République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Yahia Fares de Médéa

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie des Procédés et Environnement

Mémoire de Master

Etudié par : KARIMA ADALI & MERIEM BELHACHEMI

En Vue De L'obtention Du Diplôme De Master En Procédés Pharmaceutiques

Thème

FORMULATION D'UNE EMULSION A BASE DES INGREDIENTS NATUREL POUR UN USAGE PARAPHARMACEUTIQUE

Soutenu devant le jury :

Khadidja YOUCEF TOUMI	Maitre-Assistant (B), UYFM	**Présidente**
Afaf AHMADI	Maitre-Assistant (B), UYFM	**Examinatrice**
Ahmed AZIZI	Maitre-Assistant (A), UATL	**Rapporteur de mémoire**

Promotion 2015-2016



Remerciements

*Avant tout, l'ouvrage dédié à **ALLAH**, notre créateur et maitre de l'univers de toutes ses bontés, de nous avoir envoyé le prophète **MOHAMED** qui est notre premier éducateur puis de nous avoir donné tout, du courage pour finir ce travail de recherche.*

*Tout d'abord nous exprimons notre gratitude et nos remerciements à **Mr Ahmed AZIZI** notre promoteur de recherche qui n'a jamais cessé de nous prodiguer conseils et encouragements et aussi pour avoir assuré la direction de notre thèse.*

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au laboratoire de chimie 5 du Hall Technologique de l'université de Médéa. Nous tenons donc à remercier l'ensemble du personnel nous ayant aidé et soutenu pendant la mise en œuvre de nos travaux.

*Ce travail n'aurait pu aboutir ni même voir le jour sans le soutien et l'appui de nos familles, **à nos chers parents** nous ne saurons exprimer notre profonde reconnaissance envers leur compréhension et leur patience dans les moments les plus difficiles.*

Enfin, nous tenons à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

KARIMA & MERIEM

Dédicace

D'abord et avant tout je dédie ce modeste travail à ***mes parents*** *qui n'ont pas cessés de m'aides par tous les moyens. Je leur souhaite une longue vie, je les remercie du fond du cœur pour leurs encouragements et ses conseils. Mille merci, et je leurs souhaite la santé et le bonheur.*

Á mon frère *: Hamza*

Á mes sœurs *: Sara, Batoule*

Á mes neveux *: Mohamed Oussama, Hichem*

Á toute les familles *: Adali, Khoudja Ali*

Á mes chères amie *: Hanane, Selma, Chahrazed, Zineb et ma binôme Meriem Belhachemi*

Á mon promoteur *Mr Azizi Ahmed*

Sans oublier toutes la promotion de ***Master procédés pharmaceutique*** *qui ont passé avec moi de bons moments*
À tous ceux qui me sont proches et qui me sont chers.

KARIMA

Dédicace

Je dédie humblement ce travail :

Á mes très chers parents *qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin, ma mère qui a été à mes côtés et ma soutenu durant toute ma vie, et mon père qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis, Merci mes parents que dieu les protèges contre tout mal.*

Á mon fiancé *: Redouan*

Á mes sœurs : *fadia, chaimaa, salsabil, hadjer.*

Á mon frère : *Mohamed amine*

Á ma nièce: *Hassna*

Á tous mes familles ***'BELHACHEMI'*** *et* ***'THABTI'*** *sans exception.*

Á tous mes amis

Á ma copine et binôme *Karima qui a contribué à la réalisation de ce modeste travail.*

MERIEM

تشكيل مستحلب مكون من عناصر طبيعية لاستعمال شبه صيدلاني

الملخص

الهدف من هذا العمل هو تشكيل مستحلب موضعي يستخدم في علاج تساقط الشعر .وقد أعد هذا المستحلب استخدام أربعة أنواع من الزيوت ذات المنشأ الطبيعي والتي لها العديد من الخصائص العلاجية والبيولوجية مع العنصر النشط الطبيعي.
دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية والمكروبيولوجية لجميع المستحلبات و العنصر النشط . ثم نضيف العنصر النشط في مستحلب الأمثل . سجلت النتائج المتحصل عليها استقرار فيزيائي لمعظم المستحلبات قبل وبعد التعرض لاختبار الاستقرار.

الكلمات المفتاحية. مستحلب، سقوط الشعر، مكونات طبيعية

FORMULATION D'UNE EMULSION A BASE DES INGREDIENTS NATUREL POUR UN USAGE PARAPHARMACEUTIQUE

RESUME

Le but de ce travail consiste à former une émulsion topique utilisé dans le traitement de chute de cheveux. Cette émulsion a été préparée en utilisant quatre types d'huiles d'origine naturelle qui ont de nombreuses propriétés thérapeutiques et biologique avec un ingrédient actif naturel. L'étude des propriétés physiques, chimiques et microbiologique de toutes les émulsions sans ingrédient actif. Puis ajouter l'ingrédient actif dans l'émulsion optimisée. A enregistré les résultats obtenus à la stabilité physique de la plupart des émulsions avant et après exposition à l'essai de stabilité.

MOTS CLES.EMULSION, CHUTE DE CHEVEU, INGREDIENTS NATURELS.

FORMULATION OF EMULSIONS BASIS OF NATURAL INGREDIENTS FOR PARAPHARMACEUTIQUE USE

ABSTRACT

The aim of this work is to form a topical emulsion used in hair loss treatment. This emulsion was prepared using four types of oils of natural origin which have many therapeutic and biological properties with a natural active ingredient. The study of physical, chemical and microbiological properties of emulsions without any active ingredient. Then add the active ingredient in the optimized emulsion. A recorded result to the physical stability of most of the emulsions before and after exposure to the test for stability.

KEY WORDS.CREAM, FALL OF HAIR, NATURAL INGREDIENT.

TABLE DES MATIERES……i

ABREVIATIONS & NOMENCLATURES……vii

LISTE DES FIGURES……viii

LISTE DES TABLEAUX……ix

INTRODUCTION GENERALE……1

Chapitre 1 : Synthèse Bibliographique

1.1. Introduction……3

1.2. Le cuir chevelu……3

1.3. Les cheveux……4

1.3.1. Constitution chimique et physique……4

1.3.1.1. La racine pilaire……5

1.3.1.2. La tige pilaire……5

1.3.2. Propriétés et rôles des cheveux……6

1.3.2.1. Propriétés chimiques……6

1.3.2.2. Propriétés physiques……7

1.3.2.3. Propriétés électriques……7

1.3.2.4. Rôles des cheveux……7

1.3.3.1. Cheveux normaux……7

1.3.3.2. Cheveux secs……8

1.3.3.3. Cheveux gras……8

1.3.3.4. Cheveux crépus……8

1.3.4. Le cycle pilaire……8

1.3.4.1. Phase anagène……9

1.3.4.2. Phase catagène……9

1.3.4.3. Phase télogène……10

1.3.5. Les facteurs influençant la croissance du cheveu……10

1.3.5.1. Les facteurs génétiques……10

1.3.5.2. Les facteurs de croissance 11

1.3.5.3. Les facteurs hormonaux 11

1.3.5.4. Les facteurs exogènes 11

1.4. Les pellicules 11

1.5. La chute de cheveu ou alopécie 12

1.5.1. Les alopécies acquises diffuses 12

1.5.2. Les alopécies acquises localisées 12

1.5.2.1. La pelade 13

1.5.2.2. Les teignes 13

1.5.2.3. La trichotillomanie 13

1.5.2.4. Les traumatismes de coiffage 13

1.5.3. Les alopécies congénitales 13

1.5.4. L'alopécie androgénétiques (AAG) 13

1.6. Traitements de la chute de cheveu 14

1.6.1. Traitement systémique 14

1.6.2. Traitement local 15

1.6.2.1. Les produits pharmaceutiques 15

1.6.2.2. Les produits cosmétiques 15

1.6.2.3. Les produits cosmétiques naturels 15

1.6.3. La pénétration du produit dans la peau (l'absorption) 15

1.7. Les émulsions topiques 16

1.7.1. Définition 16

1.7.2.Composition de l'émulsion 16

1.7.3. Les tensioactifs 16

1.7.4. Classification des tensioactifs 17

1.7.4.1. Les agents tensioactifs anioniques 17

1.7.4.2. Les agents tensioactifs cationiques 17

1.7.4.3. Les agents Zwitterioniques 17

1.7.4.4. Les agents tensioactifs non ioniques 17

1.7.4.5. Critère de Choix des tensioactifs 18

1.7.4.6. Règle de Bancroft 18

1.7.4.7. Balance Hydrophile-Lipophile (HLB) 18

1.7.4.8. Propriétés des tensioactifs 18

1.7.5. Les types des émulsions 18

1.7.6. Concepts de formulation 18

1.7.6.1. Variables de formulation physicochimique 19

1.7.6.2. Variable de composition 19

1.7.6.3. Variables mécaniques 19

1.7.7. Préparation d'émulsion simple 19

1.7.8. Stabilités des émulsions 20

1.7.8.1. Phénomène d'instabilité d'émulsion 21

a) Sédimentation et crémage 21

b) Floculation 21

c) Coalescence 21

d) Mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire 22

e) Inversion de phase 22

1.7.8.2. Stabilité chimique 22

1.7.8.3. Stabilité microbiologique 22

1.7.9. Caractérisation d'une émulsion 23

1.7.9.1. Nature de la phase continue 23

1.7.9.2. Distribution de la taille des gouttes 23

1.7.9.3. Rhéologie des émulsions 23

1.7.10. Examen de la nature des émulsions 24

1.7.10.1. Examen macroscopique 24

1.7.10.2. Examen microscopique 24

1.7.10.3. Détermination du sens de l'émulsion 24

1.7.10.4. Contrôle de stabilité 25

1.7.10.5. Détermination de pH 25

1.7.10.6. Contrôle de la pureté microbiologique 25

1.8. CONCLUSION 26

Chapitre 2 : Matériels & Méthodes

2.1. Introduction 26

2.2. Produits 26

2.2.1. Le principe actif : laury sulfate de sodium 26

2.2.2. Les excipients 27

2.2.3. Produit microbiologique 29

2.2.3.2. Staphylococcus aureus 29

2.3. Matériels 29

2.3.2. Bain-marie 29

2.3.3. Thermomètre 29

2.3.4. Agitateur magnétique 30

2.3.5. pH mètre 30

2.3.6. Microscope optique 30

2.3.7. Centrifugeuse 30

2.3.8. Viscosimètre 30

2.4. Méthodes 30

2.4.1. Optimisation des phases de l'émulsion 30

2.4.2. Formulation d'une émulsion 31

2.5. Paramètre à contrôler 32

2.5.1. Examine macroscopique 32

2.5.2. Examine microscopique 33

2.5.3. Mesure de la viscosité 33

2.5.4. Stabilité physique de l'émulsion 34

2.5.4.1. Stabilité à la centrifugation 34

2.5.5. Sens de l'émulsion 34

2.5.5.1. Méthode des colorants 34

2.5.6. Détermination du pH 34

2.5.7. Contrôle microbiologique 35

2.6. Emulsion optimale 35

2.6.1. Caractérisations 35

2.6.2. Formulation de l'émulsion 36

2.7. Conclusion 36

Chapitre 3 : Résultat & Discussion

3.1. Introduction 37

3.2. Caractérisation physicochimique 37

3.2.1. Contrôle macroscopique 37

3.2.2. Concentration de l'émulsion (taux de rétention) 38

3.2.3. Examen microscopique 39

3.2.4. viscosité 40

3.2.5. Étude de la stabilité à la centrifugation 41

3.2.6. Mesure de pH 41

3.2.7. Le sens de l'émulsion 41

3.3. L'émulsion optimale 42

3.3.1. Contrôle macroscopique 42

3.3.2. Examen microscopique 42

3.3.3. viscosité 43

3.3.4.Étude de la stabilité à la centrifugation 43

3.3.5. Mesure de pH 44

3.3.6. Contrôle microbiologique 44

3.4. Conclusion……44

CONCLUSION GENERALE 45

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Liste des Abréviations

Abréviation	**Signification**
HLB	Balance Hydrophile Lipophile
H	Phase Huileuse
E	Phase Aqueuse
H/E	Emulsion Huile Dans Eau
E/H	Emulsion Eau Dans Huile
pH	Ph-mètre
ADN	Acide Désoxyribonucléique
AAG	Alopécie Androgénétique
TA	Tensioactif
PA	Principe Actif
SLS	Stéaroyl Lactylate De Sodium
SG	Stéarate De Glycérol
GX	Gomme Xanthane

Nomenclature & symboles

Lecture	**Désignation**	**Unité**
T	**Température**	**(^{o}C)**
V	**Volume**	**(ml)**
µm	**Micromètre**	**(-)**
%	**Pourcentage**	**(-)**
N̊	**Numéro**	**(-)**
m	**masse**	**(g)**
t	**Contrainte de cisaillement**	**(pa)**
Y'	**Vitesse de cisaillement**	**(s-1)**

Chapitre 1

Figure 1.1 : Les différentes couches du cuir chevelu **4**
Figure 1.2 : Constitution d'un cheveu **5**
Figure 1.3 : Coupe transversale d'un cheveu **6**
Figure1.4 : Les phases de la croissance d'un cheveu **10**
Figure 1.5 : La chute de cheveux chez l'homme **14**
Figure 1.6 : La chute de cheveux chez la femme **14**
Figure 1.7 : Schéma d'un agent tensioactif **17**
Figure 1.8 : les deux types d'émulsion simple **19**
Figure 1.9 : Processus de déstabilisation d'une émulsion **20**
Figure 1.10: Phénomènes de crémage et de sédimentation **21**
Figure 1.11 : Phénomène de floculation **21**
Figure 1.12 : Phénomène de coalescence **22**
Figure 1.13 : Phénomène de mûrissement d'Ostwald…… **22**

Chapitre 2

Figure 2.1 : La structure chimique du laurylsulfate de sodium **26**
Figure 2.2 : Procédé de chauffage de l'émulsion. **31**
Figure 2.3: Schéma représentant les différentes étapes de la préparation d'une émulsion **32**
Figure 2.4. : Schéma représentant La zone de pH d'une émulsion capillaire. **34**

Chapitre 3

Figure 3.1 : Aspect visuel des émulsions préparent **38**
Figure 3.2 : Les résultats de l'examen microscopique **39**
Figures 3.4 : La courbe d'écoulement t=f (y') **40**
Figure 3.5 : Représente le sens de l'émulsion H/E **41**
Figure 3.6 : Contrôle macroscopique d'émulsion optimale **42**
Figure 3.7 : vues microscopique de l'émulsion optimale **43**
Figure 3.8 : Courbe d'écoulement de l'émulsion on optimale **43**
Figure 3.9 : résultats de centrifugeuse **44**
Figure 3.10 : résultat de teste microbienne **44**

Chapitre 2

Tableau 2.1 : Propriétés physico-chimiques du laury sulfate de sodium. **26**

Tableau 2.2 : Caractéristiques des excipients utilisés **28**

Tableau 2.4 : Représente l'intervalle de taux rétention de l'émulsion **32**

Tableau 2.5 : Aspect des émulsions selon la taille des globules……**33**

Chapitre 3

Tableaux 3.1 : la concentration et le type de l'émulsion..... **38**

Tableaux 3.2 : Résultats de centrifugation des émulsions H/E **41**

Tableau 3.3 : Résultats du pH des émulsions **41**

INTRODUCTION GENERALE

Introduction Générale

Aujourd'hui au monde, plus de 12 millions de personnes sont concernées par des problèmes de cheveux. Les étiologies sont multiples, les plus fréquemment rencontrées à l'officine étant les alopécies androgénétiques, réactionnelles, et iatrogènes, les dermatoses du cuir chevelu, la pédiculose et les problèmes capillaires concernant un certain type de cheveu : gras, sec, crépus, avec des pellicules … *(Noye 2013).*

La chute de cheveux touche aussi bien les hommes que les femmes. Chez l'homme, elle est souvent chronique et progressive, d'origine hormonale et génétique. Chez la femme, la chute de cheveux est souvent réactionnelle à un événement particulier comme un accouchement, une grande fatigue, un régime. Une chute de cheveu prématurée doit être prise en charge dès les premiers signes. Le pharmacien est souvent sollicité en première ligne. Il devra identifier l'origine de la chute, conseiller un produit ayant un effet bénéfique pour la freiner, et accompagner le patient dans son traitement pour préserver son capital capillaire *(Noye 2013).*

Effectivement, les gens sont toujours à la recherche de soins efficaces avec des produits naturels, Pour cela nous avons pensé à former une émulsion pour traiter ce problème.

