الجمهورية الجزائرية
الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche scientifique
Université d'Akli Mohand Oulhadj -Bouira-
Institut de Technologie

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة آكلي محند أولحاج
-البويرة-
معهد التكنولوجيا

Département de Technologie Chimique Industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme de licence professionnelle en :

Génie de Formulation

Thème:

Formulation d'un shampooing colorant naturel à base d'hydrolat d'eucalyptus

Réalisé par :

Melle TARARBIT Melissa

MELLE HOUADFI Oumaima

Encadré par :

Mme MOULAHCENE Lamia M.C.A Institut de Technologie - UAMO Bouira

Année Universitaire: 2025/2026

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة أكلي محند أولحاج
- البويرة -
معهد التكنولوجيا

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique
Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -
Institut de Technologie

Je soussignée, l'enseignant (e) : Dr MOULAHCENE

Lamia. Encadrante des étudiantes :

1- HOUADFI Oumaima.

2- TARARBIBT Melissa.

Ayant présenté un mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme de Licence Professionnelle en Génie de la Formulation sous l'intitulé :

Formulation d'un shampooing colorant naturel à base d'hyrolatd'eucalyptus

Promotion : 2025/ 2026.

Déclare autoriser les étudiantes à déposer leur mémoire pour une éventuelle évaluation déposer pour la soutenance.

Signature du L'encadrant



Remerciements

Tout d’abord, nous tenons à remercier Dieu Tout-Puissant pour la santé, le courage et la force qu’Il nous a accordés afin de mener à bien ce travail, ainsi que pour les bonnes personnes qu’Il a mises sur notre chemin.

En premier lieu, notre gratitude la plus profonde s'adresse à nos chers parents pour leur amour inconditionnel, leurs sacrifices et leur soutien indéfectible tout au long de notre parcours universitaire. Que ce travail soit le reflet de leur dévouement. Nos remerciements s'étendent également à tous les membres de nos familles pour leurs encouragements constants.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre profonde reconnaissance à **Mme MOULEHCENE**, pour sa constante disponibilité, ses précieux conseils et sa bienveillance, qui ont grandement contribué à l’élaboration de ce mémoire. Nous tenons à lui témoigner tout notre respect.

Nous adressons également notre profonde gratitude au personnel du laboratoire de contrôle de la qualité et de conformité **ASSIL LAB**, pour nous avoir accueillis au sein de leur structure et avoir mis à notre disposition les moyens adéquats pour la réalisation de notre projet. Plus particulièrement, nous remercions chaleureusement **Mr et Mme MAZARI** pour leur gentillesse, leur accueil bienveillant, leur soutien technique et leur aide précieuse tout au long de la phase pratique de notre formulation.

Nos remerciements s’adressent aussi à l'ensemble du corps enseignant de notre département pour la qualité de la formation reçue, ainsi qu'à tous nos amis et camarades de promotion qui nous ont soutenus.

Enfin, nous tenons à remercier sincèrement tous les membres du jury qui ont accepté d’évaluer et d'honorer notre travail de projet de fin d’études. À toutes les personnes qui nous ont encouragés de près ou de loin, un grand merci.

Résumé

Ce travail s’inscrit dans le cadre de la chimie verte et porte sur la formulation d'un shampooing naturel colorant à base d'hydrolat d'Eucalyptus. La première partie théorique expose, à travers trois chapitres, les généralités sur les shampooings et leurs matières premières, les principes de l'extraction végétale et de la phyto-coloration, ainsi que les propriétés biochimiques des plantes sélectionnées. La seconde partie pratique est consacrée au matériels et méthodes, décrivant l’optimisation de la formule cosmétique par la substitution des sulfates par le Coco Glucoside, ainsi que l'ensemble des protocoles expérimentaux d'analyses. Enfin, le chapitre III dédié aux résultats et discussions valide la stabilité physico-chimique du produit à un pH physiologique optimal, sa conformité microbiologique totale obtenue grâce à un système de conservation naturel, et l'efficacité de son pouvoir colorant homogène sur mèches témoins.

Abstract

This work is conducted within the framework of green chemistry and focuses on the formulation of a natural coloring shampoo based on Eucalyptus hydrosol. The first theoretical part presents, through three chapters, general insights into shampoos and their raw materials, the principles of plant extraction and phyto-coloration, and the biochemical properties of the selected plants. The second practical part is dedicated to materials and methods, describing the optimization of the cosmetic formula by substituting sulfates with Coco Glucoside, alongside the experimental analysis protocols. Finally, the results and discussion chapter validates the product's physicochemical stability at an optimal physiological pH, its total microbiological compliance achieved through a natural preservation system, and the effectiveness of its uniform coloring performance on hair locks.

ملخص

ندرج هذا العمل في إطار الكيمياء الخضراء، ويتمحور حول صياغة شامبو طبيعي ملوّن يعتمد على هيدرولات الأوكالبتوس. يعرض الجزء النظري الأول، من خلال ثلاثة فصول، عموميات حول الشامبو ومواده الأولية، مبادئ الاستخلاص النباتي والتلوين الحيوي، بالإضافة إلى الخصائص البيو كيميائية للنباتات المختارة. بينما يُخصَّص الجزء التطبيقي الثاني للوسائل والطرق، واصفاً تحسين الصيغة التجميلية عن طريق استبدال السلفات بـ Glucoside Coco ، إلى جانب عرض بروتوكولات التحاليل التجريبية. وأخيراً، يؤكد فصل النتائج والمناقشة الاستقرار الفيزيوكيميائي للمنتج عند درجة حموضة فسيولوجية مثالية، ومطابقته الميكروبيولوجية التامة بفضل نظام حفظ طبيعي، وكفاءة قدرته التلوينية المتجانسة على خصلات الشعر

Liste des abréviations et acronymes

abs : Absence (utilisé dans les tableaux de résultats microbiologiques)

BPL : Bonnes Pratiques de Laboratoire

C : Degré Celsius

cPs : Centipoise (Unité de mesure de la viscosité dynamique)

DOPA : Dihydroxyphénylalanine (faisant référence à la structure de la bétanine)

g : Gramme

HLB : Hydrophilic-Lipophilic Balance (Balance Hydrophile-Lipophile)

ml : Millilitre

mm : Millimètre (utilisé pour la hauteur du pouvoir moussant)

µS/cm : Microsiemens par centimètre (Unité de mesure de la conductivité)

Nbr. : Nombre

pH : Potentiel Hydrogène

PFE : Projet de fin d'études

PPD : Paraphénylènediamine

TA : Tensioactif / Agent de surface

Sommaire

Remerciements

Résumé

Liste des abréviations et acronymes

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction 1

Chapitre I : Généralités sur les shampooings 2

I.1 : Définition générale d'un shampoing.....3

I.2 : Les différents types de shampooings 3

I.2.1 : Le shampoing liquide 3

I.2.2 : Le shampoing solide.....3

I.2.3 :Le shampoing sec 3

I.2.4 : Le shampoing en mousse.....4

I.2.5 :Le shampoing crème 4

I.2.6 : Le shampoing gel 4

I.2.7 : Le shampoing en poudre.....4

I.3 : Les différents types de shampoings et leur utilisation 4

I.3.1 :Shampoings pour cheveux normaux 4

I.3.2 :Shampoings pour cheveux secs ou abîmés.....5

I.3.3 : Shampoings pour cheveux gras.....5

I.3.4 : Shampoings volumateurs.....5

I.3.5 : Shampoings clarifiants et détoxifiants.....5

I.4 : Produits utilisés pour préparation d'un shampoing 5

I.4.1 :Les agents de nettoyage.....5

I.4.2 : Les adjuvants et additifs secondaires 9
I.5 : Mécanismes de la détergence 10
I.5.1 : Le mouillage 11
I.5.2 : Le mécanisme de "Roll-up" 11
I.5.3 : La solubilisation micellaire 11
I.6 : Concepts liée au contrôle qualité 11
Chapitre II : Les colorants naturels et la coloration capillaire 12
II.1 : La fibre capillaire 13
II 2 : Les différents types des fibres capillaires 13
II.2.1 : Cheveux raides 13
II.2.2 : Cheveux ondulés 13
II.2.3 : Cheveux bouclés 13
II.2.4 : Cheveux crépus 14
II.3 : Le soin de la fibre capillaire 14
II.4 : Mécanisme de la coloration végétal (adsorption des pigments) : 14
II.4.1 : Un pigment 14
II.4.2 : Spectres d'absorption des pigments 14
II.5 : Mécanismes de coloration chimique 14
II.5.1 : Coloration Permanente (Oxydation) 15
II.5.2 : Coloration semi-permanente 15
II 5.3 : Coloration temporaire 15
II.6: Les colorants naturels et les colorants Synthétiques 15
II.7 : Classification des colorants d'origine naturelle 16
II.7.1 : Les différentes origines des pigments naturels 16
II.7.1.1 : Les pigments minéraux 16
II.7.1.2 : Les pigments végétaux 16
II.7.1.3 : Les pigments animaux 16

II.8 : Les Défis de la Formulation d'un Shampooing Colorant Naturel 17
II.8.1 : La solubilisation et dispersion des pigments 17
II.8.2 :La stabilitéphysico-chimique et le contrôle du pH 17
II.8.3: L'affinité et substantiviste lors du rinçage 17
II.9 : L'importance du pH dans le soin capillaire 18
II.9.1: Le rôle du pH dans la structure et l'apparence des cheveux 18
Chapitre III : protocoles expérimentaux et méthodologie.....19
III.1: Introduction.....20
III.2 : Présentation du lieu de stage.....20
III.3 : Matériels et méthode 21
III.3.1 : Matériels utilisé 21
III.3.2 : Matières premières et ingrédients.....21
III.4 : Les proportions des ingrédients 25
III.5 : Protocole de formulation des shampoings.....27
III.5.1 : Protocole d'extraction de l'huile essentielle de citron.....27
III.5.2 : Protocole d'obtention de l'hydrolat d'Eucalyptus (Eucalyptus globulus) par hydro distillation 29
III.5.3 : Protocole de préparation de la poudre de betterave (Beta vulgaris).....30
III.5.4 : Etapes de formulation des shampoings naturels.....31
III.5.5 : Adaptation de la formulation selon la nuance colorante.....34
III.6 : Difficultés rencontrées et optimisation de la formule 34
III.7 : Contrôle qualité physico chimique.....35
III.7.1 : Mesure et stabilité du pH final.....35
III.7.2 : Mesure et stabilité de la conductivité.....35
III.7.3 : Étude de la stabilité à court terme (Stabilité accélérée) 36
III.7.4 : Recherche d'extrait sec 36

Chapitre IV : Résultats et discussions 37

IV.1: Résultats et discussions des analyses effectuées 38

IV.1.1 : Résultats et discussions des analyses microbiologiques.....38

IV.1.2 : Résultats et discussions des analyses physico chimiques.....41

IV.1.3: Analyse du pouvoir colorant sur la fibre capillaire 43

Conclusion général.....45

Références bibliographiques

Liste des tableaux

Tableau III 1: Proportions des ingrédients du shampooing à base du lawson et curcuma...25
Tableau III 2: Proportions des ingrédients du shampooing à base du lawson et betterave. 26
Tableau III 3: Proportions des ingrédients du shampooing à base du Lawson et hibiscus. .26
Tableau III 4: Caractéristique des différentes variantes de shampoing colorants formulées. 34
Tableau IV 1: Résultat de l'analyse microbiologique de l'hydrolat d'eucalyptus. 38
Tableau IV 2: Résultat de l'analyse microbiologique de l'extrait hibiscus. 38
Tableau IV 3: Résultat de l'analyse microbiologique de la gomme xanthate. 38
Tableau IV 4: Résultat de l'analyse microbiologique de Coco glucoside. 38
Tableau IV 5: Résultat des analyses microbiologique de shampoing à base de lawson et Curcuma.....40
Tableau IV 6: Résultat des analyses microbiologique de shampoing à base Lawsone et Betterave.....40
Tableau IV 7: Résultat des analyses microbiologique de shampoing à base de lawsone et hibiscus.....40
Tableau IV 8: résultat des analyses physico-chimique de produits fini. 41

Liste des figures

Figure I 1:Représentation schématique d'un tensioactif. 6
Figure I 2: Représentation schématique de la structure d'une bulle de savon 9
Figure III 1: Zeste de citron. 27
Figure III 2: Clevenger utilisé. 28
Figure III 3: Montage d'hydro distillation eucalyptus. 30
Figure III 4: Extraction aqueuse des pigments. 32
Figure III 5: Formation du gel 33
Figure III 6: Ajustement du pH final. 34

Introduction

Introduction

L’industrie cosmétique mondiale connaît aujourd’hui une transition majeure, impulsée par une demande croissante pour des produits dits « naturels » et respectueux de l’environnement. Le segment des soins capillaires, et particulièrement celui des shampooings, se trouve au cœur de cette mutation. Si le shampooing conventionnel a longtemps privilégié l'efficacité immédiate de la détergence via des tensioactifs synthétiques (sulfates), il est aujourd'hui critiqué pour son impact dermatologique et environnemental.[1]

Parallèlement, la coloration capillaire chimique, reposant sur des mécanismes d'oxydation invasifs, soulève des préoccupations sanitaires majeures en raison de la présence de molécules sensibilisantes comme la paraphénylènediamine (PPD). Cette réalité pousse les formulateurs à explorer la « Green Chemistry » pour concevoir des produits hybrides : des shampooings capables de nettoyer la fibre capillaire tout en y déposant des pigments végétaux protecteurs [2].

