

Introduction



Sujet :

Optimisation de la formulation d'un produit dermo-cosmétique par la méthodologie des plans d'expériences



Problématique:

De nombreux produits dermo-cosmétiques sont composés d'ingrédients d'origine du pétrole, ressource minérale limitée. De plus, la pression des marchés pousse les industriels de la santé à substituer ces matières premières par des ingrédients d'origine végétale. Cette ressource naturelle est abondante.

Pour évaluer l'influence des différents ingrédients testés, des mesures de textures seront effectuées.



Mots clés :

Formulation- ingrédients -méthodologie des plans d'expériences
-caractérisation physico-chimique (souplesse, adhérence, dureté)
- nouveautés, texturométrie - efficacité - baume à lèvres - pétrole
-optimalité





Produits dermo-cosmétiques :

Ce sont des produits cosmétiques qui répondent à des attentes spécifiques des peaux et faisant l'objet d'une recommandation de la part des professionnels de la santé (médecins, dermatologues pédiatres, médecins esthétiques et pharmaciens). Traditionnellement, la distribution de ces produits se fait dans les circuits de distribution de la santé. Ils sont soumis à la réglementation européenne des produits cosmétiques.: **Règlement (CE) N°1223/2009.**



La Dermo-Cosmétique un lien étroit avec la dermatologie

La Dermo-Cosmétique forme le lien entre la dermatologie, médecine des maladies de la peau, la cosmétique classique et la cosmétique de parure.

Le produit dermo-cosmétique répond à la réglementation cosmétique, tout en s'inspirant de processus de conception et de développement propres aux médicaments

MÉDICAMENT
DERMATOLOGIQUE
Santé de la peau

PRODUIT
DERMO-COSMÉTIQUE
*De la santé à la beauté
de la peau*

COSMÉTIQUE
CLASSIQUE
Beauté de la peau



Forme étudiée : Le Baume à lèvres

• Définition :

Le baume à lèvres est un produit parapharmaceutique à appliquer sur les lèvres en cas d'assèchement, ou en simple prévention. Les lèvres étant particulièrement soumises aux risques de déshydratation (liée au froid notamment) et de gerçures, le baume à lèvres permet de les réhydrater et de les protéger des agressions extérieures par application quotidienne. Il existe différentes sortes de baumes à lèvres, aux multiples odeurs, parfums, textures, couleurs ou ingrédients.

• Propriétés requises:

Hydratation, réparation, protection, assouplissement, tolérance optimale, texture douce adaptée aux lèvres sensibles + Indication supplémentaire : protection solaire (filtre UV)



I. Avançons dans le monde des scientifiques :

1.1. Formule type/base pour la création de mon baume à lèvres :

Nom commercial : INCI	Base Test
Huile de ricin :	56 %
Ozokérite	17 %
Isostearyl isostearate	8 %
Compritol 888	7 %
Huile d’amande douce	7 %
Cetyl palmitate	4 %

Pour créer un baume à lèvre il faut trois familles d’ingrédients gras :

- Les liants
- Les liquides (glissants, brillance)
- Les solides (rigidité)

FICHE TECHNIQUE OZOKERITE MD INCI – OZOKERITE

N° CAS 64742-33-2 / 8021-55-4 - N° ELINCS/EINECS 265-134-6

DESCRIPTION :

- *Ozokérite raffinée de structure microcristalline.*

CARACTERISTIQUES :

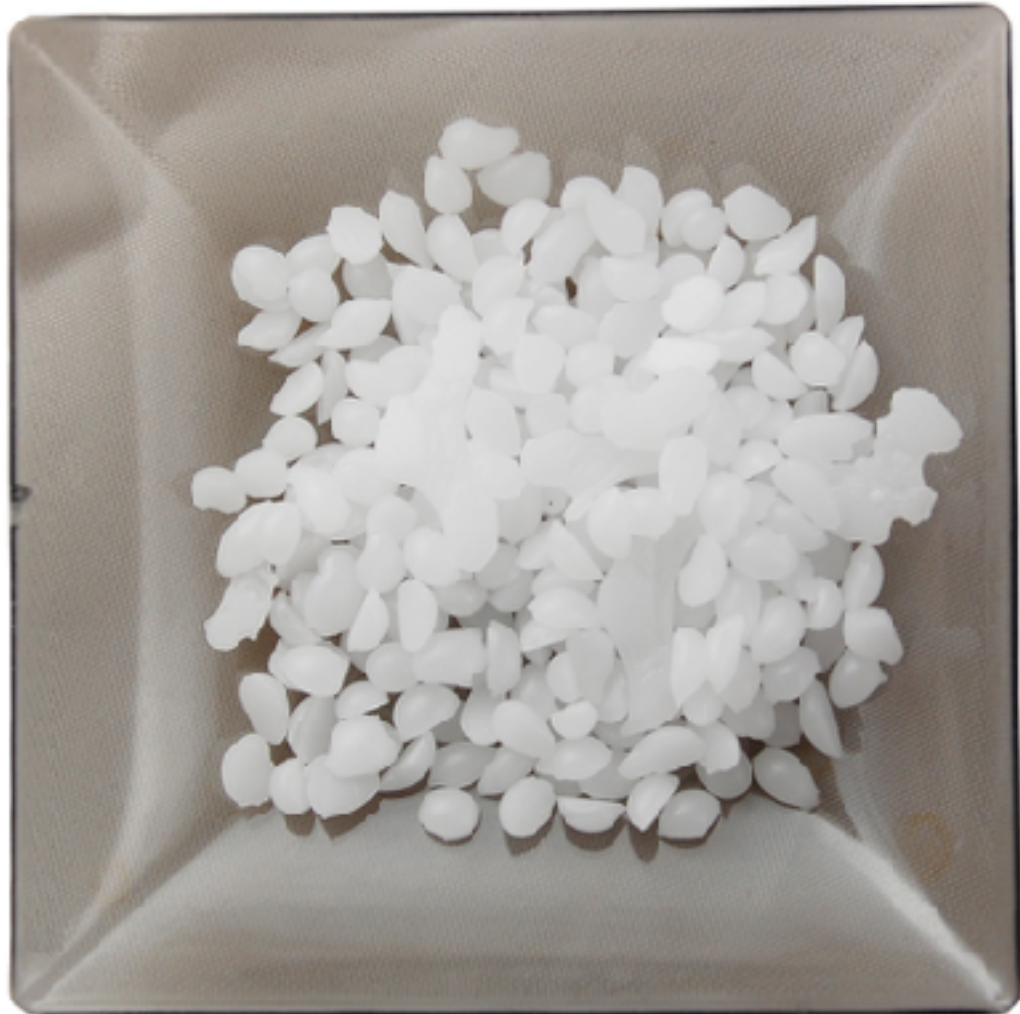
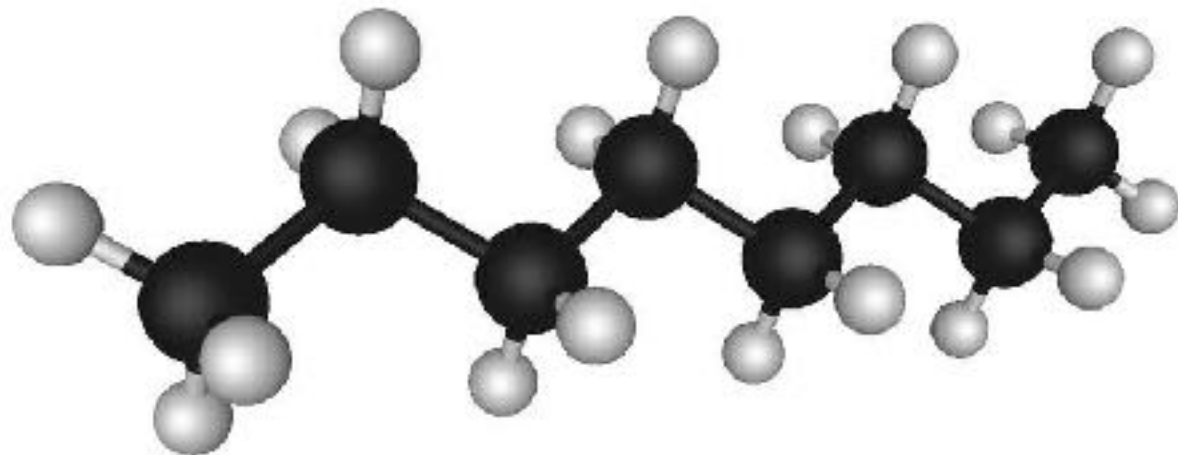
- *Point de fusion (°C) : 78 - 82*
- *Pénétration à 25° C : 9 - 13*
- *Viscosité à 100°C (mm2/s) : 10 - 12*
- *Indice d’acide (mg KOH/g) : 0*
- *Indice de saponification (mg KOH/g) : 0*
- *Couleur : Blanche*
- *Odeur : Nulle*
- *Humidité : Nulle*

APPLICATIONS :

- *Cosmétique*
- *Industrie alimentaire*
- *Produits d’entretien.*

Ozokérite :

L’ozokhérite provient du pétrole. C’est un mélange de divers hydrocarbures à longues chaînes (C22 à C53 principalement), 85 à 87% de son poids étant du carbone.



But : Remplacer les 17% d'ozokérite par des produits naturels. Pour mon étude, j'ai choisi les trois cires indiquées ci-dessous.

Ingrédient de substitution : Cires végétales ou animales ?