Les émulsions ont été intensivement étudiées au cours des dernières décennies en raison de leurs larges domaines d'applications industrielles.

Les émulsions sont des systèmes dispersés métastables constitués d'au moins deux liquides non miscibles et d'un agent amphiphile. L'un des liquides est dispersé dans le second sous forme de petites gouttes sphériques dont la taille varie selon les conditions de 0,1 à quelques dizaines de micromètres. Le système ainsi créé ne correspond pas à un état thermodynamiquement stable, l'état le plus stable consisterait en la séparation macroscopique des deux fluides ***(****Arditty 2004****)***.

Le présent mémoire a pour objectif principal de formuler une émulsion, à base des ingrédients naturelle. La mise en évidence de leur paramètre physicochimique et microbiologique.

Ce travail s'articule autour de 3 chapitres. Le premier chapitre est une revue générale sur les cheveux, cuir chevelu et les traitements devant être appliqués pour sa guérison.

Dans le second chapitre, a été dédié entièrement aux matériels et méthodes utilisés pour mener à bien ce travail

Le troisième chapitre quant à lui, est consacré aux résultats de toutes les expériences entreprises ainsi qu'à leur discussion.

Ce travail est couronné par une conclusion qui reprend l'essentiel des objectifs atteints et les perspectives qui en découlent.

CHAPITRE 1

SYNTHESE BIBIOGRAPHIQUE

1.1.Introduction

Poils et cheveux sont des formations complexes recouvrant le corps humain avec une variation topographique importante de leur densité, épaisseur et la longueur. Selon leur localisation, certains poils portent des noms différents : cheveux, barbe, moustache, sourcils, cils.

Les émulsions sont largement produites et utilisées dans l'industrie. Ce sont aussi bien des produits alimentaires comme le lait, le beurre, les mayonnaises, les vinaigrettes, que des produits cosmétiques ou pharmaceutiques à appliquer sur la peau tels que les crèmes ou les pommades. A l'échelle industrielle.

1.2.Le cuir chevelu

Le cuir chevelu est comme la peau, composé en surface de trois couches : l'épiderme, le derme et l'hypoderme. Les follicules pileux sont nombreux sur le cuir chevelu. Ils sont annexés à un appareil pilosébacé: une glande sébacée associée au muscle pilo-arrecteur, dont la contraction sous l'influence du froid, de l'émotion, est à l'origine du phénomène de « chair de poule ». Grâce aux réseaux nerveux ramifiés entourant les follicules, les poils participent aux sensations tactiles. L'épiderme a un pH de 5,6 et est recouvert de sébum et de sueur, permettant la lubrification et la protection des cheveux. Le cuir chevelu apporte donc les éléments nécessaires à la croissance, la santé et la beauté des cheveux (Bouhanna et all 1999).

Le cuir chevelu a une épaisseur moyenne de 6 mm, Dela superficie à la profondeur, on peut observer:

- La peau, avec une vascularisation et une épaisseur importante du derme.
- Le tissu sous-cutané avec un tissu graisseux et des travées fibreuses conjonctivo-élastiques.
- La galéa ou épicrâne, est une aponévrose tendue entre le muscle frontal, le muscle occipital, et les muscles auriculaires, voir la figure *(Bouhanna et all 1999)*.

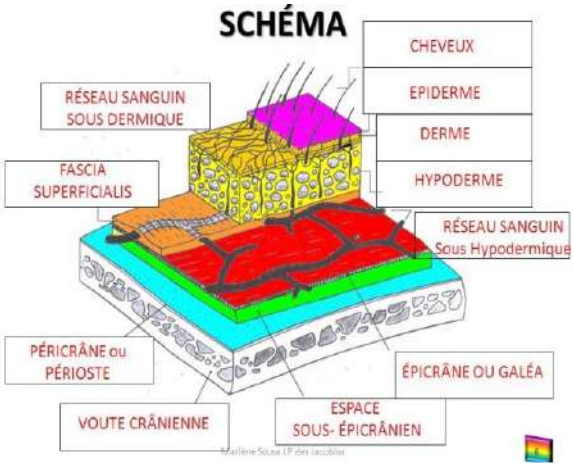


Figure 1.1. Les différentes couches du cuir chevelu

(http://slideplayer.fr/search/cuir+chevelu/ consulté en mai 2016)

1.3.Les cheveux

Un cheveu contient beaucoup d'informations tant par sa couleur, son aspect et sa texture, sa forme (souple, ondulée ou frisée), son épaisseur, son degré de blanchiment, la présence de teinture ou de décoloration *(Noye 2013)*.

Ils représentent une variété particulière de poils et possèdent une racine avec une gaine appelée follicule pileux qui se termine par un renflement : Le bulbe. Celui-ci possède à sa base une dépression, la papille par laquelle le poil est nourri grâce à des vaisseaux nourriciers. Le muscle érecteur du poil est un petit muscle lisse à innervation sympathique segmentaire dont la contraction (sous l'effet du froid, de la peur,) déclenche le redressement du poil (« chair de poule ») *(Arouete 1989 ; Bernard 1994)*

1.3.1. Constitution chimique et physique

Le cheveu est constitué essentiellement de kératine, de protéines fibreuses, de chaines polypeptidiques, de mélanine, d'eau, de faibles quantités de lipides (céramides, cholestérol, acides gras...) et de métaux à l'état de trace provenant de l'extérieur.

Le cheveu est constitué par deux parties :

- La racine pilaire ;
- La tige pilaire *(Bouhanna et al 1999)*.

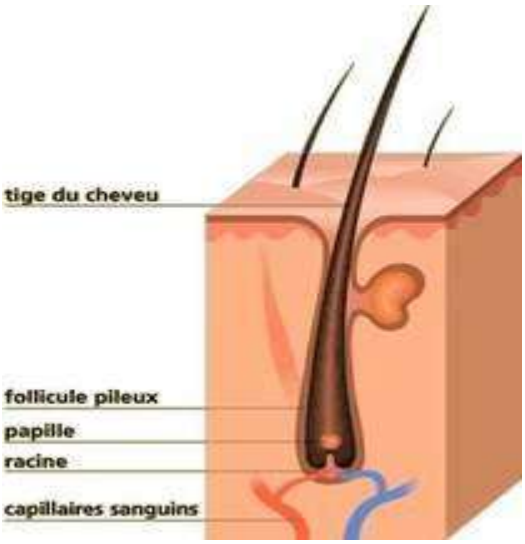


Figure 1.2. Constitution d'un cheveu ***(Bernard 1994)***

1.3.1.1. La racine pilaire

A la base du cheveu, se trouve la racine pilaire constituée par le bulbe. Cette zone comprend la matrice pilaire épithéliale et la papille dermique. La matrice pilaire présente plusieurs parties :

- Une zone germinative profonde où il y a un nombre important de division cellulaire, responsable de la pousse du poil.
- Une zone pigmentée responsable de la mélano genèse, et donc riche en mélanocytes qui pigmentent les cellules corticales et médullaires de la tige pilaire.
- Une zone de kératogénèse permettant la différenciation du cheveu et sa structure.

La papille dermique est un tissu conjonctif qui permet la régulation de la croissance du cheveu et la nutrition. On trouve également des fibres élastiques, et des artérioles qui remontent dans
La papille formant un riche réseau capillaire. La substance fondamentale est riche en acide Hyaluronique et en chondrite sulfate *(Bouhanna et all 1999)*.

1.3.1.2. La tige pilaire

Elle est située au-dessus de l'orifice folliculaire. Elle comporte trois couches de l'intérieur vers l'extérieur :

- Une zone médullaire ;
- Une zone corticale ;
- Une cuticule.

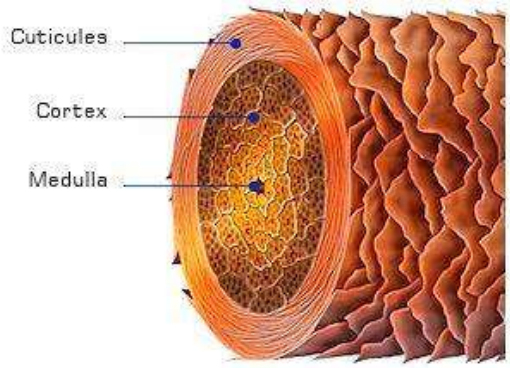


Figure 1.3. Coupe transversale d'un cheveu *(Bouhanna et all 1999)*.

1.3.2. Propriétés et rôles des cheveux

1.3.2.1. Propriétés chimiques

Si le cheveu contient de l'eau, des lipides, des traces d'éléments minéraux et de la mélanine, c'est la kératine qui en est son constituant principal.

- **La kératine**

La kératine est une protéine fibreuse, insoluble, dure, très résistante, mais également très souple, et présente à 95% dans le cheveu *(Feuilhade de chauvin 2011).*

Elle est constituée d'un assemblage d'acides aminés essentiellement soufrés, représentés principalement par la cystéine (environ 15 à 17 %) et la proline.

- **Les pigments**

Les pigments du cheveu, comme ceux de la peau sont constitués de polymères biologiques: les mélanines. Leur quantité n'en fait pas l'élément majoritaire de la tige, mais c'est par contre l'un des plus visibles car ils donnent aux poils et aux cheveux leur couleur.

Les mélanines sont produites sous forme de mélanosomes par les mélanocytes de la matrice du follicule pileux. Ils sont formés d'un squelette de protéine recouvert de mélanine*(Chabasse2011).*

- **Les lipides**

Les principaux lipides présents dans les cheveux sont le sébum, les acides gras, les stérols et les céramides. Produits au niveau du bulbe pilaire, ils ne représentent que 3% de la composition des cheveux. Leur concentration augmente après la puberté puis diminue avec l'âge surtout chez les femmes *(Misery 2011).*

- **Les métaux**

Les métaux sont présents en faible quantité mais sont variés. Les cheveux noirs sont riches en cobalt, en cuivre et en fer, les roux riches en molybdène, les jaunes en titane. Quant aux cheveux blancs, non pigmentés, ils sont riches en nickel*(Peter2011)*

1.3.2.2. Propriétés physiques

- **Solidité**

Le cheveu est très solide. Chaque cheveu peut résister à une traction variant entre 50 et 100 g. Ce sont les ponts disulfures qui sont responsables de la résistance à la traction *(Peter2011)*.

- **Elasticité**

Une des propriétés essentielles de la tige pilaire est son élasticité. Elle peut, sous l'effet de la traction, s'allonger puis reprendre sa longueur et sa forme initiale par la suite. On estime la capacité d'allongement d'un cheveu sec à 30% de sa longueur initiale et humide à plus de100% *(Denieul. 2009 ; Billaud, 2007).*

1.3.2.3. Propriétés électriques

Le cheveu s'électrise car il est capable de libérer des charges électriques.

1.3.2.4.Rôles des cheveux

Le cheveu a un rôle de protection : il protège le crâne contre les agressions extérieures telles les chocs, le soleil, la pluie, le froid et d'autres événements climatiques. D'autres pistes s'orientent également vers une possible participation à la diffusion d'hormones, mais également à la participation à la détoxification de l'organisme. En effet, les cheveux ont tendance à accumuler certains xénobiotiques entrés dans le corps via l'alimentation ou encore la respiration (mercure, plomb, arsenic, drogues…). Cette caractéristique est d'ailleurs utilisée en médecine pour identifier une intoxication à certains éléments ou encore lors d'enquêtes de police ou de contrôles anti-dopage. C'est la mémoire toxicologique du cheveu. Elle permet de mesurer une exposition sur une longue durée, au contraire des mesures dans des milieux classiques : sang et urines. Il évite aussi la déperdition de chaleur au niveau du crâne et a un rôle esthétique. *(Le cheveu 1997)*

1.3.3. Les différentes natures des cheveux

1.3.3.1. Cheveux normaux

C'est un cheveu doux au toucher, qui se démêle et se coiffe facilement, souple et d'aspect brillant. Le cuir chevelu est sain sans pellicules, irritations ou rougeurs. Le dialogue avec la patiente ne fera ressortir aucun problème particulier *(Le moniteur 2011 ; estrade 2001).*

1.3.3.2. Cheveux secs

Les cheveux secs et un cuir chevelu sec sont dus à un manque de sébum et d'eau au niveau du film hydrolipidique. Les cheveux secs sont rêches et cassants. Ils sont difficiles à coiffer et à démêler. Ils sont facilement électriques et présentent un aspect de paille, particulièrement au niveau des pointes qui sont fourchues*(Le moniteur 2011 ; estrade 2001)*.