La formulation d'un shampooing naturel colorant représente cependant un défi technologique complexe. Il s'agit de maîtriser l'affinité entre des pigments hydrophobes et une base lavant aqueuse, tout en garantissant la stabilité des molécules chromophores face aux variations de pH et à l'oxydation [3].

C’est dans cette dynamique d'innovation durable que s’inscrit notre projet de fin d’études intitulé : « Formulation d'un shampooing naturel colorant à base d'hydrolat d'Eucalyptus ». L'objectif est de substituer les actifs synthétiques par des ressources naturelles telles que la Betterave, le Curcuma, hibiscus et le Henné, tout en utilisant l'Eucalyptus pour ses vertus purifiantes.

Ce mémoire est structuré en deux grandes parties :

- La partie théorique comprend deux chapitres : le Chapitre 1 traite des généralités sur les shampooings, de leur formulation et des mécanismes de détergence ; le Chapitre 2 explore la structure capillaire, les modes de coloration et les défis de l'utilisation des pigments naturels.
- La partie expérimentale (Chapitre II) détaille le matériel, les matières premières et les protocoles d'extraction et de fabrication. Elle se conclut par la présentation et la discussion des résultats, englobant les analyses microbiologiques, physico-chimiques (pH, viscosité, stabilité) et l'évaluation du pouvoir colorant sur la fibre capillaire.

Chapitre I : Généralités sur les shampooings

I.1 : Définition générale d'un shampoing

Un shampooing est un produit de soin capillaire utilisé pour nettoyer les cheveux et le cuir chevelu en éliminant les impuretés, la graisse et les résidus.

Les shampooings comptent parmi les produits cosmétiques les plus utilisés au quotidien, leur rôle principal étant de nettoyer les cheveux et le cuir chevelu. Sur le plan de leur composition, ils se définissent comme des solutions détergentes enrichies en additifs variés, conférant des propriétés supplémentaires telles que le soin capillaire, la lubrification ou encore des effets thérapeutiques.[4]

Si le marché propose aujourd'hui une large gamme de shampooings, qu'ils soient synthétiques, à base de plantes médicinales ou non médicamenteux, les shampooings aux herbes connaissent une popularité croissante auprès des consommateurs. Cet engouement s'explique principalement par la conviction que les produits d'origine naturelle sont plus sûrs et exempts d'effets secondaires. En effet, de nombreuses plantes médicinales sont reconnues pour leurs effets bénéfiques sur les cheveux et sont largement utilisées dans la formulation de shampooings [5].

Cependant, la conception d'un shampooing à base de plantes reposant sur un seul ingrédient naturel reste un défi considérable. Il est en effet difficile d'obtenir une formule à la fois plus douce que les produits synthétiques, tout en égalant leurs performances en termes de pouvoir moussant, de capacité détergente et de consistance [6].

I.2 : Les différents types de shampooings

I.2.1 : Le shampoing liquide

C'est la forme la plus répandue et la plus connue. Facile à appliquer et à répartir sur l'ensemble de la chevelure, il se décline en une multitude de formules conçues pour répondre aux besoins variés des différents types de cheveux, aussi bien chez les adultes que chez les enfants.[7]

I.2.2 : Le shampoing solide

Se présentant sous forme de pain, à l'instar d'un savon, le shampooing solide se distingue par ses nombreux atouts. Plus économique car il dure plus longtemps, il est également respectueux de l'environnement grâce à son emballage réduit en plastique. Sa praticité en fait aussi un allié idéal pour les voyages, sans risque de fuite ni contrainte liée aux restrictions de liquides en bagage cabine.[7]

I.2.3 :Le shampoing sec

Disponible sous forme de poudre ou de spray, ce type de shampooing nettoie les cheveux sans nécessiter d'eau. Il est particulièrement utile entre deux lavages pour rafraîchir la chevelure, absorber l'excès de sébum et redonner du volume aux racines.[7]

I.2.4 : Le shampoing en mousse

Ce shampooing à la texture légère et aérienne se répartit facilement et uniformément sur les cheveux. Il est généralement formulé pour les cheveux fins et les cuirs chevelus sensibles, offrant un nettoyage doux et délicat. Il existe également une version sans rinçage, particulièrement adaptée aux situations où l'accès à l'eau est limité.[7]

I.2.5 :Le shampoing crème

Doté d'une texture riche et onctueuse, le shampooing crème est spécialement conçu pour les cheveux secs, épais ou bouclés nécessitant une hydratation intense. Il nourrit la fibre capillaire en profondeur tout en apportant souplesse et douceur.[7]

I.2.6 : Le shampoing gel

De consistance légère et fluide, le shampooing gel est généralement clarifiant. Il convient particulièrement aux cheveux gras en assurant un nettoyage en profondeur et en éliminant efficacement les impuretés et les excès de sébum.[7]

I.2.7 : Le shampoing en poudre

Ce shampooing se présente sous forme de poudre qui se transforme en mousse au contact de l'eau. À l'instar du shampooing solide, il est pratique pour les voyages, bénéficie d'une longue durée de conservation et représente une option économique et facile à stocker.[7]

I.3 : Les différents types de shampoings et leur utilisation

Chaque type de cheveu nécessite un produit spécifique pour répondre à ses besoins particuliers, optimisant ainsi brillance, volume ou hydratation. Cet article vous plonge dans le monde des shampoings, en mettant un accent particulier sur les formules innovantes telles que les shampoings en poudre.[8]

I.3.1 :Shampoings pour cheveux normaux

Les personnes ayant des cheveux normaux ont l'embarras du choix. Ces shampoings sont conçus pour préserver l'équilibre naturel des cheveux tout en les

nettoyant efficacement. Ils empêchent les cheveux de devenir trop hydratés ou trop secs, faisant ainsi des cheveux normaux un terrain idéal pour tester différentes formules sans risquer d'abîmer la tige capillaire. Il en existe même certains sur le marché que vous pouvez utiliser.[8]

I.3.2 :Shampoings pour cheveux secs ou abîmés

Hydratez et préservez l'hydratation nécessaire. Les shampoings hydratants sont enrichis en divers ingrédients, tels que des huiles, du beurre de karité ou des extraits végétaux, qui aident à nourrir les cheveux en profondeur. L'objectif est ici de régénérer la fibre capillaire, en lui redonnant souplesse et brillance.[8]

I.3.3 : Shampoings pour cheveux gras

L'excès de sébum peut être contrôlé à l'aide de shampoings spécialisés conçus pour réguler la production des glandes sébacées. Ces produits contiennent généralement des ingrédients qui purifient le cuir chevelu, souvent associés à des agents antifongiques ou antibactériens afin de maintenir le cuir chevelu propre et frais plus longtemps. [8]

I.3.4 : Shampoings volumateurs

Ce type de shampoing apporte du corps aux cheveux fins qui manquent de volume. Ces formules peuvent contenir des polymères et des protéines qui enrobent chaque tige capillaire, donnant ainsi visuellement plus de volume sans alourdir les cheveux. Ce type de shampoing peut transformer des cheveux plats en une chevelure dense et éclatante. [8]

I.3.5 : Shampoings clarifiants et détoxifiants

Pour les personnes exposées à des niveaux élevés de pollution ou qui utilisent fréquemment des produits coiffants, les shampoings purifiants sont indispensables. Ils agissent en profondeur pour éliminer l'accumulation de résidus et de toxines, purifiant ainsi le cuir chevelu et la tige capillaire. Utilisé régulièrement, ce produit garantit la santé générale des cheveux et du cuir chevelu. [8]

I.4 : Produits utilisés pour préparation d’un shampoing

En règle générale, un shampooing est composé d'une base lavante, d'additifs cosmétiques et, éventuellement, d'agents actifs spécifiques (tels que les antipelliculaires et les fortifiants).

I.4.1 :Les agents de nettoyage

Les composants lavants, aussi connus sous le nom de TA ou d'agents de surface,

jouent un rôle crucial dans la composition des shampooings. Ils présentent une structure à double niveau: une partie liposoluble grâce à leur chaîne hydrocarbonée, qui favorise le contact entre les salissures grasses et le TA, et une partie hydrosoluble grâce au groupement polaire, qui permet aux salissures d'être facilement entraînées par l'eau lors d'un écoulement. Ils ont le pouvoir de laver en affaiblissant les forces d'adhésion qui unit les salissures grasses aux cheveux, puis en les transférant dans le milieu aqueux où elles seront dispersées.[9]

Ils possèdent des attributs :

- Les mouillantes accroissent l'interface entre le liquide et le solide.
- moussantes : maintiennent la mousse en place.
- Les émulsionnantes permettent de stabiliser la formation d'une émulsion.
- détergentes : éliminent les matières grasses.

En fonction de leur polarité, on distingue quatre types de TA : anionique, cationique, amphotère et non ionique.[9]

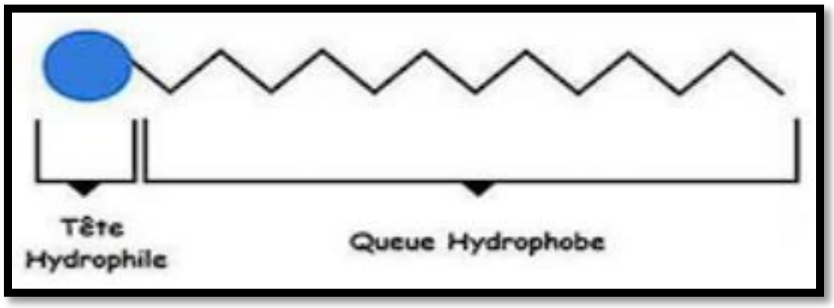

Figure I 1:Représentation schématique d'un tensioactif.

I.4.1.1 : Les tensioactifs anioniques sont utilisés

Ces agents lavants possèdent une composante hydrophile qui est chargée négativement ; ils ont des propriétés détergentes, mouillantes et moussantes. Les savons sont présents dans cette famille.[9]

Ce sont des nettoyants très efficaces qui sont présents à la base de tous les shampooings. Néanmoins, quand ils sont utilisés seuls, ils manquent de douceur et de capacité à démêler. C'est pourquoi ils sont fréquemment liés à d'autres types de représentation artistique.[9]

On peut identifier parmi ce groupe : les dérivés sulfatés et les dérivés sulfonés.[9]

I.4.1.2 : Les substances tensioactives amphotères

Les groupements anioniques et cationiques sont présents. Ils se comportent comme des anioniques si le pH est bas ou comme des cationiques si le pH est acide. Leur stabilité se maintient dans une plage de pH intermédiaire où ils adoptent une structure dipolaire appelée « zwitterion ». [10]

Grâce à leur charge (-), ils sont chargés de nettoyer et de conditionner. Le TA amphotère élimine les charges positives des salissures et dévoile les charges négatives de la kératine, qui sont immédiatement neutralisées par les charges positives de l'amphotère, ce qui entraîne un effet à la fois lavant, conditionnant et antistatique.

