

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

UNIVERSITÉ BLIDA I

**Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés**



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GÉNIE DES PROCÉDÉS

Spécialité : Matériaux et Produits Organiques Industriels

Intitulé du mémoire

Formulation d'un Shampoing Antipelliculaire à Base d'Huiles Essentielles

Huile essentielle d'origan, huile essentielle de cèdre de
l'Atlas, huile végétale d'olive

Présenté par :

CHANBI Malika
MEHADJBIA Hadjer

Encadré par :

Mme. CHIKH R. U. Blida I

Année universitaire 2016 – 2017

Remerciements

Tout d'abord, nous tenons à remercier Dieu Tout-Puissant pour le courage et la force qu'Il nous a donnés afin de mener ce travail, et pour les bonnes personnes qu'Il a mis sur notre chemin.

Nos vifs remerciements sont également adressés à Madame CHIKH Rebiha, enseignante à l'université Blida I, elle a contribué par sa constante disponibilité et ses conseils à l'élaboration de ce mémoire. Nous avons apprécié ses qualités humaines, nous lui adressons tous nos respects.

Nous tenons également à exprimer notre profonde gratitude et nos remerciements à :

- Le personnel des Laboratoires Venus où a été réalisé notre projet, pour avoir mis tous les moyens adéquats à notre disposition. Nos vifs remerciements vont à Melle MAMOU Yasmina pour son accueil au sein du laboratoire, et à M. ATTAR Seif-El-Islam pour sa gentillesse et son aide dans la réalisation de notre formulation, ainsi qu'à toute l'équipe du laboratoire de microbiologie.
- Le département de lutte anti-acridienne de l'Institut National de Protection des Végétaux, où nous avons effectué l'extraction de l'huile essentielle d'origan, pour leur bon accueil, en particulier M. AHMED-SERIR Billel pour sa sympathie et sa gentillesse pendant toute la durée du travail.
- Pour nos enseignants de l'université Blida I, particulièrement M. BOUTOUMI H., Mme AIT MASBAH Z. et Mme BELHADJI Linda, pour leur aide et disponibilité.

Nos profonds remerciements à tous les membres du jury qui ont eu l'amabilité d'évaluer notre travail de projet de fin d'études.

Enfin, nous adressons nos remerciements à nos parents en premier lieu, à nos amis, et à toutes les personnes qui nous ont encouragées et soutenues de près ou de loin durant la réalisation de ce travail.

Résumé

L'objectif principal de cette étude est de formuler un shampoing antipelliculaire à base des huiles essentielles d'*Origanum floribundum* (origan) et de *Cèdrus atlantica* (cèdre de l'Atlas), et de l'huile végétale d'olive. Pour cela, nous avons procédé à l'extraction de l'huile essentielle d'origan, à sa caractérisation physico-chimique et microbiologique, au même titre que l'huile essentielle de cèdre de l'Atlas, pour nous assurer de leurs qualités et activités antifongiques. En fin, nous avons formulé le shampoing en utilisant la stratégie des plans d'expériences.

Abstract

The main objective of this study is to formulate an anti-dandruff shampoo based on essential oils of *Origanum floribundum* (oregano) and *Cedrus atlantica* (Atlas cedar), and olive vegetable oil. For this, we proceeded to the extraction of oregano essential oil, to its physicochemical and microbiological characterization, as the same way as Atlas cedar essential oil, to insure us of their qualities and antifungal activities. At the end, the shampoo was formulated using the strategy of the experimental plans.

ملخص

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو صياغة شامبو ضد قشرة الرأس، متكون من الزيوت الأساسية للزعتر و الأرز الأطلسي، و زيت الزيتون. لهذا الغرض قمنا باستخراج الزيت الأساسية من الزعتر، و وصف وتحليل النشاط المضاد للفطريات للزيوت الأساسية. تمت صياغة الشامبو باستخدام إستراتيجية التصميم التجريبي.

LISTE DES SYMBOLES ET ABRÉVIATIONS

d₂₀ : densité relative à 20 °C.

C : concentration (mol/L).

CDEA : cocamide diéthanolamine

CAPB : cocamidopropyl bétaine.

CG: coco glucoside.

DG : distéarate de glycol

E : essai.

F : facteur de correction égal à 0,995.

GC/MS : chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

GHG : guar hydroxypropyltrimonium chloride.

HE : huile essentielle.

HO : huile végétale d'olive.

IA : indice d'acide.

IS : indice de saponification.

M : masse molaire (g/mol).

MAA : matière active anionique.

q.s.p: quantité suffisante pour.

R : rendement (g/100 g)

SLES : lauryl éther sulfate de sodium.

TA : tensioactif.

TAA : tensioactif anionique.

TTL : triméthylolpropane trioléate et laureth-2.

V : volume (mL).

V_{max} : volume maximum (mL).

LISTE DES FIGURES

Figure I.1. Représentation schématique d'un tensioactif	4
Figure I.2. Formation de mousse	7
Figure I.3. Schéma du mécanisme de détergence	10
Figure I.4. Schémas d'une micelle	11
Figure I.5. Photo de <i>Malassezia furfur</i>	15
Figure I.6. Pityriasis simplex	16
Figure I.7. Pityriasis stéatoïde	17
Figure I.8. Structure chimique de la pyrithione de zinc	17
Figure I.9. Structure chimique de la piroctone olamine	18
Figure I.10. Structure chimique du disulfure de sélénium	18
Figure I.11. Structure chimique de quelques composés des HE	22
Figure I.12. Représentation de la composition d'une huile végétale	23
Figure II.1. Montage d'hydrodistillation	33
Figure II.2. Domaines d'intérêt	40
Figure II.3. Shampooing en cours de préparation	42
Figure II.4. Eprouvette utilisée dans la mesure du pouvoir moussant	44
Figure.III.1. Chromatogramme GC/MS de l'HE d'origan	50
Figure.III.2. Chromatogramme GC/MS de l'HE de cèdre de l'Atlas	53
Figure.III.3. Résultats de l'activité antifongique des HE	55
Figure III.4. Photo d'échantillons de shampooing des 11 formules.	57
Figure.III.5. Etat des différents essais après leur stockage pendant 1 mois.	59
Figure III.6. Photo du shampooing antipelliculaire élaboré suivant la formule idéale	60
Figure.III.7. Résultats du contrôle microbiologique du shampooing	62
Figure III.8. Courbes d'écoulement du shampooing formulé et de la référence	63

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1. Formule générale d'un shampoing liquide	09
Tableau II.1. Conditions opératoires de l'hydrodistillation	34
Tableau II.2. Plan d'expériences	41
Tableau.III.1. Caractères organoleptiques des huiles	48
Tableau.III.2. Propriétés physiques des huiles	49
Tableau III.3. Indice d'acide et indice de saponification des huiles	49
Tableau.III.4. Composition chimique de l'HE d' <i>Origanum floribundum</i>	51
Tableau.III.5. Composition chimique de l'HE de <i>Cédrus Atlantica</i>	53
Tableau.III.6. Diamètres des zones d'inhibition des HE sur la souche <i>Malassezia furfur</i>	55
Tableau III.7. Formules du plan d'expériences en fractions massiques	57
Tableau.III.8. pH, températures et viscosités des 11 essais	58
Tableau.III.9. Caractères physicochimiques du produit élaboré et de la référence	61
Tableau.III.10. Contrôle microbiologique du shampoing	62

TABLE DES MATIÈRES

Liste des symboles et abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 1

Chapitre I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Les shampooings	3
I.1.1. Définition d'un shampooing	3
I.1.2. Composition d'un shampooing	3
I.1.3. Formule générale des shampooings	9
I.1.4. Mécanisme d'action d'un shampooing	10
I.1.5. Les différentes catégories de shampooings	12
I.2. Les pellicules	14
I.2.1. Pellicules et états pelliculaires	14
I.2.2. Causes des pellicules	15
I.2.3. Types de pellicules	16
I.2.4. traitements des états pelliculaires	17
I.3. Les huiles essentielles	20
I.3.1. Définition des huiles essentielles	20
I.3.2. Composition chimique des huiles essentielles	21
I.4. Les huiles végétales	23
I.5. Huiles essentielles et huiles végétales antipelliculaires	24
I.5.1. Huile essentielle de cèdre de l'Atlas	24
I.5.2. Huile essentielle d'origan	24
I.5.3. Huile essentielle d'arbre à thé	24
I.5.4. Huile essentielle d'eucalyptus globuleux	25
I.5.5. Huile essentielle de thym	25
I.5.6. Huile essentielle de citron	25
I.5.7. Huile essentielle de romarin	26
I.5.8. Huile végétale d'olive	26

I.5.9. Huile végétale d'argan	26
I.5.10. Huile végétale d'amande douce	27
I.6. Notions sur la formulation	27
I.6.1. Définition de la formulation	27
I.6.2. Classification des domaines de la formulation	28
I.6.3. Formulation de produits et outils de leur conception	28

Chapitre 2 : MATÉRIELS ET MÉTHODES

II.1. Matières premières	29
II.1.1. Matières actives	29
II.1.2. Matières auxiliaires	31
II.2. Méthodes	32
II.2.1. Méthode d'extraction de l'HE d'origan	32
II.2.2. Méthode d'analyses et de caractérisation des HE et de l'huile d'olive	34
II.2.3. Pré formulation du shampooing antipelliculaire	39
II.2.4. Préparation du shampooing	41
II.2.5. Contrôle du produit fini	43
II.2.6. Analyse sensorielle du shampooing antipelliculaire formulé	46

Chapitre III : RÉSULTAS ET DISCUSSION

III.1. Rendement d'extraction de l'HE d'origan	47
III.2. Résultats d'analyses et de caractérisation des HE et de l'huile d'olive	47
III.2.1. Caractéristiques organoleptiques	47
III.2.2. Propriétés physiques	47
III.2.3. Propriétés chimiques	49
III.2.4. Résultats de l'évaluation de l'activité antifongique des HE	55
III.3. Résultats de la formulation du shampooing antipelliculaire	56
III.3.1. Contrôle physicochimique des formules préparées	58
III.3.2. Choix et caractérisation de la formule idéale	59

Conclusion	65
-------------------	----

Références bibliographiques

Appendices

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Les shampooings comptent parmi les produits d'hygiène corporelle les plus vendus dans la grande distribution, les gammes de ce produits mises sur le marché sont si diversifiées que, généralement, le consommateur juge qu'il n'a pas besoin de conseils pour choisir celui qui lui convient, en particuliers lorsque les prix pratiqués sont abordables. Néanmoins, le secteur de la distribution pharmaceutique conserve une part de marché non négligeable dans ce domaine par le biais des shampooings traitants.

Quel que soit le type de shampooing, sa composition se conforme toujours à l'usage principal d'un shampooing, à savoir, le nettoyage et l'entretien de l'hygiène des cheveux. Pour atténuer les imperfections capillaires, divers constituants sont inclus dans la formule, donnant ainsi différentes catégories de shampooings destinés à prodiguer divers soins aux cheveux, des normaux aux plus sensibilisés.

Les cheveux normaux poussent sur un cuir chevelu sain qui les protège, car son film hydrolipidique et la flore cutanée saprophyte équilibrée limitent le développement de germes pathogènes, permettant ainsi aux cheveux de paraître souples, doux, brillants et faciles à démêler. Cependant, il arrive souvent que les cheveux normaux soient fragilisés et déséquilibrés, ce qui implique le recours aux shampooings traitants comme dans le cas de l'apparition des pellicules.

La pellicule est parmi les anomalies des cheveux et du cuir chevelu les plus rencontrées, contre lesquelles peuvent lutter des produits capillaires spécifiques, tels que les shampooings antipelliculaires dont le rôle est d'éliminer les squames, avoir une action antifongique, traiter l'hyper séborrhée et calmer les démangeaisons, en plus du nettoyage de la chevelure.

La très grande majorité des compositions cosmétiques antipelliculaires disponibles sur le marché contiennent du piroctone olamine, du pyrithione de zinc et/ou du sulfide de sélénium en tant qu'actifs antipelliculaires ; tous ces ingrédients sont efficaces contre les pellicules, mais sont des molécules synthétiques considérées comme écotoxiques (toxiques pour les organismes aquatiques) et irritantes pour la peau à des concentrations importantes [1].

Il existe toutefois des produits qui se revendiquent antipelliculaires et qui contiennent des actifs antipelliculaires naturels, tels que les huiles essentielles et végétales, sans pour autant atteindre le niveau de performance des actifs antipelliculaires synthétiques, notamment face aux pellicules provoquées par la prolifération excessive des levures du genre *Malassezia* sur le cuir chevelu. Ainsi, il existe un besoin de disposer d'un système d'ingrédients antipelliculaires répondant à des critères de naturalité et d'écotoxicité, tout aussi efficace que les actifs antipelliculaires synthétiques et, dans une large mesure, une composition cosmétique antipelliculaire répondant à ces exigences.

De tels produits sont disponibles sur le marché algérien, mais ils sont tous fabriqués par des marques étrangères et aucune marque nationale ne les propose. C'est pour cette raison que nous avons songé à proposer aux Laboratoires Venus la formulation d'un shampoing antipelliculaire à base d'huile essentielle d'origan, extraite par nos soins, d'huile essentielle de cèdre de l'Atlas et de l'huile végétale vierge d'olive. Ces huiles sont toutes également reconnues pour leurs effets antipelliculaires, fortifiants pour les cheveux, antifongiques et antibactériens, ce qui nous permet même de nous passer d'agent de conservation dans la formule. En effet, ces huiles sont riches en composés phénoliques, reconnus pour leur pouvoir antimicrobien. Ajouté à cela, les huiles essentielles sont composées de substances odorantes pouvant conférer une odeur naturelle et agréable au shampoing.

Le travail qui a fait l'objectif de ce mémoire est organisé en trois chapitres : le premier est une étude bibliographique sur le sujet, le second est consacré aux matériels et aux méthodes et, en fin, dans le troisième chapitre est exposé l'essentiel des résultats expérimentaux obtenus.

CHAPITRE I

Étude Bibliographique

Chapitre I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Les shampoings

I.1.1. Définition d'un shampoing

Un shampoing est un produit cosmétique ayant un pouvoir détergent, destiné au nettoyage de la chevelure et du cuir chevelu. Il est présenté généralement sous forme de liquide ou de crème, formulé à partir d'un simple mélange d'agents TA permettant de dissoudre la graisse qui est entraînée dans l'eau avec les saletés qu'elle peut contenir [2].

I.1.2. Composition d'un shampoing

Généralement, un shampoing est un mélange complexe constitué d'une base lavante, d'additifs cosmétiques et, éventuellement, d'agents actifs spécifiques (par exemple les antipelliculaires et les fortifiants) [3].

I.1.2.1. Les agents lavants

Les agents lavants, également appelés TA ou agents de surface, sont l'élément essentiel de la composition des shampoings. Ils possèdent une double structure : une partie liposoluble par leur chaîne hydrocarbonée, qui permet le contact entre les salissures grasses et le TA, et une partie hydrosoluble par le groupement polaire, qui permet aux salissures d'être facilement entraînées par l'eau lors d'un rinçage [3].

Leur pouvoir lavant consiste à affaiblir les forces d'adhésion qui lient les salissures grasses aux cheveux, puis de transférer ces dernières dans le milieu aqueux où elles seront dispersées.

Ils ont des propriétés :

- mouillantes : augmentent l'interface liquide/solide.
- moussantes : stabilisent la formation d'une mousse.
- émulsionnantes : stabilisent la formation d'une émulsion.
- détergentes : éliminent les salissures.

Selon leur polarité, les TA sont répartis en quatre catégories : anionique, cationique, amphotère et non ionique [3].

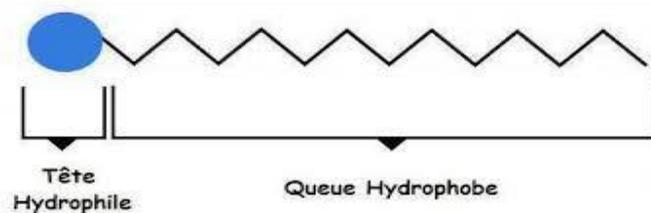


Figure I.1. Représentation schématique d'un tensioactif [3]

a- Les tensioactifs anioniques

Ces agents lavants ont une partie hydrophile chargée négativement ; ils sont détergents, mouillants, moussants. On retrouve dans ce groupe les savons [3].

Ce sont d'excellents nettoyeurs que l'on retrouve à la base de tous les shampoings. Cependant, utilisés seuls, ils manquent de douceur et de pouvoir démêlant. C'est la raison pour laquelle ils sont souvent associés à d'autres TA [3].

Parmi ce groupe, on distingue : les dérivés sulfatés et les dérivés sulfonés [3].

b- Les tensioactifs amphotères

Ils possèdent à la fois des groupements anioniques et cationiques. Selon le pH du milieu, ils se comportent comme des anioniques si le pH est basique ou comme des cationiques si le milieu est acide. Ils restent stables dans une gamme de pH intermédiaire où ils adoptent une structure d'ion dipolaire ou « zwitterion » [1].

Ils assurent le nettoyage grâce à leur charge (-) et le conditionnement grâce à leur charge (+). Le TA amphotère élimine les charges (+) des salissures et met à nu les charges (-) de la kératine qui sont immédiatement neutralisées par les charges (+) de l'amphotère, d'où un effet à la fois lavant, conditionneur et antistatique.

Leur plus gros avantage s'apparente à une compatibilité optimale avec tous les autres produits qu'ils soient anioniques, cationiques ou non ioniques [1].

Par ailleurs, ils présentent un pouvoir moussant et détergent plutôt bons et sont peu irritants. Par contre, plus chers, on les emploie dans les shampooings pour bébé ou des shampooings non irritants en raison d'une bonne compatibilité vis-à-vis de la peau et des muqueuses. Dans ce type de produits, ils sont associés à des TA anioniques et non ioniques. Pour majorer leur pouvoir détergent, on les couple à des TA anioniques ou cationiques [1].

Les principaux TA amphotères sont :

- les alkylbétaines
- les alkylimidazolines
- les alkylpolypeptides

c- Les tensioactifs non ioniques

N'ayant pas de charge électrique, les TA non ioniques sont compatibles avec tous les TA. Ils sont généralement considérés comme étant les plus doux, bons émulsionnants, solubilisants et mouillants. Ils sont moins moussants que les anioniques et détruisent la mousse formée par ces derniers ; cependant, quelques-uns d'entre eux ne présentent pas ces inconvénients.