1.3.3.3. Cheveux gras

Le cuir chevelu présente une hyper séborrhée c'est-à-dire une production excessive de sébum liée à une hypertrophie des glandes sébacées sous la dépendance des androgènes. Le sébum envahit le canal folliculaire puis s'écoule vers l'extérieur, imprégnant le cuir chevelu et une longueur plus ou moins importante de la tige pilaire. Les cheveux sont luisants, collés en paquet de mèches, externes, à l'origine d'une gêne esthétique. Les cheveux étant lourds et manquant de volume, les coiffures ont du mal tenir*(Le moniteur 2011 ; estrade 2001)*.

1.3.3.4. Cheveux crépus

Chez les personnes noires ou métissées d'origine africaine ou antillaise, les cheveux sont crépus, très fins, d'aspects mats et très déshydratés. La glande sébacée est souvent atrophiée à cause de l'incurvation du follicule pileux. La torsion naturelle du cheveu entraine une répartition inégale du sébum sur le cuir chevelu. Les cheveux sont rêches et difficiles à démêler. Ils sont aussi fragiles et cassants, la cuticule qui gaine le cheveu étant très mince. En climat tempéré, la sécheresse naturelle du cheveu s'accentue. En effet, le climat chaud et le soleil stimule la sécrétion de sébum et rendent les cheveux moins secs*(le moniteur 2011 ; estrade 2001)*.

1.3.4. Le cycle pilaire

De la période prénatale à la fin de la vie, les cheveux poussent, meurent puis repoussent selon des cycles plus ou moins longs. Pendant la première année de la vie, tous les cheveux poussent au même rythme et selon le même schéma. Mais après cette première année, chaque cheveu suit un cycle de croissance qui lui est propre *(Bernard 2006)*.

Le cycle pilaire est caractérisé par la succession de trois phases : anagène, catagène et télogène. Le follicule pileux est en phase de production de tige pilaire pendant la phase anagène, en involution pendant la phase catagène puis en phase de repos avec chute de cheveux pendant la phase télogène. Sur une chevelure normale on peut considérer que 85% des follicules sont en phase anagène, 1 à 2% en phase catagène et 15% en phase télogène *(Bouhanna 2004 ; Bernard 2006)*.

1.3.4.1. Phase anagène

La phase anagène est la phase de croissance, sa durée moyenne est de trois ans. C'est la durée de cette phase qui déterminera la longueur maximale que les cheveux pourront atteindre. On peut la subdiviser en six étapes :

Anagène 1 : Régénération du follicule pileux à partir des cellules souches qui sont dans le bulge. Le bulge est situé au niveau de la zone d'insertion du muscle arrecteur (Figure 1.4). Les cellules souches possèdent un potentiel prolifératif important et sont responsables de la régénération du tissu. Ce bulge est en position stratégique pour interagir durant la phase télogène tardive. A cet instant du cycle, les kératinocytes sont relativement indifférenciés.

Anagène 2 : Enveloppement de la papille dermique par les cellules matricielles nouvellement formées.

Anagène 3 : Le follicule pénètre dans le derme en se glissant dans les gaines conjonctives de l'ancien poil. C'est à ce moment que débute une intense activité 30 mitotique pour les cellules matricielles. L'activité des mélanocytes débutent de façon concomitante.

Anagène 4 : Le cheveu croît, son extrémité distale atteint le niveau de la glande sébacée. Cette phase est importante, car c'est à ce moment que les cellules matricielles activent la papille dermique et son angiogenèse. Meilleure est l'angiogenèse, plus rapide sera la pousse du cheveu, ce qui est crucial car le diamètre et la longueur du cheveu seront proportionnelles au volume de la papille.

Anagène 5 : La pointe du cheveu effleure la surface de l'épiderme.

Anagène 6 : La croissance du cheveu est visible. Le cheveu va croître jusqu'à ce que les cellules matricielles s'épuisent *(Stene 2004; Bernard 2006).*

1.3.4.2. Phase catagène

La phase catagène est une période de régression et d'arrêt de la croissance, elle dure environ **trois semaines**. C'est au cours de cette phase qu'il y a arrêt de formation des pigments, arrêt de croissance des parties épithéliales du follicule pileux et une restructuration prononcée de la matrice extracellulaire. Le follicule se raccourcit et diminue de volume, c'est une mort cellulaire programmée qui permet la régulation du taux d'accumulation cellulaire. Les cellules des follicules pileux sont donc programmées pour disparaître et laisser la place à un nouveau follicule pileux *(Stene2004).*

1.3.4.3. Phase télogène

La phase télogène qui dure environ **deux à trois mois**. Le follicule pileux régresse sur moins de la moitié de sa longueur initiale et le bulbe remonte lentement jusqu'à atteindre l'infundibulum pilaire, ce qui détermine la chute spontanée du cheveu. Nous perdons ainsi 60 à 100 cheveux par jour. En même temps, un nouveau bourgeon pilaire apparaît et vient au contact de la papille dermique restée au-dessous. Un nouveau cycle débute alors *(Melissopoulos et all 1998; Stene 2004).*

Nos follicules pileux sont programmés pour effectuer 25 à 30 cycles pilaires de 3 à 5 ans chacun en moyenne. Nous devrions donc avoir assez de cheveux jusqu'à la fin de notre vie. Cependant, certains désordres hormonaux, génétiques ou psychologiques peuvent dérégler ce cycle et entrainer une chute plus rapide que prévu *(Stene 2004; Bernard 2006).*

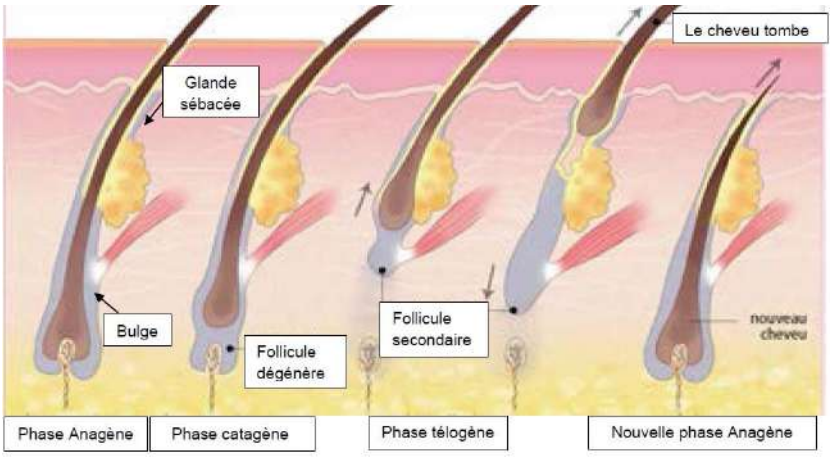


Figure1.4. Les phases de la croissance d'un cheveu ***(http://leblogducheveu.blogspot.fr - mai 2016)***

1.3.5. Les facteurs influençant la croissance du cheveu

La croissance et la différenciation des cheveux résultent d'un ensemble de mécanismes régulateurs étroitement liés. Différents médiateurs chimiques comme les hormones, les facteurs de croissance interviennent par voies endocrines, paracrines et autocrines.

1.3.5.1. Les facteurs génétiques

La longueur maximale des cheveux est sous contrôle génétique, par l'intermédiaire du contrôle de la durée du cycle pilaire. Plus ce cycle est long (sur toute la phase anagène), plus l'individu pourra espérer avoir des cheveux longs. De plus, le sexe et l'ethnie conditionnent la longueur maximum des cheveux. Ainsi, les femmes indoues peuvent avoir des cheveux très longs *(Melissopoulos et all 1998 ;Bouhanna 2004 ; Bouhanna 2006).*

1.3.5.2. Les facteurs de croissance

Les cellules du bulbe folliculaire prolifèrent sous l'action de certains facteurs cytosolubles permettant ainsi la croissance de la tige pilaire.

1.3.5.3. Les facteurs hormonaux

Les hormones stéroïdes jouent un rôle important aussi bien sur l'activité du follicule pileux que sur celle de la glande sébacée. Certains follicules pileux et leurs annexes ne dépendent pas des hormones stéroïdiennes (les sourcils et les cils), alors que d'autres en dépendent (certains cheveux).

1.3.5.4. Les facteurs exogènes

- **L'alimentation**

Grâce à certaines études, nous savons que la malnutrition, un régime pauvre en protéines et certains désordres alimentaires peuvent être responsables d'une perte de cheveux *(Goldberg Lenzy 2010).*La synthèse des protéines et de l'ADN par le follicule pileux est très rapidement ralentie. Cependant, seule une déficience en fer et en L-lysine peut être responsable d'une chute de cheveu chez un individu globalement sain *(Rushton 2002).*

- **Les changements de saison**

Les variations saisonnières peuvent se faire sentir chez l'homme au niveau de la croissance des cheveux. Une croissance souvent maximum en début d'été pour une chute maximum en début d'hiver. Nous savons que le cycle pilaire est principalement sous dépendance génétique et hormonale, or la production des hormones stéroïdiennes dépend notamment de la durée d'exposition solaire. De plus, en été, la chaleur favorise la vasodilatation ce qui améliore l'apport des nutriments au niveau du bulbe *(Melissopoulos et all 1998 ; Bouhanna 2006).*

- **Certaines substances chimiques**

Certaines substances chimiques peuvent agir sur la croissance du cheveu soit en l'inhibant, soit en la stimulant, soit en provoquant sa chute.

1.4. Les pellicules

Les états pelliculaires du cuir chevelu sont des affections chroniques évoluant par poussées entrecoupées de périodes de rémission. Le processus de renouvellement des cellules de l'épiderme, qui dure habituellement 30 à 45 jours, s'accélère fortement (10 à 14 jours).

Les cellules sont agglomérées les unes aux autres et tombent sous forme de squames visibles ***(****Bouhanna 2006.****)***

1.5. La chute de cheveu ou alopécie

Il faut savoir qu'une chute de cheveu est considérée comme normale lorsqu'elle concerne 30 à 100 cheveux par jour. *(Reygane 2002)*Au-delà, on parle d'une chute excessive.

Elle peut être congénitale ou acquise, localisée ou diffuse, aiguë ou chronique.

1.5.1. Les alopécies acquises diffuses

Alopécies qui touchent l'ensemble du cuir chevelu. Elles peuvent être aiguës ou chroniques. *(Richard Aziza 2000, Ait Ourhrouil Dahbi Hassam 1998, Assouly 2012, Harrison Bergfeld 2009, Yusur Al-Nuaimi, Gerold Baier, Rachel 2010)*

Aiguës La chute de cheveux est brutale, intense et inquiétante pour la personne concernée qui peut perdre jusqu'à mille cheveux par jour. Elle apparait 2 à 3 mois après la rencontre avec l'élément déclencheur. Les principales étiologies sont :

- Cause psychosomatique tel qu'un choc émotif ;
- Effluvium télogène (post-partum, « stress », lupus systémique);
- Syphilis secondaire ;
- Dysthyroïdie ;
- Interventions chirurgicales importantes ;
- Carence alimentaire ;
- Cause infectieuse (scarlatine, thyphoïde…) ;
- Cause médicamenteuse (notamment les antimitotiques).

Chroniques On parle d'alopécie chronique lorsqu'il y a perte de plus de 100 cheveux par jour depuis au moins 6 mois. On distingue les alopécies androgénétiques, que nous étudierons ultérieurement, et les alopécies non androgénétiques principalement dues à des troubles endocriniens (troubles de la thyroïde…) ou nutritionnels (carence en fer, en zinc…).

1.5.2. Les alopécies acquises localisées

Les alopécies acquises localisées sont caractérisées par l'absence totale ou partielle de cheveux sur une ou plusieurs zones bien délimitées du cuir chevelu. Elles sont cicatricielles ou non cicatricielles

Cicatricielles : elles sont caractérisées par une destruction irréversible des follicules pilo-sébacés, le cheveu ne repoussera plus jamais.

Les causes sont multiples ; elles peuvent être secondaires à une destruction par agents physiques (brûlures du 2ème et 3ème degré, traumatismes…), secondaires à des agents

microbiens ou mycosiques ou causées par des maladies systémiques (lupus érythémateux, lichen plan) ou pseudo-pelades.

Non cicatricielles : les follicules pilo-sébacés restent intacts. On observe une perte de cheveux en plaques qui est réversible. Dans cette catégorie, on distingue :

1.5.2.1 La pelade

Elle est caractérisée par une ou plusieurs plaques entièrement glabres, bien délimitées et arrondies. Les causes de la pelade sont mal connues. Néanmoins, elle serait vraisemblablement due à un défaut de vascularisation des bulbes pilaires de certaines régions du cuir chevelu.

1.5.2.2. Les teignes

Dermatoses fongiques vues précédemment.

1.5.2.3. La trichotillomanie

Expression de tics ou d'une névrose auto agressive, on observe ce type d'alopécie surtout chez l'enfant. Les cheveux sont cassés, de taille irrégulière et on les retrouve le matin sur l'oreiller. La plaque a un contour irrégulier contrairement à la plaque de la pelade et des teignes. *(Assouly 2012)*

1.5.2.4. Les traumatismes de coiffage

Ils sont dus à des causes externes soit d'origine accidentelle soit d'origine cosmétique, c'est-à-dire provoqués par le port d'élastiques et de barrettes de coiffure trop serrés ou les défrisages trop forts.

1.5.3. Les alopécies congénitales

Alopécies très rares, souvent familiales, réunissant plusieurs dysplasies. Elles sont dues à une anomalie de la tige pilaire ou à l'absence de racine et nécessitent une prise en charge spécialisée. *(Richard Aziza 2000)*

1.5.4. L'alopécie androgénétiques (AAG)

L'alopécie androgénétique (AAG) est un type particulier d'alopécie caractérisée par une miniaturisation progressive des follicules du cuir chevelu sous l'effet des androgènes. Elle touche aussi bien les hommes que les femmes et est prédéterminée génétiquement. Cette chute est un symptôme banal mais désespérant et pouvant atteindre psychologiquement le patient de par le caractère chronique et irréversible de la chute.

Ce processus commence entre l'adolescence et la quarantaine, son importance et sa rapidité varient selon le patrimoine génétique de l'individu. L'AAG est aussi sujette à des variations ethniques.