Leur principal avantage est qu'ils sont parfaitement compatibles avec tous les autres produits, qu'ils soient anioniques, cationiques ou non-ioniques.[10]

De plus, ils ont une capacité de moussage et de détergent assez bonne et sont inoffensives. Cependant, ils sont plus onéreux et utilisés dans les shampooings pour bébé ou les shampooings non irritants en raison de leur bonne compatibilité avec la peau et les muqueuses. Dans cette classe de produits, ils sont liés à des agents anti-ionisants anioniques et non ionisants. Afin d'accroître leur capacité de détergent, on les associe à des solvants anioniques ou cationiques.[10]

Les TA amphotères principaux sont :

- Les composés de l'alkylbétaïne
- Les composés alkylimidazolines
- Les polypeptides d'alkyle.

I.4.1.3: Les substances tensioactives non ioniques

Étant donné leur absence de charge électrique, les TA non ioniques peuvent être utilisés avec tous les TA. En général, ils sont perçus comme les plus doux, efficaces pour émulsionner, solubiliser et mouiller. Ce sont des produits moins moussants que les anioniques et ils détruisent la mousse créée par ces derniers, mais certains d'entre eux ne présentent pas ces désavantages. Il y a : les esters (R-COO-R9), les éthers (R-O-R9), les alkanolamides, l'oxyde de diméthyloléylamine et les alkypolyglucosides du groupe.[10]

I.4.1.4 : 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 s9étaler à la surface de la kératine lorsque la chaine 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 l9inconvénient 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 6 conservateurs ou de conditionneur (Ils sont surtout retrouvés dans les formulations de shampooings pour les cheveux abîmés)[11].

I.4.1.5 :Les agents de conditionnement

Les agents conditionneurs regroupent l'ensemble des substances destinées à améliorer les propriétés organoleptiques et mécaniques de la chevelure. Leur rôle principal est d'apporter de la brillance et de la douceur, tout en réduisant les phénomènes d'électricité statique pour faciliter le démêlage. Ces actifs sont essentiels, particulièrement dans les formulations dédiées aux cheveux secs ou ayant subi des dommages structuraux [9].

On répertorie principalement deux catégories d'agents :

- Les polymères cationiques : Grâce à leur densité de charge positive, ces molécules présentent une forte affinité pour la fibre capillaire (chargée négativement). Ils agissent en formant un film protecteur homogène à la surface de la cuticule. Ce gainage permet non seulement de lisser les écailles du cheveu, mais aussi de le protéger des agressions externes. Bien qu'ils soient adaptés à tous les types de cheveux, leur formulation nécessite une attention particulière car ils présentent souvent une incompatibilité avec les tensioactifs (TA) anioniques, pouvant mener à la formation de complexes insolubles[9].
- Les silicones : Qu'ils soient sous forme de diméthicones ou de silicones volatiles, ces composés permettent d'obtenir une chevelure lisse, brillante et légère. Leur mécanisme d'action repose sur la formation d'un film hydrophobe extrêmement fin à la surface de la fibre capillaire. Bien que leur étalement soit excellent et apporte un éclat immédiat, leur capacité de soin en profondeur reste modérée. C’est

pourquoi leur usage est principalement préconisé pour le traitement des cheveux sains ou peu altérés [9].

I.4.2 : Les adjuvants et additifs secondaires

I.4.2.1 : Les agents stabilisateurs de mousse

Bien que la mousse ne soit pas directement responsable du nettoyage, elle reste un critère de qualité essentiel pour le consommateur. La stabilité et l'onctuosité de cette mousse sont assurées par l'incorporation de polymères, de tensioactifs amphotères ou d'alcanolamides de coco. Ces derniers jouent également un rôle de conditionneur ou d'agent surgraissant, améliorant le confort d'utilisation [10].

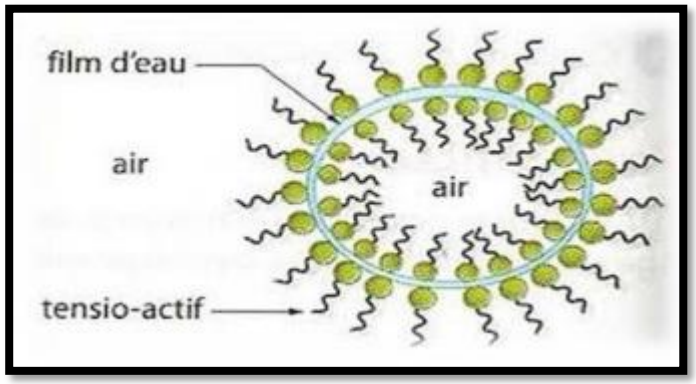

Figure I 2: Représentation schématique de la structure d'une bulle de savon

I.4.2.2: Les opacifiants et agents nacrant

Ces substances sont intégrées pour améliorer l'esthétique visuelle du produit. Les cires (naturelles ou synthétiques) sont souvent privilégiées car elles apportent, en plus de l'aspect visuel, une texture agréable au toucher. Parmi les composés fréquemment utilisés, on retrouve les alcools gras (stéarylique ou cétylique), les alcanolamides, ainsi que les distéarates d'éthylène glycol. Dans certains cas, des émulsions de polymères (vinyliques ou polystyrène) sont employées pour obtenir l'opacité désirée. Notons que l'utilisation de nacrants pigmentaires nécessite une viscosité élevée de la formule pour prévenir tout risque de sédimentation [10].

I.4.2.3 : Les colorants

Pour conférer une identité visuelle au shampooing, on utilise généralement des colorants hydrosolubles (types azoïques ou triphénylméthanes). Bien qu'incorporés à des concentrations infimes, ces additifs doivent être sélectionnés avec précaution en raison de leur potentiel allergisant [9,11] .

I.4.2.4 :Les parfums

Ils contribuent à l'attractivité du produit final tout en devant rester discrets et non

irritants pour les muqueuses oculaires. Leur intégration est parfois complexe car les molécules parfumées présentent souvent une faible solubilité dans les bases aqueuses [10] .

I.4.2.5 : Les conservateurs

Ce sont des éléments cruciaux pour garantir la stabilité microbiologique de la formule durant toute sa durée de vie. Ils protègent le produit contre les contaminations bactériennes et fongiques. Le choix d'un conservateur est stratégique car son efficacité peut être altérée par l'interaction avec d'autres tensioactifs. Si le formol et les parabènes ont longtemps été la norme, la tendance actuelle s'oriente vers des mélanges synergiques comme l'Euxyl K702 ou le Phénonip [11].

I.4.2.6 : Les agents surgraissants

Ces additifs (huiles végétales comme le ricin, dérivés de lanoline, éthanol amides de coco) visent à compenser l'effet dilapidant des tensioactifs. En reconstituant partiellement le film gras protecteur du cheveu éliminé lors du lavage, ils apportent de la souplesse. On les retrouve principalement dans les soins pour cheveux secs avec un dosage variant de 1 à 5% [10] .

I.4.2.7 : Les solubilisantes

Indispensables pour l'homogénéité du mélange, ils permettent l'incorporation de substances hydrophobes (parfums, huiles essentielles) dans la phase aqueuse. Les alcools (éthylique, propylique) ou les glycols (glycérine, propylène glycol) sont couramment utilisés pour cette fonction [10] .

I.4.2.8 : Les séquestrant (Agents chélatants)

Ces additifs complexent les ions calcium et magnésium présents dans les eaux dures. En empêchant la formation de précipités minéraux, ils préservent la qualité de la mousse et la brillance du cheveu. Les sels de l'acide EDTA sont les plus représentés dans cette catégorie [10] .

I.4.2.9 : Les régulateurs de pH

Afin de respecter l'acidité naturelle du cuir chevelu et de maintenir l'intégrité de la fibre capillaire, le pH d'un shampooing doit être ajusté entre 5 et 7. L'utilisation d'acides organiques, tels que l'acide citrique ou lactique, permet de stabiliser ce paramètre [12] .

I.5 : Mécanismes de la détergence

L'action d'un shampooing repose sur sa capacité à affaiblir les interactions

physico-chimiques qui maintiennent les impuretés fixées sur la fibre capillaire. Le rôle des tensioactifs (TA) est de décrocher ces salissures du substrat pour les mettre en suspension dans la phase aqueuse, permettant ainsi leur élimination lors du rinçage.

I.5.1 : Le mouillage

Le tensioactif diminue la tension superficielle de l'eau, lui permettant de s'étaler parfaitement sur le cheveu et de pénétrer sous les graisses [10].

I.5.2 : Le mécanisme de "Roll-up"

Les molécules de TA s'adsorbent à l'interface entre le sébum et le cheveu, provoquant le décollement de la goutte de gras qui se rétracte sur elle-même [10].

I.5.3 : La solubilisation micellaire

Une fois détachées, les impuretés hydrophobes sont emprisonnées au cœur des micelles formées par les tensioactifs, ce qui empêche leur reposition sur la fibre capillaire [10]

I.6 : Concepts liée au contrôle qualité

Définitions générales

La Norme : Une norme est un document de référence officiel qui définit des spécifications, des critères techniques, des règles ou des directives applicables à des produits, processus ou services. Dans l'industrie cosmétique, les normes (souvent émises à l'échelle internationale par l'ISO ou au niveau national par l'IANOR) fixent les seuils critiques et les protocoles méthodologiques stricts pour garantir que le produit formulé ne présente aucun danger pour la santé humaine et préserve son intégrité physico-chimique.

Le Journal Officiel (JORA) : Le Journal Officiel de la République Algérienne (JORA) est l'organe officiel officiel diffusant les textes législatifs, décrets exécutifs, arrêtés ministériels et règlements juridiques en vigueur. En formulation cosmétique, il constitue le référentiel légal absolu. Il répertorie la liste des substances interdites ou restreintes, fixe les règles de conformité obligatoires, et détermine les exigences légales nationales applicables au contrôle de la qualité et de la sécurité des produits mis sur le marché.

Chapitre II : Les colorants naturels et la coloration capillaire

II.1 : La fibre capillaire

Est le terme scientifique désignant ce que nous appelons communément « cheveux ». Elle est le résultat d'un processus biologique complexe et le reflet de notre état de santé. Chaque cheveu est constitué de plusieurs couches qui, ensemble, lui confèrent force, élasticité et brillance.

Découvrez tout ce qu'il faut savoir sur la fibre capillaire, sa composition, ses différents types et la manière dont elle réagit aux innombrables traitements et agressions auxquels nous la soumettons [13].

Les cheveux revêtent une importance non seulement sur le plan esthétique puisqu'ils jouent un rôle significatif dans notre apparence et dans la façon dont les autres nous perçoivent, mais aussi pour des raisons biologiques et psychologiques :

D'un point de vue biologique, les cheveux contribuent à protéger le cuir chevelu des rayons UV. Ils aident également à réguler la température corporelle grâce à leurs propriétés isolantes et à leur rôle dans la gestion de la transpiration [13] .

- Sur le plan psychologique, les cheveux peuvent être considérés comme le reflet de notre identité personnelle et culturelle, influençant notre estime de soi et servant souvent de moyen d'expression personnelle [13].

II 2 : Les différents types des fibres capillaires

Les types de fibres capillaires sont généralement classés selon leur forme et leur texture. On distingue principalement quatre catégories :

II.2.1 : Cheveux raides

Les mèches sont généralement raides et lisses, et ont tendance à être grasses car le sébum produit par le cuir chevelu se répartit facilement sur toute la longueur de la mèche [14].

II.2.2 : Cheveux ondulés

Ce type de cheveux présente une texture allant d'une légère ondulation à des ondulations plus marquées. Ils ne sont ni raides ni très bouclés, et ont souvent tendance à friser [14].

II.2.3 : Cheveux bouclés

Les mèches forment des boucles ou des spirales bien définies. Ce type de cheveux à tendance à être sec et à manquer d'hydratation, car le sébum a plus de mal à se répartir le long de la tige capillaire [14].

II.2.4 : Cheveux crépus

Ce type de cheveux se caractérise par des boucles très serrées et une texture qui peut paraître très dense. Il est souvent très cassant et sec, car le sébum n'est pas réparti uniformément le long de la tige capillaire [14].

II.3 : Le soin de la fibre capillaire

Pour garder des cheveux sains et brillants, il est essentiel d'adopter une routine de soins adaptée. Cela commence par une hydratation régulière des cheveux, en privilégiant les après-shampoings et les masques capillaires qui retiennent l'hydratation, en particulier pour les cheveux bouclés ou frisés [15] .

Au moment du lavage, il est conseillé d'opter pour des shampoings doux qui nettoient sans priver le cuir chevelu de ses huiles naturelles, et d'espacer les lavages afin de préserver l'hydratation naturelle des cheveux [15] .