Parmi ce groupe, on compte : les esters ($R-COO-R'$), les éthers ($R-O-R'$), les alkanolamides, l'oxyde de diméthyloléylamine et les alkylpolyglucosides [1].

d- Les tensioactifs cationiques

La partie hydrophile est ici chargée positivement. A la différence des TA anioniques, les cationiques sont peu détergents, pas moussants mais ils sont mouillants. Cette dernière caractéristique leur donne deux propriétés : la capacité de détruire les microorganismes lorsque la chaîne grasse est courte et la possibilité de s'étaler à la surface de la kératine lorsque la chaîne grasse est longue. La présence de la charge positive leur confère une grande affinité pour la fibre capillaire ce qui leur vaut la qualité de «conditionneurs». Ils neutralisent les charges négatives de la kératine ce qui permet le lissage des écailles de la cuticule, facilitant ainsi le démêlage des cheveux. Cependant, cette affinité pour la kératine présente aussi l'inconvénient de ne pas éliminer suffisamment les salissures. De ce fait, les TA cationiques sont rarement retrouvés dans la formulation de shampooing pour leur rôle de détergent mais plutôt pour leurs rôles de

conservateur ou de conditionneur (Ils sont surtout retrouvés dans les formulations de shampooings pour les cheveux abîmés) [4].

I.1.2.2. Les agents de viscosité ou épaississants

Les viscosants, ou épaississants, permettent d'augmenter la viscosité et d'éviter ainsi que le shampooing ne soit trop liquide. Ils assurent également l'adhérence du shampooing sur les cheveux. Les viscosants les plus courants sont :

- Le chlorure de sodium qui est un agent viscosant des TA anioniques en solution micellaire. Il n'agit qu'en présence d'alkylsulfates ou d'alkyléthersulfates.
- Les alkanolamides qui augmentent et stabilisent la mousse formée par les TA anioniques, selon que leur chaîne grasse provienne d'huile de coco ou d'huile de ricin [3].

I.1.2.3. Les agents conditionneurs

Ce terme caractérise une substance qui apporte aux cheveux douceur et brillance, qui diminue l'électricité statique et qui facilite le démêlage. Les conditionneurs sont particulièrement utilisés dans les shampooings pour cheveux secs et abîmés [3].

On en distingue deux types :

- Les polymères cationiques qui, avec leur charge positive, ont un pouvoir traitant et disciplinant des cheveux ; ils neutralisent l'électricité statique également [3]. Ils recouvrent le cheveu avec un film continu qui apporte un toucher lisse et agréable, de la brillance, facilitant ainsi le démêlage et protégeant la surface cuticulaire des attaques extérieures. Ils sont utilisés pour tous les types de cheveux, de normaux à très sensibilisés. Ils ne sont pas compatibles avec les TA anioniques [3].
- Les silicones : diméthicones ou silicones volatiles rendent les cheveux lisses, légers et brillants. Ils s'étalent facilement sur les cheveux en formant un film hydrophobe et mince qui donne de la brillance à la chevelure. Néanmoins, ils ont un pouvoir traitant limité. raison pour laquelle ils sont plus efficaces sur des cheveux normaux peu sensibilisés [3].

I.1.2.4. Les additifs divers

- Les stabilisateurs de mousse : souvent associées par les consommateurs à l'efficacité de nettoyage, les propriétés moussantes d'un shampoing sont apportées par les copra alkanolamides, certains TA amphotères et des polymères. Ils donnent de la consistance à la mousse et ont des propriétés adoucissantes ou surgraissantes [1].

La mousse, caractéristique des shampoings, provient de l'insertion de bulles d'air dans l'eau (figure I.2). Elle est stabilisée grâce à des TA qui s'adsorbent aux interfaces gaz liquides formées, tels que les aminoxydes, TA cationiques à pH inférieur à 6,5, qui sont d'excellents stabilisateurs de mousse. Le sébum est un anti-mousse redoutable, aussi, c'est un indicateur utile pour suivre le processus de shampooinage [1].

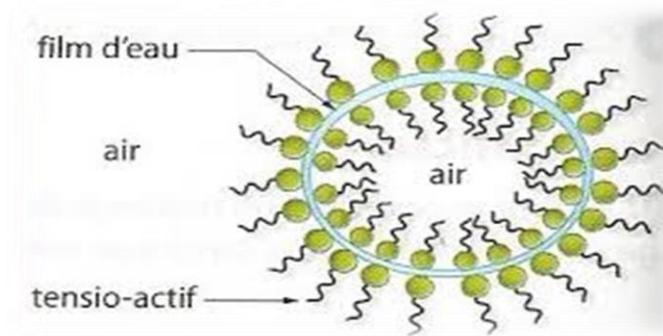


Figure I.2. Formation de la mousse

- Les opacifiants et agents nacrant : utilisés pour modifier l'aspect des shampoings, ces deux catégories de produits sont additionnées dans l'optique de rendre le shampoing plus attrayant. Des cires ou des préparations à base de cire conviennent très bien, car elles améliorent la sensation de toucher sur la peau et les cheveux. On utilise également :

- des alcanolamides.
- des alcools gras, comme l'alcool cétylique ou l'alcool stéarylique.
- des distéarates d'éthylène glycol.
- des monoesters d'éthylène glycol, de propylène glycol ou de glycérol.
- les émulsions de polymères vinyliques ou de polystyrène.

Les nacrants pigmentaires classiques sont peu utilisés à cause du risque de sédimentation lorsque le milieu n'est pas suffisamment visqueux. Le nacrage d'un shampoing reste néanmoins facultatif [1].

- Les colorants : les shampoings peuvent être colorés avec des colorants hydrosolubles de type azoïque ou triphénylméthane, compatibles entre eux. Ils représentent un pourcentage très faible de la composition finale mais peuvent tout de même être responsables de réactions allergiques [3, 4].
- Les parfums : toujours dans l'idée de conférer un aspect agréable mais discret au shampoing, ils s'utilisent en faible quantité et ne doivent pas trop irriter les yeux. Les parfums se solubilisent difficilement [1].
- Les conservateurs : ils sont indispensables car ils doivent assurer la stabilité bactériologique au cours du temps. Ils empêchent toute prolifération de germes qui pourraient contaminer le produit ou le dégrader [4].

Les qualités du shampoing doivent être gardées intactes durant le stockage, le transport et chez le consommateur. Pour des raisons bien fondées, les conservateurs doivent être choisis judicieusement ; en effet, leurs propriétés peuvent être inhibées par les autres TA présents. Certains sont peu stables et peu actifs, d'autres font brunir les solutions et peuvent être irritants.

Les conservateurs généralement employés sont le formol et les parabènes, [3]. Les mélanges de conservateurs sont de plus en plus utilisés, tels que Euxylk 702® (mélange de phénoxyéthanol, d'acide benzoïque et d'acide dehydroacétique), ou Phénonip® (mélange de parabènes et de phénoxyéthanol) [3].

- Les agents surgraisants : parmi ces agents, les éthanolamides, les huiles végétales comme l'huile de ricin liposoluble ou des dérivés de la lanoline, entre autres, sont employés. Les amides dérivés d'acides gras de coprah restent les surgraisants les plus courants. Ils agissent en neutralisant une fraction du détergent avec laquelle est créée une émulsion.

Les agents surgraisants peuvent également se substituer aux acides gras du sébum détruit pendant le nettoyage ; en effet, ils remettent sur le cheveu un peu de gras que le shampoing trop délipidant a éliminé. On les retrouve dans les shampoings pour cheveux secs à hauteur de 1 à 5% [1].

- Les solubilisants : ces produits permettent de mettre en solution des huiles parfumées, des essences, ou des conservateurs. Pour solubiliser, on a recours à des substances telles que l'alcool éthylique ou propylique, la glycérine, le diéthylène glycol et le propylène glycol [1].
- Les séquestrants : il s'agit là d'additifs complexants employés dans le but de neutraliser l'action des eaux dures (riches en ions calcium et magnésium). En séquestrant ces deux ions, ils empêchent ainsi la formation d'un précipité blanc. Ce sont le plus souvent des sels de l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA) [1].
- Les régulateurs de pH : le cheveu humain est naturellement acide et son lavage aux shampooings alcalins peut nuire à l'équilibre acide et l'endommager. C'est pourquoi on ajoute des agents qui ajustent le pH entre 5 et 7, afin d'être le plus proche possible du pH de la peau, comme l'acide citrique et l'acide lactique [2].

I.1.3. Formule générale des shampooings

Les shampooings sont généralement présentés sous formes liquide, gel ou crème. Leur fabrication est assurée selon un procédé similaire à celui des détergents liquides, qui consiste en un simple mélange des différents ingrédients. Le Tableau I.1 présente un exemple d'une formule générale adoptée dans la formulation des shampooings liquides [2].

Tableau I.1. Formule générale d'un shampooing liquide [2].

Ingrédient	Proportion (%)
TA (agents lavants)	15 à 25
Stabilisateurs de mousse	1 à 4
Epaississants	2 à 5
Opacifiants	1 à 2
Conservateurs	0,1 à 0,5
Traitants spéciaux	Quantité selon le besoin
Colorants et parfums	Quantité suffisante
Eau	40 à 60

I.1.4. Mécanisme d'action d'un shampooing

Le rôle d'un shampooing, à l'activité détergente, consiste à diminuer les liaisons physicochimiques entre la salissure et son substrat capillaire, afin de la véhiculer dans le milieu aqueux. Ce sont les agents TA contenus dans la formulation qui assurent ces fonctions.

Plusieurs mécanismes distincts interviennent dans la détergence des shampooings, ils sont schématisés dans la figure I.3 [1].

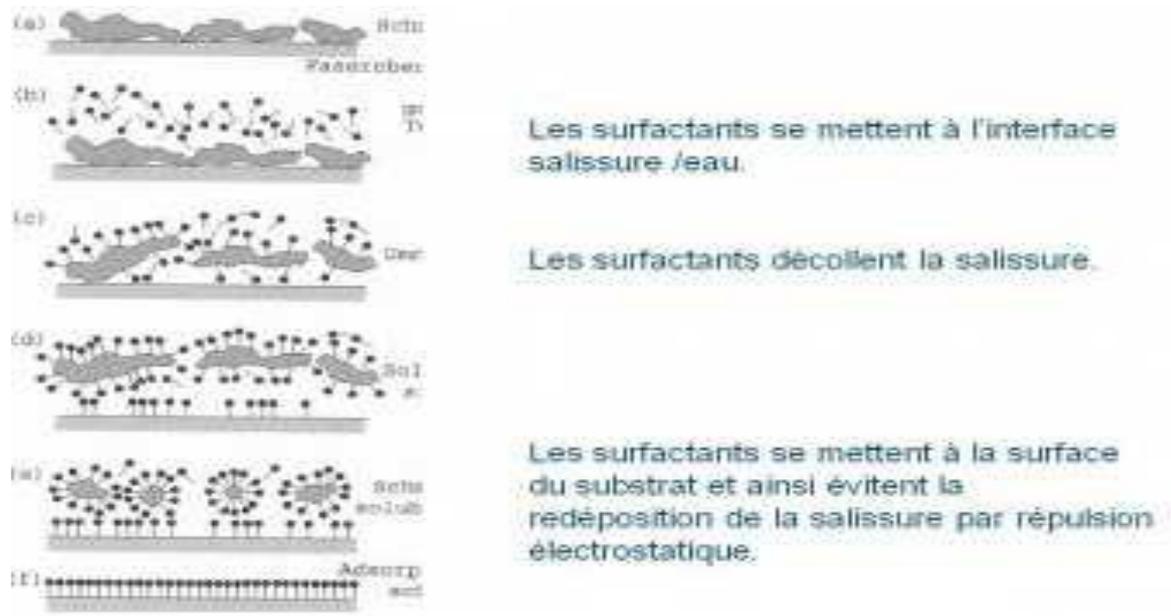


Figure I.3. Schéma du mécanisme de détergence [1]

I.1.4.1. Mouillage

Il s'agit du processus au cours duquel l'eau s'écoule sur les fibres et pénètre dans la masse capillaire. Le cheveu est naturellement recouvert par des substances huileuses et contient de l'eau. L'un des rôles des TA est justement de renverser cette tendance. Il se produit un processus, sous le nom de «rolling up», où la surface solide (chevelure), d'abord mouillée par l'huile, l'est ensuite par la phase aqueuse. Alors, les gouttelettes d'huile se détachent petit à petit et surnagent sous l'effet mécanique. Cependant, pour certains auteurs, le sébum ne se décolle pas de cette manière, il s'extrait selon la composition chimique des TA employés [1].

I.1.4.2. Solubilisation micellaire

C'est la solubilisation des salissures liquides dans des micelles (figure I.4), au cours de laquelle se confectionne un assemblage de molécules en petits agrégats. Les micelles se comportent comme de petits réservoirs : elles libèrent des molécules de TA qui s'adsorbent aux interfaces et peuvent accumuler des composés de natures variables. Ce phénomène se produit surtout avec des acides gras et des stérols. Les shampooings liquides transparents sont le reflet même de la solubilisation micellaire [1].

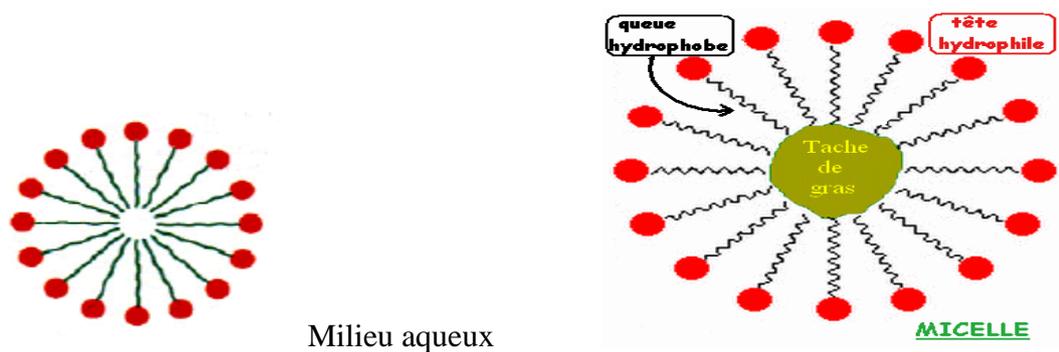


Figure I.4. Schémas d'une micelle (à gauche) et du mécanisme de solubilisation micellaire (à droite) [1].

I.1.4.3. Dispersion

C'est l'étape durant laquelle la matière insoluble est divisée en fines particules entourées de TA empêchant leur agrégation. Dans une émulsion, la matière dispersée est à l'état liquide. Le sébum, riche en substances amphiphiles, présente donc une double affinité, ce qui favorise sa dispersion en milieu aqueux. Pour certaines matières huileuses, ce phénomène de dispersion spontanée s'appelle la peptisation spontanée. Toutefois, ceci ne suffit pas pour assurer un nettoyage efficace. En effet, les composés amphiphiles du sébum peuvent aussi s'associer aux TA du shampooing pour cristalliser en présence de l'eau [1].

Concernant l'interaction des TA avec les protéines, la kératine ne se solubilise pas, il se manifeste seulement une adsorption des agents de surface sur elle. Cette adsorption est la base des propriétés conditionnantes de certains TA vis-à-vis du cheveu (figure I.3) [1].

I.1.5. Les différentes catégories de shampooings

I.1.5.1. Les shampooings doux

L'évolution des habitudes d'hygiène ainsi que l'augmentation de la pratique sportive et de l'utilisation de divers produits de coiffage, se sont traduits par une augmentation de la fréquence des shampooings. Lorsque les cheveux sont lavés fréquemment (plus de trois fois par semaine), il est important d'éviter que le shampooing ne soit trop détergent. C'est pourquoi leur formule de base repose sur l'association de TA anioniques ou amphotères, sélectionnés pour leur douceur et leur excellente tolérance pour le cuir chevelu. Dans l'idéal, ce type de shampooings devrait être uniquement à base de TA amphotères de type imidazolinique ou bétaïnique. Le challenge de ce type de shampooings est de bien nettoyer les cheveux, sans trop les abîmer, et de les adoucir mais sans trop les alourdir [4].

I.1.5.2. Les shampooings pour bébés

Les shampooings pour bébés représentent la tendance extrême de la catégorie des shampooings doux. L'exigence primordiale d'un shampooing pour bébés est la tolérance parfaite pour un cuir chevelu fragile et pour la muqueuse oculaire. Un mélange à trois composants, anionique-amphotère-non ionique, très doux, est utilisé comme base lavante ayant une excellente tolérance cutanée. De plus, pour éviter les picotements au contact de l'œil, un pH proche de celui des yeux est choisi [4].

I.1.5.3. Les shampooings «traitants»

a- Shampooings pour cheveux secs

L'objectif de ces shampooings est de nettoyer en douceur les cheveux et le cuir chevelu, pour ne pas compromettre la production de sébum, déjà faible, et d'apporter des éléments re lipidants et hydratants qui protègent et réparent la fibre capillaire souvent

altérée. Ils doivent aussi gagner les cheveux afin de réduire l'électricité statique et faciliter leur démêlage.

Les shampooings pour cheveux secs contiennent des TA cationiques qui ont l'avantage de jouer un double rôle de TA et de conditionneurs [4].

b- Les shampooings pour cheveux gras

Pour traiter l'hyperséborrhée, on utilise des shampooings détergents afin de nettoyer les cheveux et le cuir chevelu sans irriter la glande sébacée [3].

c- Les shampooings antipelliculaires

Les shampooings antipelliculaires doivent nettoyer le cuir chevelu, éliminer les squames, avoir une action antifongique, traiter l'hyperséborrhée et calmer les démangeaisons [3].

On trouve sur le marché plusieurs shampooings médicamenteux afin de traiter les pellicules. Ils peuvent avoir un effet antifongique, anti-inflammatoire ou kératolytique. De façon générale, leur début d'action se manifeste au bout de deux à quatre semaines. Ce type de shampooings doit être appliqué sur tout le cuir chevelu, section par section. Il est important de bien masser et de laisser agir pendant quelques minutes (selon le produit) avant de rincer abondamment [5].

Pour répondre à tous ces objectifs, les shampooings antipelliculaires sont idéalement composés d'un mélange de :

- Antifongiques : réservés pour la première ligne de traitement des pellicules si l'on constate un échec avec les mesures non pharmacologiques seules [5]. Le kétoconazole, par exemple, est un antifongique dont l'efficacité a largement été montrée contre les pellicules, de plus, il s'incorpore dans les couches de kératine du cheveu, ce qui peut aider à prévenir les rechutes. Un shampooing en contenant 2 % procure une amélioration en quatre semaines chez 70 % à 100 % des patients atteints de pellicules [5].
- Kératolytiques : ajoutés au traitement ou utilisés en alternance avec le shampooing antifongique, si celui-ci ne s'avère pas suffisant. Ils sont utiles chez les patients nécessitant une desquamation ou en présence de plaques épaisses résistantes au traitement [5].