Chez l'homme, l'alopécie débute au niveau des zones fronto-temporales évoluant progressivement vers le vertex*(le moniteur 2011)*

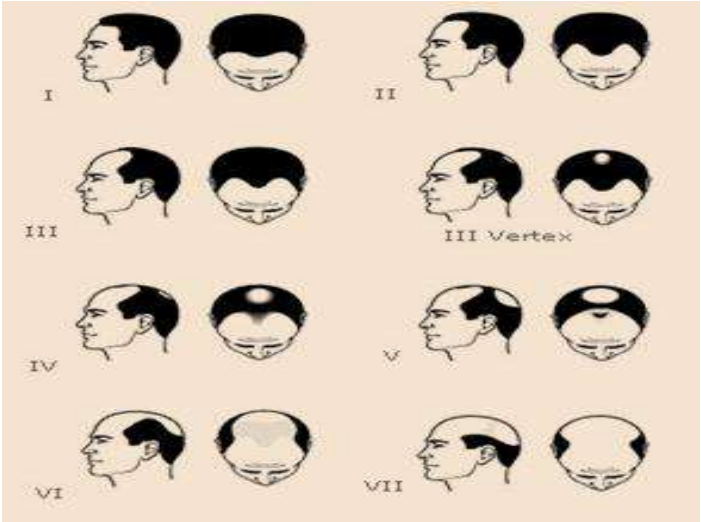


Figure 1.5. La chute de cheveux chez l'homme ***(jouanique 2004)***

Chez la femme, l'une augmentation des androgènes circulants, pour ensuite adapter le traitement. L'atteinte se fait au niveau frontal de façon diffuse ou localisée*(le moniteur 2011)*



Figure 1.6. La chute de cheveux chez la femme (*(jouanique 2004)*)

1.6. Traitements de la chute de cheveu

1.6.1. Traitement systémique

Les médicaments sont administres sous forme de comprimes ou d'injection et ceci pour Obtenir des taux efficace dans le sang, les médicaments atteignent la peau par voie sanguine mais d'autres parties de l'organisme peuvent être également atteintes, ce qui pourrait entrainer des effets secondaires majeurs, pour cette raison, le traitement local est privilégie.

1.6.2. Traitement local

L'administration d'un médicament par voie local permet d'obtenir des concentrations de principes actifs plus importantes au niveau de la zone atteinte.

1.6.2.1. Les produits pharmaceutiques

Les produits pharmaceutiques comprennent les médicaments, les réactifs biologiques, le produit chimique officinal, le produit galénique, les objets de pansement et tous les autres produits nécessaires à la médecine humaine et vétérinaire.

1.6.2.2. Les produits cosmétiques

Les produit cosmétique, toute substance ou préparation destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain, en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de les protéger, de les maintenir en bon état ou de corriger les odeurs corporelles ».

1.6.2.3. Les produits cosmétiques naturels

Un produit fini ne peut être qualifié de « naturel » que s'il ne contient aucun produit de synthèse (à l'exception des conservateurs, parfums et propulseurs).C'est tout produit qui se compose de substances naturelles (toute substance d'origine végétale, animale ou minérale, ainsi que les mélanges de ces substances), et qui est produit (obtenu et traité) dans des conditions bien définies (méthodes physiques, microbiologiques et enzymatiques). *(www.afssaps.fr)*

1.6.3. La pénétration du produit dans la peau (l'absorption)

Le phénomène d'absorption correspond au passage du médicament à travers la peau. Il s'agit d'un phénomène passif, c'est-à-dire que le corps n'emploie aucun mécanisme ni aucune énergie. L'absorption est un facteur propre à chaque individu, elle est variable selon :

- Le type de peau (plus importante dans les plis ou au niveau des organes génitaux externes).
- L'âge (absorption est supérieure chez l'enfant et la personne âgée par rapport à un adulte).
- La teneur en eau de la couche la plus superficielle de la peau c'est-à-dire la couche cornée (moyenne = 5-10%).
- La forme donnée au principe actif (sa galénique) : crème, lotion,...
- La technique d'application utilisée.

L'absorption est encore plus importante lors d'applications sur des lésions (où la barrière cutanée est rompue), ce qui accroît le risque d'effets secondaires *(frelichowska, 2009 ; Hir2001).*

1.7. Les émulsions topiques

Il existe une grande variété de formulations qui peuvent être utilisées sur la peau. D'un point de vue physicochimique, nous parlons d'émulsions, de mousses, de gels, de suspensions, de poudres et de solutions aqueuses et huileuses *(Frelichowska 2009)*.

1.7.1. Définition

Une émulsion est un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. Une émulsion est souvent décrite comme une dispersion de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. On distingue donc une phase dispersée et une phase continue, il est nécessaire d'utiliser un agent émulsionnant ou émulsifiant, son rôle est de stabiliser le système dispersé en inhibant les phénomènes de dégradation. Les tensioactifs, les polymères et les solides divisés sont des agents émulsionnants. Ceux les plus largement utilisés sont les tensioactifs *(Pierat 2010).*

1.7.2. Composition de l'émulsion

Une émulsion est, en général, composée de deux phases : une phase hydrophile, une phase lipophile et tensioactif. *(Shinodak 1967)*

- **Phase lipophile**, également appelée phase grasse, phase huileuse ou phase organique, est généralement constituée d'un mélange d'ingrédients d'origines variées.
- **Phase hydrophile**, appelée également phase aqueuse, contient généralement de l'eau et des composés solubles en phase aqueuse appelés composés hydrosolubles.
- **Tensioactifs,** sont très importants car ils assurent la formation et la stabilité de l'émulsion dans le temps.

1.7.3. Les tensioactifs

Les tensioactifs sont des molécules organiques amphiphiles, comportant deux parties bien distinctes : une tête polaire hydrophile, qui présente une forte affinité pour les molécules d'eau et une queue apolaire hydrophobe (lipophile), que les molécules d'eau ont plutôt tendance à fuir. La tête hydrophile est généralement constituée d'un ion ou d'un groupement possédant un moment dipolaire et la queue hydrophobe d'une ou de plusieurs chaînes aliphatiques. Lorsqu'elles se trouvent à l'interface eau-air, les molécules amphiphiles ont tendance à diriger leur tête hydrophile vers l'eau et leur queue hydrophobe vers l'air, ce qui a pour conséquence de modifier l'énergie de l'interface.

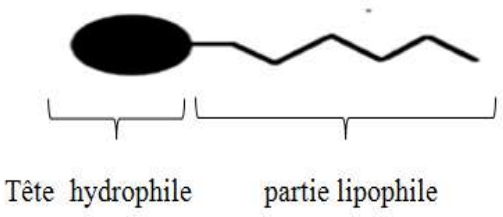


Figure 1.7. Schéma d'un agent tensioactif *(Rondon Gonzalaz2007)*

1.7.4. Classification des tensioactifs

Il existe différentes classifications possibles des tensioactifs. Ils peuvent être classés enfonction:

- de la longueur de la partie lipophile qui permet de classer les tensioactifs en agents mouillants (C8-C10), détergents (C12-C16), émulsionnants ou adoucissants (C18- C22)
- de leur origine, naturelle ou synthétique.
- de la nature de leur tête polaire (non ionique, anionique, cationique ou amphotère).

1.7.4.1. Les agents tensioactifs anioniques

Ces composés possèdent un ou plusieurs groupes fonctionnels s'ionisant en phase aqueuse pour donner des ions tensioactifs chargés négativement et responsables de l'activité desurface.Ce sont les agents tensioactifs les plus utilisés industriellement *(Salager 2002).*

1.7.4.2. Les agents tensioactifs cationiques

Comportent un groupement ionique chargé positivement en solution aqueuse, ce sont généralement des sels d'ammonium quaternaire. Les tensioactifs cationiques forment des complexes insolubles dans l'eau avec les anioniques *(Boumenir 2002)*

1.7.4.3. Les agents Zwitterioniques

Un agent tensioactif zwitterionique est un zwitterion qui est également connu comme sel interne, ayant un anion et un cation. Ils sont appelés également des agents tensioactifs amphotères à cause du fait qu'ils comportent souvent une base couplée à un acide.

1.7.4.4. Les agents tensioactifs non ioniques

Ces surfactifs sont caractérisés par une tête hydrophile non chargée et sont compatibles avec n'importe quel autre type de surfactif. Ce sont donc d'excellents candidats pour les formulations complexes. Les surfactifs non ioniques sont émulsionnants, solubilisant et mouillants *(Giardi 2011)*

1.7.4.5. Critère de Choix des tensioactifs

Le choix du tensioactif doit prendre en compte le type d'émulsion à préparer et la nature des phases. A ce jour, il n'existe pas de méthode absolue pour déterminer « le » tensioactif pour une émulsion donnée. Nous allons donc présenté les deux principales théories qui permettent de sélectionner le(s) tensioactifs(s) pour une application précise.

1.7.4.6. Règle de Bancroft

La règle de Bancroft (1913) relie la solubilité du tensioactif au sens de l'émulsion. Ainsi, l'émulsion formée a pour milieu continu la phase dans laquelle le tensioactif est le plus soluble. Par exemple, si le tensioactif est hydrophile, l'émulsion est de type huile dans- eau et inversement une émulsion eau-dans-huile fera appel à un tensioactif à caractère lipophile*(Bancroft1913)*

1.7.4.7. Balance Hydrophile-Lipophile (HLB)

La notion de HLB, a été introduite par Griffinen 1949 et découle d'un souci de classement des tensioactifs, non par rapport à leur structure mais par rapport à leur utilisation. C'est la méthode la plus utilisée pour caractériser les tensioactifs et exprimer leur hydrophile ou lipophile. La méthode consiste à attribuer à chaque tensioactif une valeur numérique qui caractérise cette balance entre les propriétés hydrophiles et lipophiles. Le choix de l'échelle fut arbitraireet compris entre 1 et 20. Les plus lipophiles sont en bas de l'échelle et les plus hydrophiles en haut, avec un point « neutre » qui se situe autour de 10*(Alberto 2006)*

1.7.4.8. Propriétés des tensioactifs

Les propriétés essentielles des composés tensioactifs qui permettent de comprendre lesphénomènes observés et qui déterminent leurs domaines d'application sont :

- L'adsorption aux interfaces qui provoque une diminution des tensions interfaciales. Cette propriété est responsable des phénomènes de mouillage, de dispersion, de détergence et d'émulsification.
- L'autoagrégation en solution ou micellisation qui gouverne les propriétés de solubilisation et d'émulsification *(Teixeira 2004)*

1.7.5. Les types des émulsions

Les émulsions sont généralement constituées d'une phase aqueuse E, et d'une phase huileuse H, si la phase dispersée est la phase huileuse. L'émulsion est dite directe, de type huile dans l'eau et notée H/E (O/W), tandis que si la phase huileuse est la phase continue (ou phase externe) l'émulsion est inverse de type eau dans huile E/H (W/O).

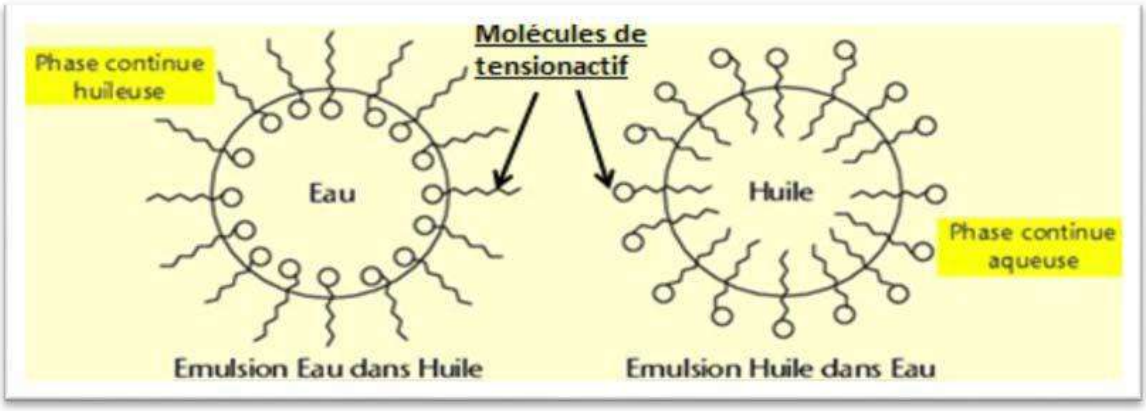


Figure 1.8 : les deux types d'émulsion simple (*bimbenet* 2011)

1.7.6. Concepts de formulation

Il existe trois catégories de variables qui influencent le type d'émulsion

1.7.6.1. Variables de formulation physicochimique

Ce sont les variables intensives (indépendantes des concentrations) associées à l'état d'équilibre du système. Il s'agit de tous les paramètres physiques ou chimiques comme la température, la pression, la nature des constituants et le type d'électrolyte.

1.7.6.2. Variable de composition

Ce sont les variables extensives associées aux quantités et proportions des composants principaux du système : l'eau, l'huile et le tensio-actif. Les deux variables les plus communément utilisées sont la concentration en tensio-actif et le rapport eau/huile.

1.7.6.3. Variables mécaniques

Ce sont les variables associées au protocole d'émulsification comme l'ordre d'incorporation des composants, la géométrie du dispositif d'agitation, la vitesse d'agitation ou l'énergie mécanique fournie. *(Brochette 1999, salager 2000)*

1.7.7. Préparation d'émulsion simple

Les émulsions sont préparées par mélange intime des deux phases dans lesquelles on a dissout au préalable tous les constituants, parmi eux les émulsionnants *(Guadalupe 2010)*

L'introduction des émulsionnant peut se faire de quatre façons différantes :

- on peut introduire les émulsionnants dans la phase aqueuse.
- On peut, inversement introduire les émulsionnants dans la phase huileuse.
- On peut, aussi, introduiren chaque émulsionnant dans son solvant préféretiel (l'émulsionnant hydrophile dans l'eau, et l'émulsionnant lipophile dans huile).

On peut, enfin, préparer l'émulsionnant « in situ», en introduisant, par exemple un acide gras dans huile, et une base dans l'eau (Djalloul1989*)*

L'ordre d'addition des phase peut varier : dans certains cas, c'est la phase dispersée qui est ajoutée progressivement sous agitation à la phase dispersante, dans l'autre cas c'est l'inverse ou bien ajouter aux émulsionnant par portion et altrnativement les deux phases à incorporer*(Benkiar 2002)*

Comme les deux liquides mis en présence ne sont pas miscible, pour mélanger les phases, avec une temperateure spécifique nous devons ajouter de l'énergie. Celle-ci sert à créer grande intrface entre les deux phases *(Guadalupe 2010)*

Bien qu'une agitation manuelle suffise parfois comme énergie mécanique, un moyen d'agitation électrique est le plus souvent indisensable pour l'obtention d'émulsions ayant une durée de vie importante. Différents moyens mécaniques de dispersion sont utilisable : mélaangeur à hilice, Mélangeur statique, broyeur colloidal, ultrsons on homogénéisateur à haute pression. Le type de système de dispersion est à choisir en fonction de lafinesse désirée pour l'émulsion *(Guadalupe 2010)*

1.7.8. Stabilités des émulsions

Le concept de stabilité n'est pas simple à définir en raison du on, nombre de phénomènes intervenant dans la déstabilisation d'une émulsion. On parle plutôt de processus de déstabilisation, lesquels auront des répercussions sur la structure et les propriétés du système.

