

Le terme shampoing orient de l'inde. Il s'agit d'un mot HINDI « champo » qui signifie 'malaxer ; masser' l'origine première de ce terme « champo » est (champna) désignant les fleurs du magnolia.

Le but de ce chapitre est de présenter la structure d'un shampoing, en détaillant ses ingrédients en définissant le rôle de chacun de ces ingrédients, le mode opératoire, et les différentes étapes pour réaliser et valider une formule galénique d'un shampoing industriel.

### 1. Choix de matière première

Le shampoing préparé est un shampoing traitant antipelliculaire, il contient un agent actif spécifique c'est le Pyrithione de zinc, comme tout shampoing industriel, il contient des agents tensioactifs, des adoucissants, des épaississants, des agents nacrants, des conservateurs, un parfum, et des stabilisateurs de mousse.

Le choix de matière première se fait méticuleusement en consultant les grands fabricants , en suivant les tendances de marché , et en cherchant les produits les plus efficaces et les moins dangereux, pour éviter au maximum tout effet indésirable de produit sur le consommateur.

### 2. Méthodologie de travail

Dans ce chapitre j'ai divisé le travail en deux parties :

**Partie 1 :** test à l'échelle laboratoire: dans cette partie j'ai formulé le shampoing antipelliculaire à l'échelle laboratoire en petite quantité.

**Partie 2 :** test à l'échelle industriel : dans cette partie j'ai réalisé le shampoing en question à l'échelle industrielle.

**Partie 1 : Test à l'échelle de Laboratoire****1. La recette utilisée**

J'ai utilisé la recette suivante :

**Tableau IV.1** : La recette de shampoing utilisée.

<b>MP</b>	<b>DOSAGE</b>	<b>ROLE</b>
Eau traitée	Up to 100%	Phase aqueuse /Diluant
Sodium laureth sulphate	12%	Tensioactif
Cocaamidopropyle betaine	2%	Tensioactif
Silicone	0.25%	Agent de peignage
Cocaamide DEA et glycerine	1%	Stabilisateur de mousse
Propylene glycol	0.5%	Humectant
Styrene acrylate copolymer	0.5%	Opacifiant
Glycol distearate et cocamide-MEA	2%	Agent nacrant
Coco glucoside	1%	Tensioactif
Methyl isochlorothiazolinone	0.1%	Conservateur
Polysorbate-60	0.25%	Emulgin
Sel industriel	2.3%	Epississant
Pyrithione de zinc	0.5%	Actif antipelliculaire
Huile essentielle de menthe	0.35%	Parfum

### 2. Les équipements utilisés

Les équipements utilisés sont :

- |                                   |                       |
|-----------------------------------|-----------------------|
| 1- Agitateur Magnétique chauffant | 11- Erlenmeyer        |
| 2- Balance de précision           | 12- baguette en verre |
| 3- Thermomètre                    |                       |
| 4- pH mètre                       |                       |
| 5- Viscosimètre                   |                       |
| 6- Etuve                          |                       |
| 7- Réfrigérateur                  |                       |
| 8- Béchers                        |                       |
| 9- Spatules                       |                       |
| 10- Eprouvette                    |                       |

### 3. Mode opératoire et réalisation de shampoing à l'échelle de laboratoire

#### 3.1. Mode opératoire

Pour préparer le shampoing antipelliculaire, j'ai suivi les étapes suivantes :

##### Phase 1 :

- L'eau chauffée à 40°
- Silicone
- Polysorbate-60
- Propylène glycol
- Methyl isochlorothiazolinone et methyl isothiazolinone

##### Phase 2 :

- Phase 1
- Eau traitée
- Sodium laureth sulphate
- Cocamidopropyle betaine
- Glycol distearate et cocamide-MEA
- Coco glucoside
- Cocamide DEA et Glycerine

- Styrene Acrylate Copolymyre

### **Phase 3 :**

- Phase 2
- Sel industriel dissout dans l'eau

### **PHASE 4 :**

- Phase 3
- Pyrithione De Zinc
- Huille Essentielle De Menthe

### **3.2.La formulation**

Pour réussir le shampoing antipelliculaire, j'ai commencé par peser la MP et identifier chaque produit et cela pour préparer 1 kg de shampoing.