- anti-inflammatoires : tels que les corticostéroïdes qui diminuent l'inflammation et la démangeaison, ce qui peut apporter un soulagement pour le traitement de l'état pelliculaire [5].

d- Shampoings anti-chutes

Les soins dermocosmétiques peuvent être proposés en première intention si la chute de cheveux est peu importante, occasionnelle et quand il n'y a pas encore de dégarnissement visible. Les lotions sont à privilégier car elles sont plus actives que les shampoings qui eux permettent de nettoyer, assainir et fortifier le cheveu [4].

Il existe sur le marché plusieurs produits commercialisés par différents laboratoires mais aucune étude sérieuse n'a jamais été publiée démontrant l'efficacité de ces produits, c'est pourquoi leurs utilisations ne sont pas recommandées dans les cas sévères d'alopecie androgénétique [4].

e- Les shampoings conditionneurs ou «2 en 1»

Le terme «conditionneur» correspond à l'idée de «remettre dans sa condition d'origine», sous entendu sa forme native. L'emploi d'un conditionneur prend tout son sens, pour redonner la forme et l'aspect initial à un cheveu agressé, avant qu'il ait été endommagé. Le mot «conditionneur» englobe plusieurs adjectifs : revitalisant, restructurant, réparateur, etc. [4].

Le shampoing conditionneur contient des composants qui agissent au moment du rinçage, il revêt deux fonctions parallèles : c'est à la fois un produit lavant et un produit de soin [4].

I.2. Les pellicules

I.2.1. Pellicules et états pelliculaires

Les états pelliculaires sont une affection banale, chronique et fluctuante, qui se traduit par une desquamation excessive, chronique et visible du cuir chevelu. La cause en est une modification qualitative et quantitative de la flore cutanée, qui aboutit à un déséquilibre de la proportion de bactéries majeures et des champignons du cuir chevelu [6], avec une prolifération exagérée de *Pityrosporum ovale* ou de *Malassezia furfur*, ce qui leur confère un certain pouvoir pathogène. Le métabolisme de ces levures serait à l'origine

d'une modification du sébum par production d'acides gras libres, irritants pour le cuir chevelu qui devient rouge et enflammé [1].

Les études sur l'incidence de l'état pelliculaire sont rares, mais l'abondance des produits antipelliculaires sur le marché, ainsi que la demande des consommateurs, de plus en plus croissante, sur ce type de produits, témoignent d'un problème fréquent [1].

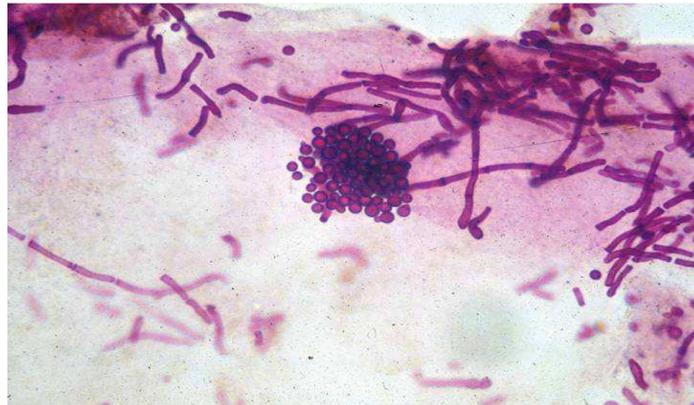


Figure I.5. Photo de *Malassezia furfur* [1]

I.2.2. Causes des pellicules

La pellicule est due à la présence d'une flore cutanée, du genre *Malassezia furfur*, qui dégrade les triglycérides du sébum et produisent des acides gras libres irritants pour le cuir chevelu. Il s'en suit une désorganisation de la couche cornée, de sorte que les cellules ne sont plus éliminées une à une mais en amas sous forme de squames. Ainsi s'accélère le renouvellement cellulaire, tous les 10 à 14 jours, au lieu de 28 à 45 jours, et la sécrétion de sébum s'accroît.

Des facteurs individuels, tels que la sensibilité, la prédisposition génétique à faire une réaction inflammatoire et des dérèglements hormonaux, peuvent être à l'origine de l'état pelliculaire [6].

Des facteurs externes, comme les conditions climatiques, la pollution atmosphérique et les facteurs intrinsèques, comme le stress, la dépression et l'alcoolisme, peuvent augmenter les pellicules.

I.2.3.Types de pellicules

Selon que le cuir chevelu est gras ou sec, il existe deux types d'états pelliculaires. Tous deux sont récidivants et mêmes persistants en l'absence de traitement approprié [7].

I.2.3.1. Pityriasis simplex

Cette forme d'état pelliculaire, encore appelée pityriasis capitis, pityriasis sec ou pellicules sèches, est la plus fréquente. Elle apparait sous la forme de fines squames blanches ou grisâtres, qui tombent facilement en secouant la tête, sur le col et les épaules [7].

Le pityriasis simplex est rarement associé à un prurit, même si de légères démangeaisons peuvent se ressentir, mais généralement sans rougeurs. Il se répartit sur l'ensemble du cuir chevelu qui garde un aspect normal : sec et lisse, sans érythème (figure I.6) [7].

Chez l'enfant, le pityriasis sec est rare. Il faut rechercher d'autres affections (psoriasis, fausse teigne amiantacée, etc.) en cas de lésions squameuses du cuir chevelu [7].



Figure I.6. Pityriasis simplex

I.2.3.2. Pityriasis stéatoïde

Aussi appelée pellicules grasses, cette forme clinique se caractérise par un cuir chevelu luisant, pouvant être érythémateux. Associés à cela, des squames de plus grande taille, jaunâtres, grasses, épaisses et collantes, sont présentes et adhèrent au cuir chevelu [8].

Cet état est toujours associé à une hyperséborrhée. Ces symptômes peu esthétiques peuvent toucher le front, la nuque et l'arrière des oreilles pour former une « couronne séborrhéique». Dans ce cas, les démangeaisons et les rougeurs sont fréquentes (figure I.7) [8].



Figure I.7. Pityriasis stéatoïde

I.2.4. traitements des états pelliculaires

Le traitement de l'état pelliculaire fait appel au nettoyage et à la désinfection du cuir chevelu, à son ramollissement et à son hydratation.

A/ Actifs antipelliculaires

La désinfection se fait avec des HE ; les huiles préconisées, selon R. Harris sont celles de *Cedrus atlantica*, *Cinnamomum zeylanicum*, *Commiphora myrrha*, *Melaleuca ericifolia*, *Pogostemon cablin*, *Pelargonium graveolens*, *Rosmarinus officinalis*, *Santalum album*, *Thymus vulgaris* et *Vetiveria zizanoïdes* [7].

En plus des HE, on distingue plusieurs autres classes d'actifs antipelliculaires synthétiques employées dans les traitements locaux :

- **Pyrithione de zinc** : de formule brute $C_{10}H_8N_2O_2S_2Zn$, son nom systématique est 1,1'-dioxide de bis (2-pyridylthio) zinc. C'est un composé chimique utilisé comme agent antifongique et antibactérien, l'un des plus efficaces sur les états pelliculaires grâce à son action kératolytique et antiseptique. Elle est incorporée aux lotions et aux shampooings à raison de 0,5 à 2 % [3]. Cependant, il a été révélé après traitement avec un shampooing comportant 1 % de pyrithione de zinc, que cette molécule antipelliculaire a un effet irritant, ce qui confirme sa toxicité déjà mise en évidence in vitro [9].

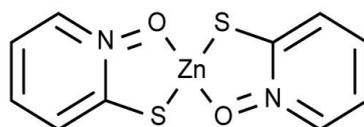


Figure I.8. Structure chimique de la pyrithione de zinc

• **Piroctone olamine** : de formule brute $C_{16}H_{30}N_2O_3$, son nom systématique est (1-Hydroxy-4-méthyl-6-(2,4,4-triméthylpentyl)-2(1H)-pyridone avec 2-aminoéthanol (1:1)) ou (2(1H)-Pyridinone, 1-hydroxy-4-méthyl-6-(2,4,4-triméthylpentyl)- avec 2-aminoéthanol (1:1)). C'est une molécule antifongique qui dérègle le métabolisme des champignons, de la famille des hydroxypyridones, souvent utilisée dans des produits cosmétiques et en médecine humaine à une concentration maximale de 1 % dans les produits rinçables, ou de 0,05 % à 0,1 % dans les produits qui ne se rincent pas. La piroctone olamine est très efficace et est même considérée comme un agent antipelliculaire de seconde génération, elle est utilisée dans de nombreux shampoings et lotions en raison de sa faible toxicité. [10].

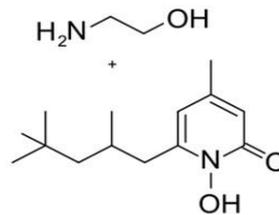


Figure I.9. Structure chimique de la piroctone olamine

• **Disulfure de sélénium** : de formule brute SeS_2 , il possède un pouvoir fongistatique supérieur aux goudrons et également une action anti-séborrhéique [1]. Il est utilisé dans les shampoings et les lotions pour son action cytostatique et fongistatique de l'épiderme et de l'épithélium folliculaire, d'où une diminution de l'adhérence des cornéocytes et, donc, une élimination des champignons. Cependant, il ne doit pas être utilisé en cas de séborrhée importante car il peut stimuler la sécrétion sébacée [3] ; d'autre part, il est caractérisé par une odeur désagréable, il peut induire une perte de cheveux, des cheveux gras, des prurits et des sensations de brûlure [5].

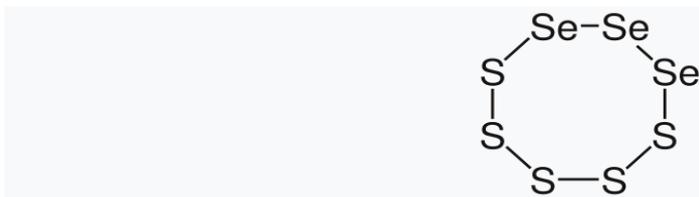


Figure I.10. Structure chimique du disulfure de sélénium

B/ Cosmétiques antipelliculaires

Les agents antipelliculaires peuvent être employés de différentes manières et incorporés à divers produits cosmétiques, tels que les lotions, les masques et les shampooings.

- **Lotions de jour :** pour un tel traitement, la lotion trop alcoolique et détergente est irritante, un mélange alcool-glycérine est préférentiellement utilisé [7]. Il est conseillé d'appliquer des lotions très fluides tous les jours ou tous les deux jours, qui traite le cuir chevelu sans engendrer de désagréments pour la coiffure ou l'aspect des cheveux.

Comme exemple de formule de lotion antipelliculaire, on peut citer une à base de teinture mère d'*Arnica montana*, d'*Urtica urens*, de *Buxus sempervirens*, de *Juniperus communis* et de *Quillaja saponaria*, à raison de 10 mL au total dans un mélange de 5 à 10 g de propylène glycol, 20 g de glycérine et 150 g d'alcool à 95 °, pour 1 flacon. Cette lotion s'applique (2 mL) avec une vive friction du cuir chevelu et ne nécessite pas obligatoirement de rinçage [7].

- **Lotion Pétrole Hahn :** Charles Hahn, inventa différents produits dont, en 1885, le «Pétrole pour les cheveux», composé d'un peu de pétrole, de beaucoup d'alcool et d'essences aromatiques, notamment de bergamote [11]. Le texte de l'étiquette qui accompagne le dépôt de marque, effectué à Lyon le 7 décembre 1892, mérite d'être reproduit : «Pétrole pour les cheveux. Nouveau remède d'une grande efficacité contre la chute des cheveux, les pellicules et pour nettoyer la tête. Il suffit d'une friction tous les matins, avec une petite éponge, pour fortifier le cuir chevelu et rendre les cheveux souples, soyeux et abondants» [11].

- **Masques :** ils sont appliqués une fois tous les quinze jours ou tous les mois, selon l'intensité des pellicules. Comme exemple de ce type de masques, on peut citer une formule contenant du bois de Panama concassé finement, des fleurs d'achillée millefeuille réduites en poudre, des feuilles de ronce et du fucus en poudre, mélangés avec de l'eau puis avec de l'argile verte ou du rhassoul. Le masque s'applique pendant au moins 30 minutes avant le rinçage [6].

- **Shampooings antipelliculaires :** ce type de produits permet généralement l'élimination des squames mais n'empêche pas les récives, d'où l'importance de commencer par un traitement d'attaque (deux à trois shampooings traitants par semaine) et de poursuivre par un traitement d'entretien (un shampooing par semaine) [3].

I.3. Les huiles essentielles

I.3.1. Définition des huiles essentielles

Le terme «huile» s'explique par la propriété que présentent ces composés de se solubiliser dans les graisses et par leur caractère hydrophobe. Le terme «essentielle» fait référence au parfum, à l'odeur plus ou moins forte dégagée par la plante [12].

De très nombreux auteurs ont tenté de donner une définition des HE. Pour la 8^{ème} édition de la pharmacopée française (1965), les HE (= essences = huiles volatiles) sont des produits de composition généralement assez complexe, renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation (Bruneton 1993) [12].

Cependant, l'organisme de normalisation AFNOR (2000) (Association Française de Normalisation) a donné une définition qui prend en compte le mode d'obtention des HE : c'est un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus, soit par distillation à sec. Cette définition est cependant restrictive, car elle exclut aussi bien les produits extraits à l'aide de solvants que ceux obtenus par tout autre procédé [12].

Différentes parties des végétaux peuvent contenir des HE : les feuilles (ex : l'eucalyptus), les fleurs (ex : la camomille), l'écorce (ex : la cannelle), le bois (ex : le cèdre), le zeste (ex : le citron) et bien d'autres encore : les graines, les baies, les fruits, le bulbe, etc. [13]. Les cellules sécrétrices de ces différentes parties synthétisent des complexes naturels de molécules volatiles et odorantes qui constituent les HE, stockées dans des poches au niveau de certains organes [12].

Les HE sont généralement présentes à de très faible concentration dans les plantes à parfum, de consistances liquides huileuse mais non grasse à la température ambiante, leur densité est inférieure à celle de l'eau, à l'exception de quelques cas (cannelle, saffras et vétiver), volatiles, insolubles dans l'eau, rarement colorées et solubles dans les huiles végétales, dans l'éther et dans l'alcool jusqu'à un certain pourcentage. Elles sont peu polaires et il convient de les conserver à l'abri de la lumière. [13].

I.3.2. Composition chimique des huiles essentielles

L'étude de la composition chimique des HE révèle qu'il s'agit de mélanges complexes et éminemment variables, de constituants appartenant exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : les composés terpéniques et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane, beaucoup moins fréquents. Ces deux types de composés sont associés en nombre et en proportions très variables dans les HE, de telle sorte que le produit est hétérogène et complexe sur le plan chimique. Ils sont biosynthétisés au sein des mêmes organes sécréteurs où ils forment l'essence naturelle [12].

Les HE peuvent également renfermer divers produits issus de processus dégradatifs, mettant en jeu des constituants non volatils [12].

I.3.2.1. Composés terpéniques

Les composés de type terpénique sont largement rencontrés dans les HE. Bien que les hydrocarbures terpéniques aient des structures très diverses, ils sont formés d'un multiple pair ou impair d'unités de 2-méthylbuta-1,3-diène, ou appelé encore isoprène. On distingue ainsi, selon le nombre d'atomes de carbone constituant les molécules de ce groupe : les monoterpènes (C_{10}), les sesquiterpènes (C_{15}), les diterpènes (C_{20}), les triterpènes (C_{30}) et les tétraterpènes (C_{40}). Les terpènes les plus rencontrés dans les HE sont les terpènes les plus volatils, c'est à dire ceux dont la masse moléculaire n'est pas très élevée, telles que les mono et les sesquiterpènes [12].

I.3.2.2. Composés aromatiques

Contrairement aux dérivés terpéniques, les composés aromatiques dérivés du phénylpropane sont moins fréquents dans les HE. Ces composés empruntent une voie biosynthétique différente de celle des terpènes et ils sont généralement responsables des caractères organoleptiques des HE [12].

Cette classe comporte des composés odorants bien connus comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthole, l'estragole et bien d'autres. Ils sont davantage fréquents dans les HE d'Apiaceae (persil, anis, fenouil, etc.) et sont caractéristiques de celle du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de l'estragon, etc. [12].

I.3.2.3. Composés d'origines diverses

Il existe dans les HE un nombre non négligeable de composés volatils issus de la dégradation de terpènes non volatils (c'est le cas par exemple des ionones qui proviennent de l'auto-oxydation des carotènes) et d'acides gras (les petites odorantes, comme par exemple le (3Z)-hexén-1-ol ou le décanal, qui sont obtenues à partir des acides linoléique et α -linoléique) [12].