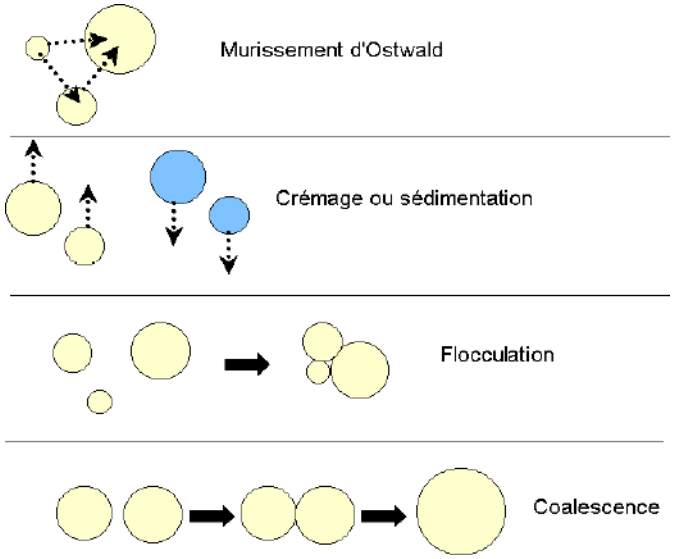


Figure 1.9. Processus de déstabilisation d'une émulsion ***(Salager 2000).***

1.7.8.1. Phénomène d'instabilité d'émulsion

L'émulsion ne doit pas montrer de démixtion, qui peut être provoquée par la coalescence ou par un phénomène de crémage/sédimentation (la phase continue apparaît mais la phase interne peut être dispersée). La stabilité physique inclut aussi une invariance du comportement rhéologique et de la granulométrie. Il existe plusieurs mécanismes de déstabilisation *(Rodriguez 2007).*

a) Sédimentation et crémage

Ce mécanisme résulte de la différence de densité entre la phase dispersée et la phase continue. On parle de crémage quand il s'agit d'une ascension de la phase dispersée et de sédimentation quand la phase dispersée chute. C'est un phénomène réversible : l'interface existe toujours, il suffit d'agiter pour revenir à l'émulsion *(Brochette 1999).*

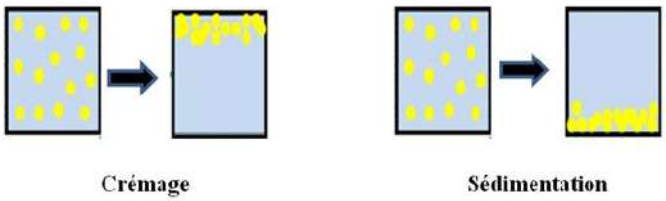


Figure 1.10. Phénomènes de crémage et de sédimentation ***(Brochette 1999).***

b) Floculation

Ce mécanisme résulte de l'agrégation des gouttelettes due aux interactions attractives. L'énergie d'interactions entre les particules est due à la somme des forces de répulsions électrostatiques et au potentiel d'attraction de type Van der Waals. Ce phénomène peut être réversible lorsque l'attraction est peu énergétique ou irréversible lorsqu'elle est très énergétique.

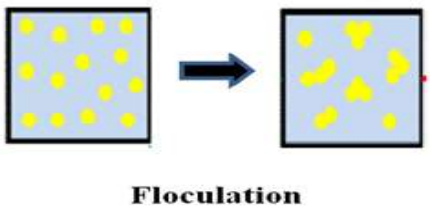


Figure 1.11. Phénomène de floculation ***(Brochette 1999).***

c) Coalescence

Ce mécanisme, irréversible, résulte de la rupture du film interfaciale entre les gouttes de la phase dispersée. Deux ou plusieurs gouttes fusionnent pour former une goutte plus grosse. Le processus se répétant, l'aire interfaciale devient de plus en plus petite et la phase dispersée démixe, et à terme on revient au système diphasique de départ. C'est un processus énergétiquement favorable *(Brochette 1999).*

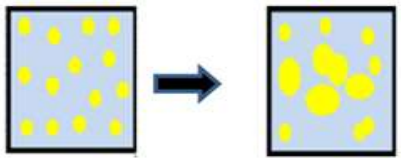


Figure 1.12. Phénomène de coalescence *(Brochette 1999).*

d) Mûrissement d'Ostwald ou diffusion moléculaire

Il existe toujours une solubilité partielle de la phase dispersée dans la phase continue.A l'issue de l'étape d'émulsification, la population de gouttelettes n'est pas homogène en taille. Il existe un flux de matière des petites vers les grosses gouttes, au travers de la phase continue.Les petites gouttes se vident au profit des grosses, et la granulométrie se modifie puisque les classes de faible taille disparaissent. Ce phénomène irréversible constitue lemûrissement d'Ostwald. *(Brochette 1999).*

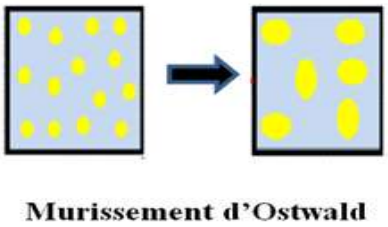


Figure 1.13. Phénomène de mûrissement d'Ostwald *(Brochette 1999).*

e) Inversion de phase

L'inversion de phase est un phénomène qui traduit par un changement du sens de l'émulsion c'est-à-dire une transformation d'une émulsion E/H en une H/E ou inversement

L'inversion de phase est aussi liée à d'autres facteurs tels que, la nature de la phase huileuse, la nature et la concentration des sels existant *(Brochette 1999).*

1.7.8.2. Stabilité chimique

Composants de l'émulsion ne doit participer à une réaction chimique pouvant soit modifier de manière grave la stabilité physique, soit perturber les propriétés applicatives (aspect, couleur, odeur, efficacité).

1.7.8.3. Stabilité microbiologique

La formulation ne doit pas être un milieu de culture pour levures, moisissures et germes bactériens, au risque de se dégrader (modification de viscosité, de couleur, d'odeur, démixtion), mais surtout pour éviter tout problème applicatif.

1.7.9. Caractérisation d'une émulsion

Trois critères principaux permettent de caractériser une émulsion :

- la nature des deux phases, continue et dispersée,
- la taille et la distribution de taille des gouttes (granulométrie)
- la rhéologie.

1.7.9.1. Nature de la phase continue

La détermination de la nature de la phase continue d'une émulsion H/E ou E/H est un test très important car, pour une formulation donnée, le type d'émulsion peut changer en fonction du protocole de préparation (température, ordre d'addition des phases,...).

Les trois tests cités par AFNOR (1986) sont fondés respectivement sur :

- la coloration de l'une des phases (par exemple, addition d'un colorant hydrosoluble qui permet d'identifier la phase aqueuse).
- la dilution par addition d'eau qui montre si ce liquide est compatible ou non avec la phase continue.
- la conductimétrie qui est la méthode la plus fiable *(Moussaoui, Ghezal 2004)* et celle conseillée par l'AFNOR. La conductivité des émulsions H/E est nettement au moins 1000 fois plus élevée que celle des émulsions E/H. Des expressions théoriques et empiriques ont été proposées pour décrire, la conductivité en fonction du pourcentage de la phase interne**.**

1.7.9.2. Distribution de la taille des gouttes

La taille de gouttes est généralement déterminée par granulométrie laser. L'histogramme de répartition des diamètres de gouttes donne la distribution de la taille des gouttes qui est une information importante dans la caractérisation d'une dispersion. Deux émulsions identiques peuvent avoir des comportements différents à cause des différences dans la distribution des diamètres. L'analyse granulométrique peut expliquer le comportement rhéologique et la stabilité d'une émulsion. Le gros inconvénient de cette technique d'analyse est la nécessité d'une dilution par la phase continue, excepté avec la granulométrie à ultrasons. Supposer que la taille des gouttes et la distribution de taille reste inchangées après dilution, constitue une hypothèse parfois hardie**.**

1.7.9.3. Rhéologie des émulsions

La rhéologie des émulsions est une caractéristique très importante qui d'une manière générale, est tributaire des propriétés suivantes:

- la fraction volumique de la phase dispersée.
- la nature et la concentration de l'agent émulsifiant.
- la taille moyenne des particules et leur distribution granulométrique.

- la viscosité de la phase continue et, à un degré moindre, celle de la phase dispersée,
- la tension interfaciale eau/huile *(Ferarsa et all 2011)*

1.7.10. Examen de la nature des émulsions

1.7.10.1. Examen macroscopique

Ce test est basé sur les critères suivants :

- **Caractères visuels**

Aspect : il dépend de la nature des phases constituantes et de l'état du principe actif, il peut être brillant, satiné ou mat ou bien transparent, translucide ou opaque.

Consistance : elle revêt différents qualitatifs, il est possible par exemple de décrire une rigidité compacte ou filante ou une gélification, ferme ou tremblante.

Homogénéité : elle est primordiale et doit être vérifié au niveau de l'aspect qui est lisse ou granuleux et de la couleur.

Critère olfactif :il faut détecter la présence ou l'absence de particule étrangère, et l'odeur typique (principeactif, excipient,..).

Critère tactile :après étalement sur le revêt de la main, si la préparation n'est pas caustique, il faut préciser le toucher qui peut être gras, évanescent, collant, granuleux, lisse ou rugueux *(Moussaoui et all 2004)*

1.7.10.2. Examen microscopique

La microscopie optique est une technique très utile pour l'étude des émulsions. Il constitue un excellent moyen pour suivre la stabilité de ces systèmes lors du vieillissement. La microscopie optique est une méthode d'analyse usuelle pour la multiplicité des systèmes, cette méthode permet d'avoir une idée sur la taille des globules aqueux internes souvent de l'ordre du micromètre *(marty et all 1996)*

1.7.10.3. Détermination du sens de l'émulsion

Pour lever toute ambiguïté sur le sens d'une émulsion, il convient de réaliser une des méthodes proposées:

- **Méthode de dilution :** Elle correspond à introduire dans un tube à essai contenant de l'eau une petite quantité de l'émulsion, si cette dernière surnage sur l'eau, c'est que la phase continue est huileuse. Dans le cas contraire, on assiste à une dispersion facile, et on a une émulsion à phase continue aqueuse.
- **Méthode de coloration:** C'est l'introduction d'un colorant de nature connue. Si le colorant est liposoluble et l'émulsion est de type E/H on a la propagation de la couleur, si non l'émulsion est de type H/E. Les émulsions de type H/E sont colorée par les colorants hydrosolubles.

- **Méthode de mesure de la conductivité électrique:** La conductivité électrique est celle de la phase continue. L'émulsion est conductrice de l'électricité si elle est de type H/E, et non conductrice si elle est de type E/H *(Seddari 2001)*

1.7.10.4. Contrôle de stabilité

La stabilité d'une émulsion peut être appréciée dans une éprouvette graduée, par l'observation à intervalles réguliers de la sédimentation, de crémage, de la coalescence et de la séparation de phase. Pour une étude comparative, on obtient des résultats beaucoup plus rapidement en soumet l'émulsion à des vitesses de centrifugation. Le contrôle de la stabilité est complété par des essais de conservation à l'étuve à différentes température *(Seddari 2001)*

- **Stabilité à la centrifugation :** Cette détermination est utilisée comme test prévisionnel de stabilité des émulsions par de nombreux auteurs, fixant une limite d'un certain nombre de tours/minute pour lesquelles aucun phénomène d'instabilité n'est apparu (déphasage ou crémage).
- **Stabilité aux températures élevées de stockage :** Les échantillons sont stockés à des températures et pendant des durées définies suivant une procédure bien établies .Les températures du stockage variée généralement entre 5 et 55°C pendant des périodes allant de 3 mois , 6mois , 1an , et peuvent aller jusqu'à 4 ans *(Ferarsa et all 2011)*

1.7.10.5. Détermination de pH

Ce contrôle n'est pas spécifique. Cette détermination se fait avec des réactifs colorés ou des pH mètres *(Rasnani 2011)*

1.7.10.6. Contrôle de la pureté microbiologique

Les émulsions, en particulier celles à la phase continue aqueuse, sont considérées comme des préparations présentant un haut risque de contamination microbienne.

Le contrôle microbiologique des émulsions peut être effectué par différentes méthode, entre autre :

- Celle prescrite par le journal officiel pour les produits cosmétiques : méthode officielle d'analyse cosmétique.
- Celle de l'U.S.P (United states pharmacopia) *(Seddari 2001)*

1.8. CONCLUSION

En résumé : la relation entre la chute de cheveu et les émulsions.

La stabilité d'une émulsion est favorisée par une combinaison de facteurs incluant des critères purement géométrique, des propriétés physiques de chacune des phases, des propriétés de l'émulsifiant et les performances du procédé.

CHAPITRE 2

MATERIELE & METHODE

2.1. Introduction

L'objectif de ce travail est d'optimisé une émulsion et faire sa caractérisation sur les plans physicochimiques et microbiologique. Le produit est formulé à base des huiles naturelles et comme agent principal pour la formulation, deux tensioactifs et épaississant : stéarate de glycérol, Stéaroyl lactylate de sodium et gomme xanthane.

Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord les produits utilisés pour préparer les émulsions. Puis, nous décrirons le protocole d'émulsification employé dans la préparation des émulsions. Enfin, nous détaillerons les méthodes utilisées pour déterminer la formulation optimale du système et pour caractériser les émulsions après leur préparation.

2.2. Produits

Dans chaque formulation, il y a un principe actif et un élément auquel ce principe actif est mélangé (l'excipient).

Les principaux produits utilisés pour la réalisation de nos expériences sont :

2.2.1. Le principe actif : laury sulfate de sodium

Laury sulfate de sodium est une molécule chimique. Elle a trouvé une application comme surfactant. Il a utilisée principalement dans les shampoings pour traiter le problème de la chute de cheveu.



Figure 2.1. La structure chimique du laurylsulfate de sodium

Dans le **tableau 2.1**. Sont résumées quelques propriétés principales du laury sulfate de sodium.