### **Phase 1 :**

Dans un bécher de 2L, j'ai mis 400gr d'eau traitée sous chauffage jusqu'à 40°C, puis sous chauffage et agitation j'ai ajouté : 3gr de silicone, 3gr de polysorbate-60, 5gr propylène glycol et 1gr de Methyl isochlorothiazolinone et Methyl isothiazolinone en gardant la température entre 40-45°C jusqu'à homogénéisation de mélange sous vitesse 50 r/min.

### **Phase 2 :**

Alors j'ai ajouté 100gr d'eau traitée toujours en maintenant le chauffage et l'agitation, puis j'ai ajouté le Sodium laureth sulphate, Cocamidopropyle betaine, Glycol distearate et cocamide-MEA, Coca glucoside, Cocamide DEA et glycerine, Styrene acrylate copolymer, jusqu'à homogénéisation de mélange sous vitesse 70 r/min.

### **Phase 3 :**

J'ai préparé la solution de sel, j'ai ajouté cette solution en agitant à vitesse 50 r/min sans chauffage.

### Phase 4 :

J'ai ajouté l'actif du pyrithione de zinc et le parfum au mélange en agitant manuel avec une spatule (le produit est devenu visqueux après l'ajout du sel industriel).

Ensuite j'ai mesuré le pH et la viscosité, et j'ai corrigé le pH avec de l'acide citrique.

On laisse le produit reposer pendant 24H.

## 4. Tests et analyses effectués pour le produit réalisé à l'échelle de laboratoire

### 4.1. Analyses physico-chimiques

Après 24H de repos du produit, des analyses physico-chimiques sont effectuées au produit.

- **Mesure de pH :**

Pour vérifier que la valeur de pH est suivant le standard international entre 5.5 et 7.5.

La mesure est faite avec un multi paramètres de paillasse à trois reprises pour plus de fiabilité de résultat, en plongeant l'électrode du pH-mètre dans le produit préparé et puis on fait la lecture après stabilisation de la valeur affichée.



**Figure IV.1 :** PH-mètre.

- **Mesure de la viscosité :**

Pour vérifier que la valeur de la viscosité est suivant le standard international entre 0.25 et 0.35 Pas.s.

La mesure a été faite avec un viscosimètre numérique à trois reprises pour plus de fiabilité de résultats, en plongeant le spindal de viscosimètre dans le produit préparé et puis on fait la lecture après stabilisation de la valeur affichée.



**Figure IV.2 :** viscosimètre.

### 4.2. Test de stabilité

Dans le but de suivre la stabilité de la formule. J'ai rempli un flacon avec un échantillon du produit préparé pour effectuer les tests suivants :

- A Température ambiante : c'est ce qu'on appelle un échantillon témoin, qui sera pris comme référence pour analyser les résultats
- A  $T^{\circ}=55^{\circ}\text{C}$  : c'est le test accéléré, l'échantillon est mis à l'étuve pendant 1 semaine.
- A  $T^{\circ}=40^{\circ}\text{C}$  : c'est l'épreuve de vieillissement que subi l'échantillon mis dans l'étuve pendant 3 mois.



**Figure IV.3 :** Etuve.

## 5. Les Résultats et discussions de test à l'échelle de laboratoire

### 5.1. Les résultats Organoleptiques et physico-chimiques

Tableau IV.2 : les Résultats des analyses physico-chimique et organoleptique de laboratoire.

	Paramètres recherchés	Unités	Résultats
<b>Organoleptiques</b>	Aspect	-	Produit visqueux homogène
	Couleur	-	Blanc nacré
	Odeur	-	Parfum caractéristique de la menthe
<b>Physico-chimiques</b>	PH	/	5.60
	Viscosité	Pas.s	0.230

Les caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques de produit sont dans les normes, ce qui signifie que le shampoing a été correctement préparé, et c'est chose qui va être confirmé par le résultat de test de stabilité.

**5.2. Test de stabilité**

**Tableau IV.3 :** les Résultats de test de stabilité de laboratoire.

<b>PH</b>	<b>Produit témoin</b>	<b>Produit témoin après 7 jours</b>	<b>Produit à 55°C</b>
	<b>5.60</b>	<b>5.60</b>	<b>5.82</b>
<b>Paramètres organoleptiques</b>			
<b>Odeur</b>	Caractéristique de la menthe	Rien à savoir	Rien à savoir
<b>Couleur</b>	Blanc nacré	Rien à savoir	Rien à savoir
<b>Aspect</b>	- Une seule phase - Visqueux Homogène	Rien à savoir	Rien à savoir

**Remarque :** le test de stabilité de trois mois est toujours en cours.

L'échantillon témoin a gardé sa valeur de pH après 7 jours de début de test, avec une petite variation de cette valeur dans l'échantillon mis dans l'étuve ce qui est totalement normal après l'augmentation de la température.