- Cire de Carnauba
- Cire de Candelilla
- Cire d'abeille



Cire d'abeille



Cire de carnauba



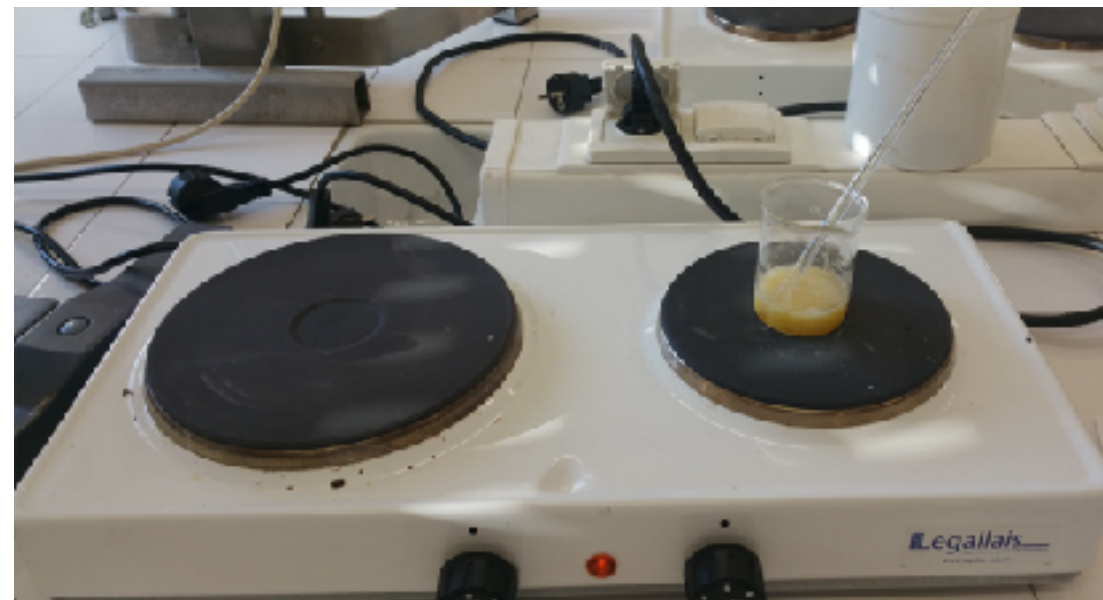
Cire de candelilla

1.2. Expériences :

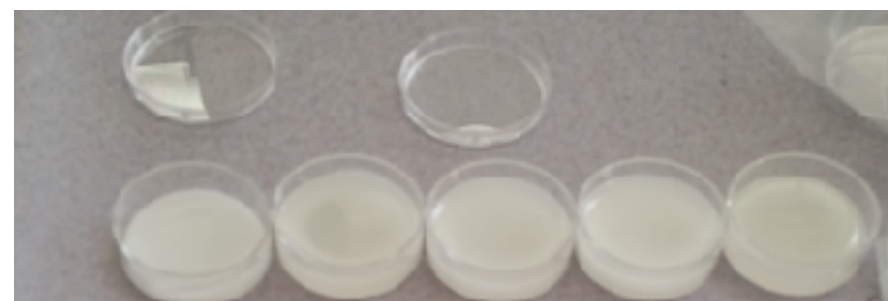
- Travail sur 20 g



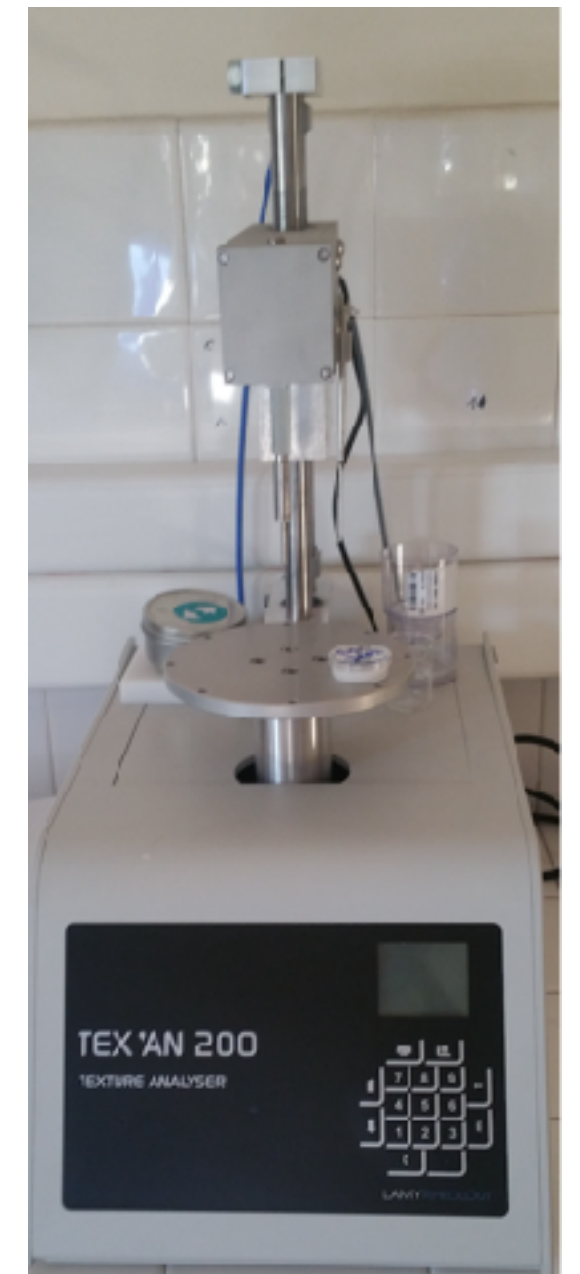
- Pesée les ingrédients et les faire fondre au dessus de leur point de fusion



- Couler dans une boîte de pétri



- Laisser refroidir le mélange 10 minutes à température ambiante (25°C)
- Mettre 5 minutes au réfrigérateur le mélange
- Puis le sortir, et le laisser refroidir à température ambiante (25°C)
- Effectuer la mesure au texturomètre.



Texturométrie

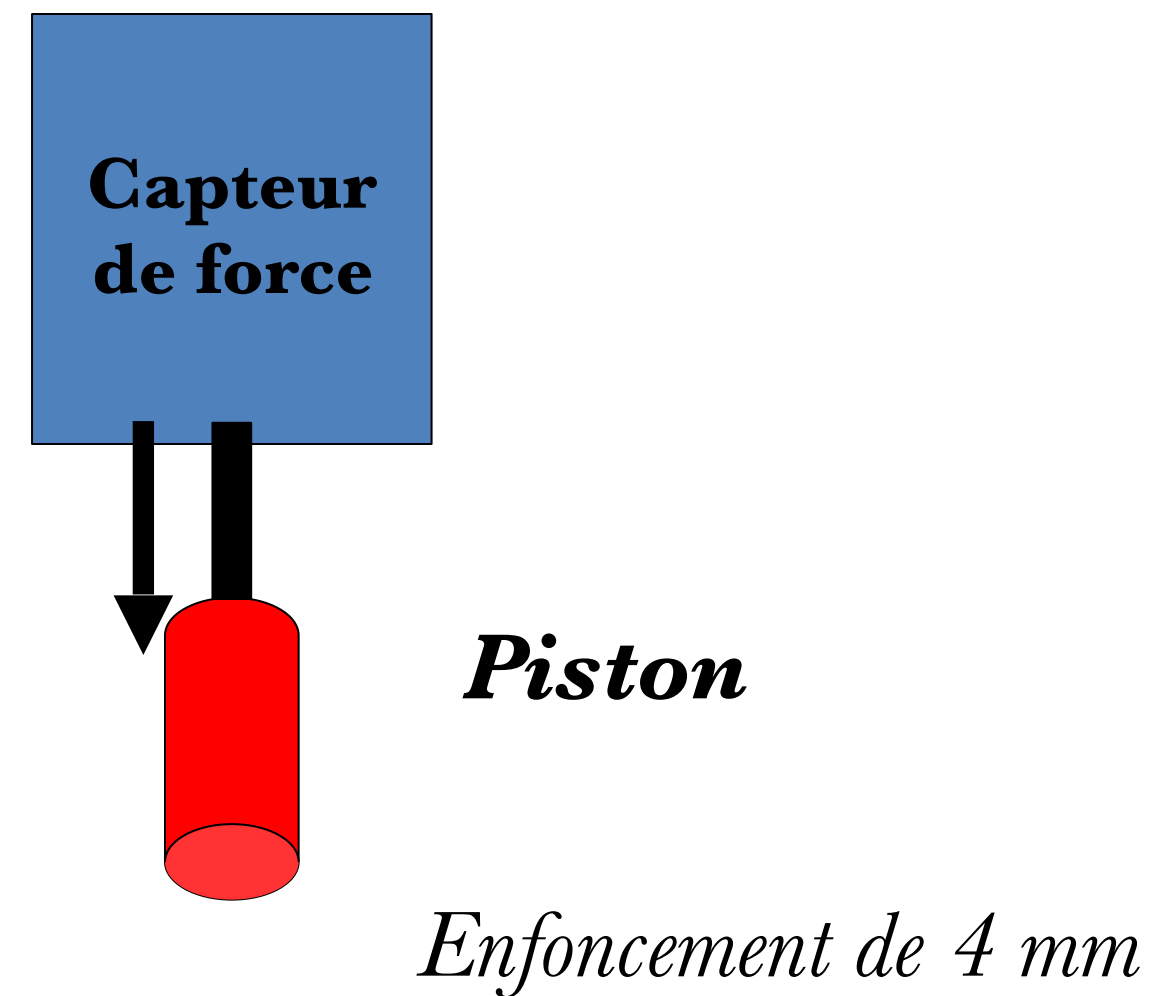
Texturométrie :

C'est une technique qui permet de déterminer les propriétés de texture d'un produit : dureté, adhérence, souplesse.