Tableau 2.1. Propriétés physico-chimiques du laury sulfate de sodium.

Produits	Principales caractéristiques
Formule brute	C12H25NaO4S
Masse molaire	288,379 ± 0,018 g/mol
T° fusion	204 à 207 °C
Masse volumique	1,01 g.cm-3

2.2.2. Les excipients

L'excipient est le véhicule du principe actif à administrer.

Un bon excipient doit contribuer à donner à l'émulsion une consistance convenable qui permet un étalement facile. Aussi :

- Il doit être bien toléré et son pouvoir allergisant doit être faible.
- Il doit présenter le moins d'incompatibilités possible avec les autres constituants de l'émulsion.
- Il doit en général faciliter la pénétration des principes actifs dans les tissus.
- Il doit être suffisamment stable pour permettre une bonne conservation.

Les principaux produits utilisés dans ce travail sont présenté dans le tableau (2.2) :

Tableau 2.2. Caractéristiques des excipients utilisés

Produits	**Principales Caractéristiques**
Phase aqueuse : Eau distillée	La phase aqueuse utilisée pour la préparation des différentes formulations est l'eau purifiée. C'est une eau préparée par distillation à partir de l'eau potable.
phase huileuse : • Huile de noyau de datte	Aspect : Liquide de couleur jaune pâle. Rôle : Active la circulation sanguine et faire pousser les cheveux plus vite. Pour encore plus de brillance et vitalité, elle redonne volume aux cheveux fins même pour les hommes. C'est un régénérant et antioxydant.
• Huile de coco	Aspect **:** Liquide de couleur jaune pâle, avec légère odeur. Rôle: Nourrit et lisse la fibre capillaire, rend les cheveux brillants et vigoureux. Elle parfume agréablement les cheveux.
• Huile de fruit d'amla	Aspect : Liquide de couleur jaune pâle. Rôle : Adoucissante, hydratante, tonifiant puissant, aide à avoir une chevelure volumineuse, stimule et accélère la repousse des cheveux perdus. Antiseptique.
• Huile de noyau d'abricot	Aspect **:** Liquide de couleur jaune pâle. Rôle : Régénérant et revitalisante, Tonifiante, Emolliente, et surtout elle facilite la pénétration du produit.
Émulsifiants et stabilisants : • Stéaroyllactylate de sodium	Aspect : poudre blanche soluble dans huile avec une légère odeur. Co-émulsifiant très polyvalent: ingrédient permettant la tenue d'une émulsion (mélange crémeux d'une phase aqueuse et d'une phase huileuse) dans le temps, à utiliser en association avec un autre co-émulsifiant, comme l'émulsifiant stéarate de glycérol). D'une manière générale, l'utilisation de l'émulsifiant Stéaroyl lactylate de sodium en plus forte concentration favorise l'obtention de textures aqueuses et légères.
• Stéarate de glycérol	Aspect : morceaux jaune pâle. l'utilisation de l'émulsifiant stéarate de glycérol en plus forte concentration favorise l'obtention de textures plus épaisses, très onctueuses et pénétrantes.
• Gomme xanthane	Aspect : poudre blanchâtre inodore soluble dans l'eau Un bioploymère issue de la biotechnologie et obtenu à partir d'une source microbienne. La gomme xanthane est largement utilisée dans différents domaines en tant qu'agent épaississant ou stabilisant.
Conservateur : • Cosgard	Antibactérien et antifongique à large spectre, empêche les développements de bactéries, levures, moisissures dans les produits cosmétiques contenant de l'eau.

2.2.3. Produit microbiologique

Les souches utilisées dans la détermination du pouvoir antibactérien sont : *Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus.*

2.2.3.1. *Escherichia coli*

C'est un bacille à Gram négatif anaérobie facultatif appartenant à la famille des entérobactéries .Il peut être mobile ou immobile et parfois capsulé. Il est un commensal du tube digestif de l'homme. Sa présence dans l'eau et les aliments est un signe de contamination fécale. Il a un pouvoir pathogène lorsqu'il est présent dans les parties du corps normalement stériles *(Pilet 1987, Gommpel 2000).*

2.2.3.2. Staphylococcus aureus

C'est une coccobactérie à Gram positif qui appartient à la famille des Staphylococcaceae. Elle est habituellement non capsulée, immobile, anaérobie facultatif. Il est très résistant en milieux extérieur et produit différents types de toxines tel que l'hémolysine et l'entérotoxine. Cette bactérie est très répandue chez l'homme, environ un tiers des sujets sont des porteurs sains. Connue pour être la bactérie de la peau, c'est la plus fréquente dans les infections et les suppurations cutanées *(Pilet 1987, Flendrois1997, Carbonnelle et all 1988, Ncielauet all 2005)*

Les milieux de nutrition utilisés sont **:** *Chapman, Héctoéne et Muller***.**

2.3. Matériels

Le matériel de laboratoire qu'on a eu à utiliser est le suivant : spatule en inox, béchers en verre, barreau magnétique, et :

2.3.1. Balance analytique

La balance utilisée dans toutes les expériences est de marque SARTORIUS. Sa capacité maximale est de 210 g avec une précision de 0.1g.

2.3.2. Bain-marie

Le bain marie utilisé est de marque MEMMERT type WNB14**.**

2.3.3. Thermomètre

Le thermomètre utilisé est de marque CHECKTEMP°C

2.3.4. Agitateur magnétique

L'agitateur magnétique utilisé lors des préparations et pour l'émulsification primaire est de marque : STUART.

2.3.5. pH mètre

Le pH mètre utilisé est de marque HANNA PH209. C'est un appareil qui se compose d'un boitier électronique et d'une sonde dotée de deux électrodes (l'une de référence et l'autre à potentiel variable).

2.3.6. Microscope optique

L'examen microscopique a été réalisé à l'aide d'un microscope optique de marque OPTICH, doté d'une caméra pour photographier les observations microscopiques.

2.3.7. Centrifugeuse

C'est un appareil qui fonctionne avec des vitesses comprises entre 500 et 6000 tours/minute dans un intervalle de temps choisi selon l'utilisation.

2.3.8. Viscosimètre

Le viscosimètre utilisé de type BOHLIN INSTRUMENTS.

2.4. Méthodes

2.4.1. Optimisation des phases de l'émulsion (phase aqueuse/phase huileuse et l'émulsifiant):

Préparer différentes émulsions à plusieurs concentrations de Stéaroyl lactylate de sodium (5% + 0.5%) et Stéarate de glycérol (5% + 2%) A dissoudre le Stéaroyl lactylate de sodium dans la phase aqueuse et Stéarate de glycérol dans la phase huileuse à chaud. Pour optimiser le ratio phase huileuse/phase aqueuse, les différentes émulsions doivent être réalisées en différentes proportions des phases comme spécifié :

- 10% phase huileuse / 80% phase aqueuse ;
- 20% phase huileuse / 70% phase aqueuse ;
- 30% phase huileuse / 60% phase aqueuse.

Les différentes formulations à préparer sont spécifiées en pourcentage dans le tableau (2.3).

2.4.2. Formulation d'une émulsion

Les émulsions ont été préparées en additionnant les deux phases avec le tensioactif sous l'agitation.

- Peser les ingrédients et préparer les deux phases dans deux bols différents (**phase A**: l'huile de noyau de datte, l'huile de coco, l'huile de fruit d'amla, stéarate de glycérol. **phase B** : l'eau distillée, stéaroyl lactylate de sodium, gomme xanthane), en prenant soin de bien mélanger les ingrédients.
- On chauffe les deux phases à 60°C au bain-marie, les deux phases doivent être à la même température simultanément. Après le chauffage, ajouter l'huile de noyau d'abricot à la phase huileuse.
- On Ajoute la phase aqueuse à la phase huileuse ou l'inverse et procéder à l'émulsification en agitant énergiquement à l'aide d'un agitateur électrique Agiter 3 minutes à température ambiante puis 3 minutes dans un fond d'eau froide, jusqu'à l'obtention d'une émulsion homogène et opaque.

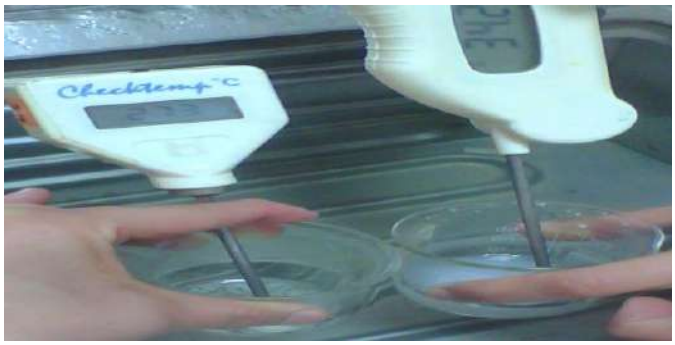


Figure 2.2. Procédé de chauffage de l'émulsion.

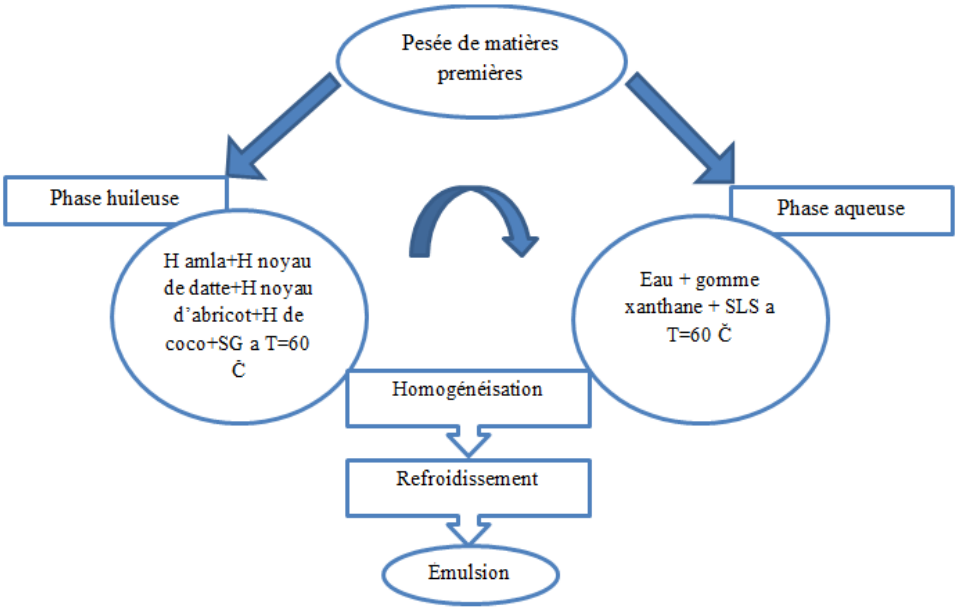


Figure 2.3: Schéma représentant les différentes étapes de la préparation d'une émulsion

2.5. Paramètre à contrôler

2.5.1. Examine macroscopique

Distripions détaillée de chaque émulsion obtenue (légère, épaisse, opaque, couleur et odeur). Mesurer la concentration de l'émulsion (concentration de la phase dispersée) en calculant le taux de rétention

$$\phi = \frac{\mathrm{VD}}{\mathrm{VD} + \mathrm{VC}} \qquad (\boldsymbol{Eq.2.1})$$

VD : volume de la phase dispersée

VC : volume de la phase continue

Résultat

Déterminer le type de l'émulsion

Tableau 2.4. Représente l'intervalle de taux rétention de l'émulsion

$\emptyset$	Type de l'émulsion
< 0.20	Emulsion diluée
$0.3 < \emptyset < 0.74$	Emulsion concentrée
> 0.74	Emulsion très concentrée

2.5.2. Examine microscopique

C'est un contrôle physique et fondamental, il a pour objectifs :

- de déterminer la taille, la forme et l'homogénéité de la répartition.
- de vérifier l'absence de particules anormales en suspension ou la présence de bulles d'air.
- de vérifier la recristallisation des excipients et spécialement celle des conservateurs.
- Le phénomène de coalescence.
- Le changement de phase d'émulsion, consécutif à une évolution importante du diamètre des globules.

Mode opératoire

- Mettre une quantité de l'émulsion préparée entre lame et lamelle propre.
- placer la lame sur le microscope avec un grossissement X40.

Lecture

Déterminer les diamètres de la phase dispersée, ensuite classer selon la taille des globules

Tableau 2.5. Aspect des émulsions selon la taille des globules

Taille des globules	Apparence microscopique
> 5 µm	- Emulsions grossières ± stables.
5 µm à 1 µm	- Emulsions moyennes laiteuses blanche.
1 µm à 0.1 µm	- Emulsions fines à reflets bleutés.
< 0.1 µm	- Emulsions légèrement translucides - Microémulsions translucides. - Solutions micellaires.

2.5.3. Mesure de la viscosité

Pour l'étude de la viscosité des émulsions pharmaceutiques, les appareils les plus utilisés est : les viscosimètres à mobile tournant *(Hir 1983).*

Mode opératoire

- Introduire dans un tube à essai l'émulsion préparée.
- Régler chaque fois la vitesse de rotor.
- Lire la valeur de laviscosité sur l'écran de l'appareil.

Stabilité physique de l'émulsion

Pour être apte à son utilisation, tout produit formulé doit pouvoir être stable quelles que soient les conditions auxquelles il peut être exposé. C'est pourquoi, nous avons passé notre préparation aux divers tests de stabilité *(Hir 1983).*

2.5.4.1. Stabilité à la centrifugation

On a fait passer les produits à tester dans une centrifugeuse pendant un temps fixe àune semaine avec une vitesse de : 6000 tr/min pour s'assurer de la présence ou de l'absence des phénomènes de crémage, de sédimentation ou de déphasage *(Sandra 2010).*

Mode opératoire

- Mettre 20g de l'émulsion préparée dans tube à essai.
- Mettre le tube à essai dans la centrifugeuse, pendant un temps fixe (15 min) a une vitesse de 6000 tr/min

Résultat

Observer présence ou de l'absence des phénomènes de crémage, de sédimentation ou de déphasage.

Sens de l'émulsion

2.5.4.1.Méthode des colorants

On ajoute à l'émulsion un colorant hydrosoluble 'bleu de méthylène'.

Mode opératoire

- Prendre 0.1 g de poudre de bleu de méthylène avec 100 ml de l'eau distillé.
- Mettre une goutte de mélange sur une quantité de l'émulsion.
- Observer La couleur de la phase dispersée ou la phase continu.

Détermination du pH

La valeur du pH est souvent importante pour la conservation, et pour les incompatibilités. Cette détermination se fait avec pH-mètres, directement sur l'émulsion *(Hir 1983)*.