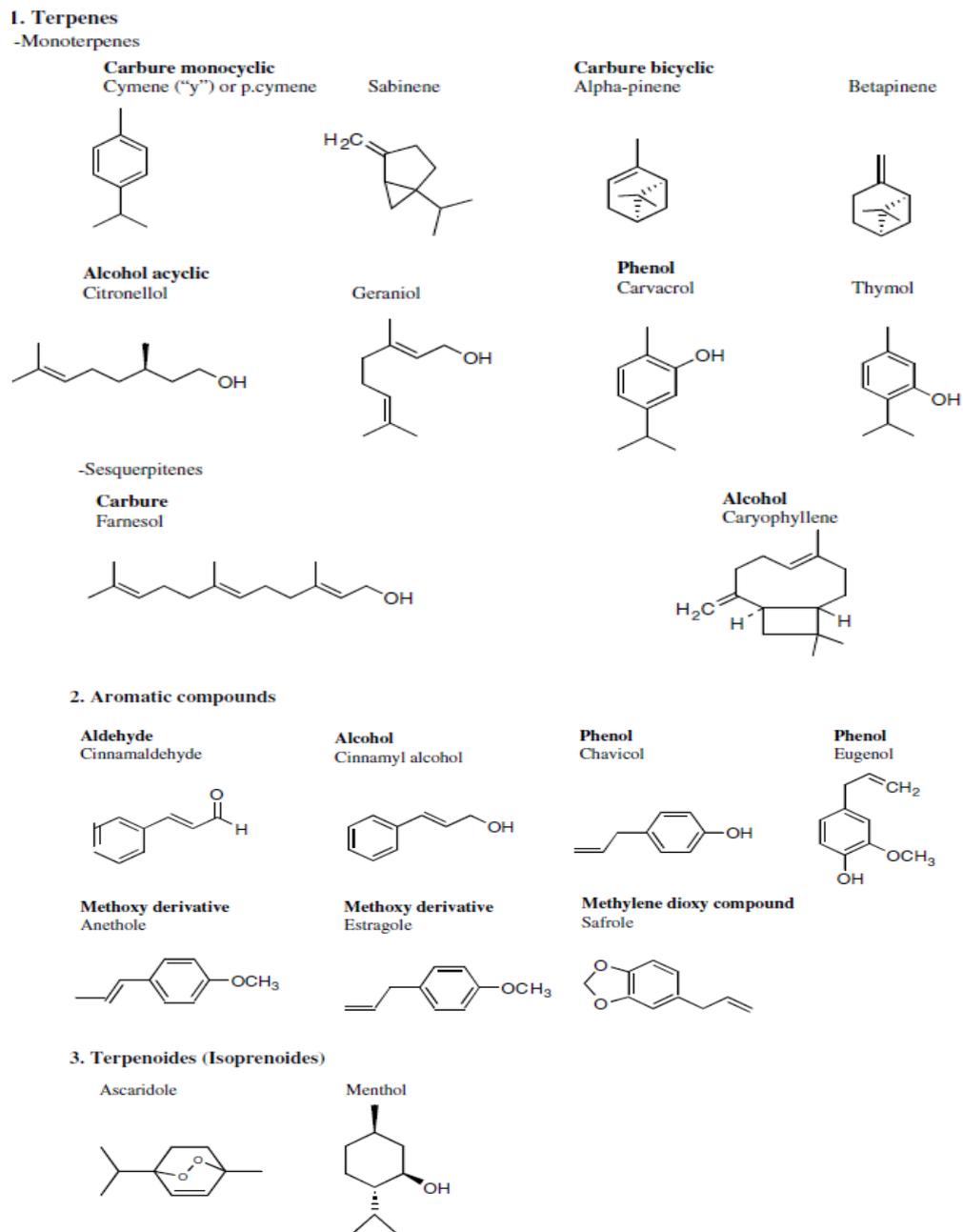


Figure I.11. Structure chimique de quelques composés des HE [12]

I.4. Les huiles végétales

Les huiles végétales sont des triglycérides (combinaison entre trois acides gras et une molécule de glycérol, figure I.12), dont la composition dépend de la nature de la plante, de ses conditions de culture, du sol et de la saison. Le mot « huile » se rapporte aux triglycérides qui se trouvent dans leur état liquide à température ambiante. Les paramètres qui différencient les huiles et affectent leurs propriétés physiques et chimiques sont le nombre de carbones qui composent les acides gras, le degré d'insaturation et enfin, la stéréochimie des doubles liaisons [14].

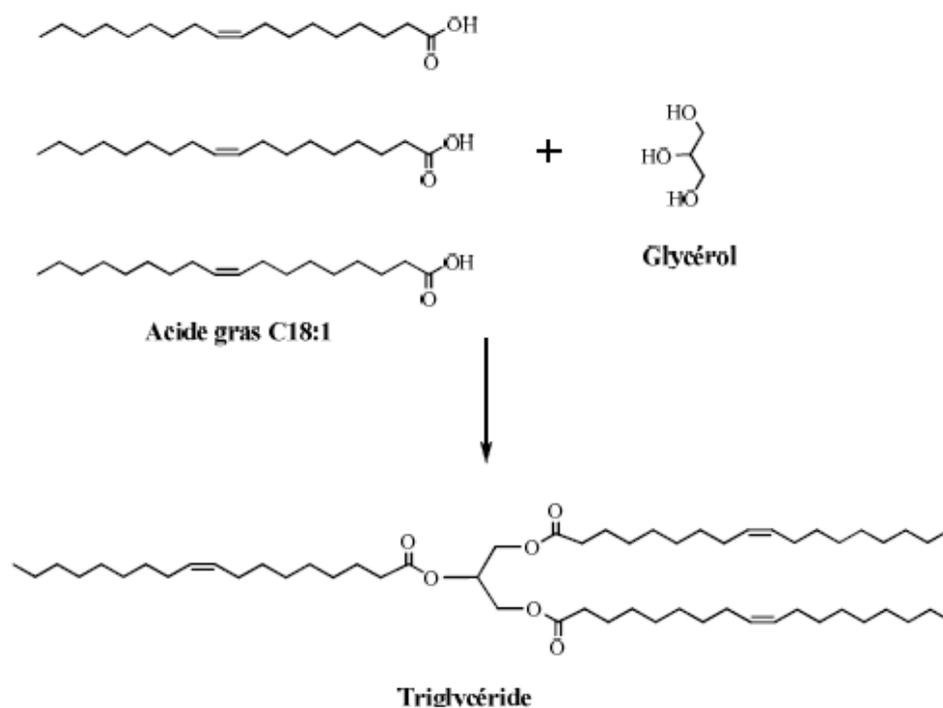


Figure I.12. Représentation de la composition d'une huile végétale [14].

Les huiles végétales diffèrent des HE par leurs compositions chimiques. Les huiles végétales telles que celles d'amande douce et d'olive ne se volatilisent pas et sont constituées principalement des acides gras, contrairement aux HE qui correspondent à la fraction odorante volatile de certains végétaux, elles sont composées de nombreuses molécules actives et ne sont pas grasses ; elles s'évaporent facilement.

Il n'existe pas de contre-indication à l'utilisation des huiles végétales. En revanche, les huiles essentielles sont très puissantes et il est nécessaire de prendre toutes ses précautions et d'éviter leur utilisation sur les enfants les femmes enceintes et allaitantes ; elles sont toujours diluées dans les huiles végétales avant leur utilisation.

I.5. Huiles essentielles et huiles végétales antipelliculaires

I.5.1. Huile essentielle de cèdre de l'Atlas (*Cedrus atlantica*)

L'HE de cèdre de l'Atlas, ou *Cedrus atlantica*, est un fongicide efficace, non phytotoxique [15]. Elle est constituée principalement de cétones sesquiterpéniques et d'alcools terpéniques, le β -himachalène est son constituant principal, présentant une activité anti-inflammatoire reconnue [15].

En plus d'être antifongique, l'HE de cèdre de l'Atlas a des propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antiseptiques [16], c'est pourquoi elle est utilisée dans les lotions antipelliculaires à raison de 10 gouttes dans 30 mL de mélange [17]. Elle peut aussi avoir un effet antipelliculaire en étant incorporée à l'eau de rinçage légèrement vinaigrée [18].

Une autre vertu de l'HE du cèdre de l'Atlas est son efficacité contre la chute des cheveux et la tonicité qu'elle confère au cuir chevelu [19].

I.5.2. Huile essentielle d'origan (*Origanum floribundum* Munby)

Origanum floribundum Munby est une plante comestible, largement utilisé comme aromate, dont l'HE est constituée principalement de monoterpènes, de phénols et de sesquiterpènes, riches en eugénol, thymol et carvacrol, lui conférant des propriétés antibactériennes notoires, antiseptiques et antifongiques [20].

Des études ont démontré que l'HE d'origan a un effet antifongique contre le champignon *Malassezia furfur*, responsable des pellicules du cuir chevelu [21].

I.5.3. Huile essentielle d'arbre à thé (*Melaleuca alternifolia*)

Elle est connue sous le nom de l'HE de tea tree, son emploi s'est très largement répandu ces dernières années, car la découverte de ses vertus est relativement récente à

l'échelle de l'aromathérapie. Elle est constituée principalement d'alcools terpéniques : terpinène-1-ol-4, des monoterpènes comme le α -terpinène et le γ -terpinène. Elle a des propriétés anti-infectieuse, antiparasitaire, immunostimulante, cicatrisante, anti-inflammatoire, anti-oxydante et antifongique majeure à large spectre d'action. Elle est entre autre indiquée dans le traitement d'infection diverses, de mycoses (cutanées, vaginales, digestives et buccales) de piqûres d'insectes, de démangeaisons ou en renforcement de l'hygiène buccale [22].

I.5.4. Huile essentielle d'Eucalyptus globuleux (*Eucalyptus globulus*)

Elle est constituée principalement de 1,8-cinéole (70 à 75 %), des terpènes comme le α -pinène et des sesquiterpènes. Elle a des propriétés antiseptiques des voies respiratoires, expectorantes, analgésiques en usage interne et externe, décongestionnantes et hypoglycémiantes ; de plus, elle exerce une action détoxifiante des toxines diphtérique et tétanique, antimicrobienne sur les bactéries Gram+, antifongique, anti-inflammatoire, améliore les épreuves fonctionnelles respiratoires, mucolytique, antispasmodique bronchique, fébrifuge, tropisme broncho-pulmonaire très marqué. Elle est asséchante en forte proportion [23].

I.5.5. Huile essentielle de thym (*Thymus vulgaris*)

Elle est constituée principalement de phénols aromatiques comme le thymol le carvacrol, de monoterpènes comme le p-cymène et le gamma-terpinène. Elle a des propriétés antispasmodiques, antimicrobiennes, antioxydantes, antiplaquettaires, analgésiques et anti-inflammatoires [22].

I.5.6. Huile essentielle de citron (*Citrus limonum*)

L'HE de citron a été connue et utilisée depuis très longtemps, pas seulement en cuisine, mais aussi en cosmétique et en traitement car des études récentes sur le limonène, qui est le composé majoritaire dans cette huile, confirment qu'elle possède d'excellentes propriétés anti-infectieuses, antiseptiques, anti-inflammatoires, antioxydantes et antibactériennes, en particulier contre les streptocoques et les bactéries sporulées. Elle est également utile pour l'élimination des pellicules. L'absence de toxicité orale du d-limonène présente un avantage majeur [24].

I.5.7. Huile essentielle de Romarin (*Rosmarinus officinalis*)

Elle est constituée principalement de camphre, des terpènes comme le α -pinène et le cinéole. Elle a des propriétés antimicrobiennes et fongicides, hépatoprotectrices, anti-inflammatoires et stimulantes, ainsi que des propriétés spasmolytiques. Elle utilisée par voie orale dans le soulagement symptomatique des dyspepsies et des troubles spasmodiques gastro-intestinaux légers [25].

L'HE de romarin est largement utilisée comme composant aromatique dans l'industrie des cosmétiques (savons, parfums, crèmes, etc.), mais aussi dans l'industrie alimentaire (boissons alcoolisées, desserts, bonbons, conservation des lipides, etc.) [25].

I.5.8. Huile végétale d'olive

L'huile d'olive fait partie de la culture méditerranéenne. Si l'huile est constituée pour l'essentiel d'acides gras liés au glycérol (> 95 %), c'est-à-dire de triglycérides, elle contient, par ailleurs, un grand nombre d'autres composants, présents en faibles quantités. Ces composants dits «mineurs» n'en sont pas moins très importants : certains ont des effets bénéfiques sur la santé humaine, d'autres renforcent la stabilité de l'huile, d'autres encore sont responsables de son parfum délicat et unique. Le principal atout de l'huile d'olive réside cependant dans sa richesse en composés phénoliques ayant des propriétés anti oxydantes précieuses en alimentation et en cosmétique [26].

La fortification des cheveux et l'élimination de la pellicule sont parmi les nombreuses vertus de l'huile d'olive, elle s'utilise en massage sur le cuir chevelu, additionnée de quelques gouttes d'essence de thym, dans le cas de la fortification, et d'eau de Cologne dans le cas de l'élimination de la pellicule [27].

I.5.9. Huile végétale d'argan

L'huile d'argan est extraite de l'amandon de l'arganier «*Argania spinosa L.* » elle est constituée principalement des acides oléiques, linoléiques et palmitiques.

L'huile d'argan est une huile d'excellentes valeurs alimentaires ; elle est utilisée soit fraîche ou cuite mais jamais dans les fritures. Cette huile est utilisée pour les soins corporels, dans le traitement de l'acné juvénile, de la varicelle et des rhumatismes. L'ensemble des études nutritionnelles réalisées sur l'huile d'argan, ont montré que cette

huile possède des propriétés antioxydantes, hypolipémiantes, hypocholestérolémiantes et hypotensives. Ceci justifierait son utilisation dans la prévention et le traitement des maladies cardiovasculaires et de l'athérosclérose [28].

L'utilisation traditionnelle de l'huile d'argan contre le dessèchement cutané et le vieillissement physiologique de la peau a motivé certains laboratoires à l'incorporer aux produits cosmétiques et à la commercialiser [28].

I.5.10. Huile végétale d'amande douce

Elle est riche en vitamine E et en acides oléiques, l'huile d'amande douce dévoile des vertus adoucissantes, calmantes et apaisantes. Elle se présente sous forme d'un liquide jaune clair subtilement parfumé. Elle s'utilise préférentiellement par voie externe pour calmer démangeaisons et irritations cutanées. Parfaitement bien tolérée, elle convient à tous les types de peau et dévoile tout son intérêt pour le traitement d'une bronchite ou des troubles cutanés comme l'eczéma ou le psoriasis. Cependant, son application reste à éviter chez les personnes allergiques aux fruits à coque [29].

I.6. Notions sur la formulation

I.6.1. Définition de la formulation

La formulation peut être définie comme l'ensemble des connaissances et des opérations mises en œuvre lors du mélange, de l'association ou de la mise en forme d'ingrédients d'origine naturelle ou synthétique, souvent compatibles entre eux, de façon à obtenir un produit commercial caractérisé par sa fonction d'usage et son aptitude à satisfaire un cahier de charges préétabli [30].

Parmi les constituants d'un produit formulé, on distingue les matières actives, qui remplissent la fonction principale recherchée, et les auxiliaires de formulation qui assurent les fonctions secondaires, facilitent la préparation ou la mise en œuvre du produit commercial, assurent sa stabilité au stockage, permettent son application par l'utilisateur final et prolongent sa durée de vie. La notion de matière active, dans des spécialités telles que les détergents, peintures, parfums et produits d'hygiène est plus diluée, car plusieurs constituants de la formule jouent un rôle important dans les performances du produit fini [30].

I.6.2. Classification des domaines de la formulation

Les industries de formulation sont classées en deux catégories :

- Les spécialités chimiques, qui servent de matières premières aux formulations.
- Les industries situées en aval qui fabriquent des formulations prêtes à l'emploi et destinées à d'autres secteurs industriels (plasturgie, bâtiment, automobile, etc.) ou au consommateur final [30].

I.6.3. Formulation de produits et outils de leur conception

Les connaissances, les techniques et les phénomènes physicochimiques mis en jeu lors de la préparation, l'évaluation et l'application des produits formulés sont innombrables. Néanmoins, seul un petit nombre d'entre eux, représentant des concepts fédérateurs, se retrouvent systématiquement impliqués quel que soit le domaine concerné.

Ces concepts fédérateurs sont :

- La physico-chimie de la formulation.
- Le génie de la formulation.
- Les tests de performance.
- Outils méthodologiques [30].

CHAPITRE II

Matériels et Méthodes

Chapitre II : MATÉRIELS ET MÉTHODES

II.1. Matières premières

II.1.1. Matières actives

II.1.1.1. Matières d'origine naturelle

- **Huile essentielle d'origan** : l'HE d'origan que nous avons utilisée dans notre formulation a été extraite par nos soins. La matière végétale que nous avons employée à cette fin a été récoltée des montagnes de Blida (Chr a), o  pousse l'esp ce *Origanum floribundum* spontan .
- **Huile essentielle de c dre de l'Atlas** : vu qu'il s'agit d'une esp ce prot g e en Alg rie. Nous n'avons pas eu la possibilit  de nous la procurer afin d'en extraire l'huile. Nous avons donc utilis  un produit de qualit  biologique de la marque AROMA ZONE.
- **Huile d'olive** : nous avons utilis  une huile d'olive vierge de la r gion de Blida.

II.1.1.2. Tensioactifs

- **Lauryl  ther sulfate de sodium (SLES)** : $C_{16}H_{34}O_6SNa$,  galement nomm  laureth sulfate de sodium ou sodium lauryl  ther sulfate. C'est un TA anionique, d riv  d'alcools gras  thoxyl s. Il est g n ralement utilis  dans de nombreux produits d'hygi ne personnelle, tels que les shampooings, les savons liquides et les d tergents [30]. Le SLES est la version «adoucie» du sodium lauryl sulfate, sa fonction est de mousser et de dissoudre les graisses. En cas de peau s che, il pourrait entretenir son dess chement, voire l'accentuer et lui causer des irritations, c'est pour cela qu'on ajoute syst matiquement   la composition du produit un surfactant v g tal (g n ralement le cocamidopropyl b ta ne, d riv  de l'huile de noix de coco) [31].

Il se pr sente sous forme d'une p te fluide, de couleur blanche   jaune claire. Il poss de une odeur caract ristique. Il est biod gradable, se dissout facilement dans l'eau dure et douce et fournit une mousse onctueuse [32].

Le SLES est généralement incorporé aux produits détergents à raison de 6 à 35 % en poids. Par exemple, dans un brevet déposé par Stiros, concernant une composition cosmétique pour le bain [33], le SLES est employé à une dose variant de 18 à 35 % en poids par rapport au poids total de la composition. Dans un nettoyant liquide pour la peau, le SLES est présent à une dose allant de 12 à 22 % en poids.

- **Cocamidopropyl bétaine (CAPB)** : $C_{19}H_{38}N_2O_3$, c'est un TA amphotère qui dérive d'alkylbétaines à longues chaînes [34]. Il est généralement présent dans les produits d'hygiène, tels que les shampooings, les bains moussants et les savons liquides. En outre, il contrecarre l'irritation de la peau causée par les TA anioniques [35]. Il est employé pour ses propriétés de douceur, de compatibilité avec les autres TA cationiques, anioniques et non ioniques et d'autres TA amphotères. Il se présente sous forme d'un liquide légèrement jaune avec une odeur caractéristique [36].

Il est généralement incorporé aux produits cosmétiques à des doses allant de 1 à 5 % en poids. Graubart l'a employé dans sa formule de liquide vaisselle aqueux à action antibactérienne, ayant une bonne capacité d'expansion, contenant un TA non ionique, à une dose variant de 3 à 9 % en poids [37].

- **Coco glucoside (CG)** : c'est un TA non ionique, dérivé naturel de noix de coco et de l'huile de tournesol. C'est un agent viscosifiant et adoucissant et un nettoyant extrêmement doux et efficace qui se rince rapidement. Biodégradable, il est généralement présent dans les formulations de shampooings, de gels douches et de produits destinés aux bébés. Il se présente comme un liquide gélifié, légèrement trouble, de couleur jaunâtre [38]. Il est généralement incorporé aux produits cosmétiques à des doses allant de 1,5 à 5 % en poids.