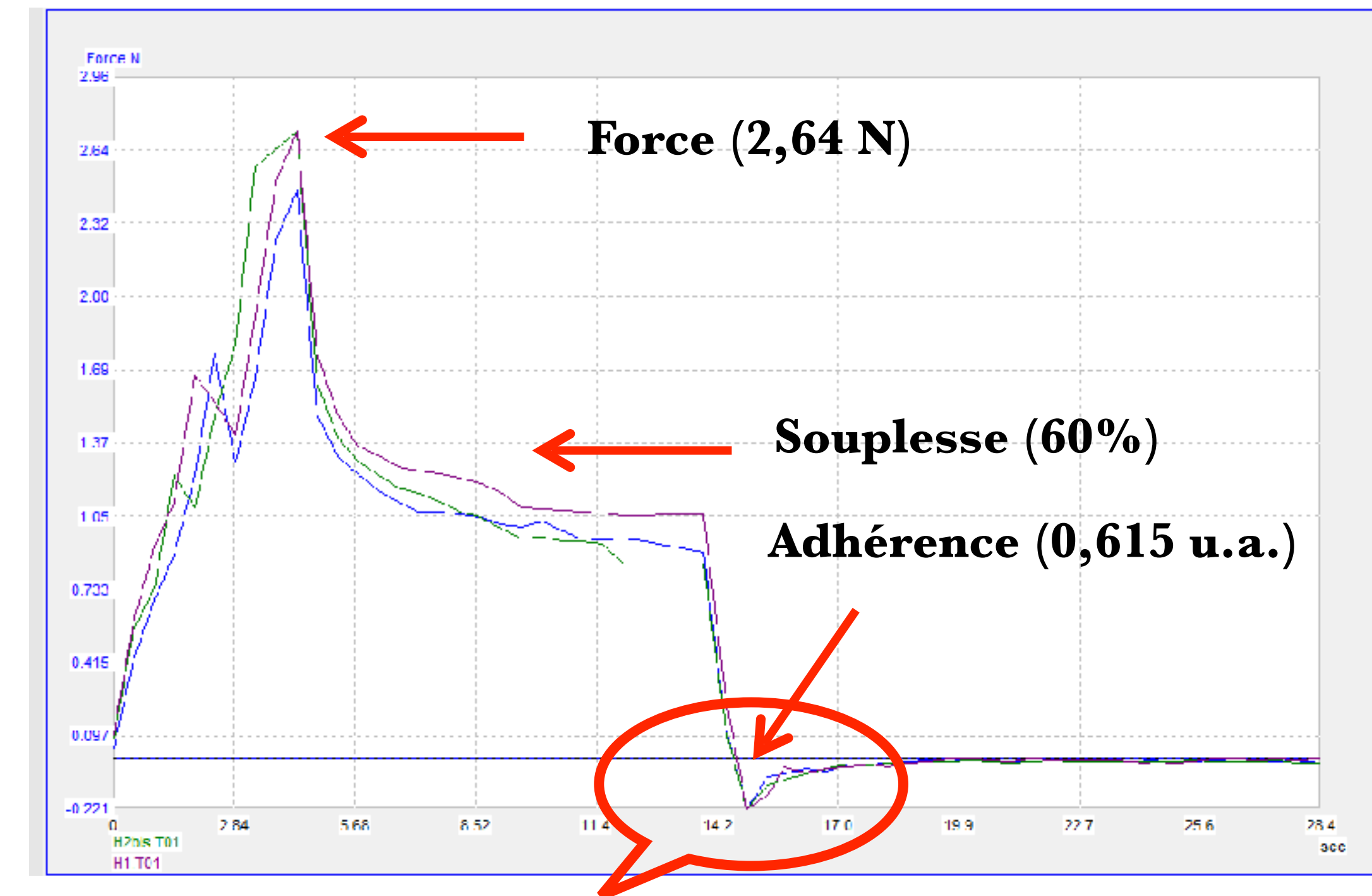
Caractérisation :

Texturométrie :

dureté / homogénéité / adhérence /



Exemple de courbe que nous pouvons obtenir



Ceci représente la surface. Plus l'aire est grande plus notre baume est collant et le piston a plus de mal à en sortir.
Pour un baume c'est important qu'il le soit.

1.3. Plan d'expériences :

- **Plan de mélange :**

Détermination de l'influence de la composition sur la dureté de la base.

- **Trois variables indépendantes qui vont remplacer les 17% d'ozokérite:**

X1,X2,X3, leur somme est égale à 100%

1. X1 : Cire d'Abeille
2. X2 : Cire de Candelilla
3. X3 : Cire de Carnauba

- **Puis toutes les associations imaginées.**

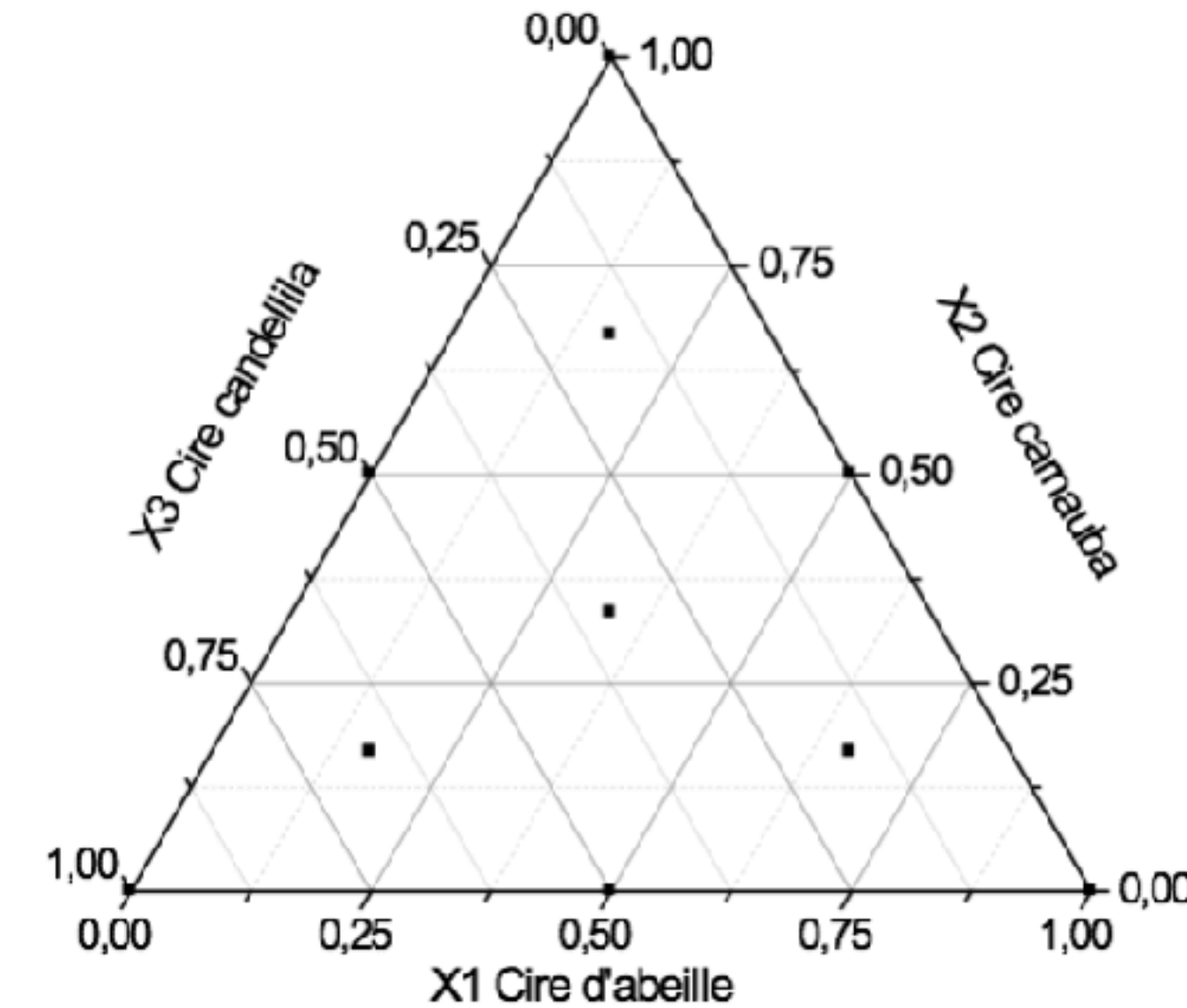
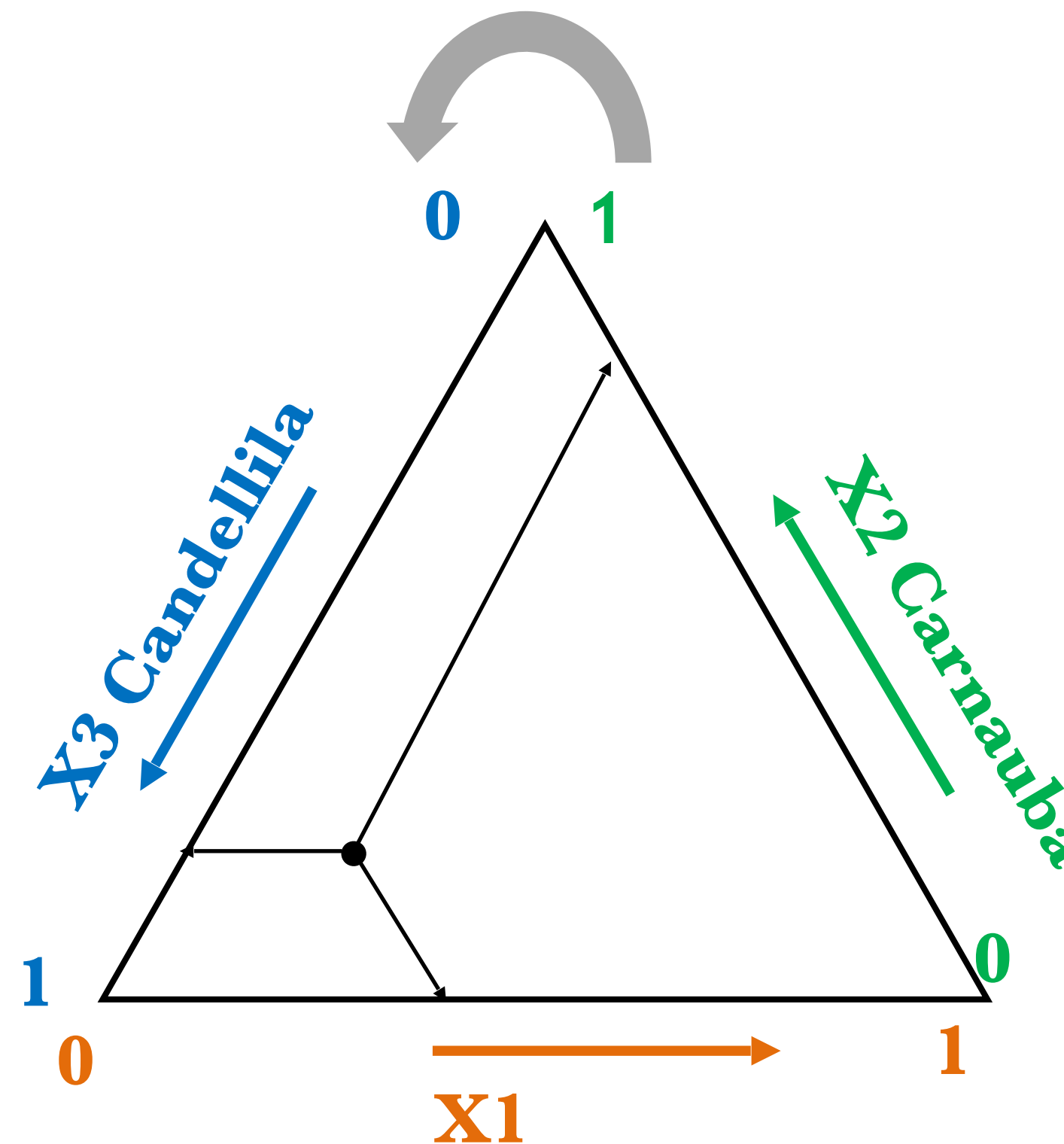
On les positionne à l'aide d'un **diagramme ternaire**