II.4 : Mécanisme de la coloration végétal (adsorption des pigments) :

II.4.1 : Un pigment

En biologie, on entend par « pigment » toute substance colorée présente dans une cellule végétale ou animale. Les pigments donnent leur couleur à notre peau, à nos cheveux et à nos yeux. Ils confèrent également leur couleur aux plantes. Les objets peuvent nous apparaître d'une certaine couleur en fonction des pigments qu'ils contiennent, car ceux-ci absorbent et réfléchissent différentes longueurs d'onde de la lumière. Les plantes contiennent trois grands types de pigments : les chlorophylles, les caroténoïdes et les flavonoïdes [16].

II.4.2 : Spectres d'absorption des pigments

La lumière est une gamme d'ondes électromagnétiques.

Nos yeux traduisent certaines longueurs d'onde de la lumière en couleurs spécifiques. Les objets colorés absorbent certaines longueurs d'onde et en reflètent d'autres.

Les chlorophylles, par exemple, n'absorbent pas entre 500 et 600 nm et sont donc vertes. Elles présentent deux pics d'absorption caractéristiques à environ 450 et 650 nm.

Les caroténoïdes absorbent une gamme plus large de longueurs d'onde, allant de 400 à 550 nanomètres (lumière violette à verte). Ils sont donc de couleur jaune, orange ou rouge.

La phycoérythrobiline apparaît rouge car, en raison des sept doubles liaisons de son système conjugué principal, elle absorbe surtout le vert [16].

II.5 : Mécanismes de coloration chimique

Le processus de coloration repose sur l'interaction entre les agents colorants et la

structure biologique du cheveu (cuticule et cortex). On distingue trois modes d'action principaux :

II.5.1 : Coloration Permanente (Oxydation)

Ce mécanisme repose sur une réaction chimique invasive. Un agent alcalin (généralement l'ammoniaque) soulève les écailles de la cuticule, permettant au mélange d'oxydant et de pigments de synthèse de pénétrer au cœur du cortex pour modifier durablement la couleur [17].

II.5.2 : Coloration semi-permanente

Ce procédé est moins agressif car il ne nécessite pas d'oxydation systématique. Les pigments se déposent principalement à la périphérie du cheveu, au niveau des écailles, et s'estompent progressivement après plusieurs lavages [17] .

II 5.3 : Coloration temporaire

Ici, les molécules colorantes ne pénètrent pas la fibre. Elles adhèrent à la surface de la cuticule pour offrir un reflet fugace qui s'élimine dès le premier shampooing [17] .

II.6: Les colorants naturels et les colorants Synthétiques

Limites des colorants de synthèse : L'usage de la chimie de synthèse en coloration présente plusieurs inconvénients majeurs :

- Toxicité et Allergénique : La présence de molécules hautement sensibilisantes, comme la PPD (Paraphénylènediamine) ou le résorcinol, est à l'origine de nombreuses dermatites et réactions allergiques sévères [18].
- Agression de la fibre : L'utilisation répétée d'agents agressifs comme l'ammoniaque dégrade le ciment lipidique du cheveu, le rendant plus sec et fragile[19] .
- Impact environnemental : Les substances telles que les silicones ou les PEG possèdent une faible biodégradabilité, entraînant une pollution persistante des milieux aquatiques [19] .

Avantages du naturel : À l'inverse, la formulation à base de pigments végétaux offre des bénéfices durables :

- Biodégradabilité : Les matières premières végétales sont par nature biodégradables et respectueuses de l'écosystème [19] .
- Soin apporté au cuir chevelu: L'absence de précurseurs chimiques agressifs réduit drastiquement les risques d'irritation, préservant ainsi l'équilibre de la peau [19] .
- Aspect écoresponsable: L'utilisation de plantes tinctoriales s'inscrit dans une démarche de cosmétique durable, limitant l'exposition aux perturbateurs endocriniens et aux

polluants industriels [19] .

II.7 : Classification des colorants d'origine naturelle

Pigments naturels Sont des substances colorantes issues de sources minérales, végétales ou animales. Utilisés depuis l'Antiquité, ils constituent la base de nombreuses techniques artistiques, de la peinture à la teinture textile. Contrairement aux pigments synthétiques, ils offrent des couleurs riches et profondes, souvent associées à une symbolique forte [20].

II.7.1 : Les différentes origines des pigments naturels

II.7.1.1 : Les pigments minéraux

Ils sont extraits directement de la terre et des roches. Certains nécessitent une simple transformation mécanique (broyage, tamisage), tandis que d'autres subissent des modifications thermiques pour révéler toute leur intensité :

- Ocre : issu d'argiles riches en oxydes de fer, sa couleur varie du jaune au rouge.
- La terre de Sienne et l'ombre : des argiles aux couleurs naturelles, chauffées pour en intensifier les teintes.
- L'azurite et la malachite : des pierres semi-précieuses utilisées pour obtenir des bleus et des verts éclatants.
- Le cinabre naturel : un pigment rouge foncé issu du sulfure de mercure (rare et toxique, aujourd'hui souvent remplacé) [21].

II.7.1.2 : Les pigments végétaux

Ils proviennent de racines, feuilles, fleurs ou écorces et nécessitent souvent une extraction sous forme de poudres ou de macérations :

- L'indigo : célèbre pour ses nuances de bleu profond, il est extrait des feuilles de la plante d'indigo.
- La garance : plante dont la racine produit un colorant rouge foncé, utilisé en teinture et en peinture.
- Le curcuma : une couleur jaune vif, utilisée aussi bien en cuisine que dans les arts traditionnels.
- La chlorophylle : un pigment vert d'origine végétale, parfois utilisé dans les encres et les peintures naturelles [20].

II.7.1.3 : Les pigments animaux

Plus rares aujourd'hui, ces pigments ont longtemps été prisés pour leur intensité :

- Le pourpre de Tyr : un colorant violet foncé extrait de coquillages, autrefois réservé aux

dignitaires.

- Noir d'os : obtenu par calcination d'os d'animaux, ce qui donne un noir dense et profond.
- Le carmin (cochenille) : un pigment rouge vif obtenu à partir d'insectes séchés et broyés[22] .

II.8 : Les Défis de la Formulation d'un Shampooing Colorant Naturel

La conception d'un système lavant capable de déposer des pigments naturels sur la fibre capillaire représente un défi complexe en génie de la formulation. Trois obstacles majeurs doivent être surmontés pour garantir l'efficacité et la stabilité du produit [22].

II.8.1 : La solubilisation et dispersion des pigments

L'un des premiers enjeux techniques réside dans l'incorporation de pigments souvent hydrophobes (comme certains flavonoïdes ou caroténoïdes) au sein d'une phase aqueuse riche en tensioactifs [22] .

Analyse technique : la difficulté majeure est de maintenir une dispersion homogène sans recourir à des solvants synthétiques agressifs. En cosmétique naturelle, le formulateur doit privilégier des solubilisantbiosourcés ou des systèmes micellaires spécifiques pour éviter que les particules colorantes ne s'agglomèrent ou ne sédimentent au fond du flacon [23] .

II.8.2 : La stabilité physico-chimique et le contrôle du pH

Contrairement aux colorants de synthèse, les molécules chromophores végétales sont extrêmement sensibles aux variations de leur environnement, notamment à l'acidité du milieu.

Analyse technique : Comme le souligne dans ses travaux sur la cosmétologie, le maintien d'un pH précis est crucial pour la stabilité de la couleur. Une dérive du pH, même légère, peut modifier la structure chimique du pigment (phénomène de virage colorimétrique) ou altérer la viscosité du shampooing, rendant le produit instable au cours du temps. La gestion de l'oxydation des polyphénols naturels constitue également un point critique pour la conservation des reflets [2] .

II.8.3: L’affinité et substantiviste lors du rinçage

Le défi le plus important pour un shampooing est de permettre au pigment de se fixer sur la kératine alors que le produit est destiné à être rincé rapidement. C'est ce qu'on appelle la substantivité.

Analyse technique : Une étude de démontre que les colorants naturels possèdent souvent une affinité plus faible pour le cheveu que les molécules d'oxydation. Le temps de

contact étant limité lors du lavage, la formulation doit être optimisée pour favoriser le transfert de masse des pigments vers la cuticule. L'utilisation d'agents de conditionnement naturels (gomme guar, protéines de blé) peut aider à "sceller" les pigments sur la fibre pour limiter leur dégorgement immédiat [1] .

II.9 : L'importance du pH dans le soin capillaire

La formulation des soins capillaires doit donc se rapprocher du ph naturel. Les shampoings solides à base de savon, souvent ph basique, peuvent détériorer la cuticule et accroître la porosité. Privilégier des soins au ph acide ou légèrement ph neutre est conseillé pour préserver la qualité capillaire [1] .

II.9.1: Le rôle du pH dans la structure et l'apparence des cheveux

Le pH est un facteur essentiel dans les soins capillaires, car il influe directement sur la structure et la santé des cheveux. Un pH inadapté ouvre les écailles de la cuticule, expose la fibre capillaire à la déshydratation et réduit sa protection naturelle. Cette ouverture entraîne une porosité accrue, rendant les cheveux plus vulnérables aux agressions extérieures [1] .

Un pH trop alcalin entraîne une perte de brillance et un aspect terne, tandis qu'un pH trop acide peut affaiblir la structure interne. Des produits adaptés aident à préserver la souplesse et la résistance du cortex, la zone riche en kératine responsable de la force et de la couleur des cheveux. Le contrôle de ce facteur optimise la protection du film hydrolipidique et limite les déséquilibres [1] .

Le pH naturel du cuir chevelu et des cheveux se situe entre 4,5 et 5,5, garantissant un pH équilibré et optimal pour préserver la santé des cheveux. Le maintien de cet équilibre aide les écailles de la cuticule à se refermer et permet de retenir l'hydratation [1] .

Chapitre III : protocoles expérimentaux et méthodologie

III.1: Introduction

La formulation d'un shampoing naturel colorant répond à la recherche de soins capillaires plus doux et respectueux de la fibre capillaire.Elle associe une base lavanted'originevégétalede la poudre tinctoriale issue de plantes. L'objectif est d'obtenir un produit nettoyant qui apporte en même temps un reflet colore naturel.

Contrairement à la coloration chimique, ce type de shampooing ne modifie pas la structure de cheveu de manière irréversible le choix des matièrespremière doit garantir à la fois la sécurité, la stabilité et l'efficacité de produit.

Cette partie pratique illustre donc l'ensemble des étapes de conception des de caractérisation du shampooing formule

III.2 : Présentation du lieu de stage

Notre stage pratique s'est déroulé au sein d'un laboratoire de contrôle de la qualité et conformité (ASSIL LAB) cite dans EL RICHE 07 GRP M 143/BOUIRA, Ce laboratoire réalise des analyses physico-chimiques et microbiologiques sur une large gamme de produits, telle que agroalimentaire, cosmétique et détergent, sols agricole/engrais, aliment de bétail, les eaux, produis pharmaceutique. Dans le respect des normes en vigueur.

Ce stage avait pour objectif de nous familiariser avec les pratiques du contrôle qualité en milieu professionnel, d'appliquer les connaissances théoriques acquises durant notre formation, et de maîtriser les différentes techniques d'analyses utilisées en laboratoire.

Travaux réalisés :

a) Analyses physico-chimiques

Dans le cadre des analyses physico-chimiques, nous avons participé à la détermination de paramètres tels que le pH, la conductivité, l'acidité, la teneur en eau, la teneur en cendres, acidité titrable ainsi que d'autres paramètres spécifiques selon la nature des produits analysés. Ces analyses ont été réalisées selon des méthodes normalisées et à l'aide d'appareils calibrés.

b) Analyses microbiologiques

Concernant les analyses microbiologiques, nous avons effectué des dénombrements de germes totaux, la recherche de germes pathogènes (tels que les Staphylocoques, les Salmonelles, les Coliformes, etc.), ainsi que des contrôles de stérilité, dans le strict respect des règles d'asepsie et des bonnes pratiques de laboratoire (BPL)."

Ce stage nous a permis d'acquérir une expérience pratique précieuse, de renforcer

notre rigueur scientifique et notre sens de l'organisation. Il nous a également sensibilisés à l'importance du contrôle qualité comme outil indispensable à la protection du consommateur et à la conformité des produits aux exigences réglementaires.