- **Cocamide diéthanolamine (cocamide DEA)** : c'est un TA non ionique, utilisé pour ses propriétés de renforçateur et stabilisateur de mousse, ainsi que ses propriétés de modificateur de viscosité. Il est pratiquement non toxique, peu irritant pour la peau et les yeux. Dans le cas où il y a beaucoup de sébum, ce composé permet de maintenir une mousse de qualité, ce que ne permet pas le laurylsulfate d'ammonium seul. Ce composé peut représenter entre 10 et 50 % de la part des TA anioniques pour obtenir un résultat optimal. Il n'a pas entraîné de problème particulier en 40 ans d'utilisation [39].

II.1.2. Matières auxiliaires

- **Triméthylolpropane trioléate et laureth-2 (TTL)** : agent viscosifiant, facile à manipuler, très efficace dans des formulations qui ont une problématique en épaissement, même pour des températures très élevées. C'est un liquide non ionique, compatible avec n'importe quel type de surfactant, possédant une couleur légèrement jaune. Il est généralement incorporé aux produits cosmétiques à des doses allant de 1 à 2 % en poids [40].
- **Distéarate de glycol (DG)** : ($C_{38}H_{74}O_4$) c'est un composé chimique utilisé comme émoullient dans les produits cosmétiques et dans d'autres produits de consommation. C'est le diester de l'éthylène glycol et de l'acide stéarique. Il produit également des effets nacrés dans les cosmétiques [41].
- **Guar hydroxypropyltrimonium chloride (GHG)** : c'est un composé organique dérivé d'ammonium quaternaire hydrosoluble et de gomme de guar. C'est un polymère qui donne des propriétés de conditionnement aux shampooings et aux produits de soins capillaires après shampooing, améliorant la facilité de peignage [42].
- **Huile de ricin hydrogénée (HRH)** : riche en triglycérides issus de l'acide ricinoléique, cette huile est un solubilisant pour les vitamines liposolubles, les huiles essentielles et autres produits pharmaceutiques hydrophobes [43]. Elle est utilisée dans de nombreux produits ainsi que dans les différentes préparations cosmétiques pour ses caractéristiques de stabilisateur d'émulsion et d'agent de contrôle de la viscosité [43].
- **Chlorure de sodium (NaCl)** : c'est l'agent viscosifiant des TA anioniques en solution.
- **Acide citrique** : Il est utilisé dans notre cas pour ajuster le pH.

Toutes les matières premières que nous avons utilisées pour la formulation du shampooing antipelliculaire nous ont été fournies par les Laboratoires Venus, excepté les HE et l'huile d'olive

II.2. Méthodes

II.2.1. Méthode d'extraction de l'HE d'origan

Cette étape de notre travail a été réalisée à l'Institut National de Protections des Végétaux (INPV), où l'extraction des HE se fait par la distillation à l'eau, ou hydrodistillation. Cette méthode simple, la plus anciennement utilisée à l'échelle laboratoire, est en accord avec la pharmacopée européenne (2001) [44], elle respecte bien les composants très fragiles des plantes à HE en conservant leurs constituants volatils, d'où une huile de bonne qualité physicochimique.

Le principe de l'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope. Sachant que la température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation, elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange azéotrope «eau + HE» distille à une température égale à 100°C à pression atmosphérique, alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées. Le mélange est ensuite refroidi et condensé. Une fois condensées, eau et molécules aromatiques, du fait de leurs différences de densité, se séparent en une phase aqueuse et une phase organique : l'HE. La distillation peut s'effectuer avec ou sans recyclage de la phase aqueuse obtenue lors de la décantation. Le principe de recyclage est communément appelé cohobage. En laboratoire le système équipé d'une cohobe qui est généralement utilisé pour l'extraction des HE en accord avec la pharmacopée européenne est le Clevenger (figure II.1) [44].

II.2.1.1. Matériels

- Chauffe-ballon
- Ballon de 1 L.
- Clevenger.
- Bécher.
- Micropipette.
- Balance analytiques



Figure II.1. Montage d'hydrodistillation

1 : Entré d'eau ; **2** : Statif ; **3** : Sortie d'eau ; **4** : Ballon à fond rond ; **5** : Réfrigèrent ;
6 : Bêcher ; **7** : Eau + matière végétale ; **8** : Chauffe ballon ; **9** : Clevenger.

II.2.1.2. Mode opératoire

40 g des parties aériennes (feuilles et sommités fleuries) de l'origan séché sont introduits dans le ballon avec 500 mL d'eau distillée, sans remplir le ballon pour éviter les débordements de l'ébullition. Une fois l'ébullition commencée, les vapeurs chargées d'HE passent à travers le tube vertical puis dans le serpentín de refroidissement où a lieu la condensation. Les gouttelettes ainsi produites s'accumulent dans le tube rempli auparavant d'eau distillée. L'HE, de densité plus faible que la densité de l'eau, surnage à la surface de cette dernière. L'opération d'extraction dure 2 heures à partir du début de l'ébullition.

À l'aide d'une micropipette, on élimine l'eau qui se trouve sous l'huile. L'huile ainsi obtenue est séchée avec du Na_2SO_4 , elle est ensuite conservée à l'abri de la lumière dans des tubes en verre bien fermés, à basse température (4 à 5 °C) afin d'éviter une quelconque altération et de conserver son activité biologique.

Tableau II.1. Conditions opératoire de l'hydrodistillation

Échantillon	Origan
Quantité de la matière végétale sèche (g)	40
Quantité d'eau (mL)	500
Température max (°C)	101 ± 5
Temps d'hydrodistillation (h)	2

II.2.1.3. Rendement d'extraction

Le rendement en HE est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile récupérée à la masse de la matière végétale sèche, exprimées dans la même unité de masse multiplié par 100 [45].

Le rendement est exprimé en (%) et calculé par la formule suivante :

$$R = 100 \times \frac{m_{HE}}{m_V}$$

avec :

R : rendement d'extraction de l'HE (%)

m_{HE} : masse de l'HE récupérée.

m_V : masse de la matière végétale utilisée.

II.2.2. Méthode d'analyses et de caractérisation des HE et de l'huile d'olive

Les analyses physicochimiques ont été réalisées au laboratoire de physicochimie des Laboratoires Venus.

II.2.2.1. Propriétés organoleptiques

Les huiles sont soumises à des tests afin d'évaluer leurs caractères organoleptiques, notamment l'aspect, la couleur et l'odeur.

- **Aspect** : l'aspect d'une huile dépend des produits qui la constituent, il peut paraître sous forme solide, liquide ou solide-liquide. Il est lié au pouvoir de dissolution de la matière végétale [25].

- **Couleur** : chaque huile présente une couleur qui lui est propre, permettant son identification et sa qualité. Elle varie en fonction du vieillissement et de l'oxydation, allant souvent dans le sens d'un brunissement lorsqu'elle vieillit [25].

- **Odeur** : elle est caractéristique à chaque huile, mais nécessite une bonne habitude olfactive [25].

II.2.2.2. Propriétés physiques

- **Indice de réfraction** : c'est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile maintenue à une température constante. L'indice de réfraction renseigne sur la qualité de l'huile [46].

- Matériel utilisé : réfractomètre Abbemat 200, avec une précision de $\pm 0,0002$.

- Mode opératoire : le réfractomètre, préalablement étalonné à l'eau distillée (d'indice de réfraction 1,3330 à 20 °C), est maintenu à la température à laquelle les lectures doivent être effectuées, la température de référence étant de 20 °C. Une fois le prisme nettoyé avec un chiffon contenant un peu d'acétone, l'échantillon est placé dessus. Lorsque la température se stabilise, la lecture de l'indice de réfraction peut être effectuée.

- **Densité relative à 20 °C** : elle est définie comme étant le rapport entre la masse d'un certain volume d'échantillon à 20 °C et la masse d'un volume égal d'eau distillée, à la même température. Cette grandeur est sans dimension et son symbole est : d_{20} [47].

- Matériel utilisé : pycnomètre et balance analytique Adventurer Pr.

- Mode opératoire : le pycnomètre, soigneusement nettoyé et rincé à l'éthanol, puis à l'acétone, est séché sous un courant d'air sec. Après l'avoir pesé, il est ensuite rempli avec de l'eau à 20 °C fraîchement distillée, puis repesé avec son contenu. Le même pycnomètre est vidé de son contenu, séché, puis rempli avec l'échantillon dont on veut déterminer la densité.

- Expression des résultats : la densité relative est donnée par la relation suivante :

$$d_{20} = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)}$$

avec :

m_0 : masse du pycnomètre vide (g).

m_1 : masse du pycnomètre rempli d'eau (g).

m_2 : masse du pycnomètre rempli d'échantillon (g).

II.2.2.3. Propriétés chimiques

• **Indice d'acide (IA)** : c'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides libres présents dans 1 g d'HE, Cet indice donne une appréciation sur le taux d'acide libres [48].

- Matériel utilisé : micro-burette, micropipette, pipette, bécher, agitateur magnétique, balance analytique (Adventurer Pr).

- Réactifs

- Ethanol de pureté minimale 95 %.
- Solution d'hydroxyde de potassium 0,5 M.
- Solution de phénolphtaléine dans l'éthanol à 95%, à 10 g/L.

- Mode opératoire : un échantillon d'huile est dissout dans 50 mL d'éthanol, préalablement neutralisé avec la solution d'hydroxyde de potassium en présence de 0,5 mL de phénolphtaléine. Le tout est porté à ébullition à 75 °C. Après dissolution de l'échantillon, le titrage est immédiatement effectué par la solution d'hydroxyde de potassium (alors que la solution est encore chaude). Le titrage est terminé lorsque la couleur rose persiste.

- Expression des résultats : l'indice d'acide est exprimé en mg/g et est donné par la formule suivante :

$$IA = \frac{(56,1 \times V \times C)}{m}$$

avec :

IA : indice d'acide

m : masse de la prise d'essai (g).

C : concentration de la solution de KOH 0,5 M.

V : volume de la solution de KOH utilisée en titrage (mL)

56,1 : masse molaire de KOH (g/mol).

• **Indice de saponification (IS)** : c'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les esters acides gras libres et saponifier les acides gras non estérifiés dans un gramme d'huile [49].

- Matériel utilisé : agitateur magnétique, micro-burette, micropipette, pipette, bécher, réfrigérant, bain-marie, balance analytique (Adventurer Pr).

- Réactifs

- Solution d'hydroxyde de potassium 0,5 M.
- Solution de phénolphthaléine dans l'éthanol à 95 %, à 10 g/L.
- Solution alcoolique d'acide chlorhydrique 0,5 M.

- Mode opératoire : une prise d'essai est introduite dans un ballon munie d'un réfrigérant à reflux, avec 25 mL de solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0,5 M. Le chauffage est maintenu pendant 60 min. A la fin, le réfrigérant est enlevé et 5 gouttes de solution de phénolphthaléine sont ajoutés au mélange réactionnel à chaud. L'excès d'hydroxyde de potassium est titré avec la solution d'acide chlorhydrique 0,5 M jusqu'à disparition de la couleur rose. Un essai à blanc est effectué en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes solutions, mais sans introduire la prise d'essai.

- Expression des résultats : l'indice de saponification (IS) est donné par la formule suivante :

$$IS = \frac{56,1 \times (V_0 - V) \times C}{m}$$

avec :

IS : indice de saponification

C : concentration de la solution de HCl (mol/L).

V_0 : volume de l'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc (mL).

V : volume de l'acide chlorhydrique utilisé pour la prise d'essai (mL).

• **Analyse des HE par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS)**

L'identification des composés des HE par GC/MS a été essentiellement basée sur la comparaison des spectres de masse de la molécule inconnue à celui d'un composé pur fourni par la base de données informatiques [50].

- Matériel utilisé : les analyses ont été effectuées sur un chromatographe en phase gazeuse à régulation électronique de pression de type Hewlett-Packard HP 6890, couplé à un spectromètre de masse HP 5973.

- Conditions opératoires

- Colonne : HP-5MS, 30 m x 0,25 mm, épaisseur du film 0,25 µm.
- Gaz vecteur : hélium, 0,5 mL/min.
- Énergie d'ionisation : 70 eV
- Température de l'injecteur : 250 °C
- Température du détecteur : 270 °C
- Programmation du four : 60 °C pendant 8 min, 2 °C/min jusqu'à 250 °C, isotherme pendant 10 mn.
- Injecteur en mode split 1/50.

L'identification des constituants de chaque HE a été réalisée par comparaison de leurs spectres de masse et de leurs temps de rétention avec ceux des bases de données Wiley-NIST 2002, 7^{ème} édition.

II.2.2.4. Evaluation du pouvoir antifongiques des HE

Dans le but de mettre en évidence le pouvoir antifongique des HE d'origan et de cèdre de l'Atlas, nous avons utilisé la méthode de diffusion des disques (aromatogrammes) pour tester la sensibilité aux composés volatiles des HE de la souche *Malassezia furfur*, responsable de l'apparition de la pellicule.

Ces tests ont été réalisés au laboratoire de microbiologie des Laboratoires Venus.

- Matériel utilisé : disques de cellulose stériles, bain-marie, boîtes de Pétri, pince stérile, micropipettes, pipettes.

- Réactifs : gélose Sabouraud

- Préparation des milieux de culture : de la gélose Sabouraud, déjà liquéfiée dans un bain marie à 95 ± 3 °C, est versée aseptiquement dans des boîtes de pétri à raison de 15 mL par boîte. Les milieux sont refroidis et solidifiés sur une paillasse. Puis, on prépare un inoculum estimé à 10^6 unités formant colonie par millilitre (ufc/ml) à partir de la souche testés. Cet inoculum estensemencé par inondation sur des boîtes de Pétri contenant la gélose Sabouraud.

- Dépôt des disques : à l'aide d'une pince stérile, un disque de cellulose stérile, de 6 mm de diamètre, est prélevé pour être ensuite imbibé avec l'HE à tester et enfin déposé sur la surface de la gélose. Le tout est laissé diffuser sur la paillasse pendant 30 minutes, puis est laissé en incubation à 25 °C pendant 72h.
- Lecture : l'activité antifongique des HE est évaluée en fonction du diamètre des zones claires autour des disques (zone d'inhibition).

II.2.3. Pré formulation du shampoing antipelliculaire

Il existe sur le marché algérien plusieurs produits, issus de l'importation, similaires à celui que nous voulons formuler. Nous en avons choisi un comme référence à notre travail, il s'agit du shampoing antipelliculaire LE PETIT MARSEILLAIS, à base de 4 HE.

II.2.3.1. Plan d'expériences

Afin de réduire au minimum le nombre d'essais expérimentaux par rapport à une approche classique, nous avons utilisé la méthode des plans d'expériences, à l'aide du logiciel MODDE 6.0. Cette méthode nous permet également d'avoir un maximum d'informations, assurant ainsi une meilleure exploitation des résultats.

La stratégie de planification expérimentale adéquate repose sur la modélisation en surface de réponses utilisant la méthode PLS (partial least square).

Pour ce faire, le modèle mathématique quadratique avec interactions proposé s'écrit comme :

$$Y = f(X_i)$$

Avec Y la réponse et X_i les facteurs centrés réduits. Ces facteurs sont associés respectivement à l'huile végétale d'olive (X_1) et à l'huile de ricin hydrogénée (X_2) (agent de solubilisation).

II.2.3.2. Domaine expérimental étudié

Les fractions massiques des autres matières premières composant notre formule étant fixées à l'avance, l'huile végétale d'olive et l'huile de ricin hydrogénée constituent les deux facteurs de contrôle qui ont un impact certain sur les propriétés rhéologiques et

sur la stabilité du shampoing. Leurs domaines d'intérêt, exprimés en termes de pourcentage massique, sont les suivants :

- Huile végétale d'olive : 0,5 % - 5 % [51].
- Huile de ricin hydrogénée : 2 % - 6 %

Les fractions des autres composants de la formule sont :

- HE de cèdre de l'Atlas : 0.2 % [52].
- HE d'origan : 0.05 % [53].

Ces dernières sont choisies de telle sorte à atteindre l'effet antipelliculaire recherché, ont été cités dans la bibliographie.

- Lauryl éther sulfate de sodium (SLES) : 13 %
- Cocamidopropyl bétaine (CAPB) : 3 %
- Coco glucoside (CG) : 2 %
- cocamide DEA : 3 %
- Chlorure de sodium (NaCl) : 1 %
- Triméthylolpropane trioléate et laureth-2 (TTL) : 0,6 %
- Distéarate de glycol (DG) : 2 %
- Guar hydroxypropyltrimonium chloride (GHG) : 0,5 %
- Acide citrique : 0,1 %
- Eau distillé : q.s.p. 100 g

Tous ces pourcentages massiques ont été fixés à l'avance, selon ce qui a été rapporté dans la bibliographie et selon les formules des Laboratoires Venus.

Ces domaines d'intérêt peuvent être représentés par la figure suivante :

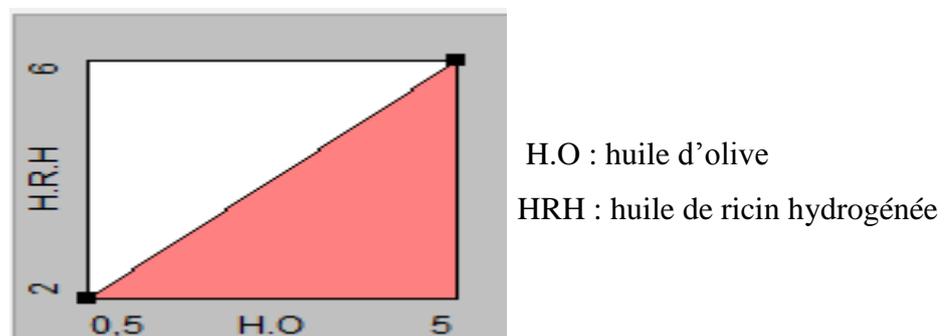


Figure II.2. Domaines d'intérêt

II.2.3.3. Matrice d'expériences

La matrice d'expériences obtenue à l'aide du logiciel MODDE.6.0. est la suivante :

Tableau II.2. Plan d'expériences

N° de l'expérience	X ₁ (%)	X ₂ (%)
E1	0,5	2
E2	5	2
E3	0,5	6
E4	5	6
E5	0,5	4
E6	5	4
E7	2,75	2
E8	2,75	6
E9	2,75	4
E10	2,75	4
E11	2,75	4

II.2.4. Préparation du shampoing

II.2.4.1. Matériel utilisé

- Agitateur mécanique à hélice (Ika eurostar 20 digital).
- Plaque chauffante.
- Bain marie.
- Verrerie courante de laboratoire.