Tels que **$X1 + X2 + X3 = 1$**

- **Les expériences sont tripliquées.**

- **Réponses :**

Dureté / Adhérence / Souplesse



- *Diagramme ternaire :*
- *Ils sont beaucoup utilisés en industries.*
- *Les points représentent les pourcentages utilisés.*

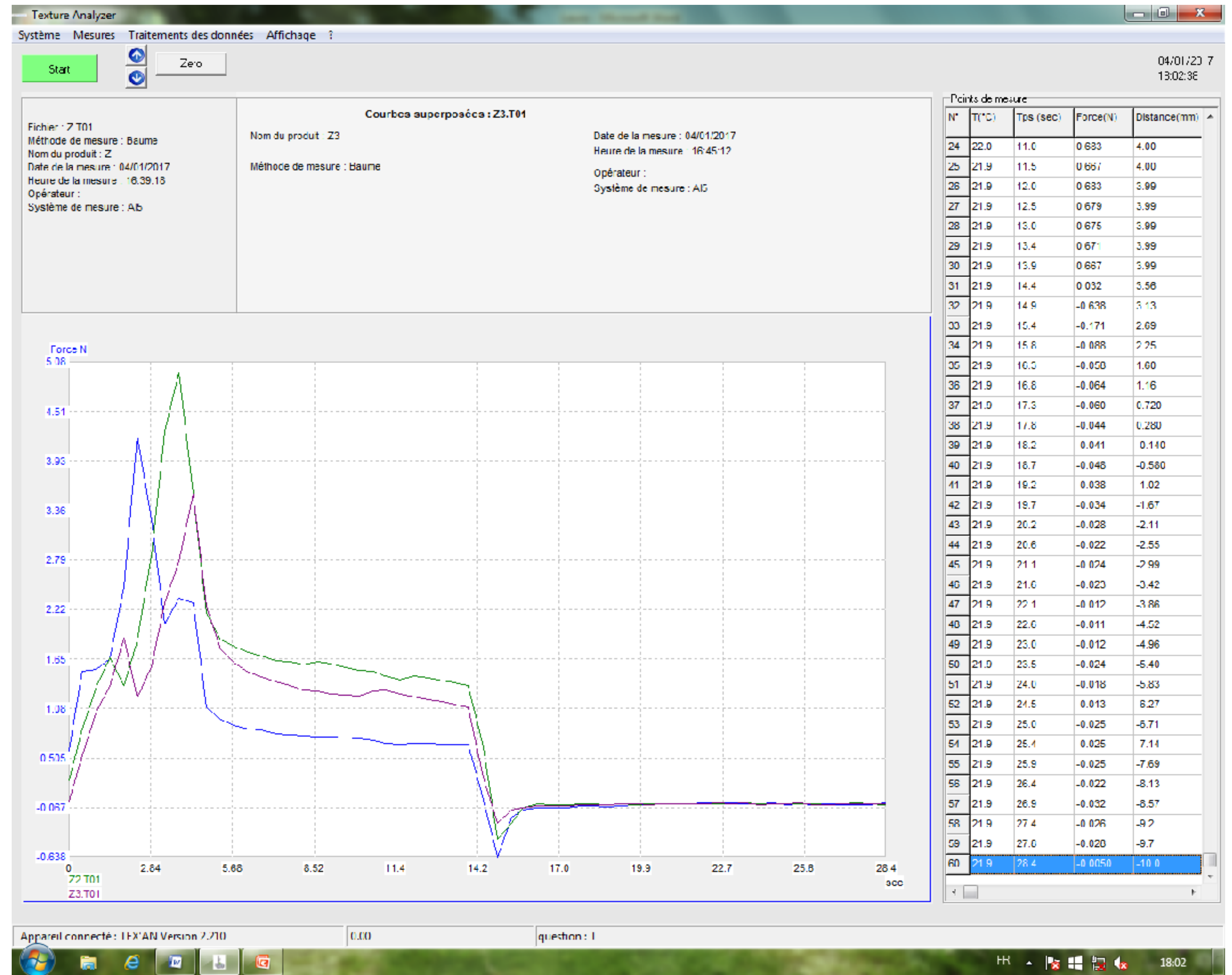
II. Que pouvons-nous constater suite aux expériences ?

2.1. Test témoin :

Résultats du produit témoin à la texturométrie

- Résultats du produit témoin :

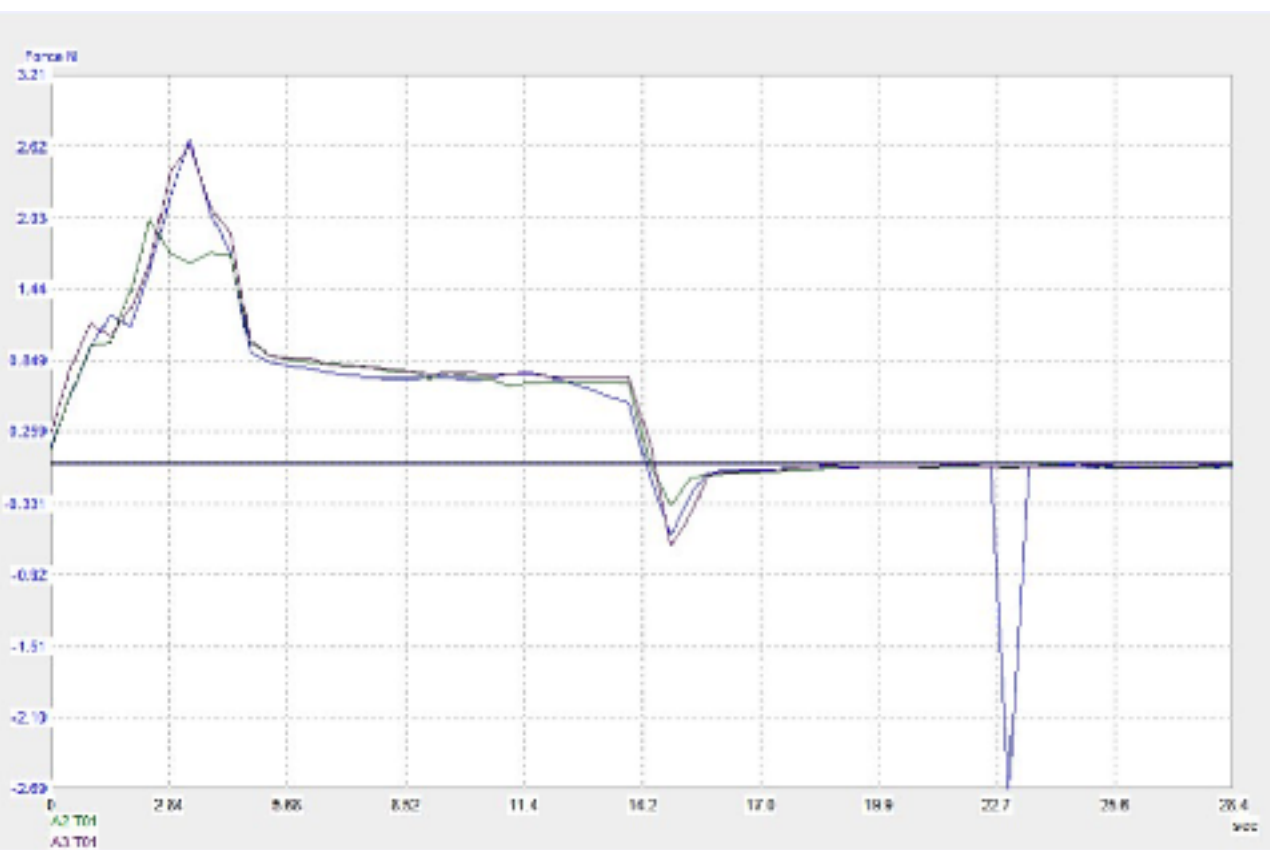
- Assez dur
- Une bonne homogénéité
- Peu souple



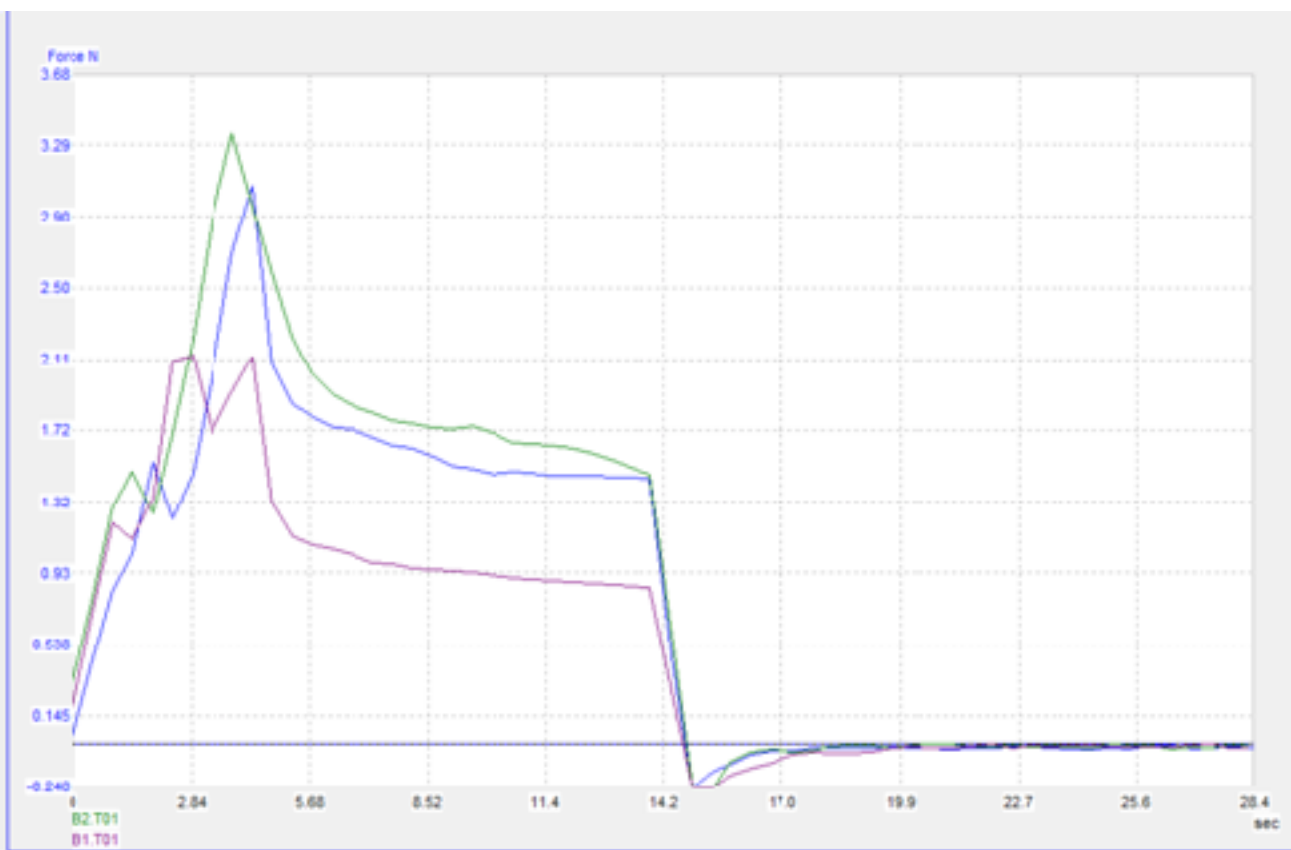
2.2. Les nouveaux produits :