III.3 : Matériels et méthode

III.3.1 : Matériels utilisé

III.3.1.1 : Les appareils

- Appareils de mesure et de précision
- Balance de précision (0.01g)
- pH-mètre électronique
- Agitateur magnétique
- Agitateur mécanique Jar tester
- Plaque chauffante.

III.3.1.2 : Verrerie de laboratoire

- Béchers (50ml, 500ml et 600ml)
- Éprouvettes graduées (50ml, 500ml)
- Tige en verre (Agitateur manuel)
- Verre de montre
- Pipettes graduée
- Erlenmeyer.

III.3.1.3 : Accessoires et petit matériel

- Spatules en inox
- Pissette d'eau distillée
- Entonnoir
- Flacon de conditionnement
- Papier filtre.

III.3.2 : Matières premières et ingrédients

III.3.2.1 : Ressources végétales (Actifs et colorants)

1. La Betterave (*Beta vulgaris*) et *la Bétanine*

- Origine et contexte : La betterave rouge (*Beta vulgaris L.)* appartient à la famille des Amaranthaceae. En formulation, elle est la source principale de bétaïnes, des pigments azotés vacuolaires.
- Caractérisation de la molécule : Le pigment majoritaire est la bétanine (C24H26N2O13), un hétéroside résultant de la condensation de l'acide bétalamique avec la cyclo-DOPA.

- Propriétés de formulation :

Solubilité : Pigment strictement hydrosoluble, facilitant son insertion dans la phase aqueuse.

Stabilité : Très sensible aux facteurs extrinsèques. Son maximum de stabilité se situe à un pH compris entre 4,0 et 5,0.

2. **Le Curcuma (*Curcuma longa*) et *la Curcumine***

- Analyse phytochimique : Le rhizome contient des curcuminoïdes, dont le plus actif est la curcumine (C21 H20 O6), un polyphénol hydrophobe.
- Comportement chimique : Molécule lipophile. Dans un shampooing aqueux, elle nécessite l'inclusion dans les micelles des tensioactifs (*Decyl Glucoside*) pour éviter la sédimentation.

3. Le Henné (*Lawsoniainermis*) et *la Lawson*

- Le pigment : La lawsone (2-hydroxy-1,4-naphtoquinone) est une molécule de faible poids moléculaire (C10 H6 O 3).
- Mécanisme d'interaction (Réaction de Michael) : Contrairement aux pigments de surface, la lawsone interagit avec la kératine par

4. L'Hibiscus (*Hibiscus sabdariffa*) et *les Anthocyanes*

- Origine : Issu de la famille des Malvaceae, l'hibiscus est connu pour sa richesse en pigments antioxydants.
- Molécule : Les principes colorants sont les anthocyanes (*delphinidine et cyanidine-3-sambubioside*), des pigments flavonoïdes responsables de la teinte rouge pourpre.
- Formulation Solubilité : Totalement hydrosoluble, facilitant son incorporation en phase aqueuse.
- Stabilité : Très sensible à la chaleur et au pH. Elle est optimale en milieu acide (pH 2 à 4), condition nécessaire pour maintenir l'intensité de la couleur et éviter le virage chromatique.

5. L'eucalyptus (*Eucalyptus globulusLabill.)*

Appartenant à la famille des Myrtaceae, est un arbre originaire d'Australie, largement cultivé dans les régions tempérées et méditerranéennes. Ses feuilles sont utilisées pour l'extraction d'hydrolats et d'huile essentielles, riches en composés volatils aux propriétés thérapeutiques et cosmétiques.

- Intérêt cosmétique : Dans un shampooing colorant, l'eucalyptus est utilisé pour :

✓ Ses propriétés antiseptiques et purifiantes

✓ Son effet rafraîchissant et tonifiant

✓ Son rôle de stabilisant aromatique.

6. Huile du Citron (*Citrus limon*)

Le citron (*Citrus limon L.*), appartenant à la famille des Rutacées, est un agrume largement cultivé dans les régions méditerranéennes. Le péricarpe (*zeste*) du fruit est utilisé pour l'extraction d'huile essentielle, riche en composés aromatiques et bioactifs.

- Intérêt cosmétique : Dans un shampooing colorant, le citron est utilisé pour :

✓ Ses propriétés antiseptiques et purifiantes

✓ Son effet antioxydant

✓ Son parfum frais et tonique.

III.3.2.2 : Corps gras et agents d'hydratation

1. Huile d'amande douce (*Prunus dulcis*)

L'huile d'amande douce est principalement constituée de triglycérides, dont le constituant majeur est le trioléate de glycéryle (formule moléculaire : C57H104O6.

- Rôle fonctionnel : Elle agit comme un agent émollient et sur graissant.
- Mécanisme technique : En raison de sa structure riche en acides gras insaturés, elle forme un film protecteur à la surface de la fibre capillaire. Dans un shampooing colorant, ce film limite le soulèvement excessif des écailles de la cuticule, favorisant ainsi une meilleure rétention des pigments naturels par adsorption.
- Rôle : Apporte un toucher soyeux et calme les irritations potentielles du cuir chevelu. Riche en triglycérides d'acide oléique.

2. Glycérine Végétale (*Glycérol*)

La glycérine végétale, ou glycérol, est un polyol naturel obtenu par hydrolyse des huiles végétales, principalement issues du colza, du soja ou du palmier. Elle est largement utilisée en cosmétique pour ses propriétés hydratantes.

- Propriétés physico-chimiques : La glycérine est une molécule de formule $C_3H_8O_3$, très hydrosoluble et hygroscopique. Elle agit comme un humectant.
- Intérêt cosmétique ; Dans un shampooing colorant, la glycérine végétale joue un rôle essentiel :

✓ Elle hydrate la fibre capillaire

✓ Elle contribue à la stabilité de la formulation.

III.3.2.3 : Polymères et Tensioactifs

1. Coco Glucoside et la balance HLB

Le Coco Glucoside appartient à la famille des *Alkylpolyglucosides* (APG). Sa

structure moléculaire est composée d'une tête polaire glucose (hydrophile) et d'une chaîne alkyle grasse (lipophile) de longueur C8 à C16. Sa formule générale est CnH2n+1O (C6H10O5xH)(KLEIN, 2010).

- Balance Hydrophile-Lipophile (HLB) : Le Coco Glucoside présente une valeur HLB élevée, généralement située entre 11 et 12. Cette valeur, calculée selon la méthode de confirme son caractère hydrophile dominant.
- Propriétés en formulation : Grâce à cette HLB, il assure une détergence efficace tout en étant capable de solubiliser des substances légèrement hydrophobes dans la phase aqueuse (l'hydrolat). Contrairement aux tensioactifs sulfatés, sa structure non-ionique)

2. Gomme Xanthane

La gomme xanthane est un polysaccharide naturel produit par fermentation de sucres (issus de la betterave ou du maïs) par la bactérie Xanthomonascampestris.

- Propriétés physico-chimiques

✓ Polymère hydrosoluble

✓ Résistante aux variations de pH et de température

✓ Compatible avec la plupart des tensioactifs et additifs cosmétiques.

- Intérêt cosmétique

Dans un shampooing colorant, la gomme xanthane est utilisée comme agent de texture :

✓ Elle augmente la viscosité et améliore la stabilité de la formulation.

✓ Elle facilite l'application du produit sur les cheveux.

✓ Elle contribue à la suspension homogène des pigments et des actifs.

III.3.2.4 : Système de Conser²vation et Régulation Ionique

1. Benzoate de Sodium

Le benzoate de sodium est le sel de sodium de l'acide benzoïque. C'est un agent de conservation largement utilisé dans l'industrie cosmétique biologique pour son efficacité contre les bactéries.

- Propriétés physico-chimiques :

✓ Formule moléculaire :C7H5NaO2.

✓ Conditions d'efficacité : Son activité est strictement. Dépendante du pH. Il ne devient actif que sous sa forme acide (acide benzoïque), ce qui nécessite un pH final de la formulation inférieur à 5,5.

- Intérêt cosmétique :

- ✓ Assure la protection microbiologique du produit fini.
- ✓ Accepté par les référentiels de cosmétique naturelle (*Ecocert, COSMOS*).

2. Le Sorbate de Potassium

Le sorbate de potassium est le sel de potassium de l'acide sorbique. Il complète l'action du benzoate de sodium en ciblant spécifiquement les micro-organismes fongiques.

- Propriétés physico-chimiques :

- ✓ Formule moléculaire :C6H7KO2.
- ✓ Stabilité : Tout comme le benzoate, il nécessite un milieu acide pour être efficace. Il est également sensible à l'oxydation, d'où l'importance de la présence de Vitamine E (Tocophérol) dans ta formule pour stabiliser l'ensemble.

- Intérêt cosmétique :

- ✓ Garantit la stabilité visuelle et olfactive du shampooing en évitant toute contamination fongique.
- ✓ Considéré comme l'un des conservateurs les plus doux pour le cuir chevelu sensible.

3. Acide Citrique

L'acide citrique est un acide organique tricarboxylique naturellement présent dans les agrumes (citron, orange). En formulation cosmétique, il est l'agent de référence pour la modulation de l'acidité des produits aqueux. Formule moléculaire :C6H8O7.

- Intérêt cosmétique :

- ✓ Ajusteur de pH : Indispensable pour activer le système de conservation (benzoate et sorbate).
- ✓ Agent chélatant : Il aide à neutraliser les ions métalliques présents dans l'eau calcaire, évitant ainsi que les cheveux ne deviennent ternes.
- ✓ Innocuité : Ingrédient biodégradable et non irritant aux concentrations d'usage (environ 0,1 % à 0,5 % selon le pH cible).

III.4 : Les proportions des ingrédients

Les tableaux ci-après représente les différentes proportions des composés utilisés dans la formulation des différents shampoings.

Tableau III 1: Proportions des ingrédients du shampooing à base du lawson et curcuma.

Base liquide	**Hydrolat eucalyptus**	**300 ml**
Agents colorants (poudre)	Poudre de Lawson	10.3 g
	Poudre de curcuma	26.3g

Tension actif	coco glucoside	20 ml
Gélifiants	Gomme de xanthane	2 g
humectant	Glycérine végétale	23 ml
conservation	Benzoate de sodium	1.15 g
	Sorbate de potassium	1.15 g
parfum	Huile essentielle de citron	2ml
	Parfum citron	0.5 ml
Agent Nourissant et protecteur	Huile d'amande douce	10 ml
Ajusteur de pH	Acide citrique en solution	Des gouttes

Tableau III 2: Proportions des ingrédients du shampooing à base du lawson et betterave.

Base liquide	**Hydrolat eucalyptus**	**300 ml**
Agents colorants (poudres)	Poudre de betterave	26.3g
	Poudre de Lawsone	10.3 g
Tension actif	coco glucoside	20 ml
Gélifiants	Gomme de xanthane	2 g
humectant	Glycérine végétale	23 ml
conservations	Benzoate de sodium	1.15 g
	Sorbate de potassium	1.15 g
parfum	Huile essentielle de citron	2ml
	Parfum citron	0.5 ml
Agent Nourissant et protecteur	Huile d'amande douce	10 ml
Ajusteur de pH	Acide citrique en solution	Des gouttes

Tableau III 3: Proportions des ingrédients du shampooing à base du Lawson et hibiscus.

Base liquide	**Hydrolat eucalyptus**	**300 ml**
Agents colorants (poudres)	Poudre de Lawsone	10.3 g
	Hibiscussabdarrifa (INCI)	26.3g
Tension actif	coco glucoside	20 ml
Gélifiants	Gomme de xanthane	2 g
humectant	Glycérine végétale	23 ml
conservations	Benzoate de sodium	1.15 g

	Sorbate de potassium	1.15 g
parfum	Huile essentielle de citron	2ml
	Parfum citron	0.5 ml
Agent Nourissant et protecteur	Huile d'amande douce	10 ml
Ajusteur de pH	Acide citrique en solution	Des gouttes

III.5 : Protocole de formulation des shampoings

III.5.1 : Protocole d'extraction de l'huile essentielle de citron

L'huile essentielle de citron est obtenue par hydro distillation au moyen d'un appareil de type Clevenger.

a) Matériel et réactifs

- Péricarpes(zestes) de citrons frais environ 500 g.
- Dispositif : extracteur en acier inoxydable (type cocotte-minute) ; appareil de Clevenger en verre borosilicaté ; chauffe-ballon ou plaque chauffante.
- Solvant : eau distillée.

b) Préparation de l'échantillon

On lave soigneusement les fruits à l'eau distillée afin d'éliminer toute impureté superficielle. Le zeste (épicarpe) est prélevé à l'aide d'un scalpel ou d'un éplucheur, en évitant la partie blanche (mésocarpe), pauvre en poches sécrétrices d'essence. Les zestes sont ensuite découpés en petits fragments pour accroître la surface d'échange et favoriser la libération des composés aromatiques.