II.2.4.2. Procédé d'élaboration du shampoing

- Etape 1 : préparation des phases aqueuse et huileuse.
 - Préparation de la phase aqueuse : dans un bécher de 600 mL, on disperse le guar hydroxypropyltrimonium chloride et l'acide citrique dans 2/3 de la quantité d'eau

distillée, on agite à l'aide d'un agitateur à hélice jusqu'à l'obtention d'une dispersion lisse sans agrégats. Ensuite, on ajoute les TA un par un, en commençant par le TA anionique (SLES), puis le TA non ionique (coco-glucoside) suivi du TA amphotère (cocamidopropyl bétaine). On laisse le tout sous agitation jusqu'à l'obtention d'un gel, à la fin, on ajoute le glycole distéarate qui donne l'aspect nacré.

- Préparation de la phase huileuse : dans un ballon à fond plat, on prépare un mélange des huiles composé d'HE d'origan, d'HE de cèdre de l'Atlas diluées dans l'huile d'olive vierge et l'agent de solubilisation (huile de ricin hydrogénée). Ce mélange est chauffé au bain-marie sous agitation. A la fin est incorporé le TA non ionique, le cocamide DEA, qui va jouer le rôle d'agent d'émulsionnant.
- Etape 2 : on verse la phase huileuse sur la phase aqueuse sous forte agitation jusqu'à l'obtention d'un mélange de consistance crémeuse. Dans un autre bécher sont mélangés les agents viscosifiants avec 1/3 de la quantité d'eau afin d'éviter la formation de grumeaux, ils sont rajoutés au mélange sous agitation jusqu'à l'obtention d'un shampooing visqueux.
- Etape 3 : le pH est contrôlé et est ajusté, si nécessaire, avec l'acide citrique.



Figure II.3. Shampooing en cours de préparation7

II.2.5. Contrôle du produit fini

II.2.5.1. Matériel utilisé

- pH-mètre
- Viscosimètre Brookfield Labomat
- Agitateur magnétique
- Verrerie courante de laboratoire.

II.2.5.2. Méthodes de contrôle

- **Caractères organoleptiques** : le contrôle du shampooing doit comporter au minimum un examen approfondi des caractères organoleptiques (aspect, couleur, odeur).
- **Analyses physicochimiques**
 - Mesure du pH et de la température : le pH du shampooing devrait être voisin de celui de la peau. A chaque essai, le pH est ajusté, au besoin, entre 5,5 et 6,2 avec de l'acide citrique.
 - Mesure de la viscosité : le mobile adéquat du viscosimètre Brookfield est immergé dans une quantité d'échantillon suffisante. Une fois l'appareil est mis en marche, on note la valeur de la viscosité lorsqu'elle se stabilise.
 - Mesure de la densité : la méthode suivie a été déjà décrite dans le § II.2.2.2.
 - Détermination du pourcentage de matières actives anioniques (% MAA) : l'objectif est de déterminer la quantité de TAA utilisé dans le produit. Son mode opératoire consiste à mettre dans une fiole 3 g de shampooing complété à 500 mL avec de l'eau distillée. Cette dilution est agitée pendant quelques minutes, puis 125 mL y sont prélevés et déposés dans un ballon à fond plat. On leur rajoute 10 mL de chloroforme et 10 mL de solution d'indicateur mixte (bromure de dimidium + bleu acide) et on poursuit l'agitation. Ce mélange est titré avec une solution de TA cationique de chlorure de benzéthonium jusqu'au virage de la couleur du bleu foncé opaque au bleu transparent. Le pourcentage de matière active anionique est calculé avec la formule suivante :

$$\% \text{ MAA} = \frac{V \times M \times F \times C}{P_e}$$

avec :

% MAA : pourcentage de matières actives anioniques.

V : volume du chlorure de benzéthonium en mL.

C : concentration du chlorure de benzéthonium en mol/L.

F : facteur de correction égal à 0,995.

M : masse moléculaire du TA anionique utilisé en g/mol.

Pe : prise d'essai.

- Pouvoir moussant : différentes méthodes existent pour déterminer la quantité et la stabilité de la mousse formée par un TA, parmi ces méthodes, on peut citer la méthode de Ross-Miles qui consiste à faire chuter, d'une hauteur définie, une certaine quantité de solution dans un réservoir contenant la même solution et de mesurer le volume de mousse formée, puis, à suivre la stabilité de la mousse au cours du temps. C'est une méthode très simple à mettre en œuvre et utile pour effectuer des comparaisons quantitatives entre les solutions moussantes, elle n'est toutefois pas bien adaptée aux solutions peu moussantes [54]. Dans le cas de notre étude, nous avons opté pour une méthode aussi simple, qui consiste à mettre dans un bécher 20 g de shampooing avec 100 mL d'eau distillé sous agitation, jusqu'à dilution complète du shampooing. On verse cette dilution dans une éprouvette qu'on obture, après avoir complété le volume à 200 mL avec de l'eau distillées. On prend cette éprouvette à l'horizontale et on l'agite manuellement en lui conférant un mouvement demi-circulaire, de façon à ce qu'on crée de la mousse. On laisse reposer l'éprouvette pendant quelques secondes et on mesure la hauteur de la partie dense de la mousse dans l'éprouvette.



Figure II.4. Eproutette utilisé dans la mesure du pouvoir moussant du shampooing

- Test de stabilité aux températures extrêmes : la stabilité du shampooing a été déterminée en plaçant trois échantillons dans des flacons : le premier dans une étuve à 45 °C pendant 1 mois, le deuxième dans un réfrigérateur à 6 °C, pendant 1 mois également et le troisième à température ambiante, jusqu'à aujourd'hui.
- Propriétés rhéologiques : les tests de rhéologie permettent de caractériser le comportement de notre produit et de le comparer à la référence. L'instrument utilisé est un rhéomètre rotatif de type Couette, de marque ANTON PAAR, relié à un bain thermostaté maintenu à 20 °C ; il est commandé par un logiciel qui permet la saisie et le traitement des données. Nous avons procédé en imposant la vitesse de cisaillement avec une rampe croissante à pas logarithmique de 0,1 à 1000 s⁻¹. Le nombre des points de mesure a été fixé à 30 points, avec un temps de mesure de 80 à 10 s pour chaque point. Ce test a été réalisé au département de génie des procédés de l'université Blida I.
- **Contrôle microbiologique du shampooing** : Ce contrôle permet de vérifier l'absence de toute contamination aux bactéries, levures et moisissures, afin de s'assurer de l'innocuité du produit vis-à-vis du consommateur. Les tests ont été réalisés au laboratoire de microbiologie des Laboratoires Venus.

- Matériel utilisé : boîtes de pétri, verrerie courante de laboratoire.

- Réactifs : gélose Sabouraud, gélose PCA (plat count agar), solution DE Neutralizing Broth.

Deux variantes de notre shampooing ont été examinées à 25 °C et à 45 °C : le shampooing avec le conservateur méthylchloroisothiazolinone (témoin) et le shampooing sans conservateur. Le mode opératoire consiste à mélanger 10 g d'échantillon avec 90 g de solution DE Neutralizing Broth et à agiter ce mélange pendant 45 minutes. 1 mL de ce mélange est déposé dans une boîte de Pétri contenant un milieu PCA pour le dénombrement des germes totaux (incubation à 32 °C pendant 72 h), 1 mL est déposé dans une boîte de Pétri contenant un milieu Sabouraud pour le dénombrement des levures et moisissures (incubation à 25 °C pendant 5 jours). Ce contrôle a été répété chaque 6 jours pendant un mois.

- **Contrôles de tolérance (tests toxicologiques) :** un produit cosmétique mis à disposition du consommateur devrait impérativement être sûr pour la santé humaine, lorsqu'il est utilisé dans les conditions préconisées. Pour s'assurer de son innocuité, un test tolérance cutanée et un test de tolérance oculaire doivent être effectués avant de valider la formule. Dans notre cas, nous n'avons, malheureusement, pu faire réaliser qu'un test de tolérance cutanée primaire, la méthode consiste à appliquer sur la peau de volontaires 0,5 mL de produit à tester (bras), on observe après 24 et 48 heures la présence d'éventuelles formations d'érythèmes, d'œdèmes ou de vésicules.

II.2.6. Analyse sensorielle du shampoing antipelliculaire formulé

Après tous les contrôles et les analyses que nous avons fait subir à notre shampoing, nous soumettons notre produit à des tests consommateurs afin de confirmer l'effet antipelliculaire et aussi prendre leurs avis sur le produit.

CHAPITRE III

Résultats et Discussion

Chapitre III : RÉSULTAS ET DISCUSSION

III.1. Rendement d'extraction de l'HE d'origan

Le rendement d'extraction de l'HE d'origan que nous avons obtenue, est de 1,83 % de matière végétale sèche, résultat largement inférieur à celui rapporté par **Chikhoun** (2007) en travaillant sur la même espèce (4,3 % matière sèche) [55]. Cet écart pourrait être dû à la période et/ou à la région de récolte de l'espèce végétale

III.2. Résultats d'analyses et de caractérisation des HE et de l'huile d'olive

III.2.1. Caractéristiques organoleptiques

Sur le tableau III.1, il apparaît que les caractéristiques organoleptiques de nos huiles sont légèrement différentes de celles citées dans la littérature et celles données par les normes AFNOR. Leurs examens sur le plan physicochimique permettront de compléter leur appréciation.

III.2.2. Propriétés physiques

Les résultats des caractéristiques physiques des huiles sont rapportés dans le tableau III.2.

Les indices de réfraction de nos huiles sont presque identiques à ceux cités dans les normes [20], ces valeurs traduisent une faible réfraction de la lumière, ce qui pourrait favoriser leur utilisation dans les produits cosmétiques

Les densités de nos huiles sont comparables à ce qui est cité dans la littérature.

Tableau.III.1. Caractères organoleptiques des huiles.

Huile	Aspect	Norme	Couleur	Norme	odeur	Norme	Références
HE d'origan	Liquide limpide	Liquide limpide	Jaune orangé	Brun foncé	Caractéristique, agréable, avec un fond épicé	Caractéristique, aromatique avec un fond épicé	[56]
HE de cèdre de l'Atlas	Liquide limpide	Liquide limpide	Jaune miel	Presque transparent ou jaune pale	Caractéristique	Caractéristique, boisée	[57]
Huile d'olive	Liquide limpide	Liquide limpide	Vert	De jaune à vert	Caractéristique, épicée	Caractéristique, Epicée	[58]

Tableau.III.2. Propriétés physiques des huiles

Huile	Indice de réfraction	Norme [56, 57, 58]	Densité relative à 20 °C	Norme [56, 57, 58]
HE d'origan	1,5078	1,508	0,9522	0,945
HE de cèdre de l'Atlas	1,5108	1,501 à 1,510	0,9287	0,941 à 0,965
Huile d'olive	1,4689	1,4677	0,911	0,910

III.2.3. Propriétés chimiques

- **Indice d'acide et indice de saponification**

Les résultats des caractéristiques chimiques des huiles sont rapportés dans le tableau III.2.

Tableau III.3. Indice d'acide et indice de saponification des huiles

Huiles	Indice d'acide	Norme [48]	Indice de saponification	Norme [49]
HE d'origan	17,95	Pour 0,5 g de prise d'essai 15 à 75	52,09	Pour 2,8 g de prise d'essai 50 à 100
HE de cèdre de l'Atlas	15,61		16,85	
Huile d'olive	3,95	Pour 10 g de prise d'essai 1 à 4	--	--

L'indice d'acide (IA), indiquant le taux d'acides libres dans une huile, est un critère d'estimation de sa qualité. Un IA faible indique que l'HE est stable et n'est pas oxydée, car en s'oxydant elle se dégrade rapidement et son IA augmente [59]. Les valeurs des IA obtenues sont incluses dans les intervalles préconisés par la norme et sont plutôt

proches de la limite inférieure, ce qui nous permet de dire que nos HE sont stables et ne risquent pas d'oxydation inquiétante (possibilité de bonne conservation des HE).

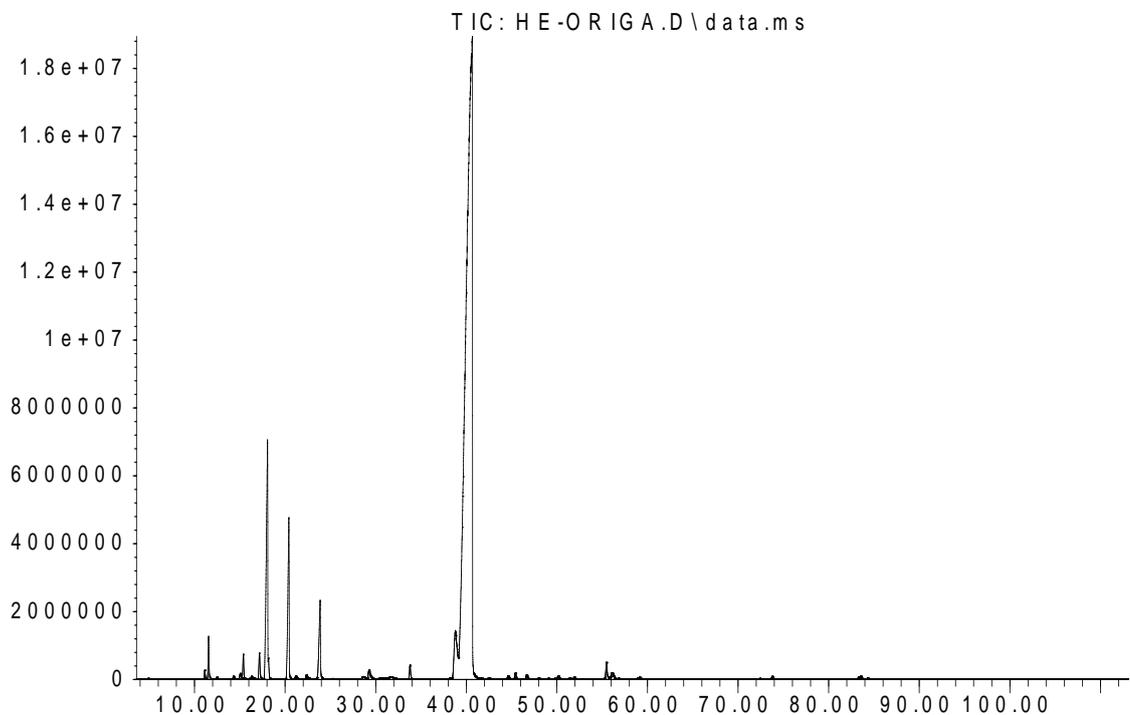
Les valeurs des indices de saponification obtenues indiquent que l'ensemble de nos huiles contiennent d'importantes quantités d'acides gras non estérifiés et d'acide gras libres, et il est admis que plus l'IS est élevé meilleure est la qualité de l'huile.

L'acidité de l'huile d'olive est un indicateur de sa qualité, il renseigne sur l'altération de celle-ci par hydrolyse de certains composés [58]. Vu le résultat de l'IA qu'on a trouvé, on peut classer notre huile dans la catégorie des huiles vierges.

- **Analyse des HE par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS)**

HE d'origan : le chromatogramme de la figure III.1 et le tableau III.4 résumant l'ensemble des composés identifiés ainsi que leurs proportions dans l'HE d'origan.

Abundance



Time -->

Figure III.1. Chromatogramme GC/MS de l'HE *d'Origanum floribundum* (Origan)

Tableau III.4. Composition chimique de l'HE d'*Origanum floribundum*

N°	Composés	Temps de rétention (mn)	% du composant	Identification
1	Acide 2-méthylbutanoïque	4,904	0,01	SM
2	α -Thujène	11,136	0,17	SM
3	α -Pinène	11,56	0,77	SM
4	Camphène	12,476	0,05	SM
5	β -Pinène	14,302	0,06	SM
6	β -Myrcène	15,396	0,51	SM
7	1-Octan-3-ol	16,105	0,02	SM
8	α -Phellandrène	16,293	0,07	SM
9	3,7,7-Trimethylbicyclo[4,1,0]hept-3-ène	16,606	0,03	SM
10	α -Terpinène	17,170	0,60	SM
11	p-Cymène	18,061	6,75	SM
12	Limonène	18,172	0,31	SM
13	γ -Terpinène	20,418	3,94	SM
14	Trans-Sabinène hydrate	21,180	0,11	SM
15	1-Octen-3-ol	22,341	0,16	SM
16	Linalool	23,874	2,23	SM
17	Borneol	28,568	0,16	SM
18	4-Terpineol	29,267	0,40	SM
19	Cis-dihydrocarvone	31,657	0,32	SM
20	Carvacrol méthyl éther	33,787	0,32	SM
21	Thymol	38,814	2,9	SM
22	Carvacrol	40,669	78,32	SM
23	1H-Cycloprop[e]azulène	44,641	0,09	SM
24	Trans- β -Caryophyllène	45,412	0,15	SM
25	Aromadendrène	46,660	0,18	SM
26	Ledène	50,145	0,09	SM
27	α -Amorphène	51,427	0,03	SM
28	Delta cadinène	51,908	0,05	SM
29	(+)-Spathulenol	55,475	0,44	SM
30	1,2-benzodiol	56,082	0,29	SM

31	β -Cumebène	59,123	0,05	SM
32	Cuminol	77,770	0,06	SM
33	Acide benzoïque	83,312	0,04	SM
34	4-Pentenitrile	83,543	0,07	SM

L'analyse de l'HE d'*Origanum floribundum* par GC/MS a permis d'identifier 34 constituants représentant plus de 99,9 % de l'HE, dont 83,4 % de phénols représentés par le carvacrol (78,32 %), le thymol (2,9 %) et le linalool (2,23 %), ces derniers lui conférant des propriétés antibactériennes et antifongiques. Suivis des monoterpènes : p-cymène (6,75 %) et γ -terpinène (3,75 %). Les monoterpènes oxygénés identifiés sont également présents en très faibles teneurs : le 4-terpinéol (0,40 %). Nous constatons également l'existence en moindres quantités d'autres monoterpènes oléfiniques qui sont : le α -terpinène (0,60 %), le β -myrcène (0,51 %), le α -thujène (0,17 %), le α -pinène (0,77 %), le limonène (0,31 %) et le β -pinène (0,2 %). Cette analyse nous a permis de constater que notre HE d'origan a la même composition que ce qui a été cité dans littérature.

- HE de cèdre de l'Atlas : le chromatogramme de la figure III.2 et le tableau III.5 résument l'ensemble des composés identifiés ainsi que leurs proportions dans l'HE de cèdre de l'Atlas.