Quelques résultats de la texturométrie des produits élaborés

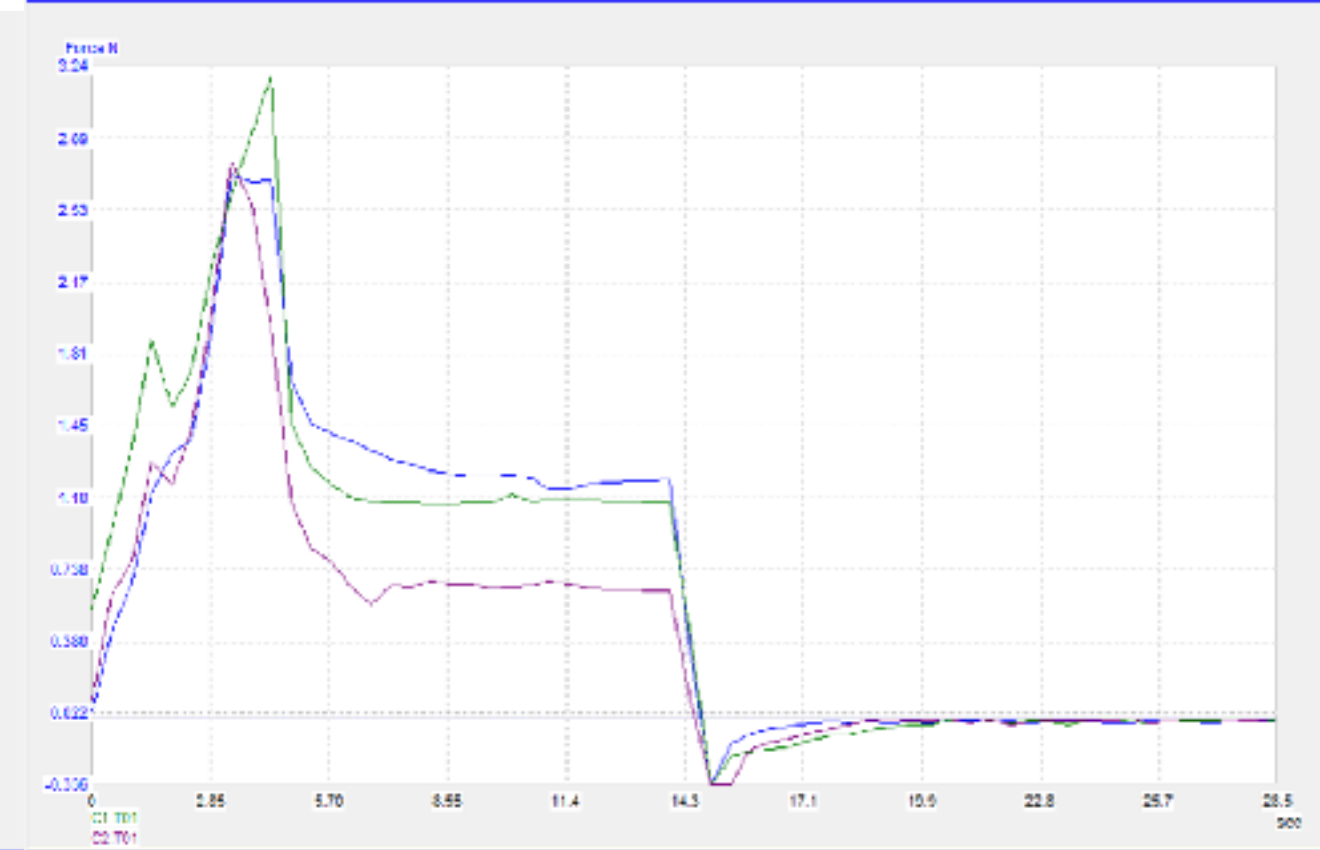
Produit A



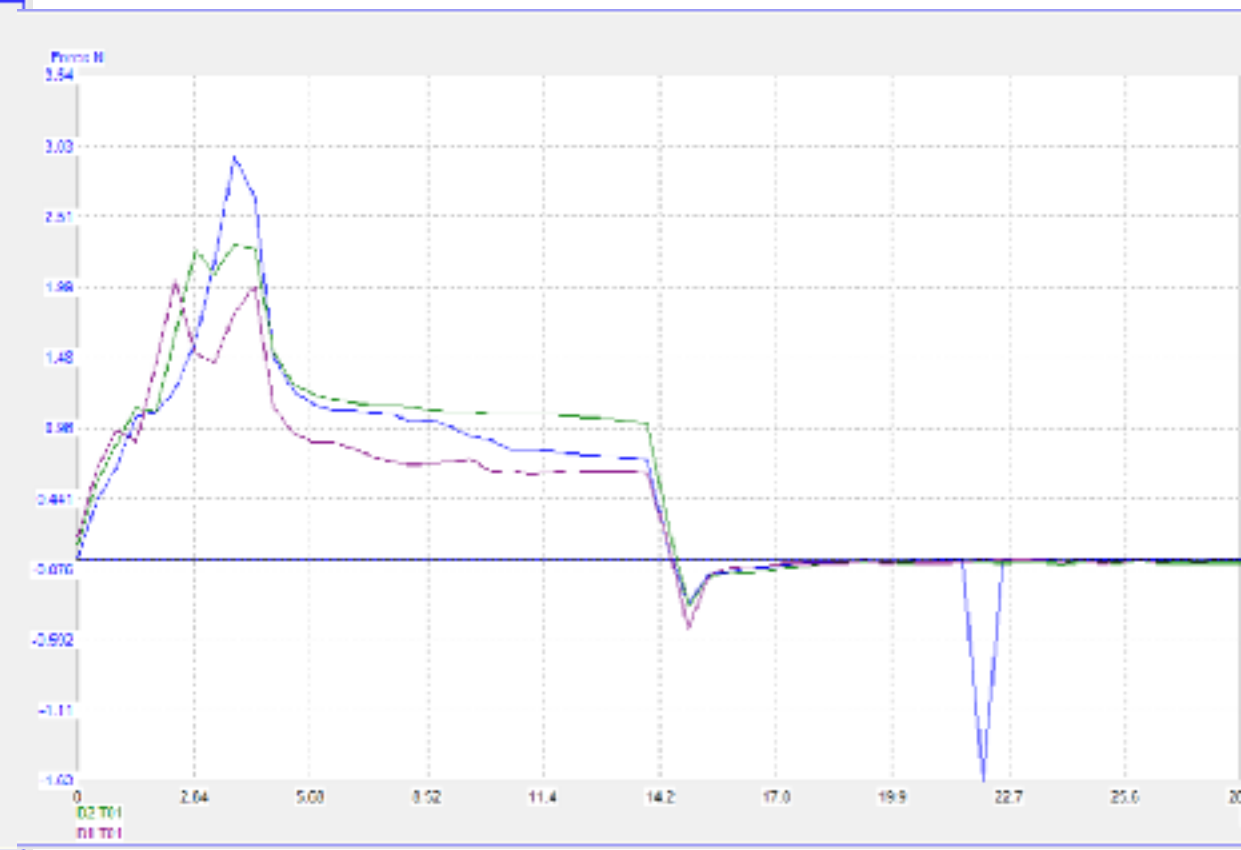
Produit B



Produit C



Produit D



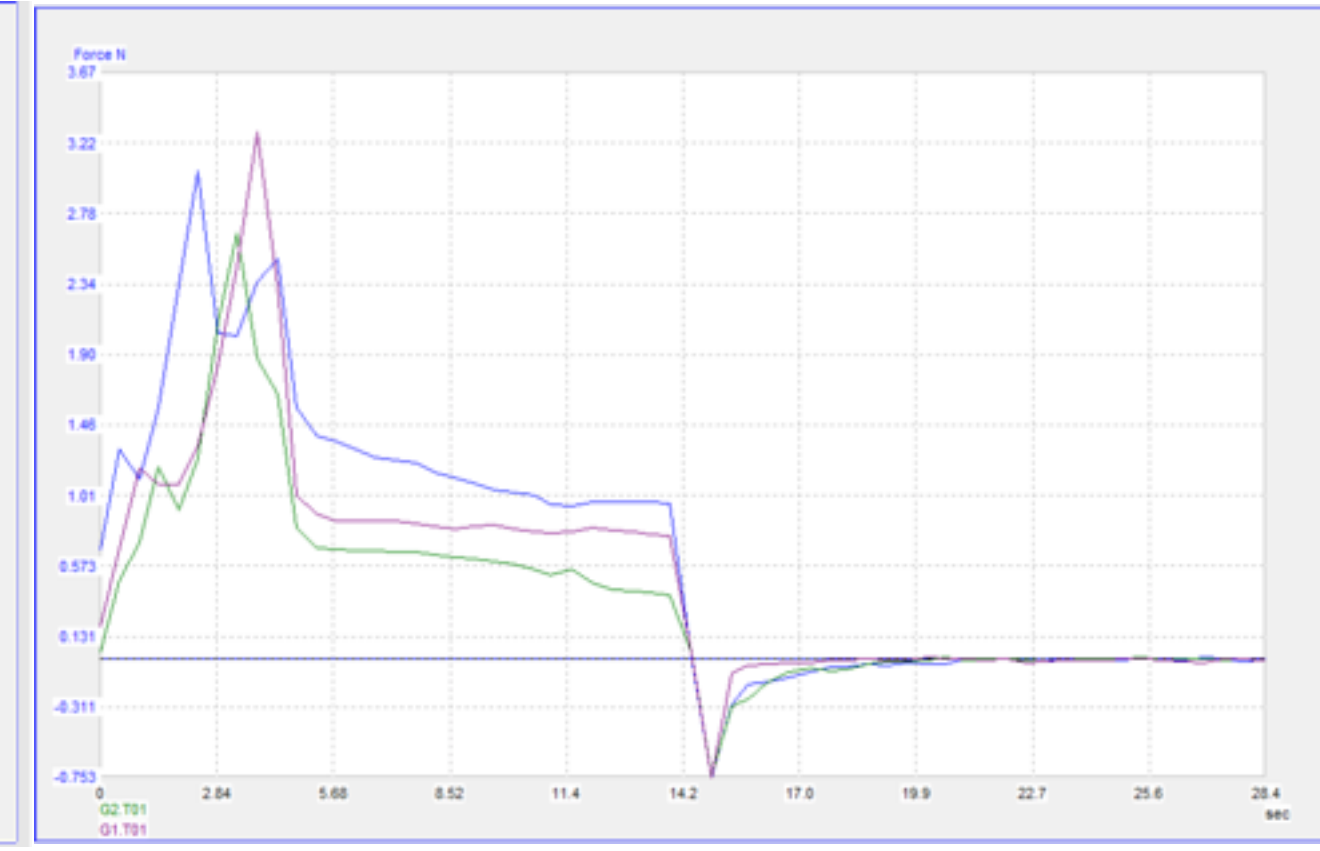
Produit E



Produit F



Produit G



Produit H



Tableau de résultats obtenus en texturométrie

				REPONSE					
Formule	Constituants			Dureté (Forces en N)				Moyenne	Écart t
	abeille	carnauba	candellila						
	X1	X2	X3						
A	0	0	100	2,6	2,64	2,62	2,67	2,63	0,03
B	33,33333	33,33333	33,33333	3,82	3,94	3,57	3,46	3,70	0,20
C	10	55	35	2,73	2,77	2,68		2,73	0,04
D	50	50	0	3,2	3,29	2,95		3,15	0,16
E	15	15	70	3,97	4,37	3,86		4,07	0,24
F	15	70	15	2,31	2,23	2,44		2,33	0,09
G	70	15	15	2,6	2,69	2,67		2,65	0,04
H	45	45	10	3,67	3,42	3,2	3,65	3,49	0,20
Formule	Constituants			Souplesse (Relaxation en %)				Moyenne	Écart t
	abeille	carnauba	candellila						
	X1	X2	X3						
A	0	0	100	74,1	74,5	73,9		74,1666666666667	0,305505046330387
B	33,33333	33,33333	33,33333	72,4	69,9	73,9		72,0666666666667	2,02072594216369
C	10	55	35	58,3	57,8	58		58,03333333333333	0,251661147842358
