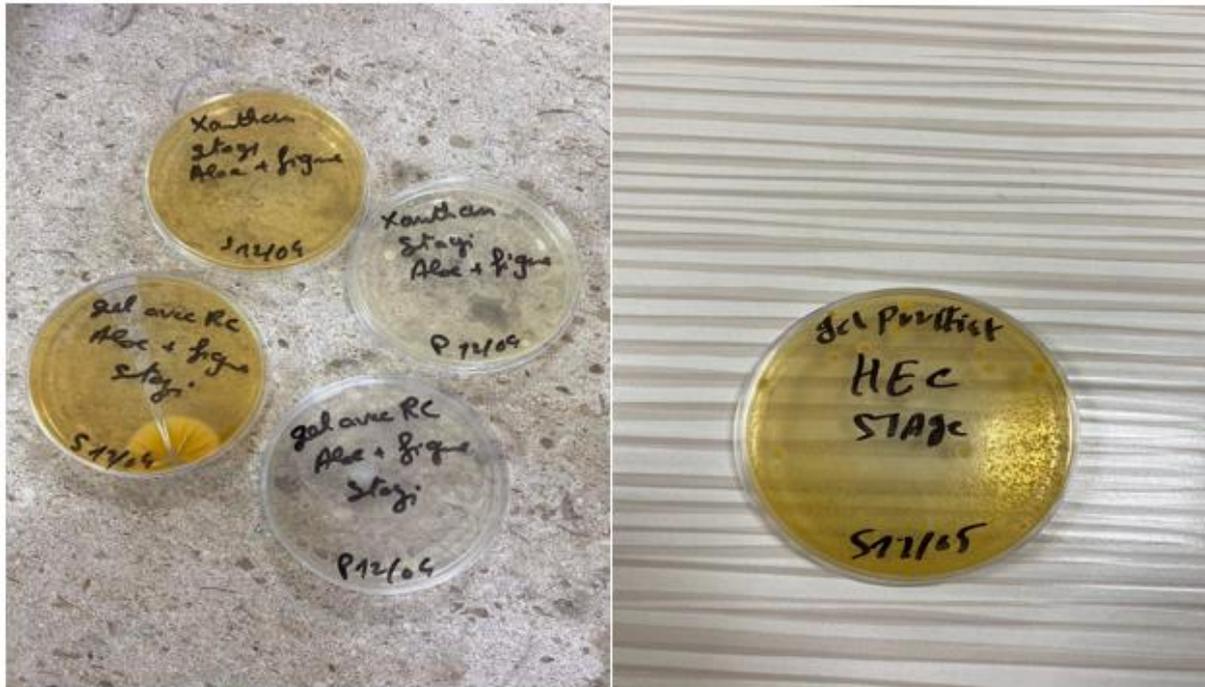
Germes recherchés	Résultats UFC/1ml	Normes UFC/1ml	Références
Levures et moisissures 20-25°C	160	<100	ISO 17516
Coliformes totaux 30°C	00	<1000	ISO 4832

❖ Le calcul de la conformité de produit (Hydrogel à base de polymère HEC)

$$N = \frac{160}{1 \times (2 + 0,1 * 0) \times 0,1}$$

$$N = 800 \text{ UFC}$$

Selon le tableau N°8, Les résultats des germes coliformes totaux à température de 30°C est 00 UFC/1 ml, tandis que les résultats des levures et moisissures à température variant entre 20-25°C est 160 UFC/1ml, ce qui conclut que ce produit (hydrogel à base de HEC) n'est pas conforme aux normes de références ISO 17516, Cela est dû à l'utilisation d'une quantité insuffisante de conservateur KCG.



**Figure N° 49:** Les cultures des hydrogels obtenus. (Photo personnelle, 2022)

**Conclusion :** D'après les résultats obtenus, l'hydrogel formulé à base de polymère HEC est non conforme selon les normes et la référence **ISO 17516**, les hydrogels formulés à base de RC+ et Xanthane sont conformes et de bonne qualité selon les normes et les références ISO

Les hydrogels sont définis comme des réseaux macromoléculaires tridimensionnels composés de polymères hydrophiles, qui absorbent et maintiennent de très grandes quantités d'eau ou de fluide biologique, sans se dissoudre et sans perdre leur structure.

L'industrie cosmétique s'oriente vers des matières premières issues du naturel (le végétal ou le marin) d'où une conception de produits et de procédés permettant de réduire ou d'éliminer l'utilisation et la synthèse de substances nocives.

Dans cette étude nous avons établi une formulation de trois nouveaux gels purifiants à base des hydrogels naturels *d'Aloe Vera* et de *figue de barbarie* et trois autres polymères agents gélifiants différents HEC, RC<sup>+</sup> et la gomme de Xanthane.

Les résultats montrent que les trois formulations à base de ces gels naturels *d'Aloe Vera* et *figue de barbarie* obéissent aux normes réglementaires de mesures de pH, de viscosité de densité, d'indice de réfraction et le control de stabilité.

L'étude rhéologique des différents polymères utilisés dans nos formulations de gels donne lieu à des courbes de test d'écoulement qui montre que ces formulations sont rhéofluidifiante, car la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente.

L'application du modèle mathématique, permet une description plus rationnelle du comportement rhéofluidifiante. Le modèle le plus adapté est celui de **Carreau** car il présente un coefficient de corrélation  $R= 0,99772$ .

L'étude de la viscoélasticité des polymères HEC et RC<sup>+</sup> montre que le RC<sup>+</sup> est plus résistant par rapport au HEC, il s'écoule à une force plus grande (à 59 Pa), de ce fait le RC<sup>+</sup> est plus rigide à la déformation, donc le meilleur gel entre les deux et le plus stable est le RC<sup>+</sup>. De ce fait on peut-on conclure que les formulations à base de RC<sup>+</sup> et HEC sont plus stables.

Analyse spectroscopie d'infrarouge montre la présence des groupements fonctionnels caractéristiques de RC<sup>+</sup> et HEC utilisés dans nos formulations de gel purifiant.

L'étude microbiologique à montrer que l'hydrogel formulé à base de polymère de RC<sup>+</sup> et de Xanthane est conforme aux normes ISO cependant le gel formulé à base de HEC est non conforme et cela est dû à la quantité insuffisante introduite dans formulation.