L'échantillon témoin a gardé ses caractéristiques organoleptiques après 7 jours du début de test, l'échantillon mis dans l'étuve à son tour a gardé ses caractéristiques organoleptiques.

On peut conclure que la formule galénique de shampoing industriel est validée pour un test industriel et pour plus tests de validation.

**Partie 2 : Test à l'échelle de Industriel**

Une fois on a validé la formule galénique, on passe au test industriel.

**1. La recette utilisée**

Même recette utilisée dans le premier test à l'échelle de laboratoire.

### 2. Les équipements utilisés

Les équipements et matériels utilisés sont :

- 1- Mélangeur de 200 kg
- 2- Pompe vide fut
- 3- Mixeur manuel
- 4- Balance Industrielle

### 3. Mode opératoire et réalisation de shampoing à l'échelle d'industriel

#### 3.1. Mode opératoire

Même mode opératoire utilisé dans le test à l'échelle de laboratoire dans le paragraphe 3.1 de la partie 1.

#### 3.2. Réalisation

Pour réussir le shampoing antipelliculaire, j'ai commencé par peser la MP et identifier chaque produit et cela pour préparer 50kg de shampoing.

##### Phase 1 :

Dans un mélangeur de 200kg ; j'ai mis 20kg d'eau traitée sous chauffage jusqu'à 40°C ; sous agitation j'ai ajouté : 125gr de silicone, 125gr de polysorbate, 250gr de propylène glycol et 50gr de METHYL ISOCHLOROTHIAZOLINONE ET METHYLIOSOTHIAZOLINONE. Sous vitesse 30 r / min.

##### Phase 2 :

J'ai ouvert la vanne d'eau traitée pour ajouter 5 kg d'eau.

J'ai affermé la vanne, toujours sous chauffage et agitation, j'ai ajouté du : SODIUM LAURETH SULPHATE, COCAMIDOPROPYLE BETAINE ,GLYCOL DISTEARATE et COCAMIDE-MEA, COCO GLUCOSIDE, COCAMIDE DEA et GLYCERINE ; STYRENE ACRYLATE COPOLYMER. Sous vitesse 40 r/min.

##### Phase 3 :

J'ai préparé la solution de sel, et je l'ai ajouté au mélange en agitant sous vitesse 30 r/min.

### Phase 4 :

J'ai ajouté l'actif et le parfum, et j'ai agité jusqu'à homogénéisation de mélange pendant 15minutes.



**Figure IV.4 :** Mélangeur.

## **4. Tests et analyses effectués sur le produit réalisé à l'échelle d'industriel**

Après 24H de repos de produit, j'ai effectué les analyses suivantes sur le produit.

### **4.1. Analyse des caractères organoleptiques**

Les analyses organoleptiques de l'échantillon ont été examinées à la température ambiante et conditions d'emballage pour évaluer les variations de l'aspect, de couleur et de l'odeur.

### **4.2. Analyses physico-chimiques**

- **Mesure de pH :** pour vérifier que la valeur de pH est suivant le standard international entre 5.5 et 7.5

La mesure est faite avec un multi paramètres de paillasse à trois reprises pour plus de fiabilité de résultats, en plongeant l'électrode du PH-mètre dans le produit préparé et puis on fait la lecture après stabilisation de la valeur affichée.

- **Mesure de la viscosité :** pour vérifier que la valeur de la viscosité est suivant le standard international entre 0.25 et 0.35Pas.s.

La mesure a été faite avec un viscosimètre numérique à trois reprises pour plus de fiabilité de résultats, en plongeant le spandal du viscosimètre dans le produit préparé et puis on fait la lecture après stabilisation de la valeur affichée.

- **Mesure de la matière active :** pour vérifier que la valeur de la matière active est suivant le standard international entre 7% et 10% ; La méthode titrimétrique a été utilisée.
- **Mesure de l'extrait sec :** Pour s'assurer que l'extrait sec dans le produit est suivant le calcul théorique et suivant le standard interne
- **Pouvoir moussant :** pour s'assurer que le produit mousse bien, est la valeur est suivant le standard international.
- **Mesure de densité :** pour s'assurer que la densité est suivante le standard.