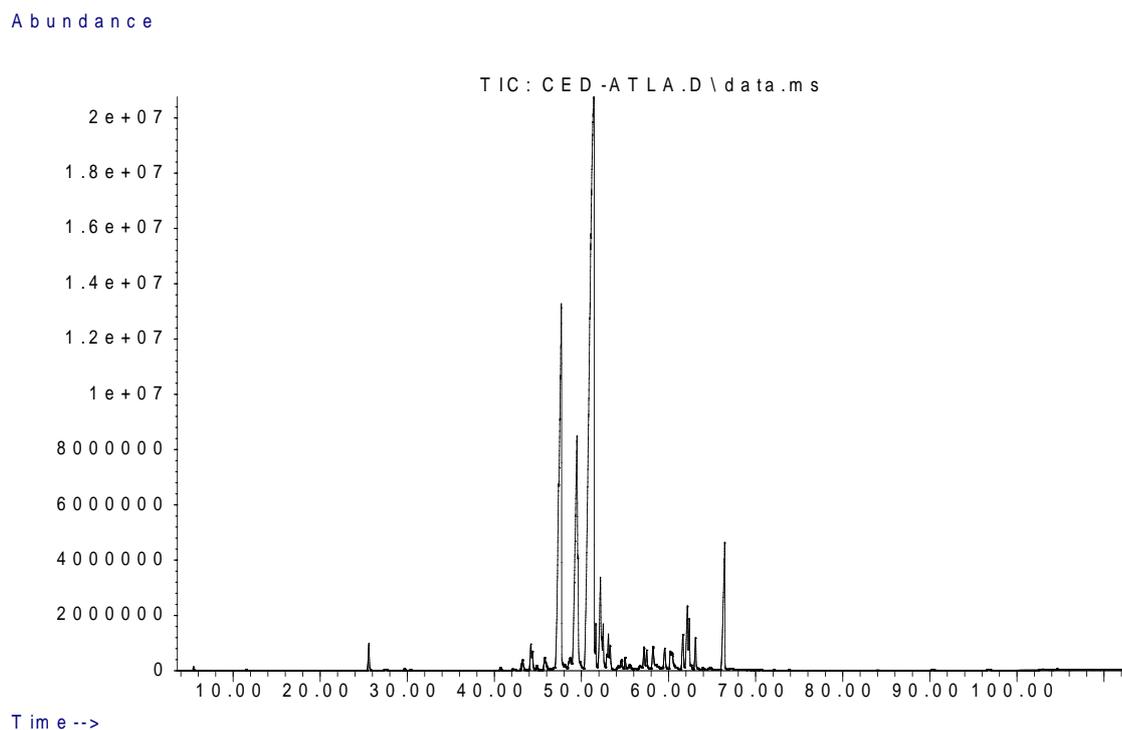


Figure III.2. Chromatogramme GC/MS de l'HE de *Cédrus Atlantica*
(Cèdre de l'Atlas)

Tableau III.5. Composition chimique de l'HE de *Cédrus Atlantica*

N°	Composés	Temps de rétention (mn)	% du composant	Identification
1	3-Pentèn-2-one	5,437	0,04	SM
2	α -Pinène	11,614	0,02	SM
3	4-Acétyl-1-méthylcyclohexane	25,602	0,57	SM
4	3-Cyclohexène-1-méthanol	27,481	0,05	SM
5	Éthanone	29,650	0,05	SM
6	α -Logipinène	40,682	0,07	SM
7	Ylongène	42,060	0,03	SM
8	1,2-Oxaboralane	43,222	0,38	SM
9	Isoledène,	44,191	0,62	SM
10	1,4-Méthanoazulène	44,383	0,38	SM
11	α -Cedrène	44,822	0,13	SM
12	Himachala-2,4-diène	45,776	0,50	SM

13	4,5-Dicyano-2-isopropylimidazole	46,398	0,05	SM
14	Italicène	46,827	0,09	SM
15	α -Himachalène	47,694	17,02	SM
16	Bicyclo[4,1,0]hept-2-ène	48,061	0,19	SM
17	Thujopsène	48,697	0,61	SM
18	γ -Himachalène	49,492	11,53	SM
19	β -Himachalène	51,42	48,20	SM
20	Cycloisolongifolène	51,521	0,17	SM
21	8-Methoxy-1-acétonaphthone	51,646	1,57	SM
22	χ -cadinène	52,181	2,83	SM
23	Neoisolongifolène	52,321	0,46	SM
24	Cadina-1(10),6,8-triène	52,909	0,28	SM
25	Cis- α -Bisabolène	53,092	0,68	SM
26	α -Calacorène	53,29	0,55	SM
27	Oplopenone	54,181	0,16	SM
28	4-Fluoro-4'-méthoxybiphényle	54,476	0,36	SM
29	2,6-Dicarboxyl-4-pyrone	55,005	0,29	SM
30	Naphtalène	55,497	0,95	SM
31	Longibornéol	56,692	0,19	SM
32	Carpenellan-5-one	57,189	0,57	SM
33	2,4,6-Triaminotoluène	57,487	0,46	SM
34	Oxyde de caryphyllène	58,514	0,28	SM
35	β -Humulène	59,232	0,07	SM
36	Italicène	59,565	0,71	SM
37	Thujopsène	60,201	0,37	SM
38	Acide-2-bromopropionique	60,365	0,69	SM
39	Tumerone	61,651	0,88	SM
40	7-Hydroxy-7,8-dihydro-atlantone	62,172	1,76	SM
41	1,5-Heptadièn-4-one	62,389	0,99	SM
42	1,5-Heptadiène	63,878	0,04	SM
43	α -Cedrenal	64,750	0,07	SM
44	α -Atlantone	66,442	4,52	SM

L'analyse de l'HE de cèdre de l'Atlas par GC/MS a permis l'identification de 44 constituants, dont trois sont majoritaires, il s'agit des trois himachalènes qui représentent plus des deux tiers de la composition globale de l'HE : le β -himachalène (48,7 %) qui

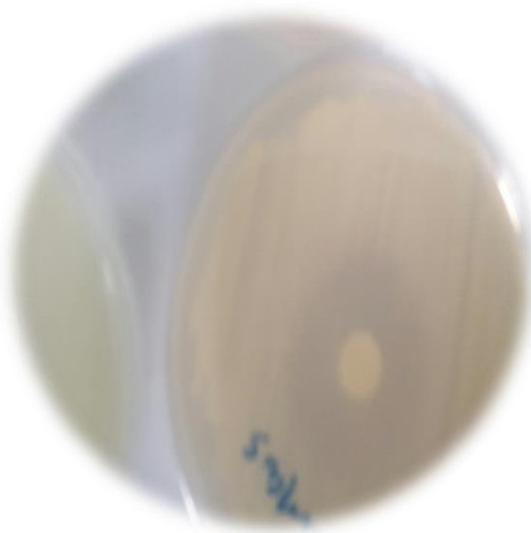
présente une activité anti-inflammatoire, le α -himachalène (17,02 %) et le γ -himachalène (11,53 %). La α -altantone (4,52 %) et le χ -cadinène (2,83 %) sont également identifiées, de même que le 8-Méthoxy-1-acétonaphthone (1,57 %). Les autres composés identifiés ont des teneurs < 1 %, tels les alcools terpéniques qui représente un effet antifongique [60], où ils sont généralement présents à des taux plus élevés selon la littérature.

III.2.4. Résultats de l'évaluation du pouvoir antifongique des HE

Les résultats de l'activité antifongique des HE d'origan et de cèdre de l'Atlas sur la souche *Malassezia furfur* sont résumés dans le tableau III.6 et la figure III.3.

Tableau III.6. Diamètres des zones d'inhibition des HE d'origan et de cèdre de l'Atlas sur la souche *Malassezia furfur*

Souche testée	Diamètres des zones d'inhibition (mm)	
	HE d'origan	HE de cèdre de l'Atlas
<i>Malassezia furfur</i>	24	8



HE d'origan



HE de cèdre de l'Atlas

Figure III.3. Résultats de l'activité antifongique des HE.

D'après les résultats obtenus, on remarque que l'HE d'origan a exercé une importante activité inhibitrice vis-à-vis de *Malassezia furfur* (diamètre = 24 mm), elle exerce donc une forte activité fongicide contre cette souche responsable de l'apparition des pellicules capillaires (diamètre <14 mm). Ceci est dû à leur profil chimique riche en composés phénoliques comme le carvacrol (environ 78 %) et le thymol [21].

L'HE de cèdre de l'Atlas présente une faible activité antifongique (diamètre = 8 mm). Ce pouvoir fongicide est essentiellement dû aux alcools terpéniques, qui représentent une faible teneur dans cette huile (0,19 %), ce qui justifie son efficacité moindre comparée à l'HE d'origan [60]. Toutefois, cette HE renferme des agents anti-inflammatoires en grande quantité, le β -himachalène (48,7 %), qui pourraient exercer un effet apaisant sur le cuir chevelu.

C'est dans le but de l'obtention de meilleurs résultats dans notre travail que nous avons combiné les deux HE dans notre shampoing.

III.3. Résultats de la formulation du shampoing antipelliculaire

Les compositions des shampoings élaborés à partir des formules du plan d'expériences sont données dans le tableau III.7. La figure III.4 est une photo des 11 formules.

Les essais E9, E10 et E11 sont identiques, ils permettent la vérification de la stabilité du système au sens statistique et donc la reproductibilité.

Tableau III.7. Formules du plan d'expériences en fractions massiques

Ordre de l'expérience	Huile d'olive	Solubilisant	Eau	Autres composants
E1	0,5	2	72,05	25,45
E2	5	2	67,55	25,45
E3	0,5	6	68,05	25,45
E4	5	6	63,55	25,45
E5	0,5	4	70,05	25,45
E6	5	4	65,55	25,45
E7	2,75	2	69,8	25,45
E8	2,75	6	68,8	25,45
E9	2,75	4	67,8	25,45
E10	2,75	4	67,8	25,45
E11	2,75	4	67,8	25,45

**Figure III.4.** Photo d'échantillons de shampoings des 11 formules du plan d'expériences.

III.3.1. Contrôle physicochimique des formules préparées

Les 11 formules élaborées ont été soumises à une caractérisation par la mesure du pH, de la température et de la viscosité ainsi que par leurs stabilités physique.

III.3.1.1. pH, température et viscosité

Les valeurs du pH et de viscosité de chaque essai sont résumées dans le tableau III.8 pour les 11 essais.

Tableau III.8. pH, températures et viscosités des 11 essais

Formules	Température (°C)	pH	Viscosité (mPa.s)
E1	23,6	5,50	12000
E2	23,6	6,20	5200
E3	23,4	5,87	8000
E4	23,3	6,02	6200
E5	23,4	5,65	10000
E6	23,3	6,08	8600
E7	23,4	6,15	6700
E8	23,3	6,17	7500
E9	23,5	6,15	7000
E10	23,6	6,15	7000
E11	23,2	6,15	7000

Les valeurs du pH des 11 formules sont incluses dans l'intervalle préconisé pour ce type de produits cosmétiques, entre 5,50 et 6,20, valeurs voisines du pH de la peau qui se situe entre 5,5 et 6,5. Ainsi, le film hydrolipidique de la peau, qui assure une défense naturelle contre le développement des bactéries avec lesquelles nous sommes quotidiennement en contact, ne risque pas d'être déséquilibré [61].

La viscosité de quelques essais est inférieure à celle des shampoings qui, en général, est supérieure à 10000 mPa.s.

III.3.1.2. Test de stabilité au stockage aux températures extrêmes

Après un mois de stockage, nous avons constaté une séparation de phases dans presque tous les essais après avoir été placés dans une étuve à 45 °C, dans un réfrigérateur à 6 °C et à la température ambiante. Seuls deux échantillons sont restés stables physiquement, le E1 et le E5.



Figure III.5. Etat des différents essais après leur stockage pendant 1 mois.
Droite : à température ambiante ; gauche : à 45 °C

Les essais E1 et E5, qui sont restés stables, sont ceux qui renferment le plus petit pourcentage d'huile d'olive. Ce pourcentage, 0,5 %, s'est avéré être le plus adéquat pour notre formule ; il nous a permis d'obtenir des émulsions stables sans séparation des phases.

III.3.2. Choix et caractérisation de la formule idéale

Les deux formules E1 et E5 sont identiques en tout point, sauf dans le pourcentage de solubilisant qu'elles contiennent, qui est le deuxième paramètre variable de notre formulation. C'est sur ce paramètre que s'est basé le choix de la meilleure formule : la formule contenant la plus petite fraction de solubilisant est celle qui doit être retenue, il s'agit donc de la formule de l'essai E1. Ainsi, d'un côté le prix de revient du produit est minimisé, et d'un autre côté les risques environnementaux sont également réduits.

Après avoir opté pour E1 comme formule idéale, nous avons préparé une quantité considérable de shampooing antipelliculaire suivant cette formule, afin d'effectuer dessus les caractérisations nécessaires et la soumettre, ensuite, à une analyse sensorielle.

III.3.2.1. Caractéristiques organoleptiques

Les critères organoleptiques d'un produit cosmétique sont son aspect, sa couleur et son odeur. Le shampooing que nous avons élaboré a une apparence fluide, lisse et homogène, de couleur blanche nacréée, avec une odeur de plantes aromatiques.



Figure III.6. Photo du shampooing antipelliculaire élaboré suivant la formule idéale

III.3.2.2. Analyses physicochimiques

Les résultats de la caractérisation physicochimique sont regroupés dans le tableau III.9, où ils sont comparés aux caractéristiques du shampooing de référence.

Tableau III.9. Caractères physicochimiques du produit élaboré et de la référence

Propriétés	Shampooing élaboré	Shampooing de référence
pH	5,5	5,01
Température °C	23,3	23,7
Viscosité (mPa.s)	12000	7000
Densité	1,0527	1,0132
MAA (%)	9,57	11,33
Pouvoir moussant (mL)	V=200 mL V _{max} = 450 mL	V=200 mL V _{max} = 470 mL

- **pH et température :** la valeur du pH du shampooing élaboré est de 5,5, elle est supérieure à celle du shampooing de référence qui est de 5,01, à la même température. Le pH de notre formule est plus en adéquation avec l'intervalle 5,5 - 6,2 préconisé.
- **Viscosité :** la viscosité de notre shampooing est supérieure à celle de la référence, ceci pourrait être justifié par l'agent nacrant que contient notre formule, ce dernier lui apporte encore d'avantage de viscosité vue sa consistance. Le shampooing de référence est exempt de nacre, son aspect est transparent.
- **Densité et % MAA :** la densité de notre shampooing est presque identique à celle du shampooing de référence, elles sont toutes les deux proches de 1. Le % MAA dans notre produit est inférieur à celui contenu dans la référence, un minimum de 7 à 8,5 % est requis [62].
- **Pouvoir moussant :** d'après les résultats obtenus, le shampooing élaboré et celui de la référence ont presque le même pouvoir moussant.

III.3.2.3. Contrôle microbiologique du shampooing

Le tableau III.10 et la figure III.7 illustrent les résultats du contrôle qualité microbiologique du shampooing antipelliculaire que nous avons formulé.

Tableau III.10. Contrôle microbiologique du shampooing

Germes	Résultats
Germes aérobies mésophiles	Absence
Levures et moisissures	Absence

**Figure III.7.** Résultats du contrôle microbiologique du shampooing

D'après les résultats, nous remarquons une absence totale de germes, à savoir les germes aérobies mésophiles et les levures et moisissures. Ce résultat nous permet d'affirmer que notre formule est conforme du point de vue microbiologique, et cela malgré le fait que nous n'avons pas employé d'agent de conservation synthétique, comptant sur le pouvoir antimicrobiens de l'HE d'origan et l'huile d'olive. En effet, la présence des phénols en grande quantité dans ces huiles, comme le carvacrol et le thymol dans l'HE d'origan, et les phénols dans l'huile d'olive, constitue une inhibition de l'activité microbienne [20].

III.3.2.3. Contrôles de tolérance

L'observation de peaux de volontaires, 48 heures après avoir appliqué dessus notre produit pur, a permis de classer ce dernier comme moyennement irritant sur le plan cutané et conforme au plan toxicologique. Le bulletin d'analyse est donné en appendice A.

III.3.2. 3. Caractérisation rhéologique du shampooing formulé et de la référence

Les courbes d'écoulement de notre produit et de la référence sont représentées sur la figure III.8.

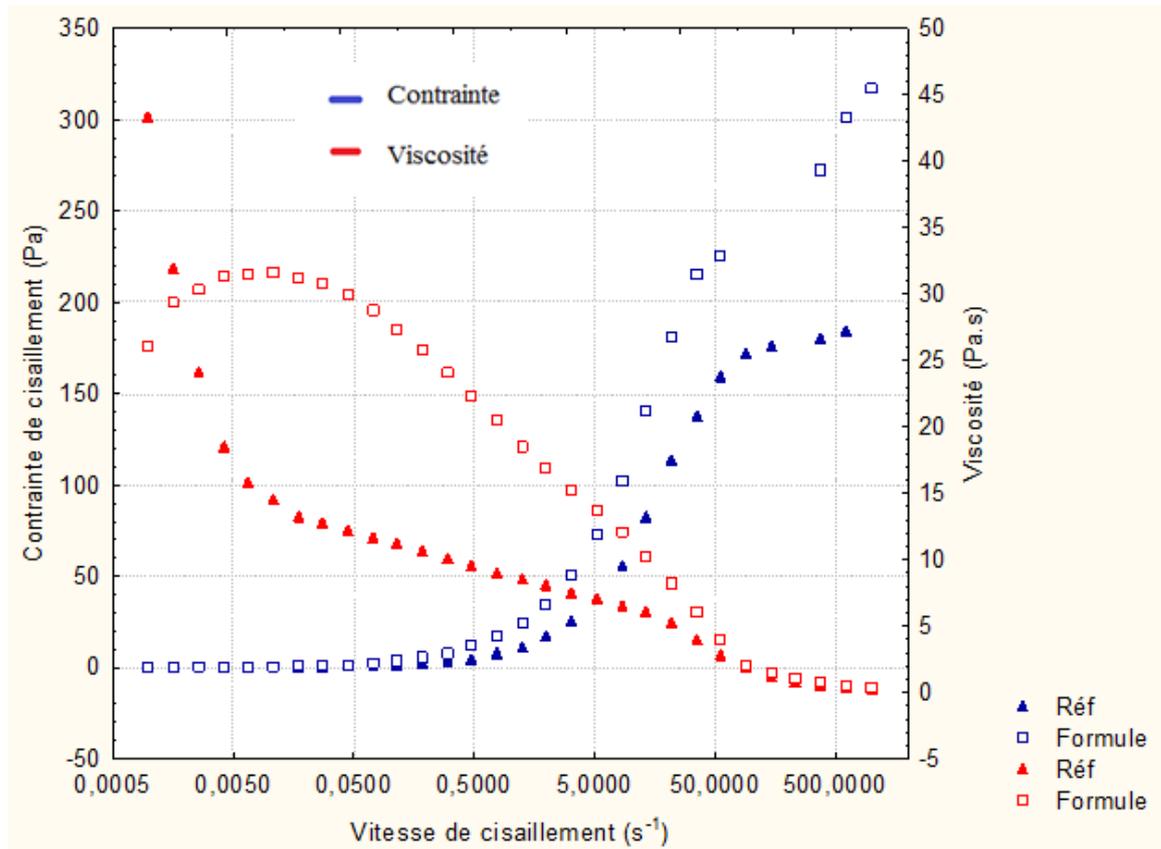


Figure III.8. Courbes d'écoulement du shampooing formulé et de la référence

Pour les deux produits, il s'agit de fluides rhéo-fluidifiants pour lesquels la viscosité diminue lorsque la contrainte de cisaillement augmente. Ce comportement est utile dans le cas d'un shampooing pour que son éjection soit facile lorsqu'une pression est appliquée sur son contenant.