C bis	10	55	35	73,8	71,4	77,6		74,2666666666667	3,12623309005156
D	50	50	0	74,2	75,3	75		74,83333333333333	0,56862407030773
E	15	15	70	56,5	58,1	57,2	56,3	57,2666666666667	0,802080627701065
F	15	70	15	75,4	70,9	80,9	63,4	75,73333333333333	7,39932429347437
G	70	15	15	63,1	67,2	68,5		66,2666666666667	2,81839197652373
H	45	45	10	63,5	63,4	63	61,6	63,3	0,264575131106459
Formule	Constituants			Adhérence (Traction en u.a.)				Moyenne	Écart t
	abeille	carnauba	candellila						
	X1	X2	X3						
A	0	0	100	0,576	0,549	0,523	0,547	0,54875	0,0216698715578411
B	33,33333	33,33333	33,33333	0,654	0,575	0,666		0,631666666666667	0,0494401995680978
C	10	55	35	1,22	0,94	1,18		1,1133333333333333	0,151437555888007
D	50	50	0	0,764	0,789			0,7765	0,0176776695296637
E	15	15	70	0,814	0,862	0,857		0,8443333333333333	0,0263881286440197
F	15	70	15	0,893	0,691	0,762		0,782	0,151627209953566
G	70	15	15	0,379	0,346	0,485		0,4033333333333333	0,0726246055640465

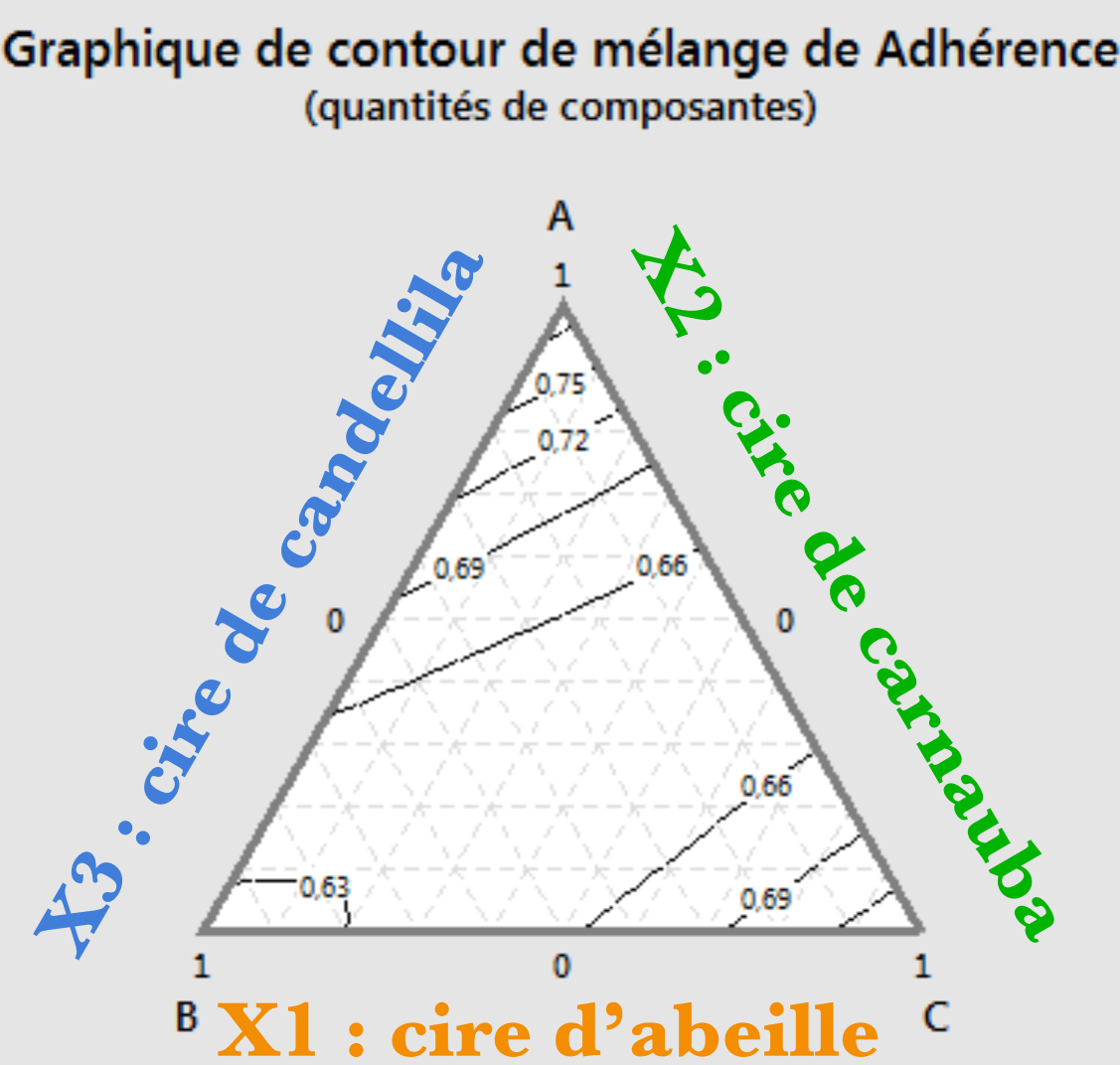
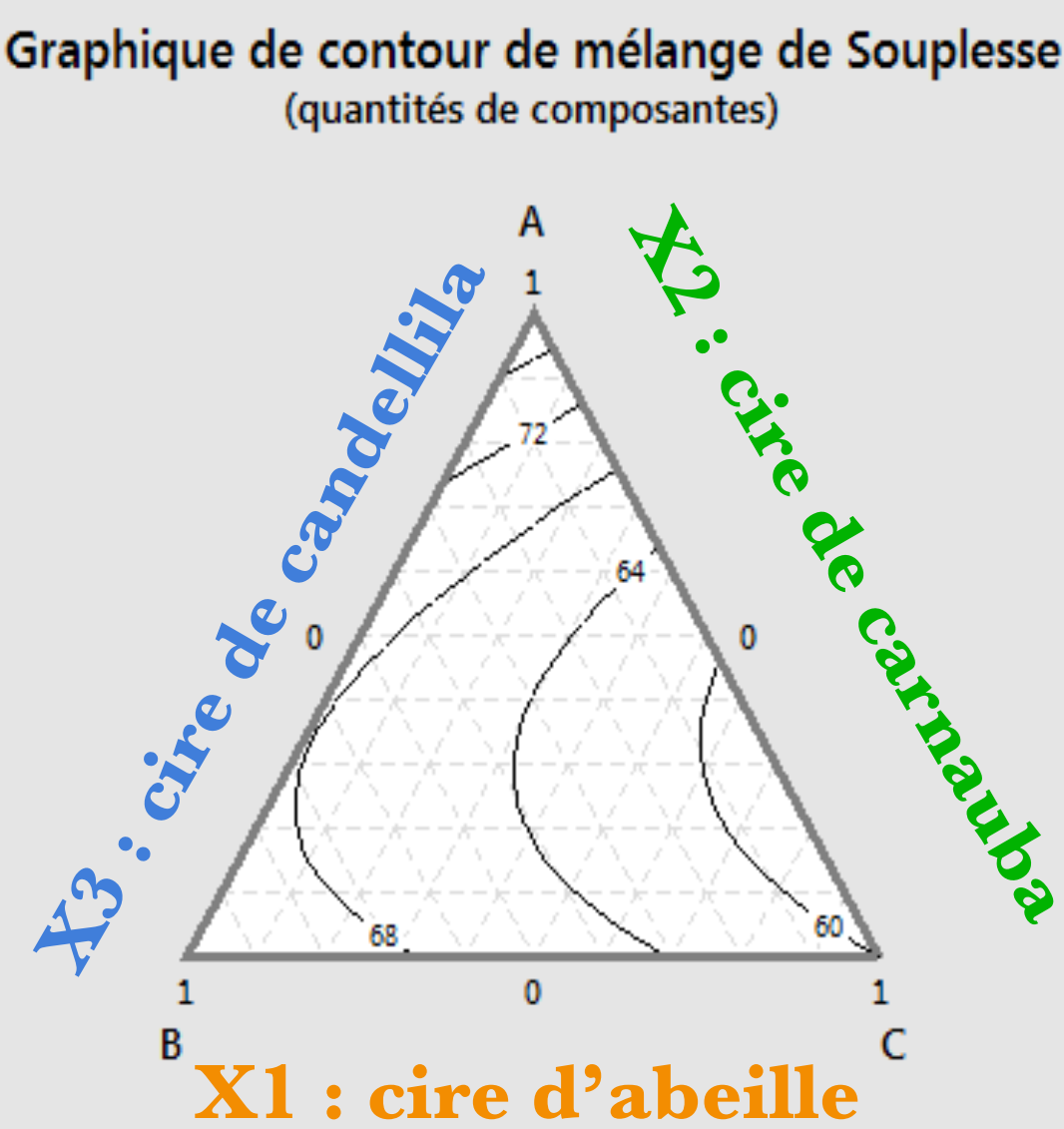
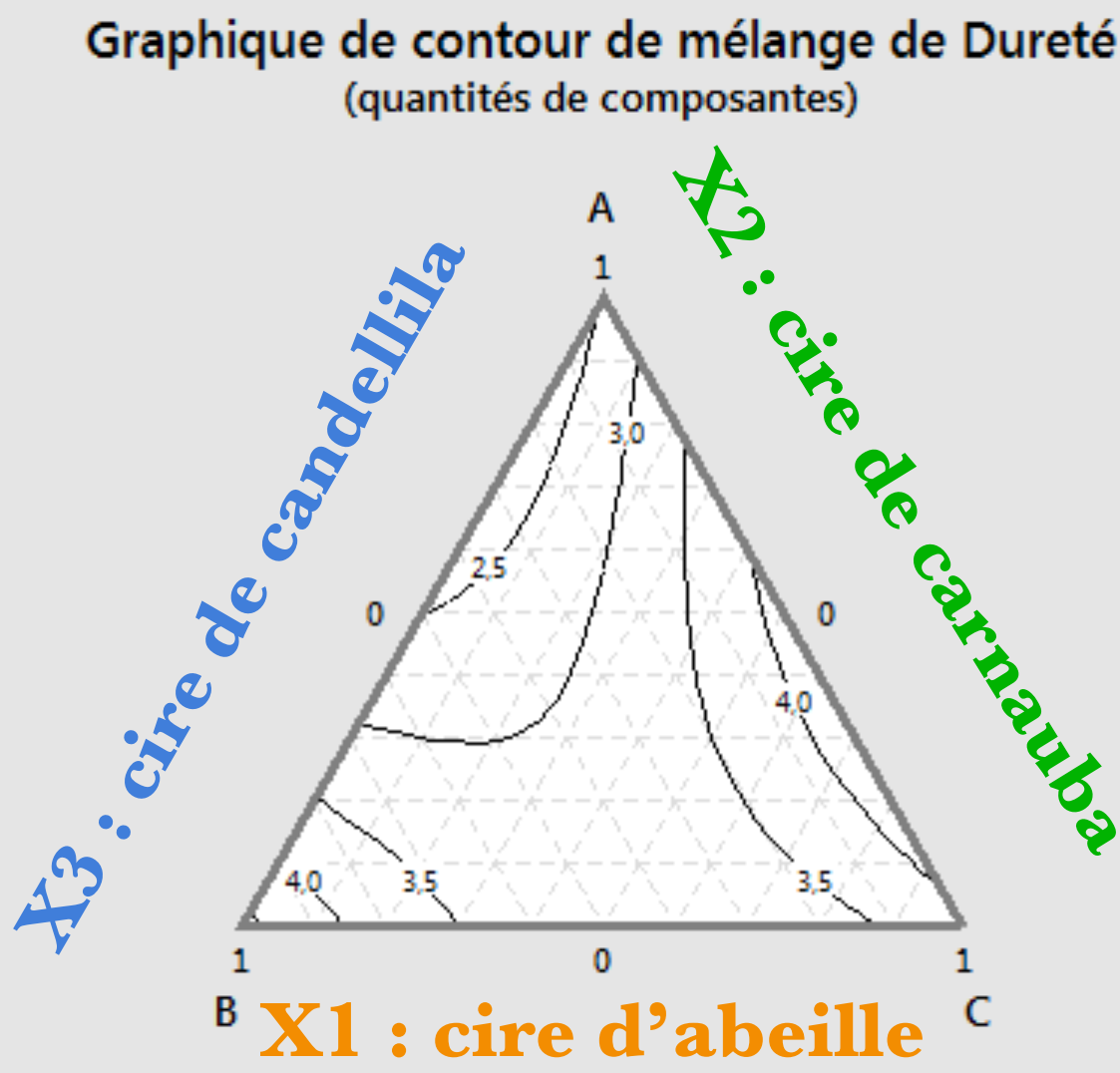
III. Explorons nos résultats :