### 4.3. Analyses microbiologiques

Un échantillon est envoyé à un laboratoire externe pour les analyses microbiologiques.

### 4.4. Analyses Toxicologiques

Un échantillon a été envoyé à un laboratoire externe pour les analyses toxicologiques.

### 4.5. Test de stabilité

Dans le but de suivre la stabilité de la formule. J'ai rempli un flacon avec un échantillon du produit préparé pour effectuer les tests suivants :

- A Température ambiante : c'est ce qu'on appelle un échantillon témoin, qui sera pris comme référence pour analyser les résultats.
- A  $T^{\circ}=55^{\circ}\text{C}$  : c'est le test accéléré, l'échantillon est mis à l'étuve pendant 1 semaine
- A  $T^{\circ}=40^{\circ}\text{C}$  : c'est l'épreuve de vieillissement que subi l'échantillon mis dans l'étuve pendant 3 mois.

## 5. Résultats et discussions de test à échelle d'industriel

## 5.1. Les résultats organoleptiques et physico-chimiques

Tableau IV.4 : Résultat des analyses physico-chimique et organoleptique.

	Paramètres recherchés	Unités	Résultats	Normes
<b>Organoleptiques</b>	<b>Aspect</b>		Produit visqueux homogène	visqueux homogène
	<b>Couleur</b>		Blanc nacré	Blanc nacré
	<b>Odeur</b>		Parfum caractéristique de la menthe	Parfum caractéristique de la menthe
<b>Physico-chimiques</b>	<b>PH</b>	/	5.87	5.5-7.5
	<b>Densité</b>	/	1.025	1.02-1.03
	<b>Viscosité</b>	<b>Pas.s</b>	0.266	0.25-0.35
	<b>Matière active</b>	<b>%</b>	9.5	7-10
	<b>Extrait sec</b>	<b>%</b>	15.5	>14
	<b>Pouvoir moussant</b>	/	750	>600

L'échantillon analysé est de qualité Organoleptique et physico-chimique satisfaisante.

## 5.2. Les résultats des analyses Microbiologiques

Tableau IV.5 : Résultat des analyses microbiologique.

Germes recherchés	Résultats	Normes	Références
<b>Germes aérobies 30°C</b>	Absence	<1000g/ml ou /g	NA 1207
<b>Levures et moisissures 20-25°C</b>	Absence	<1000g/ml ou /g	NA 8285
<b>Coliformes totaux 30°C</b>	Absence	Absence dans 1ml	ISO 4832
<b>Coliformes fécaux 44°C</b>	Absence	Absence dans 1ml	ISO 4832
<b>Staphylococcus aureus 37°C</b>	Absence	Absence dans 1ml	NA 1198
<b>Pseudomonas aeruginosa 42°C</b>	Absence	Absence dans 1ml	ISO 21717
<b>Candida albicans 30°C</b>	Absence	<1000g/ml ou /g	ISO 18416
<b>Salmonella 37°C</b>	Absence	Absence dans 1ml	NA 1203/90

L'échantillon analysé est de qualité microbiologique satisfaisante.

## 5.3. Les résultats des Analyses Toxicologiques

### 5.3.1. Indice d'irritation cutané primaire :

A partir d'une dilution de 0.5ml du produit. Observation après 24, 48,72 heures :

- Erythème et formation d'escarres : absence
- Formation d'œdème : absence

IPC : Inf a 0.42 : non irritant.

### 5.3.2. Indice d'irritation oculaire :

Après instillation de 0.1ml de produit liquide ou 100mg de produit solide.

Observation aux 1, 2, 3, 4,7ème jour :

Indice Oculaire max : < à 15 : non irritant.

: > 15 < 30 moyen.

: >50 très irritant.

### 5.3.3. Etude des constituants :

Tous les constituants ont été vérifiés quand a leur conformité et leur utilité dans le produit testé.

On note une irritabilité oculaire normale sur le produit testé.

Ce produit est conforme aux normes et aux tests réglementaires quand a la toxicité.

## 5.4. Test de stabilité

### 5.4.1. Résultat physico-chimique et organoleptique :

Tableau IV.6 : Résultat de stabilité physico-chimique et organoleptique.