Figure III 1: Zeste de citron.

c) Mode opératoire

- Chargement : les zestes sont introduits dans la cuve en inox, puis recouverts d'un volume d'eau distillée suffisant pour les immerger.
- Montage : la cuve est fermée hermétiquement et l'appareil de Clevenger est adapté sur l'orifice supérieur du couvercle. Les joints sont rendus étanches à l'aide de ruban téflon ou de graisse silicone si nécessaire.
- Chauffage : le mélange est porté à ébullition. La vapeur d'eau, chargée de molécules aromatiques, s'élève vers le condenseur.
- Condensation : au contact du réfrigérant, les vapeurs se condensent et retombent dans le tube gradué du clevenger.
- Séparation : grâce à leur densité plus faible, les huiles essentielles surnagent à la surface de l'eau (hydrolat). L'excès d'eau est automatiquement renvoyé dans la cuve par le tube de retour.
- Durée : l'extraction se poursuit environ trois heures après l'apparition de la première goutte de distillat, jusqu'à épuisement complet de la matière végétale.

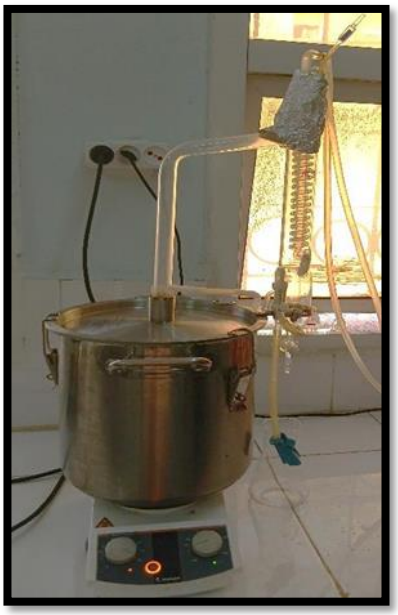

Figure III 2: Clevenger utilisé.

- **Post-extraction et stockage**

La phase organique (huile essentielle) est récupérée avec précaution via la vanne de

vidange du clevenger. On mesure le volume recueilli et on calcule le rendement (R) selon la formule :

$$R\,(\%) = \frac{\text{m huile obtenue}}{\text{m zestes utilisés0}} * 100 \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

$$R\,(\%) = \frac{5}{550} = 0{,}9\%$$

Le rendement de 0.9% obtenu est conforme aux données de littérature pour huile essentielle de citron généralement entre 0.3% et 1.2% sur matière fraiche.

Cette valeur indique que l'extraction a été réalisée dans des conditions acceptables, sans perte majeures de composé volatils.

Enfin, l'huile essentielle est conservée dans un flacon en verre ambré, à l'abri de la lumière et de la chaleur (réfrigérateur à 4 °C), afin de limiter l'oxydation des terpènes, notamment du limonène.

III.5.2 : Protocole d'obtention de l'hydrolat d'Eucalyptus (Eucalyptus globulus) par hydro distillation

L'extraction a été réalisée au labo par hydro distillation, avec un montage Clevenger monté sur un ballon à fond rond. Ce système permet de séparer les phases en utilisant la vapeur d'eau pour entraîner les composés.

a. Matériel utilisé

- Verrerie : un ballon à fond rond (2 L)
- Un appareil de Clevenger,
- Réfrigérant à serpentin.
- Chauffe-ballon électrique adapté à la taille du ballon.
- Plante : des feuilles d'eucalyptus fraîches, coupées en morceaux.
- Régulateurs d'ébullition : quelques grains de pierre ponce pour que l'ébullition soit homogène.

b. Protocole

- Remplissage : Après avoir placé les feuilles d'eucalyptus dans le ballon, nous y avons ajouté de l'eau distillée jusqu'à couvrir environ les deux tiers de la matière végétale.
- Montage : Le ballon a été fixé sur le chauffe-ballon, puis nous avons installé l'appareil de clevenger verticalement sur son col. Le réfrigérant a ensuite été raccordé

au circuit d'eau froide (entrée en bas, sortie en haut).

- Démarrage : Une fois le chauffe-ballon allumé, l'ébullition a permis aux vapeurs chargées de principes actifs de monter dans le clevenger.
- Distillation : Sous l'effet du réfrigérant, la vapeur s'est condensée. Le mélange d'huile et d'eau s'est écoulé dans la branche graduée : l'huile essentielle, plus légère, s'est stabilisée en surface tandis que l'hydrolat retournait en partie vers le ballon par siphonage.



Figure III 3: Montage d'hydro distillation eucalyptus.

- Durée : L'opération a été maintenue pendant environ trois heures, jusqu'à ce que nous constations la stabilisation du volume d'huile dans la colonne.
- Récupération de l'hydrolat

Une fois l'extraction terminée et le système refroidi, nous procédons comme suit :

✓ Nous avons récupéré d'abord l'huile essentielle via le robinet inférieur du Clevenger.

✓ Nous avons recueilli ensuite l'hydrolat présent dans le ballon.

III.5.3 : Protocole de préparation de la poudre de betterave (Beta vulgarise)

Afin de préserver au mieux ses chromophores, nous avons opté pour un procédé de déshydratation à basse température.

a) Matériel et réactifs

- Matière première : betteraves rouges fraîches, bien fermes.
- Appareillage : éplucheuse, étuve, broyeur à couteaux tamis.

b) Préparation et prétraitement

Nous avons nettoyé soigneusement les tubercules afin d'éliminer toute trace de terre. La peau a été ensuite retirée pour ne conserver que la chair, naturellement riche en pigments. Nous avons après coupé la betterave en fines rondelles d'environ 2 mm d'épaisseur. Cette étape a permis d'augmenter la surface d'échange pour accélérer le séchage.

- Séchage et déshydratation

Le séchage a été effectué à l'étuve à une température constante de 50°C, pendant 6 heures. L'opération a été maintenue jusqu'à ce que les copeaux deviennent cassants et perdent environ 80% de leur poids initial.

- Broyage et tamisage

Les copeaux secs dans un broyeur à haute vitesse, en procédant par impulsions brèves pour éviter tout échauffement de la poudre.

La poudre obtenue a été passée à travers un tamis de 250 µm. Cette étape nous a permis d'obtenir une granulométrie fine et homogène, facilitant ainsi sa dispersion dans la phase aqueuse du shampooing.

- Stockage

Enfin, nous avons conservé la poudre dans un flacon en verre teinté, hermétiquement fermé et à l'abri de l'humidité, les bétaïnes étant particulièrement photosensibles.

III.5.4 : Etapes de formulation des shampoings naturels

La formulation de notre shampooing repose sur un procédé de mélange à froid et à chaud modéré, structuré en cinq étapes clés afin de garantir l'homogénéité du système et la stabilité des principes actifs naturels.

- **Etape 1 : Extraction aqueuse des pigments**

L'objectif a été d'extraire les pigments hydrosolubles (bétaïnes, curcumine, lawsone) en utilisant l'hydrolat d'Eucalyptus.

- ✓ Une quantité de 300 ml d'hydrolat d'Eucalyptus ont été introduite dans un bécher de 600 ml.
- ✓ Les poudres tinctoriales ont ensuite été ajoutées successivement selon le les tableaux 01,02et03
- ✓ Le mélange a été placé sous agitation magnétique constante, puis chauffé au bain-marie à 45°C pendant 20 minutes. Cette température modérée a favorisé l'extraction sans dégrader les pigments thermosensibles.

- ✓ Filtration critique **:** Afin d'éliminer les résidus insolubles, nous avons procédé à une filtration sur entonnoir de Büchner sous vide. Le filtrat obtenu était limpide et intensément coloré.



Figure III 4: Extraction aqueuse des pigments.

- **Étape 2 : Formation du gel (Phase A)**

Cette étape a permis de définir la viscosité et la stabilité du produit fini.

1. Nous avons mélangé 23 g de glycérine végétale avec 2 g de gomme xanthane.
2. La gomme a été saupoudrée en pluie fine sous agitation rapide afin d'éviter la formation de grumeaux.
3. Le filtrat coloré de l'étape 1 a été incorporé progressivement à cette préparation.
4. Nous avons laissé reposer le mélange durant 10 minutes pour permettre une hydratation complète des polymères et l'obtention d'un gel homogène.

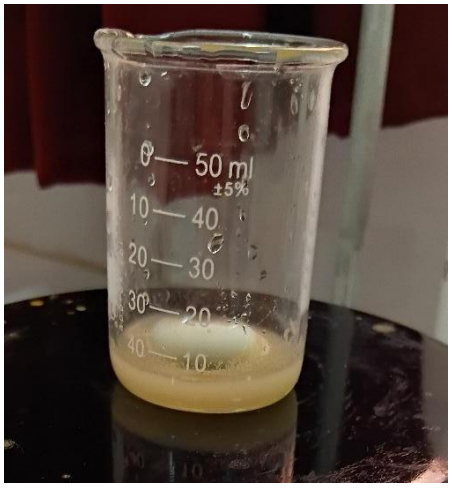

Figure III 5: Formation du gel

- **Étape 3 : Introduction des tensioactifs et des corps gras (Phase B)**

1. Un volume de 20 ml de coco glucoside a été incorporé sous agitation lente à l'aide d'un appareil jar test pour minimiser la formation excessive de mousse
2. Enfin, 10 ml d'huile d'amande douce ont été introduits. L'agitation a été maintenue jusqu'à l'obtention d'une émulsion micellaire uniforme.

- **Étape 4 Optimisation organoleptique et stabilisation microbiologique (Phase C)**

Cette phase s'effectue impérativement à une température inférieure à **35°C** pour préserver les molécules volatiles et la stabilité du conservateur.

1. Un volume de 10 ml d'huile essentielle d'eucalyptus et citron été incorporé pour l'apport olfactif et les propriétés purifiantes
2. Une quantité de 2.3g de benzoate de sodium st sorbate de potassium a été ensuite rajoutée.

- **Étape 5 : Ajustement final du pH**

Le contrôle du pH est l'étape ultime garantissant l'innocuité et l'efficacité du produit la procédure de la mesure est comme suivie :

1. Mesurer le pH à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné
2. Ajuster le mélange goutte à goutte avec une solution d'acide citrique (10%) jusqu'à l'obtention d'un pH égal à 5,5.

A. Justification technique *:* Ce pH acide est crucial pour la stabilité chromatique des pigments de betterave. De plus, il favorise la fermeture des écailles de la cuticule capillaire, emprisonnant ainsi les pigments et apportant de la brillance au cheveu.

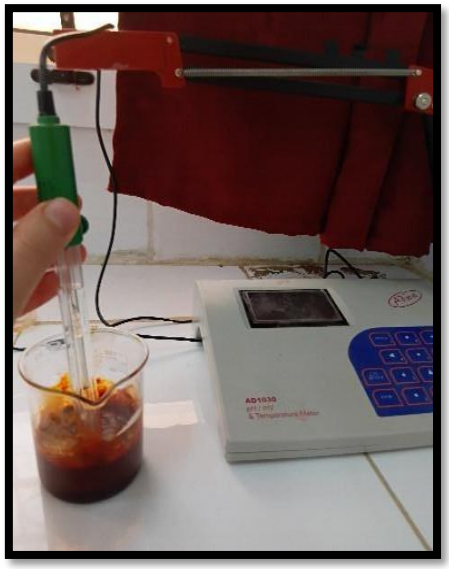

Figure III 6: Ajustement du pH final.

III.5.5 : Adaptation de la formulation selon la nuance colorante

Afin de proposer une gamme de shampooings adaptés à différents reflets capillaires, nous avons décliné notre base formulaire en trois variantes chromatiques. Le protocole de fabrication reste identique à celui décrit précédemment, à l'exception de la Phase d'Extraction (Étape 1) où la nature des pigments végétaux varie. Le tableau 4 récapitule les trois variantes réalisées.