Une émulsion capillaire doit avoir un pH adapté à celui du cheveu, c'est à dire légèrement acide, afin de resserrer les écailles.

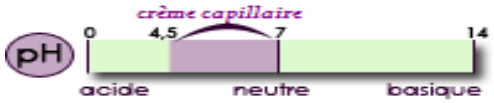


Figure 2.4. Schéma représentant La zone de pH d'une émulsion capillaire.

Mode opératoire

- Une fois l'appareil étalonné, on rince les électrodes à l'eau distillée.
- Verser une quantité suffisante de l'échantillon dans le récipient de mesure.
- Introduire l'électrode dans cette émulsion.
- Lire la valeur du pH sur l'écran de l'appareil.

2.5.5. Contrôle microbiologique

L'objectif du contrôle microbiologique est de vérifier l'innocuité de notre émulsion, et de s'assurer de sa conformité vis-à-vis des normes en vigueur.

Mode opératoire

- Collage de milieu de culture dans la boite pétrie.
- Faite l'ensemencement (*Escherichia coli* dans Héctoéne et *staphylococcus* dans Chapman) à T=37 C° pendant 24 heurs
- Après 24 heures prendre avec pipete de pasteur stérile des colonies de chaque souche, et introduire dans 5 ml de l'eau physiologie, Faire incuber 37 °C pendant 20 min.
- Tremper un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne.
- Frotter l'écouvillon sur la totalité de la surface de milieu, finir l'ensemencent en passant l'écouvillon sur la périphérie de la boite.
    - ➢ Imprégnation et Application des disques

Les disques blancs de 9 mm de diamètre.

Puis les déposer à l'aide d'une pince stérile et les presser sur la surface du milieu et enfin les incuber à 37°C pendant 24 h.

- ➢ Lecture

Mesurer les diamètres des zones d'inhibitions à l'aide d'une règle, à l'extérieur de la boite fermée. Ensuite classer les bactéries selon les zones d'inhibition trouvées.

Emulsion optimale

2.6.1. Caractérisations

Le choix basée sur :

- L'émulsion qui contient faible teneur en huile ;
- La consistance crémeuse ;

- Emulsion le plus stable ;
- Innocuité de l'émulsion.
- Emulsion homogène.

2.6.2. Formulation de l'émulsion

Après de détermination le sens de l'émulsion, dissoudre le principe actif dans la phase dispersé, avec même étape de formulation.

2.6. Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté le matériel et les produits utilisés pour la préparation des émulsions désirés ainsi que la méthode de préparation suivie et les tests de caractérisation physico-chimique et microbiologique.

CHAPITRE 3

RESULTAT & DISCUSION

3.1. Introduction

Après l'étape de formulation, les émulsions préparés ont tous été soumis à des contrôles physico-chimiques, notamment, le pH, la stabilité, la viscosité, etc. Les résultats obtenus sont représentés dans ce chapitre en suivant l'ordre des contrôles entrepris et sont suivi par des interprétations.

3.2. Caractérisation physicochimique

3.2.1. Contrôle macroscopique

Les résultats du contrôle macroscopique des formulations obtenues sont résumés dans la figure 3.1



10% phase huileuse/80%phase aqueuse

émulsion n°1	émulsion n°2	émulsion n°3
SG (0.5%)	SG (2%)	SG (2.5%)
SLS (5%)	SLS (5%)	SLS (2.5%)



20% phase huileuse/70%phase aqueuse

émulsion n°4	émulsion n°5	émulsion n°6
SG (0.5%)	SG (2%)	SG (2.5%)
SLS (5%)	SLS (5%)	SLS (2.5%)



30% phase huileuse/60%phase aqueuse

émulsion n°1	émulsion n°2	émulsion n°3
SG (0.5%)	SG (2%)	SG (2.5%)
SLS (5%)	SLS (5%)	SLS (2.5%)

Figure 3.1. Aspect visuel des émulsions préparent

Les émulsions présentent toutes un aspect crémeux, homogènes et sont exemptes de grumeaux, la couleur des formulations est blanche, opaque, brillant, lisse. Sauf l'émulsion 7 qui ont un aspect mousseux, n'est pas homogène de couleur beige. Ce résultat nous mène à conclure que le stéarate de glycérol influe sur la consistance de l'émulsion.

3.2.2. Concentration de l'émulsion (taux de rétention)

Les résultats de la concentration de l'émulsion (concentration de la phase dispersée) sont :

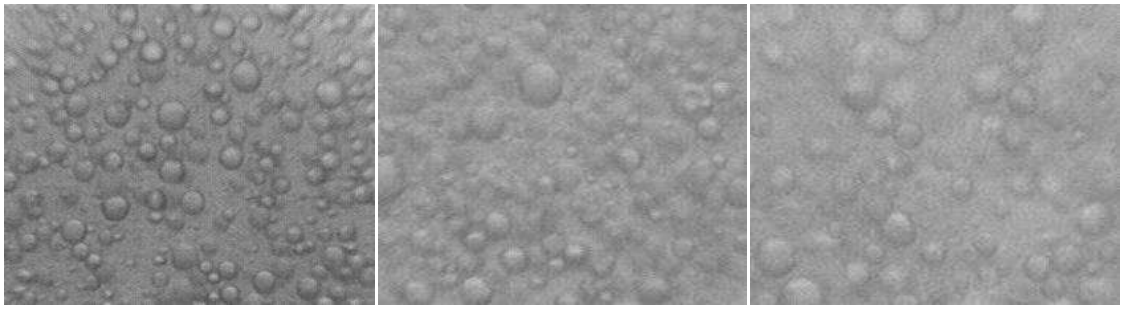
Tableaux 3.1 : la concentration et le type de l'émulsion

Volume des phases	ϕ	**Type de l'émulsion**
phase huileuse (10%)/phase aqueuse (80%)	0.11	émulsion diluée
Phase huileuse (20%)/phase aqueuse (70%)	0.22	émulsion diluée
phase huileuse (30%)/phase aqueuse (60%)	0.33	émulsion concentrée

On remarque que La concentration de l'émulsion liée par le pourcentage de la phase dispersée.

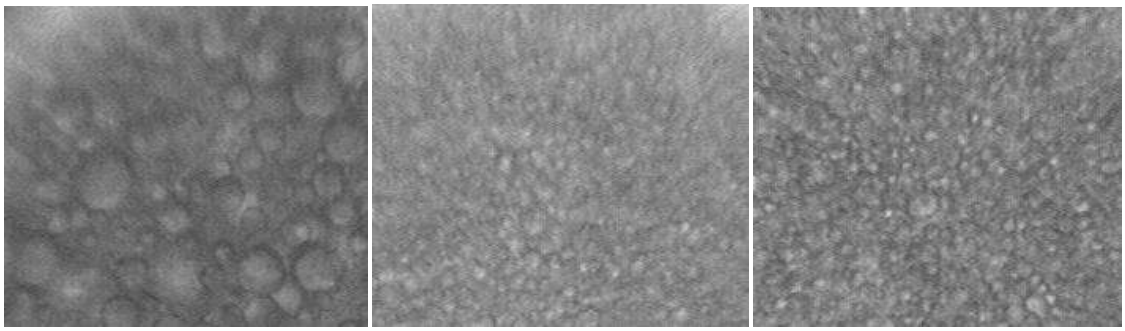
3.2.3. Examen microscopique

Les résultats de l'examen microscopique des formulations obtenues sont résumés dans la figure 3.2



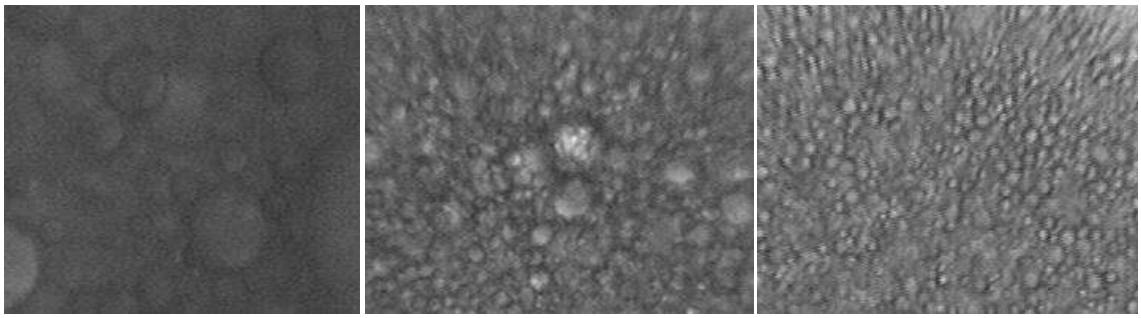
10% phase huileuse/80%phase aqueuse

émulsion n°1	émulsion n°2	émulsion n°3
SG (0.5%)	SG (2%)	SG (2.5%)
SLS (5%)	SLS (5%)	SLS (2.5%)



20% phase huileuse/70%phase aqueuse

émulsion n°4	émulsion n°5	émulsion n°6
SG (0.5%)	SG (2%)	SG (2.5%)
SLS (5%)	SLS (5%)	SLS (2.5%)



30% phase huileuse/60%phase aqueuse

émulsion n°7	émulsion n°8	émulsion n°9
SG (0.5%)	SG (2%)	SG (2.5%)
SLS (5%)	SLS (5%)	SLS (2.5%)

Figure 3.2 : Les résultats de l'examen microscopique

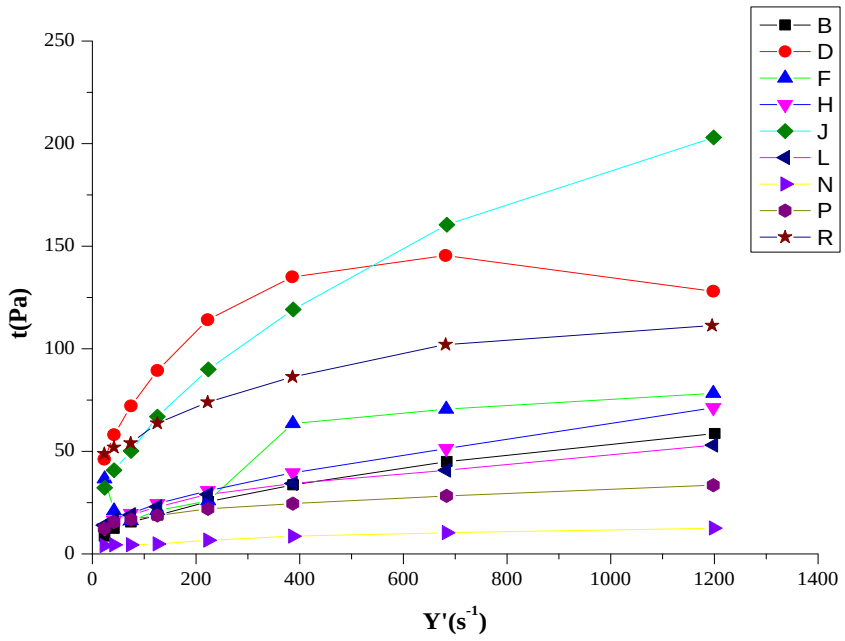
L'analyse de l'homogénéité montre bien que les globules sont de tailles moyennes, leur dispersion apparait homogène, donc la bonne dispersion des globules des huiles dans l'émulsion confirme la stabilité de la formulation sauf l'émulsion (4) et (7).

Le diamètre des globules est entre 1 µm et 5 µm ce résultat justifié que la formulation est une émulsion fine à reflets bleutés.

3.2.4. viscosité

Ce test consiste à étudier la variation de la viscosité en fonction de vitesse de cisaillement. Les mesures de la viscosité sont effectuées par un viscosimètre à tambour tournant avec un mobile de 3 à une défirent vitesse Une émulsion à usage topique, devrait être à faible viscosité afin qu'elle puisse se propager facilement sur la peau *(http://www.calybeauty.com/ consulte en juin 2016).*

La viscosité des émulsions préparées est comprise entre 0.2 et 2.2 (Pa.s). on tracer la courbe d'écoulement (contrainte de cisaillements en fonction de vitesse de cisaillement) pour déterminer la nature de fluide représenter tous les formulations dans cette graphe



Figures 3.4. La courbe d'écoulement t=f (y')

Après ces résultats on remarque que tous les émulsions de nature fluide pseudo plastique (rhéofluidifiant), sauf l'émulsion (2) et (5) de nature fluide plastique la viscosité varie en fonction du gradient de vitesse chaque point de cette courbe définit une valeur de viscosité différente pour chaque paire de t et y'. En divisant t par y on obtient une valeur de viscosité.

3.2.5. Étude de la stabilité à la centrifugation

Le teste de la centrifugation montre que tous les formules sont stables à une vitesse de centrifugation allant de 6000 tours/minute pendant une semaine sauf l'émulsion 4 et 7. Car les deux formulations sont caractérisées par une faible concentration de la tentioactif stéarate de glycérol par rapport le stéarolyl lactylate de sodium

Les résultats représentés dans le tableau :

Tableaux 3.2 : Résultats de centrifugation des émulsions H/E

Les émulsions	1	2	3	4	5	6	7	8	9
6000tr/min pendent une semaine	Stable			Instable	Stable		Instable	Stable	

3.2.6. Mesure de pH

La mesure du pH est nécessaire, car il peut avoir des conséquences, soit sur l'aspect technologique, soit sur l'aspect thérapeutique d'une préparation dermique. Le pH des formes topiques peut modifier celui de le cuire chevelu, qui est de 4.5 et 7.

Le pH des émulsions préparés est compris entre 5 et 7.

Tableau 3.3. Résultats du pH des émulsions

L'émulsion	1	2	3	4	5	6	7	8	9
pH	5.80	5.70	5.76	6	5.64	6.11	6.08	6	6.65

3.2.7. Le sens de l'émulsion

Le teste se fait à la méthode de la coloration avec le bleu de méthylène qui montrent le sens de toutes les émulsions de type l'huile dans l'eau.

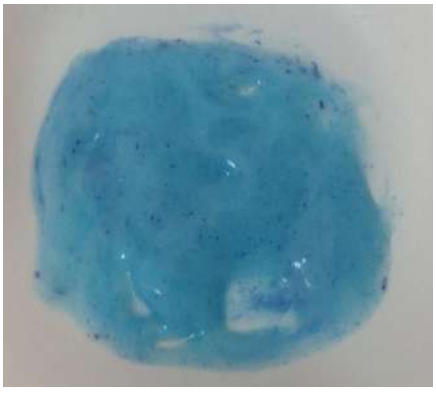


Figure 3.5 : Représente le sens de l'émulsion H/E

3.3. L'émulsion optimale

Après la caractérisation physico chimique de tous les émulsions prépares nous avons atteint que l'émulsion optimale est l'émulsion 5 qui caractérisée par la stabilité, l'homogénéité.