<b>Paramètres physico-chimiques</b>			
<b>PH</b>	<b>Produit témoin</b>	<b>Produit témoin après 7 j</b>	<b>Produit à 55°C</b>
	<b>5.87</b>	<b>5.94</b>	<b>5.94</b>
<b>Paramètres organoleptiques</b>			
<b>Odeur</b>	Caractéristique de la menthe	Rien à savoir	Rien à savoir
<b>Couleur</b>	Blanc nacré	Rien à savoir	Rien à savoir
<b>Aspect</b>	Visqueux Homogène	Rien à savoir	Rien à savoir

**Remarque :** le test de stabilité de trois mois est toujours en cours.

Aucun changement dans les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques entre l'échantillon témoin et le produit étuvé.

Le produit est déclaré stable.

### 5.4.2. Résultat microbiologique :

- **Résultats de stabilité microbiologique après 7 jours à 55°C :**

**Tableau IV.7 : Résultat de stabilité microbiologique 7 jour à 55°C.**

Germe recherchés	Unité 1	Unité 2	Unité 3	Unité 4	Unité 5	Normes
<b>Germe aérobiesn 30°C</b>	<30	<30	<30	<30	<30	NA 1207/90
<b>Coliformes totaux 30°C</b>	00	00	00	00	00	ISO 4831
<b>Coliformes fécaux 44°C</b>	00	00	00	00	00	ISO 4831
<b>Staphylococcus aureus 37°C</b>	00	00	00	00	00	ISO 6888
<b>Candida albicans 25°C</b>	/	/	/	/	/	NA ISO 18416
<b>Pseudomonas aeruginosa 37°C</b>	/	/	/	/	/	NA ISO 22717
<b>Salmonella 37°C</b>	/	/	/	/	/	NA 1203/90
<b>Levures 20-25°C</b>	00	00	00	00	00	NA 8282
<b>Moisissures 20-25°C</b>	00	00	00	00	00	NA 8282

Absence de variation de la flore microbienne du point de vue qualitatif et quantitatif durant la période de conservation de 07 jours à une température de 55°C.

- Résultats de stabilité microbiologique après 15j à 37°C :

Tableau IV.8 : Résultat de stabilité microbiologique 15 jour à 37°C.

Germe recherchés	Unité 1	Unité 2	Unité 3	Unité 4	Unité 5	Normes
Germe aérobiesn 30°C	<30	<30	<30	<30	<30	NA 1207/90
Coliformes totaux 30°C	00	00	00	00	00	ISO 4831
Coliformes fécaux 44°C	00	00	00	00	00	ISO 4831
Staphylococcus aureus 37°C	00	00	00	00	00	ISO 6888
Candida albicans 25°C	/	/	/	/	/	NA ISO 18416
Pseudomonas aeruginosa 37°C	/	/	/	/	/	NA ISO 22717
Salmonella 37°C	/	/	/	/	/	NA 1203/90
Levures 20-25°C	00	00	00	00	00	NA 8282
Moisissures 20-25°C	00	00	00	00	00	NA 8282

Absence de variation de la flore microbienne du point de vue qualitatif et quantitatif durant période de conservation de 15 jours à une température de 37°C.

- **Unité d'échantillonnage témoin à 22°C :**

**Tableau IV.9 :** Résultats de stabilité unité d'échantillonnage témoin à 22°C.

<b>Germe recherchés</b>	<b>Unité 1</b>	<b>Unité 2</b>	<b>Unité 3</b>	<b>Unité 4</b>	<b>Unité 5</b>	<b>Normes</b>
<b>Germe aérobiesn 30°C</b>	<30	<30	<30	<30	<30	NA 1207/90
<b>Coliformes totaux 30°C</b>	00	00	00	00	00	ISO 4831
<b>Coliformes fécaux 44°C</b>	00	00	00	00	00	ISO 4831
<b>Staphylococcus aureus 37°C</b>	00	00	00	00	00	ISO 6888
<b>Candida albicans 25°C</b>	/	/	/	/	/	NA ISO 18416
<b>Pseudomonas aeruginosa 37°C</b>	/	/	/	/	/	NA ISO 22717
<b>Salmonella 37°C</b>	/	/	/	/	/	NA 1203/90
<b>Levures 20-25°C</b>	00	00	00	00	00	NA 8282
<b>Moisissures 20-25°C</b>	00	00	00	00	00	NA 8282

Absence de variation de la flore microbienne du point de vue qualitatif et quantitatif durant la période de conservation de 15 jours à une température de 22°C.

Après tous les tests effectués, et les résultats obtenus, la formule galénique est finalement déclarée validée et stable pour la commercialisation.