3.1. Études des diagrammes obtenus :

Résultats : Diagrammes ternaires selon les différents paramètres

Légende:

- A = Cire d'abeille = X1
- B = Cire de Candelilla = X2
- C = Cire de Carnauba = X3

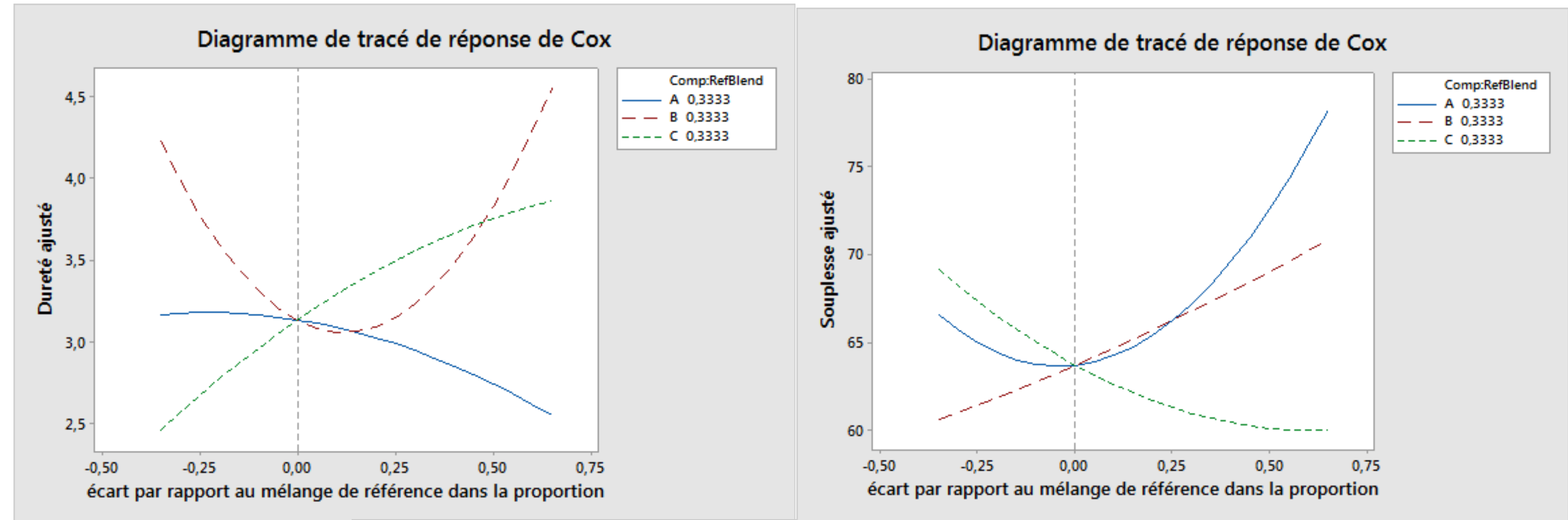


Résultats : Diagrammes de Cox selon les différents paramètres

Importations des interactions

Légende:

- *A = Cire d'abeille = X1*
- *B = Cire de Carnauba = X2*
- *C = Cire de Candelilla = X3*

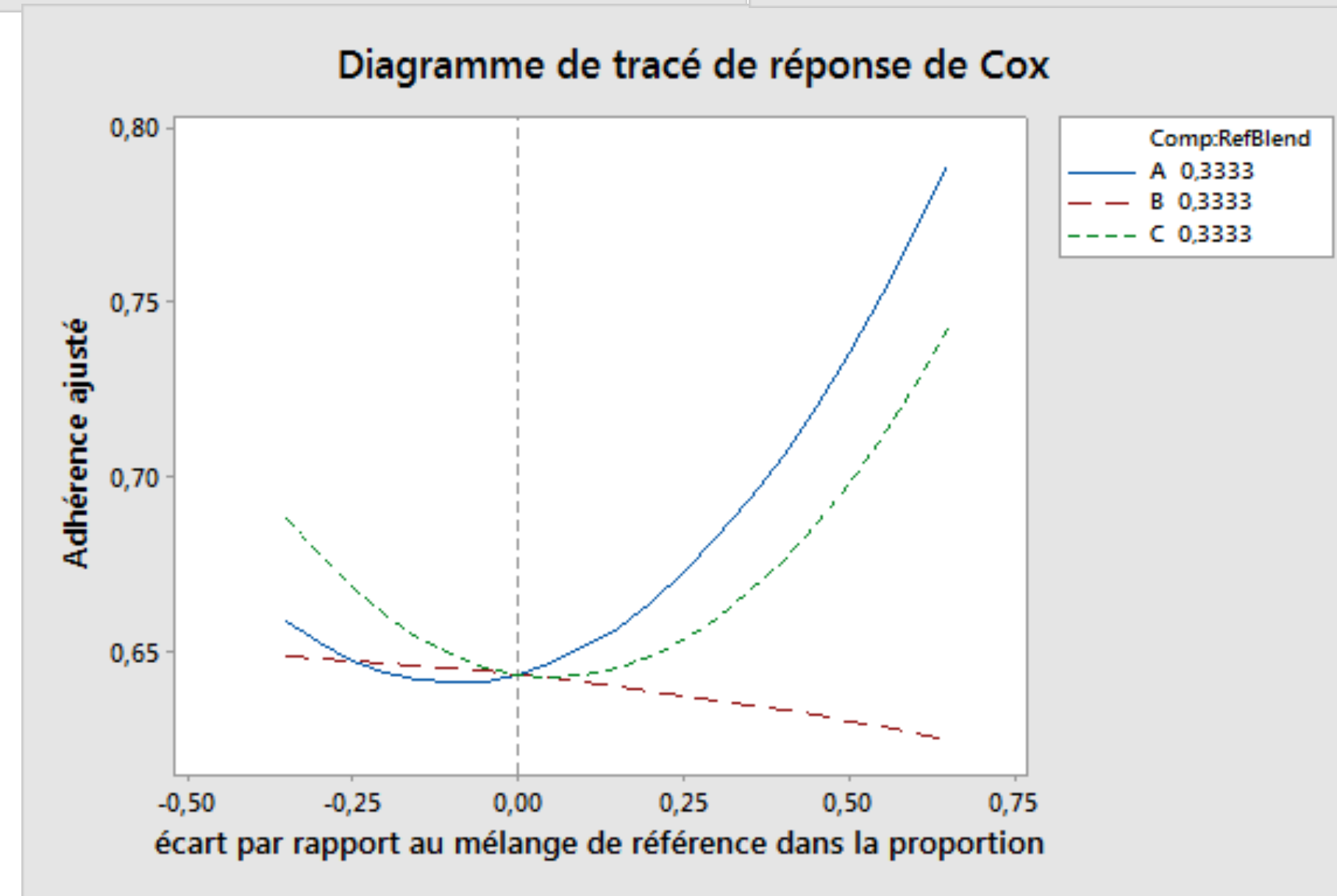


Résultats :

- Dureté : Le facteur le plus influençant est X2 et le moins influençant est X1.