Tableau III 4: Caractéristique des différentes variantes de shampoing colorants formulées.

Variantes	Pigment Principal	Source Végétale	Reflet obtenu
N°1 : Doré	Curcumine + Lawsone	*Curcuma longa*	Jaune vif / Doré
N°2 : Cuivré	Lawsone + Bétalaïnes	*Henné* + *Betterave*	Rouge orangé / Cuivré
N°3 : Pourpre	Anthocyanes	*Hibiscus sabdariffa* (Karkadé)	Violacé / Pourpre

III.6 : Difficultés rencontrées et optimisation de la formule

Au cours de nos essais, nous avons rencontré deux difficultés majeures : une viscosité trop élevée et la présence de bulles d'air emprisonnées.

A. Problème 01 : Une viscosité excessive

Nous avons remarqué que le gel était trop épais, ce qui rendait le shampooing difficile à verser et à étaler. Ce phénomène s'explique par une forte interaction entre la

gomme xanthane et les principes actifs des plantes. Un mélange trop visqueux bloque le mouvement des molécules et empêche le produit d'être fluide.

B. Problème 02 : L'emprisonnement des bulles d'air

Lors de l'ajout des tensioactifs, de l'air s'est introduit dans la préparation. À cause de la forte épaisseur du gel, ces bulles n'ont pas pu remonter à la surface et sont restées piégées à l'intérieur. Cela donnait au shampooing un aspect trouble et moins esthétique.

- **Solutions apportées**

Pour corriger ces aspects nous avons procédé à :

- ✓ Réduction légère de la quantité de la gomme xanthane, afin d'obtenir une texture plus souple et plus fluide
- ✓ Agitation lente en utilisant un agitateur mécanique à vitesse très lente. Cela a permis de bien mélanger les ingrédients sans "fouetter" la préparation, évitant ainsi la formation de la mousse et de bulles
- ✓ Nous avons laissé reposer le produit final pendant plusieurs heures. Ce temps de repos a permis aux bulles résiduelles de s'échapper naturellement, rendant le shampooing parfaitement homogène et limpide.

III.7 : Contrôle qualité physico chimique

III.7.1 : Mesure et stabilité du pH final

La mesure du pH sert à vérifier l'équilibre acide-base de la formule pour garantir son innocuité cutanée et sa stabilité chimique. Elle permet de s'assurer que le milieu reste favorable à l'efficacité des actifs et à la conservation du produit dans le temps.

- La mesure a été effectuée à l'aide d'un pH-mètre digital de précision, étalonné au préalable avec trois solutions tampons (pH 4,0 et 7,0 et 10.0).
- La sonde est immergée directement dans le gel après 24h de repos, pour stabiliser les interactions entre tensioactifs et polymère.
- La valeur est relevée après stabilisation de l'affichage.

III.7.2 : Mesure et stabilité de la conductivité

- La mesure a été effectuée à l'aide d'un conductimètre digital de précision.
- La sonde est immergée directement dans le gel après 24h de repos.

- La valeur est relevée après stabilisation de l'affichage.

III.7.3 : Étude de la stabilité à court terme (Stabilité accélérée)

L'objectif de cette étude est de s'assurer que les formulations restent homogènes et conservent leurs propriétés physico-chimiques.

- Pour ce faire, un suivi a été réalisé sur une période de 14 jours.

III.7.4 : Recherche d'extrait sec

Assurer que la couleur des formulations reste identique à elle-même malgré le passage du temps et l'exposition à des facteurs externes, afin de réaliser ce test ont procédé comme suit :

- Un échantillon de 5g de shampooing a été prélevé à l'aide d'une balance puis il a été mis dans l'étuve jusqu' au poids devenu stable.
- La masse de l'échantillon est noté après l'étuvage.
- Le taux d'extrait sec est calculé selon l'équation suivante :

$$H\% = \frac{\mathrm{mf} - \mathrm{m_v}}{\mathrm{me}} * 100 \ldots\ldots\ldots(2)$$

$$= \frac{126.40 - 125.50}{5.07} * 100 = 17.75\%$$

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1: Résultats et discussions des analyses effectuées

IV.1.1 : Résultats et discussions des analyses microbiologiques

A. Résultats des analyses microbiologiques de la matière première

Le tableau ci-après représente les analyses microbiologiques de l'hydrolat d'eucalyptus, l'extrait hibiscus, la gomme xanthate et Coco glucoside.

Tableau IV 1: Résultat de l'analyse microbiologique de l'hydrolat d'eucalyptus.

Paramètres	résultats			normes		référence
	Unité 1	Unité 2	Unit 3	m	M	
1) Flore mésophile à 30°C (Nbr. /1ml)	abs	abs	abs	$\leq 10^3$	$\leq 2\times10^3$	1207
2) Levure Moisissures à 22°C (Nbr/1ml)	<10	<10	<10	$\leq 10^2$		/
3) Escherichia coli	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		/
4) Staphylococcus aureus	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		15164

Tableau IV 2: Résultat de l'analyse microbiologique de l'extrait hibiscus.

Paramètres	Résultats			Normes		Référence
	Unité 1	Unité 2	Unité 3	m	M	
1) Flore mésophile à 30°C (Nbr. / 1 ml)	abs	abs	abs	$\leq 10^3$	$\leq 2\times10^3$	1207
5) Pseudomonas Aéroginosa	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		/

Tableau IV 3: Résultat de l'analyse microbiologique de la gomme xanthate.

Paramètres	Résultats			Normes		Référence
	Unité1	Unité 2	Unité 3	m	M	
2) Levure moisissures à 22°C (Nbr./1 ml)	<10	<10	<10	$\leq 10^2$		/

Tableau IV 4: Résultat de l'analyse microbiologique de Coco glucoside.

Paramètres	Résultats			Normes		Référence
	Unité 1	Unité 2	Unité 3	m	M	
1) Flore mésophile à 30°C (Nbr/ 1 ml)	abs	abs	abs	$\leq 10^3$	$\leq 2\times10^3$	1207

- **Discussion des résultats microbiologique de nos matières premières**

L'analyse microbiologique de nos matières premières était une étape indispensable avant de passer à la formulation. L'objectif était de s'assurer que les ingrédients de base ne présentaient aucun risque de contamination qui pourrait compromettre la stabilité ou la sécurité de notre produit final.

D'après les résultats obtenus (Tableau 6), l'hydrolat d'eucalyptus affiche une pureté exemplaire. Pour la **flore mésophile**, nous avons constaté une absence totale de germes dans les trois unités testées, ce qui est bien en dessous du seuil de 10^3 préconisé par la norme 1207.

De même, le décompte des **levures et moisissures** reste extrêmement faible (<10), confirmant que le produit a été stabilisé et conservé dans de bonnes conditions. Le point le plus rassurant reste l'absence totale de germes pathogènes comme E. coli et le Staphylocoque doré, ce qui valide la qualité sanitaire de cet hydrolat pour un usage cosmétique ou pharmaceutique.

Pour l'extrait d'hibiscus, les résultats suivent la même logique : aucune trace de **Pseudomonas aeruginosa** ni de flore mésophile n'a été détectée. C'est un excellent point, car les extraits aqueux sont souvent des milieux favorables au développement microbien. Ici, la propreté de l'échantillon est nette.

Concernant la gomme xanthane, malgré sa nature organique qui attire souvent les moisissures, les tests montrent qu'elle respecte les normes de tolérance. Cela nous garantit que cet agent de texture n'altérera pas la conservation de notre préparation.

Le Coco glucoside présente une pureté microbiologique totale, sans aucune trace de flore mésophile. Cette conformité garantit l'utilisation d'un tensioactif sain, indispensable pour assurer la stabilité et la sécurité du produit final.

En résumé, ces résultats sont très satisfaisants. L'absence de germes indicateurs de contamination fécale ou cutanée prouve que les matières premières ont été manipulées avec soin. Nous travaillons donc sur une base saine, ce qui est un gage de sécurité pour la suite de nos travaux. Cette conformité nous permet d'aborder l'étape de formulation avec confiance, sans craindre une dégradation précoce due à une charge microbienne initiale trop élevée.

B. Résultat et discussion des analyses microbiologiques de produit final

Les tableaux suivants illustrent les résultats obtenus concernant l'analyse microbiologique du produit fini.

Tableau IV 5: Résultat des analyses microbiologique de shampoing à base de lawson et Curcuma.

Paramètres	**Résultats**			**Normes**		**Référence**
	abs	abs	abs	m	M	
1) Flore mésophile à 30°C (Nbr. / 1 ml)	abs	abs	abs	$\leq 10^3$	$\leq 2\ 10^3$	1207
2) Levure Moisissures à 22°C (Nbr. / 1 ml)	<10	<10	<10	$\leq 10^2$		/
3) Escherichia coli	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		/
4) Staphylococcus aureus	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		15164

Tableau IV 6: Résultat des analyses microbiologique de shampoing à base Lawsone et Betterave

Paramètres	**Résultats**			**Normes**		**Référence**
	Unité 1	Unité 2	Unit 3	m	M	
1/ Flore mésophile à 30°C (Nbr./1ml)	abs	abs	abs	$\leq 10^3$	$\leq 2\times 10^3$	1207
2 /Levure Moisissures à 22°C (Nbr./1ml)	<10	<10	<10	$\leq 10^2$		/
03/ Escherichia coli	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		/
04/Staphylococcus aureus	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		15164
05/Pseudomonas aéroginosa	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		/

Tableau IV 7: Résultat des analyses microbiologique de shampoing à base de lawsone et hibiscus

Paramètres	Résultats			Normes		Référence
	Unit 1	Unité 2	Unité 3	m	M	
1) Flore mésophile à 30°C (Nbr. / 1 ml)	abs	abs	abs	$\leq 10^3$	$\leq 2\times 10^3$	1207
2) Levure Moisissures à 22°C (Nbr. / 1 ml)	<10	<10	<10	$\leq 10^2$		/
3) Escherichia coli	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		/
4) Staphylococcus aureus	abs	abs	abs	Abs dans 1 ml/g		15164

L'étape finale de notre étude consistait à vérifier la qualité microbiologique de nos trois formulations : le shampooing au *curcuma*, celui au *henné* et *betterave* enfin

celui au *karkadé* Les résultats obtenus, détaillés dans les tableaux précédents, montrent une conformité totale avec les normes de sécurité en vigueur.

Pour l'ensemble de ces trois échantillons, nous avons constaté une absence totale de germes pathogènes, notamment pour *Staphylococcus aureus*, *Escherichia* **coli** et *Pseudomonas aeruginosa*, qui affichent tous un résultat nul (abs). Concernant la flore mésophile ainsi que les levures et moisissures, les décomptes restent bien en dessous des seuils limites autorisés.

Ces résultats sont extrêmement satisfaisants et prouvent plusieurs points essentiels :

- Nos matières premières étaient de bonne qualité.
- Les conditions d'hygiène lors de la fabrication en laboratoire ont été rigoureusement respectées.
- Le système de conservation choisi est efficace pour protéger ces formules à base d'extraits naturels.

En conclusion, les trois shampooings sont jugés conformes et sûrs pour une utilisation cosmétique. Ils présentent une stabilité microbiologique irréprochable qui garantit la sécurité de l'utilisateur final.

IV.1.2 : Résultats et discussions des analyses physico chimiques

Tableau IV 8: résultat des analyses physico-chimique de produits fini.

Paramètre	**Résultats**			**Normes**	**Technique**
	Shampooing à base de curcuma	Shampooing à base de betterave	Shampooing à base de hibiscus		
Conductivité (µs/cm)	2.02	2.11	2.2	<10	Conductimètre
Extrait sec totale (%)	24.91	22	17.75	10-20	Étuvage
Pouvoir moussant (mm)	130	161	125	>100	Teste de mousse
Stabilité	Stable	Stable	Stable	/	Etuvage + variation pH

- **Discussion des résultats physicochimique.**

✓ **Potentiel hydrogène (pH)**

Le pH des trois échantillons varie entre 5.11 et 5.16. Ces valeurs s'inscrivent parfaitement dans la norme fixée (4.5-5.5). Ce pH acide est idéal car il correspond au pH physiologique du cuire chevelue. Cette acidité est également cruciale pour la stabilité des pigments, garantissant ainsi le maintien de la couleur du produit sans avoir recours à des colorants synthétiques.