III.3.2.4. Analyse sensorielle sur le shampooing antipelliculaire formulé

Dans le but de confirmer l'efficacité du pouvoir antipelliculaire de notre shampooing, nous avons soumis ce dernier à des tests consommateurs. Nous avons choisi une population composée de 20 personnes souffrant de problèmes de pellicules (femmes et hommes), dont la tranche d'âge varie entre 17 et 65 ans, avec tous types de cheveux.

Le mode d'emploi que nous avons préconisé aux participants à notre enquête consiste en un lavage des cheveux avec notre produit au minimum trois fois par semaine au cours des 3 premières semaines, et d'espacer les lavages par la suite. Le résultat devrait apparaître, selon la littérature, au maximum dans les trois semaines [5]. Un questionnaire leur a été remis, où il leur a été demandé leur appréciation du produit sur plusieurs plans, tels que l'efficacité sur l'élimination de la pellicule qui est notre objectif principal, ainsi que d'autres propriétés telles que le pouvoir lavant, le moussage et l'odeur. Les résultats obtenus sont les suivants :

- 35 % de participants ont déclaré une élimination totale des pellicules. 65 % ont constaté une élimination temporaire, durant les quelques jours qui suivent le lavage, et la réapparition des pellicules lorsque les cheveux redeviennent sales.
- 100 % de satisfaction pour le pouvoir lavant et le pouvoir moussant ;
- 40% de participants ont apprécié l'odeur de notre shampooing, 50% qui l'ont moyennement l'apprécie et 10% des personnes n'ont pas du tout aimé l'odeur ;
- 0 % de déclaration d'effets secondaires.
- Dans la globalité, les participants ont déclaré notre shampooing 70 % plus efficace que le shampooing antipelliculaire qu'ils ont l'habitude d'utiliser.

Le questionnaire est donné en appendice B.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans ce travail, nous avons formulé un shampooing antipelliculaire à base d'HE d'origan et de cèdre de l'Atlas et de l'huile végétale d'olive.

L'extraction par hydrodistillation de l'HE d'origan a permis d'avoir un rendement moyen (1,83 %).

Les analyses Physicochimiques des huiles nous ont permis de vérifier que nos huiles sont de bonnes qualités et renferment les substances antipelliculaires pour lesquelles nous les avons sélectionnées.

L'HE d'Origan est caractérisée par la dominance de composés phénoliques : le carvacrol (78,2 %) et le thymol (2,9 %). Ces deux substances représentant à elles seules plus de 80 % de l'HE, sont des agents antifongiques et antibactériens par excellence.

L'HE de cèdre de l'Atlas a révélé la présence de β -Himachalène (48,7 %) exerçant une activité anti-inflammatoire.

Les tests du pouvoir antifongiques ont confirmé que l'HE d'origan exerce une activité antifongique remarquable, 3 fois plus importante que celle de l'HE de cèdre de l'Atlas, sur la souche *Malassezia furfur*. Ce résultat devrait être confirmé sur le shampooing antipelliculaire lui-même, test que nous n'avons malheureusement pas pu faire réaliser.

L'adoption de la méthode des plans d'expériences nous a permis de rationaliser la matière première et gagner un temps substantiel, en limitant le nombre d'essais à 11. La formule idéale à laquelle nous sommes arrivés correspond à celle renfermant 0,5 % d'huile d'olive et 2 % de l'agent de solubilisation.

Les résultats des caractéristiques physicochimiques de notre shampooing sont similaires à ceux du shampooing de référence.

Les analyses microbiologiques ont montré que l'HE d'origan a joué un rôle de conservation du shampooing. Ces résultats laissent prévoir un avenir prometteur pour l'utilisation de l'HE d'origan comme conservateur naturel.

Les tests de tolérances montrent que notre shampooing est conforme sur le plan toxicologique, bien que ces résultats doivent être complétés par un test de tolérance oculaire.

L'analyse sensorielle nous permis de constater que notre shampooing à présenté un effet antipelliculaire apprécié par 35 % des volontaires ; 65 % ont estimés qu'il possède un effet antipelliculaire temporaires.

A la fin, nous avons procédé à une évaluation du coût de notre produit qui a été classé dans la catégorie des prix raisonnables.

Faute de temps, nous n'avons pas pu exploiter comme il se doit le plan d'expériences pour optimiser notre formule, mais ceci pourrait être réalisé ultérieurement.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Canal. E. Les shampooings et les principales pathologies capillaires à l'officine. Thèse de doctorat de l'université de Limoges, France, 2013
2. Ho Tan Taï L. Détergents et produits de soins corporels. Ed. Dunod, 2002.
3. Romouche Y. Les produits capillaires et leur conseil à l'officine. Thèse de doctorat de l'université Claude Bernard, Lyon, France, 2013
4. Deffaaugt-Sanchez.C. Le conseil capillaire à l'officine : des conseils cosmétologiques aux traitements médicamenteux. Thèse de doctorat de l'université Joseph Fourier, France, 2012
5. Coupal K. Lévesque M. Desjardins centre financier aux entreprises. Québec Pharmacie, vol. 53, n°8, septembre 2006
6. Noye A. Les problèmes capillaires : les affections et pathologies du cuir chevelu. clinique-traitements et conseils à l'officine. Thèse de doctorat de l'université de Lorraine, France, 2013
7. Goetz P et Busser.C La phytocosmétique thérapeutique II : Phytocosmétologie du cuir chevelu et des cheveux. p165-182. Springer, 2007
8. Guerineau A. Évaluation du potentiel d'extraits de lichens et de fruits rouges contre des biofilms de *Candida* et *Malassezia*. Thèse de doctorat de l'université de Poitiers, France, 2015
9. Rivalland P. Coifard L. Lelaure M. & Roeck-holtzhaur Y. Evaluation de l'activité antifongique de deux dérivés et test d'innocuité in vivo de shampooings à visée anti pelliculaire ainsi formulés. International Journal of Cosmetic Science. Vol. 16, p77-83, 1994
10. Tane E. Étude in vitro de l'efficacité antifongique de la piroctone olamine sur *Malassezia Pachydermatis*. Thèse de doctorat De l'université Paul-Sabatier, Toulouse, France, 2006
11. Pierre.J, Pétrole Hahn : Des cheveux et des hommes. Revue d'histoire de la pharmacie. Vol. 82, n° 301, p 260-262, 1994

12. Zenasni. L. Étude du polymorphisme chimique des huiles essentielles de *Thymus satureioides* Coss et d'*Origanum compactum* Benth et du genre *Nepeta* et évaluation de leur propriété antibactérienne. Thèse de doctorat de l'université Mohammed V, Maroc, 2014
13. Pierron C. Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatrie gérontologie et soins palliatifs. Thèse de doctorat de l'université de Lorraine, France, 2014
14. Boyer A. Design de nouveaux synthèses dérivés de l'acide oléique : application la synthèse de polyméthanés . Thèse de doctorat de l'université de Bordeaux 1,2010.
15. El Haib A. Valorisation de terpènes naturels issus de plantes marocaines par transformation catalytique. Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, France, 2011.
16. Fidah A. Étude de la durabilité naturelle des bois de *Cedrus atlantica* (manetti) et de *tetraclinis articulata* (vahl) et évaluation de la bioactivité de leurs huiles essentielles sur les champignons basidiomycètes lignivores. Thèse de doctorat de l'université Mohamed V, Maroc,2016
17. Baunard E. Sousa S. Vinaigre, le produit miracle à tout faire. ESI Editions, 2013
18. Vican P. Les huiles essentielles et leurs bienfaits. Ed. Presses de Châtelet, 2009
19. Riotte B. Mon guide huiles essentielles. Bruno Riotte 3eme édition, 2017
20. Boulaghmen F. Extraction des huiles essentielles de l'origan. Mémoire de magistère de l'université de Blida, Algérie, 2012.
21. Kor J. Microbiol. Biotechnol. Chemical Composition and Antifungal Activity of Plant Essential oils against *Malassezia furfur* .Vol. 38.N°3.p 315–321 .2010
22. Boudot C. Aromathérapie à l'officine : traitement des maux de l'hiver. Thèse de doctorat de l'université de Lorrain ,2013
23. Daroui H. Etude photochimique et biologique des especes : *Eucalyptus globulus* (Myrtaceae),*Smyrniololus* (Apiaceae),*Asteriscus maritimus* et *Chrysanthemum trifurcatum* (Asterarceae) . Thèse de doctorat de l'université de Badji Mokhtar Annaba, 2012
24. Millet F. Huiles essentielles et essence de citronnier (*Citrus limon*.(L)). Phytothérapie 2014. Springer-Verlag France
25. Velé H. Valorisation officinale des huiles essentielles autorisées dans les phytomédicaments. Thèse de doctorat de l'université d'Angers, 2015

26. Bouhadjra K. Étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Mémoire de magistère de l'université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, Algérie, 2011
27. Henry S. L'huile d'olive : son intérêt nutritionnel, son utilisation en pharmacie et en cosmétique. Thèse de doctorat de l'université Henri Poincaré, Nancy I, France, 2003
28. Benzaria A. Etude biochimique et nutritionnelle de l'effet immunomodulateur des huiles d'agave de poisson et d'olive : effet de leurs acides gras .Thèse de doctorat.L'institut national des sciences appliqués de Lyon ,2006
29. Muther L. Utilisation des huiles essentielles chez l'enfant. Thèse de doctorat. Université d'Auvergne ,2015
30. Schorsch, J., Aubry J-M., Formulation-Présentation générale. Technique de l'ingénieur. J21 10 V1, 1999
31. Zimmer A.-C. Polluants chimiques: enfants en danger. septembre 2007. P 227.
32. Zoller U. Handbook of Detergents.Part E: Applications2008: Taylor & Francis.
33. Stiros P. Composition liquide pour le nettoyage de la peau, 1985, Google Patents.
34. Frosch P.J.J.P. Lepoittevin and C.J.Coiz. Dictionnaire des allergènes de contact 2009,Springer.
35. Lawrence,S.A.Amines: Synthesis.Properties and Applications2004: Cambridge University Press.
36. Ash M. and I.Ash. Handbook of Green Chemicals2004: Synapse Information Resources.
37. Graubart B.T.G and J.W. Cavanagh,.Antimicrobial dish washing liquid. 1995. Google Patents.
38. Straw A. Liquid toilet soap. 1983. Google Patents.
39. Roser P.M , Réalisation d'un dossier de cosmétique destiné à des chiens exemple
40. Hameurlaine S..Bentouati N. formulation d'un savon liquide antibactérien pour les mains à base de TA végétaux et de l'huile essentielle de l'arbre de thé. Mémoire de master de l'université de Blida1 Algérie,2016
41. Glycol distearate, Household Product Database, National Institutes of Health
42. Stephen R. Bell. Cleansing compositions containing conditioning agents and refined agricultural grains,1998. Google patents

43. Technical Information: CremophorT RH 40 BASF 67056 ludwigshafen Germany. August .1997
44. Nait Achour K. Etude de la composition chimique des essences de quatre espèces d'eucalyptus poussant dans la région de Tizou Ouzou. Thèse de magistère de l'université Mouloud Mameri. Tizou Ouzou. 2012.
45. Itoua-Apoyolo C.M. Abderamane M. Ouamba J.M. Matokot L. et Mvila, C.A. Caractérisation chimique des huiles essentielles extraites de *Chenopodium Ambrosioides L.*, de *Eucalyptus Citriodora Hook* et effets biologiques sur *Caryedon Serratus OL. (Coleoptera-Bruchidae)*, Annales université Marien Ngouabi, Congo, (2003)
46. Détermination de l'indice de réfraction. NF ISO 6320 : 2000 F.
47. Détermination de la densité relative à 20 degrés C . NF ISO 279 : 1999
48. Corps gras d'origines animale et végétale-Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité. NF ISO 660 : 1996
49. Corps gras d'origines animale et végétale-Détermination de l'indice de saponification. NF ISO 3657 : 2002
50. Hazzit M. Etude de la composition chimiques des huiles essentielles de différentes espèces de Thym et d'Origan poussant en Algérie. Thèse de Doctorat en Chimie de l'université des sciences et de la technologie Houari Boumedienne, Alger, 2008
51. Shampoo containing snake gall, olive oil and Chinese herbs. 2005. Google Patents
52. Composition cosmétique pour le traitement des cheveux. Orenga, E. (2003). Google Patents.
53. Composition cosmétique moussante à base d'acide ellagique ou d'un de ses dérivés et d'huile essentielle. 2012. Google Patents
54. Choplin J.-L.S.e.L. Formation. formulation et propriétés. Technique de l'ingénieur, 2008.
55. Chikhoun A. huiles essentielles de thym et d'origan : étude de la composition chimique de l'activité antioxydante et antimicrobienne. Thèse de magister de L'institut national agronomique El-Harrach Alger. 2007
56. Huile essentielles d'origan .ISO 13171 .2016
57. Huile essentielles de bois de cèdre. ISO 47 24. 2014
58. Veillet S. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. Thèse de doctorat de l'université d'Avignon et des pays de Vaucluse, 2010.

- 59.** Taleb-toudert K. Extraction et caractérisation des Huiles Essentielles de dis plantes aromatiques provenant de la région Kabylie (Nord Algérien).Évaluation de leurs effets sur la bruche du niébé *callosobruchus maculatus* (coleoptera : Bruchidae) .Thèse de doctorat de l'université de Mouloud Mammerie de Tizi-ouzou ,2015
- 60.** Satrani B, Aberchane M. Farah A. Chaouch A. Talbi M. Composition chimique et activité antimicrobienne des huiles essentielles extraites par hydrodistillation fractionnée du bois de Cedrus atlantica Manetti. Acta Botanica Gallica.2006
- 61.** Donnez, D.M. La production du savon. Les guides du CDI. serie technologie N°3. 1993.
- 62.** Détermination de la teneur en matière active anionique selon une méthode manuelle ou mécanique par titrage direct dans deux phases, NF ISO 2271.1990

APPENDICE A

Bulletin du test toxicologique

LABORATOIRE D'ANALYSES TOXICOLOGIQUES

SHAMPOING ANTIPELICULAIRE A BASE D'ESSENTIELLES

Objectif : Déterminer le potentiel irritatif d'un produit cosmétique après 2 jours.

Protocole : [Texte flou]

Résultats : [Texte flou]

Conclusion : [Texte flou]

Signature : [Texte flou]

Date : [Texte flou]

Page : [Texte flou]

LABORATOIRE D'ANALYSES TOXICOLOGIQUES

DECISION N°14 DU 12.06.2004

Pr. S.BENALI ABDALLAH

EXPERT PRES DES TRIBUNAUX

2C Rue ALI BOUMENDJEL

Tel (021)73.60.79 Télécopie (021)73.31.29

RESULTATS D'ANALYSES BACTERIOLOGIQUES

DEMANDEUR : **CHAMBI MALIKA**
ALGER

ECHANTILLON : **SHAMPOOING ANTIPELLICULAIRE A BASE
DES HUILES ESSENTIELLES**

DATE D'ANALYSE : 02.08.2017

N° DOSSIER : 3200 /17

RECHERCHE – DENOMBREMENT	RESULTATS	NORMES	REFERENCES
Germes Aérobie 30°C	Absence	< 100 g/ml ou /g	NA 1207 /90
Germes Aérobie 37°C	Absence	< 100 g/ml ou /g	NA 1207 /90
Pseudomonas Aeruginosa 37°C	Absence	Absence dans 1 ml	NA 35 /98
Staphylococcus Aureus 37°C	Absence	Absence dans 1 ml	ISO 6888
Coliformes totaux 30°C	Absence	< 10 UFC/g	ISO 4831
Coliformes fécaux 44°C	Absence	Absence dans 1 ml	ISO 4831
Salmonella 37°C	Absence	Absence dans 1 ml	NA 1203 /90
Pseudomonas 37°C	Absence	Absence dans 1 ml	NA 35 /98
Levures / Moisissures / ml 20-25°C	Absence	< 100 g/ml /g	NA 1207 /90

RESULTATS :

ECHANTILLON DE BONNE QUALITE BACTERIOLOGIQUE.

NB : Le résultat du rapport d'essai ne concerne que les échantillons soumis à l'analyse.

Pr. S.BENALI ABDALLAH

LABORATOIRE DE TOXICOLOGIE
Pr. S. BENALI ABDALLAH
2C Rue ALI BOUMENDJEL - ALGER - Tél. 021 73 60 79 / Fax. 021 73 31 29

APPENDICE B

Analyse sensorielle du shampoing antipelliculaire

Renseignement généraux

Nombre de personne : 20 personnes souffrant de problèmes de pellicules (Femmes et Hommes)

Âge : entre 17 et 65 ans

Type des cheveux	Secs	Gras
Nombre de personnes	12	8
Pourcentage	60 %	40 %

Type des pellicules	Sèches	grasses
Nombre de personnes	6	14
Pourcentage	30 %	70 %

Questionnaire

1/ Lavage

Pouvoir lavant	Bon	Moyen	Mauvais
Nombre de personnes	20	0	0
Pourcentage	100 %	0 %	0 %

Pouvoir moussant	Bon	Moyen	Mauvais
Nombre de personnes	20	0	0
Pourcentage	100 %	0 %	0 %

Odeur	Bonne	Moyenne	Mauvaise
Nombre de personnes	8	10	2
Pourcentage	40 %	50 %	10 %

2/ Après séchage

Effet antipelliculaire	Élimination totale des pellicules	Élimination temporaire des pellicules
Nombre de personnes	7	13
Pourcentage	35 %	65 %

Effets secondaires	Oui	Non
Nombre de personnes	0	20
Pourcentage	0 %	100 %

Plus efficace que le produit habituel	Oui	Non
Nombre de personnes	14	6
Pourcentage	70 %	30 %

APPENDICE C



Avant



Après

Photos du cuir chevelu d'un homme avant et après l'application du shampooing



Avant



Après

Photos du cuir chevelu d'une femme avant et après l'application du shampooing