3.3.1. Contrôle macroscopique

Le résultat de contrôle macroscopique de l'émulsion optimale est représenté dans la figure 3.6.



Figure 3.6 : Contrôle macroscopique d'émulsion optimale

L'émulsion présentent un aspect crémeux, homogène et sont exemptes de grumeaux, la couleur de formulation est blanche, opaque, brillant, lisse et filante. De nature l'huile dans l'eau.

3.3.2. Examen microscopique

L'examen microscopique de l'émulsion optimale montre la dispersion des globules huileuse dans la phase aqueuse. Cette dispersion est presque la même pour les formulations prépares précédemment comme la montre la figure au-dessus, les globules de l'huile disperser dans la phase aqueuse.

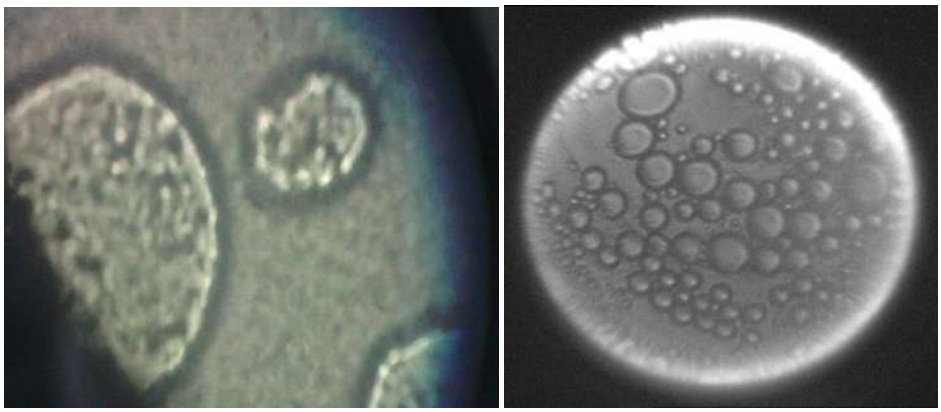


Figure 3.7 : vues microscopique de l'émulsion optimale

3.3.3. viscosité

La viscosité obtenue de l'émulsion optimale et de 0.2 (Pa.s) on a trace la courbe d'écoulement (contrainte de cisaillements t(Pa) en fonction de la vitesse de cisaillement y'(s^1)), le résultat obtenue montre que la viscosité de l'émulsion optimale est de nature fluide plastique, le résultat représente dans la figure 3.8.

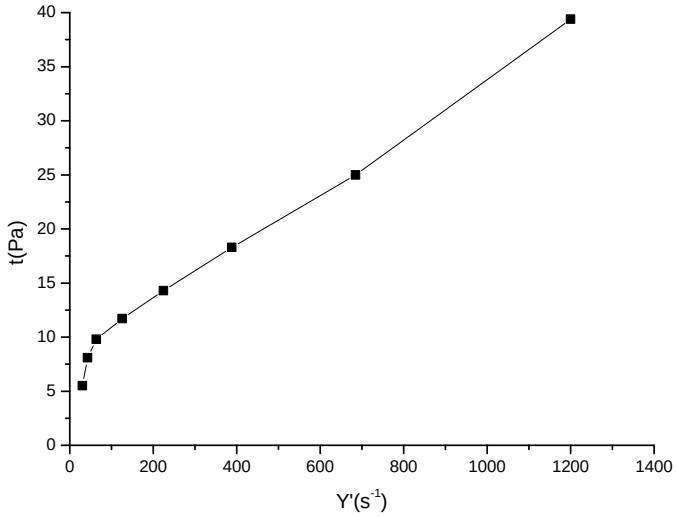


Figure 3.8 : Courbe d'écoulement de l'émulsion on optimale

3.3.4.Étude de la stabilité à la centrifugation

Le teste se fait a une vitesse de 6000 tour/minute pendent une semaine dans les 2 dernier jours elle devenir instable ce qui prouve que le phénomène est le crémage le résultat est dans la figure 3.9



Figure 3.9 : résultats de centrifugeuse

3.3.5. Mesure de pH

Le pH de l'émulsion optimale et de 5.57.

Une émulsion capillaire doit avoir un pH adapté à celui du cheveu, c'est à dire légèrement acide, afin de resserrer les écailles.

3.3.6. Contrôle microbiologique

Le teste microbiologique permet de testes la résistance contre les deux souches on remarque qu'il y a une zone d'inhibition de diamètre 18 mm pour la souche *Staphylocoque* et 30 mm pour la souche *Escherichia coli.*



staphylocoques ***Escherichia coli***

Figure 3.10 : résultat de teste microbienne

3.4. Conclusion

Dans ce chapitre en étudier les propriétés physico chimique et microbiologique de tous les émulsions prépares.

D'après les résultats obtenus, nous pouvons conclure que les émulsions peuvent être un complément homogène et stable lorsque vous ajoutez l'ingrédient actif approprié.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Dans le cadre de ce projet de fin d'études, on s'est intéressé à la formulation d'une émulsion à base des ingrédients naturelle dans le but d'une administration topique sur le cuir chevelu.

Dans le but de formuler l'émulsion et améliorer ses propriétés physico-chimiques et microbiologiques.

Pour ce faire, et selon une méthodologie bien déterminée, le choix des concentrations des différents constituants de ces émulsions pouvant influencer leur stabilité a été abordée. Les facteurs retenus sont les concentrations de différents ingrédients, à savoir, la gomme xanthane et les tensioactifs.

Notre travail expérimental s'est déroulé en deux phases principales la phase de formulation et optimisation et la phase de caractérisation, à l'issue de laquelle nous aboutissons aux résultats et résolutions suivantes :

- Les formulations obtenues ont une consistance crémeuse de couleur blanche de légère odeur.
- Les plupart des émulsions sont stables, homogène. sauf, l'émulsion avec le principe actif.
- L'étude de la viscosité a aboutie au traçage des courbes d'écoulements qui décrivent un comportement réhofluidifiant.
- L'étude microbiologique montre que la formulation est résistant contre les souches Escherichia coli et Staphylococcus aureus

Ce travail est loin d'être achevé et nécessite une étude plus approfondie pour le choix de principe actif et le teste de l'efficacité

Références Bibliographiques

1. **Arouete J. (1989).** manuel pratique de greffes des cheveux. ed masson. paris milan barcelone mexico:121p.
2. **Assouly P. (2012**). Dermatoscopie des cheveux et du cuir chevelu. Annales de dermatologie et de vénéréologie. ; 139, 652-667.
3. **Bancroft W. (1913).** The theory of emulsification, journal of physical chemistry, vol. 17, p. 501.
4. **Benkiar A (2002)**. la formulation et la caractérisation physico-chimique et rheologique, c.medea.
5. **Bernard B.A. (1994).**approche moléculaire de la biologie du cheveu. c.r. soc.biol; 188 :223-
6. **Bernard BA. (2006).** la vie révélée du follicule de cheveu humain. m/s : medecinesciences; 22 (2) : 138-143. [en ligne] site disponible sur http://id.erudit.org/iderudit/012381ar - 2016.
7. **Billaud M. (2007)**. interactions métaboliques des antifongiques azolés. journal de mycologie médicale. ; 168-176.
8. **Bimbenet, J., 2011**.Génie des procédés alimentaires, éditions : Dunod.
9. **Bouhanna P., Reygagne p. (1999).** pathologie du cheveu et du cuir chevelu. traité médico-chirurgical et cosmétologique. Elsevier paris, 340p.
10. **Boumenir A. (2002)**. effet de l'interaction des tensionactifs sur la stabilité d'une émulsion multiple. Mémoire Ingénieur centre universitaire Médéa.
11. **Brochette emulsification P. (1999).** elaboration et étude des émulsions. techniques de l'ingénieur, traité génie des procédés j2150 :1-18.
12. **Carbonnelle B, Denis F, Marmonier A., Pinon G. Vague R. (1988)**. Bactériologie médicale, Simep A. A, Paris, p200.
13. **Chabasse D., contet-audonneau N. (2011).** dermatophytes et dermatophytoses. *emc*, *maladies infectieuses***;** 8 : 617-a10.
14. **Denieul A., Faure S. (2009).** les traitements antifongiques. actualités pharmaceutiques. 484: 14- 18.
15. **djalloul K. (1989**). cours de pharmacie galénique tome I, Edition opu,
16. **estrade mn. (2001).**conseils en cosmétologie. pro-officina, 291p.
17. **Ferarsa S., Bouchaaba H. (2011).** étude de la stabilité des émulsions multiples au moyen des mélanges proteines/biopolymeres, mémoire de master d'université yahia farés de médéa.

18. Feuilhade de chauvin M. (2011). dermato mycoses. *emc, traités de médecine akos***;** 2 :1-10.

19. FLENDROIS J. P. (1997). Bactériologie médicale, Press universitaire de Lyon, 257.

20. Frelichowska J. (2009). émulsions stabilisées par des particules solides: études physico-chimiques

et évaluation pour l'application cutanée, thèse de doctorat, université claude bernard de lyon.

21. **Giardi C. (2011)** synthèse de surfactifs à base de polyoxazoline propriétés physicochimiques et formulation, thèses de doctorat de l'école nationale supérieure de chimie de Montpellier.

22. Goldberg LJ. Lenzy Y. (2010). Nutrition and hair. clin dermatol ; 28: 412-418.

23. **Gommpel A. V, Goubau P., Pelle Grimse, G. P(2000)**. " Repères en microbiologie", Garant, Belgique, p391.

24. **Guadalupe Vacamedina. (2010).** élaboration des émulsions natives issues des oleoproteagineuses et transformation catalytique de la fraction lipidique en biolut ecolabellisable, thése d'institut national polytechniquede toulouse,

25. **Guadalupe Vacamedina. (2010).** élaboration des émulsions natives issues des OLE protéagineuses et transformation catalytique de la fraction lipidique en biolut ecolabellisable, thèse de institut national polytechnique de Toulouse.

26. **Jouanique C, Del Marmol V. (2004).** L'alopécieandrogénétique. Les pathologies des cheveux, Rev Med Brux, 25, À 277---81.

27. le cheveu (octobre 1997): un efficace marqueur biologique d'exposition aux xénobiotiques. annales de biologie clinique. volume 55, numéro 5, 435-42, septembre revues générales.

28. Le Hir A. (**1983)**, Abrégé de pharmacie galénique, 4ème édition, Paris.

29. le moniteur. (19 novembre 2011).les problèmes capillaires. rev. le moniteur des pharmacies, cahie de formation n°2906,

30. Melissopoulos A and C. Levacher. (1998). la peau : structrure et physiologie. ed, paris: tec&doc.. les annexes cutanées. dans : la peau : structure et physiologie, édition lavoisier ; 1998. p. 57-99.

31. Misery l. (2011) .dermatite séborrhéique. *emc, traité de médecine akos.* **;** 1-6.

32. Moussaoui H., Ghezal F. (2004). optimisation d'une émulsion huileuse en vue d'obtention d'une émulsion multiple a usage pharmaceutique, mémoire ingénieur d'université de blida.

33. **NCIELAU C ., VILDE J. L(2005).**Bactériologie médicale, Elsevier, Paris, p257.
34. **NOYE Alice (2013),** université de lorrainefaculté de pharmacie
35. **Peter J., kishor V. (2011).**diagnosis and management of oral candidiasis. otolaryngol clin. ; 44:231-240.
36. **Pierat N. (2010).** préparations d'émulsions par inversion de phase induite agitation, thèse de doctorat de l'université henri poincare- nancy.
37. **Pilet C, Boudon J. L, Toma B, Marchal N, Balbastrec, Person J. M. (1987)**. Bactériologie médicale et vétérinaire ; Biologie appliquée, Doin,Paris, p260.
38. **Rasnani N.M., Mirhosseini H., Sham Bin B. Baharin., Chin p tan. (2011**) .effect of ph on physicochemical properties and stability of sodium caseinate-pectin stabilized emulsion, journal of food, agriculture & environment.
39. **Reygane P. Alopécies. (2002).** encycl méd. chir, akos. 2-065, 7p
40. **Richard Aziza 2000**, Ait Ourhrouil Dahbi Hassam 1998, Assouly 2012, Harrison Bergfeld 2009, Yusur Al-Nuaimi, Gerold Baier, Rachel 2010.
41. **Richard Aziza(2000**). Marie-Françoise Padioleau. Bien dans ses cheveux : toutes les solutions pour traiter la chute des cheveux. Paris : Masson.
42. **Rodriguez M. p. (2007).**emulsification en cuve agitée, thèse de doctorat l'i.n.p de toulouse (france).
43. **Rondon Gonzalaz M. (2007).** inversion de phase d'émulsion induite par agitation, thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de loraine.
44. **Rushton DH. (2002).**nutritional factors and hair loss. clin exp dermatology; 27: 396-404.
45. **Salager J. (2002)** .surfactifs types et usages, cahier firp n° f300-a, université de los andes, version 2.
46. **Salager JL(2000).** " formulation concept for the émulsion maker.pharmaceutical émulsions and suspensions''.nielloud f, marti-mestres g éd, chapter 2, p. 18-72, marcel dekker, New-York.
47. **Seddari S. (2001)** .formulation et caractérisation rhéologique d'une émulsion multiple à usage pharmaceutique, mémoire ingénieur centre universitaire yahia farés de médéa.
48. **Shinodak H. (1967).**the effect of phase volume on the phase inversion temperature of emulsions stabilized with non-ionic surfactants, journal of colloid interface sciences, p 25, 429-431.
49. **Stene JJ. (2004).**la physiologie du cheveu. rev med brux; 25: a263-265.
50. **Teixeira K. (2004).** approche thermodynamique et cinétique de l'extraction à deux phases

aqueuses à l'aide de tension actif non ioniques, thèse de doctorat d'institut national polytechnique de toulouse.

Site internet

1. http://slideplayer.fr/search/cuir+chevelu/ consulté en mai 2016
2. http://leblogducheveu.blogspot.fr - mai 2016.
3. Agence française de sécurité sanitaire des produits de santé (www.afssaps.fr), recommandations de bon usage des produits cosmétiques à l'attention des consommateurs, novembre 2010.
4. http://www.calybeauty.com/post/ph-peau-cosmetiques.aspx consulte en juin 2016