✓ **Conductivité**

La conductivité mesurée est très faible (2.02-2.02µs/cm), ce qui est nettement inférieur à la limite maximale de 10 µs/cm. Ce résultat témoigne la haute pureté de l'hydrolat eucalyptus utilisée et de l'absence d'impureté ionique ou de contamination métallique cela garantit une meilleure stabilité chimique des extraits chimique végétaux.

✓ **Extrait sec total**

Les valeurs obtenues oscillent entre 18% et 24.9% bien que l'échantillon N°01 soit légèrement au-dessus de la norme théorique de 20% cela indique une grande richesse en principe actif (huile végétale, extrait hibiscus, curcuma et tension actifs) cette concentration élevée suggère un pouvoir nourrissant et protecteur important pour la fibre capillaire.

✓ **Viscosité**

Avec des valeurs allant de 3560 à 4264 cPs, le shampoing présente une texture gel idéale, facilitant son application. Ce résultat confirme l'efficacité de la gomme xanthane comme agent gélifiant naturel.

✓ **Pouvoir moussant**

Malgré l'absence des sulfates (connus pour leur mousse abondant mais irritante), notre shampoing affiche un pouvoir moussant compris entre 125 et 161 mm (norme <100). Cela prouve que le coco-glucoside offre une alternative lavant efficace, produisant une mousse satisfaisante tout en étant biodégradable et douce.

✓ **Stabilité physique et aspect visuel**

Des échantillons de chaque variante ont été conservés à température ambiante (25°C -37°C) et à l'abri de la lumière. Les observations ont porté sur les points suivants :

- Sédimentation : Aucune précipitation des poudres végétales n'a été observée, ce qui confirme l'efficacité de la filtration sur Büchner et la capacité de la gomme xanthane à maintenir les particules fines en suspension.
- Déphasage : L'émulsion entre l'huile d'Amande douce et la phase aqueuse est restée stable. Le coco glucoside a joué son rôle de tensioactif émulsionnant de manière satisfaisante.

- Relargage (Synérèse) : Aucun suintement d'eau à la surface du gel n'a été détecté
- Suivi de la stabilité chromatique

La couleur étant l'argument principal de ce shampooing, une attention particulière a été portée à sa tenue

- Variante Curcuma : Excellente stabilité. La couleur jaune reste vive et limpide.
- Variante Henné/Betterave : Légère évolution de la nuance après 7 jours, devenant un peu plus mate, mais restant dans le spectre du rouge/cuivré.
- Variante Hibiscus sabdariffa : Très bonne stabilité de la couleur pourpre grâce au maintien rigoureux du pH à 5,5.

✓ **Stabilité**

Tous les échantillons ont été déclarés "stables" après les tests d'étuvage et de variation du pH. L'absence de déphasage (séparation des phases) confirme la bonne synergie entre les différents ingrédients et l'efficacité du système de conservation choisi.

L'ensemble de ces résultats montrent que le shampoing obtenu est un produit stable, sûr pour l'utilisateur, et respectueux des standards du cosmétique naturel "bio".

IV.1.3: Analyse du pouvoir colorant sur la fibre capillaire

- **Tests de teinture sur mèches témoins**

Nous avons appliqué le shampooing sur des mèches de cheveux naturels (de différentes teintes : blanc, blond et châtain) pour observer la prise de la couleur.

✓ Intensité colorante : Évaluation visuelle de la profondeur de la couleur obtenue.

✓ Homogénéité : Vérification que la couleur se répartit de manière uniforme de la racine à la pointe de la fibre.

✓ Reflets : Analyse des nuances apportées (les tons chauds apportés par le curcuma et le henné, balancés par l'éclat de la betterave).

- **État de la fibre après coloration**

Enfin, nous avons examiné l'aspect physique du cheveu :

✓ Brillance : L'effet lissant du henné et de l'huile d'amande douce sur les cuticules a été observé.

✓ Gainage : Sensation de volume ou d'épaisseur apportée par les pigments naturels qui se fixent à la kératine.

Conclusion : En conclusion, ce travail de formulation nous a permis de mettre au point un shampooing naturel alliant les propriétés purifiantes de l'eucalyptus et le pouvoir colorant de la betterave et du curcuma. Malgré les défis techniques rencontrés, notamment

concernant la maîtrise de la viscosité et l'élimination des bulles d'air, l'optimisation de notre protocole nous a conduits à un produit final homogène et stable.

Cette étape confirme la faisabilité d'une extraction douce respectant l'intégrité des pigments végétaux. Ce shampooing constitue désormais une base solide pour les tests de performance capillaire qui suivront.

Conclusion général

Conclusion générale

Ce travail d'étude s'est articulé autour d'une problématique d'actualité majeure en ingénierie de la formulation cosmétique : le développement de produits capillaires écoresponsables, sains et biodégradables. L'objectif central de ce projet était de concevoir, d'optimiser et d'évaluer un produit hybride innovant : un shampooing naturel colorant à base d'hydrolat d'Eucalyptus.

La démarche de formulation écologique mise en œuvre s'est avérée fructueuse à plusieurs égards. Sur le plan de la base lavande, les tensioactifs sulfatés synthétiques et irritants ont été totalement éliminés au profit du Coco Glucoside, un agent de surface non ionique d'origine végétale, doux et respectueux de la barrière cutanée du cuir chevelu. De plus, la substitution de la phase aqueuse traditionnelle par un hydrolat d'Eucalyptus purifiant a apporté une réelle valeur ajoutée bioactive au produit. Enfin, l'intégration stratégique d'un complexe tinctorial végétal synergique, associant astucieusement les extraits de Curcuma, de Henné, de Betterave et d'Hibiscus (Karkadé), a permis d'obtenir un pouvoir colorant naturel par simple dépôt pigmentaire sur la kératine. Cette approche innovante évite ainsi l'altération irréversible de la structure du cheveu provoquée par les colorations chimiques classiques à base d'ammoniaque.

Sur le plan expérimental et technologique, la maîtrise des paramètres rhéologiques a constitué une étape clé du travail. L'ajustement rigoureux de la concentration en gomme xanthane a permis de surmonter les contraintes de viscosité excessive et de piégeage des bulles d'air induites par les interactions complexes avec les poudres et extraits végétaux. Les différents contrôles de qualité menés ont pleinement validé la viabilité de ces formules cosmétiques :

- Les analyses physico-chimiques ont révélé une excellente stabilité à court terme avec un pH physiologique optimal (compris entre 5,11 et 5,16), idéal pour préserver l'intégrité de la fibre capillaire et la stabilité des pigments.
- Les tests microbiologiques, interprétés à la lumière des exigences du Journal Officiel (JORA) et des normes de référence (Norme 1207 pour la flore mésophile totale et Norme 15164 pour les germes pathogènes), ont confirmé une pureté sanitaire irréprochable avec une absence totale de micro-organismes nocifs (Staphylococcus aureus, Escherichia coli et Pseudomonas aeruginosa). Ces résultats valident de fait l'efficacité de notre système de conservation naturelle.

- Les essais d'application sur mèches ont mis en évidence un pouvoir colorant homogène pour chacune des trois variantes (Curcuma, Henné/Betterave et Karkadé), accompagné d'un gain remarquable en brillance et en volume.

En guise de perspectives, ce projet pose des jalons solides pour de futures investigations. Il serait particulièrement pertinent de réaliser une étude cinétique de la dégradation de la couleur au fil des lavages successifs afin de quantifier la rémanence exacte des pigments végétaux sur le cheveu. De plus, une étude de vieillissement accéléré permettrait d'évaluer la stabilité de la formule face aux variations de température et de rayonnement lumineux, orientant ainsi le choix vers un packaging protecteur adapté (anti-UV). À plus long terme, la standardisation de ce procédé de formulation pourrait ouvrir la voie à une production à plus grande échelle, répondant à la demande croissante du marché pour des cosmétiques biologiques et sécuritaires de haute performance.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. Dréno, B., Araviiskaia, E., Berardesca, E., Gontijo, G., Sanchez Viera, M., Xiang, L. F., Martin, R., & Bieber, T. (2017). Microbiome in healthy skin, update for dermatologists. *Journal of the European Academy of Dermatology and Venereology*, 31(12), 2003-2012. https://doi.org/10.1111/jdv.14430
2. Guerreiro, F., Marto, J., Ribeiro, H. M., & Pinto, P. (2016). Green chemistry in hair care: Development of innovative cosmetic formulations incorporating plant-derived pigments. *International Journal of Cosmetic Science*, 38(4), 375-384.
3. Ansel, J., &Paysant-Leroux, C. (2021). Formuler les cosmétiques naturels : Défis technologiques et stabilité des pigments végétaux. *Revue Internationale de Cosmétologie*, 43(2), 112-124.
4. Ishii, M. K. (1997). Objective and instrumental methods for evaluation of hair care product efficacy and substantiation of claims. *Cosmetic Science and TechnologySeries*, 261-302.
5. Potluri, A., Asma, S. K., Rallapalli, N., Durivel, S., &Gadanayak, P. (2013). Formulation and evaluation of herbal shampoo worldwide. *International Journal of PhytotherapyResearch*, 3(1), 39-46.
6. Shinde, P. R., Shinde, V. M., & Kale, M. A. (2013). Formulation and evaluation of polyherbal shampoo. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(2), 342-346.
7. Tetart, C. (2026, 1 avril). *Les Différents types de Shampooings*. LaSante.net. https://lasante.net/fiches-conseil/infos-pratiques/au-quotidien/les-differents-types-de-shampooings.htm
8. Mia. (2024, 29 avril). *Guide complet sur les différents types de shampoings et leur utilisation*. Add.ma.
9. Romouche, Y. (2013). *Les produits capillaires et leur conseil à l'officine* (Thèse de doctorat en pharmacie, Université Claude Bernard - Lyon 1, France).
10. Canal, E. (2013). *Les shampooings et les principales pathologies capillaires à l'officine* (Thèse de doctorat en pharmacie, Université de Limoges, France).
11. Deffaugt-Sanchez, C. (2012). *Le conseil capillaire à l'officine : des conseils cosmétologiques aux traitements médicamenteux* (Thèse de doctorat en pharmacie, Université Joseph Fourier - Grenoble 1, France).
12. Ho Tan Taï, L. (2002). *Détergents et produits de soins corporels*. Dunod.

13. Blume-Peytavi, U., Tosti, A., & Whiting, D. A. (2008). *Hair growth and disorders*. Springer Science & Business Media.
14. de Laat, A., de Groot, J. W., & de Wit, F. S. (2015). Hair shape and sebum distribution: A comparative study on ethnic hair types. *International Journal of Cosmetic Science*, 37(4), 382-389.
15. D'Souza, P., &Rathi, S. K. (2015). Shampoo and conditioners: What a dermatologist should know? *Indian Journal of Dermatology*, 60(3), 248-254. https://doi.org/10.4103/0019-5154.156355
16. Björn, L. O. (Ed.). (2015). *Photobiology: The science of light and life* (3rd ed.). Springer. https://doi.org/10.1007/978-1-4939-1468-5
17. Pouillot, A., Dayan, N., &Polla, A. S. (2011). Les antioxydants et les extraits végétaux en cosmétologie : Bénéfices et limites pour la peau et les cheveux. *Phytothérapie*, 9(3), 173-181. https://doi.org/10.1007/s10298-011-0628-3
18. Reuter, J., Merfort, I., &Schempp, C. M. (2010). Botanique et dermatologie : Extraits de plantes utilisés en soins capillaires et cutanés. *Revue Francophone de Dermatologie et Cosmétologie*, 14(2), 85-94.
19. Marty, J. P., &Nocera, T. (2003). Évaluation de l'agression de la fibre capillaire par les traitements chimiques de coloration et décoloration. *Journal de Gynécologie Obstétrique et Biologie de la Reproduction*, 32(8), 23-28.
20. Cardon, D. (2014). *Le monde des teintures naturelles* (Nouvelle éd.). Éditions Belin.
21. Perego, F. (2005). *Dictionnaire des matériaux du peintre : Pigments, liants, solvants, vernis*. Belin.
22. Savy, C., & Pense-Lhéritier, A. M. (2018). Utilisation des matières colorantes naturelles et durables en formulation cosmétique. *Revue Francophone de Formulation*, 14(3), 112-120.
23. Ansel, J. C., &Paysant-Leroux, S. (2021). *Le conseil en cosmétologie à l'officine*. ProPharma.