- Souplesse : Le facteur le plus influençant est X1 et le moins influençant est X2.

Adhérence : X1 et X3 jouent/influencent sur l'adhérence contrairement à X2 qui n'a aucun effet dessus.

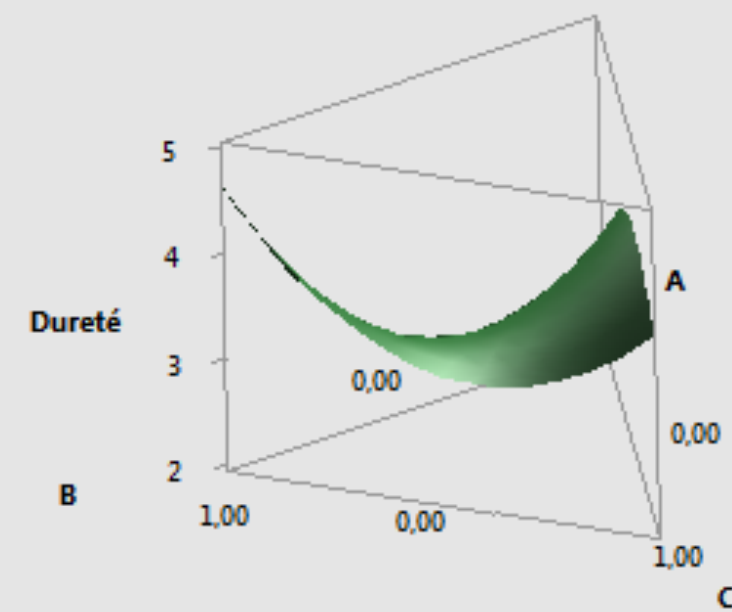


Résultats : Surfaces de réponses selon les différents paramètres

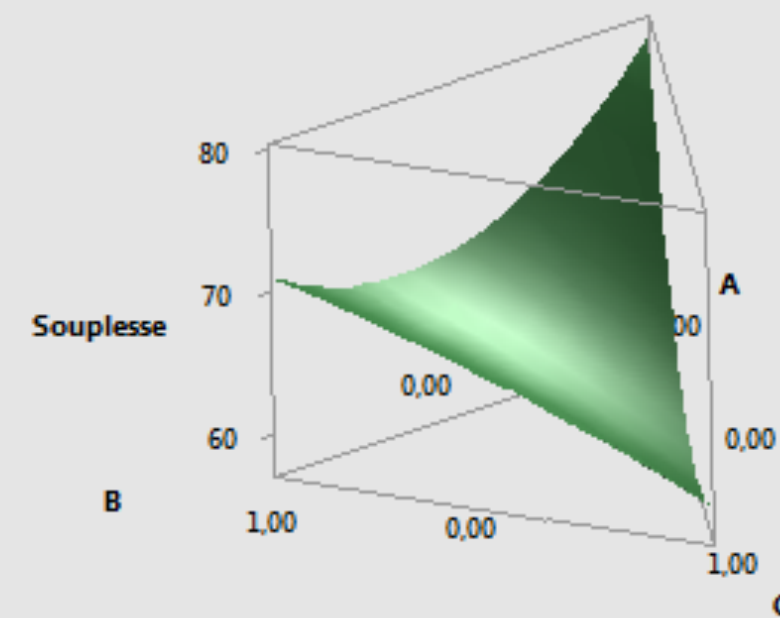
Légende:

- $A = \text{Cire d'abeille} = X1$
- $B = \text{Cire de Candelilla} = X2$
- $C = \text{Cire de Carnauba} = X3$

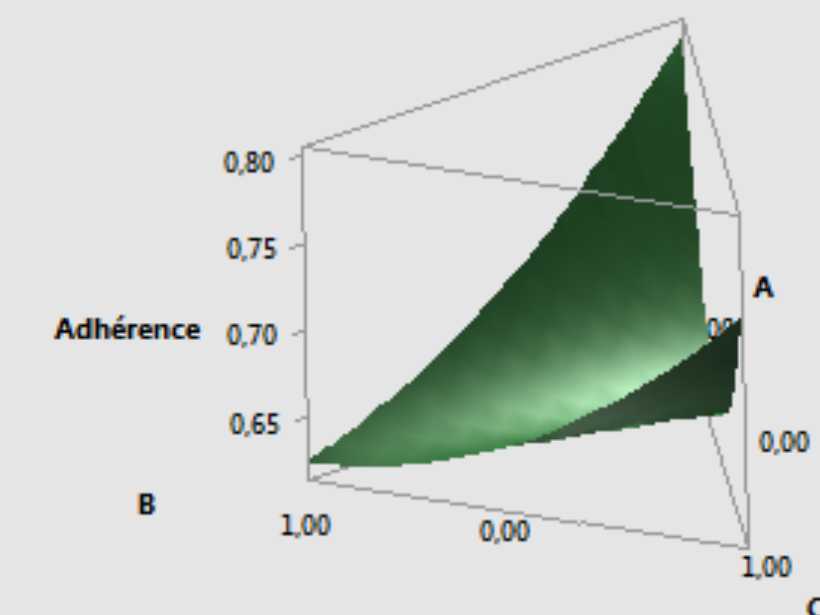
Graphique de surface de mélange de Dureté
(quantités de composantes)



Graphique de surface de mélange de Souplesse
(quantités de composantes)



Graphique de surface de mélange de Adhérence
(quantités de composantes)



A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponse qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse. Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitait le nombre d'expériences.

3.2. Validation de nos modèles d'études :

Test statistiques :

Plan d'expériences

- Choix du plan : plan de mélange centré
- 10 expériences
- Modèle mathématique : modèle quadratique

Résultats

Réponses expérimentales

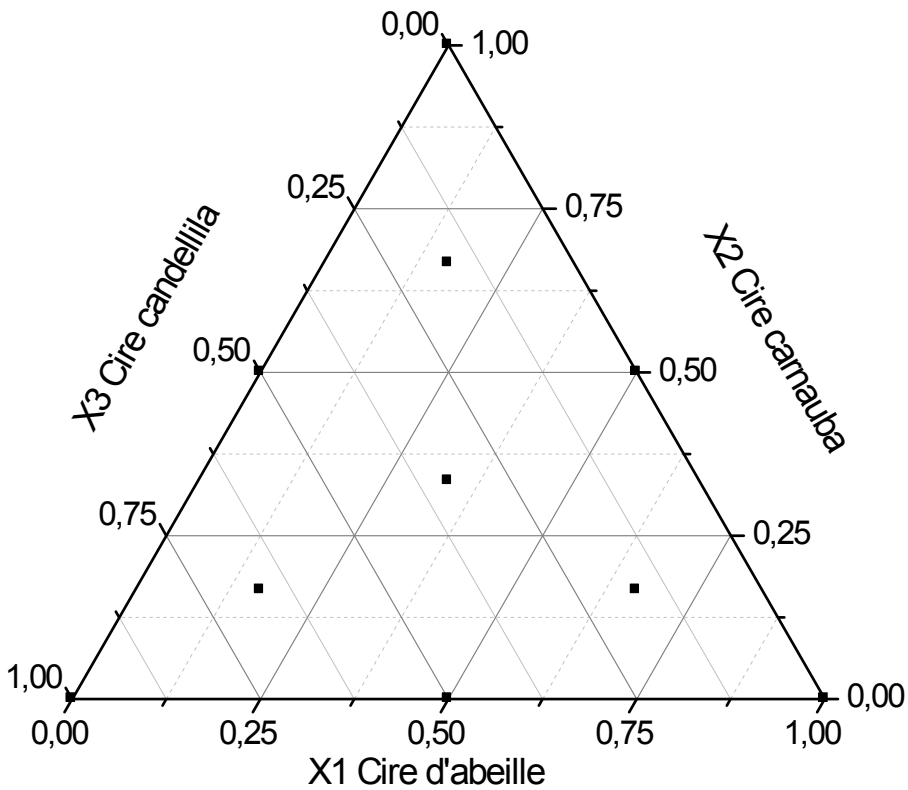
Réponses théoriques

N°expér	X1	X2	X3
1	0	0,5	0,5
2	0,50	0	0,5
3	0,50	0,5	0
4	0	0	1
5	0,33	0,33	0,33
6	0	1	0
7	1	0	0
8	0,17	0,17	0,66
9	0,17	0,66	0,17
10	0,66	0,17	0,17

N°expér	X1	X2	X3	Dureté Y1	Souplesse Y2	Adhérence Y3	Dureté Y1	Souplesse Y2	Adhérence Y3
1	0	0,5	0,5	3,7	72,07	0,63	3,17	66,22	0,66
2	0,5	0	0,5	4,43	61,6	0,67	4,144	60,722	0,65
3	0,5	0,5	0	2,63	74,17	0,55	2,492	68,79	0,68
4	0	0	1	4,07	57,27	0,84	3,869	59,99	0,75
5	0,33	0,33	0,33	3,32	51,22	0,68	3,132	63,67	0,64
6	0	1	0	4,7	72,8	0,56	4,647	71,03	0,62
7	1	0	0	2,33	75,73	0,78	2,521	78,92	0,8
8	0,17	0,17	0,66	2,65	66,27	0,43	3,591	60,74	0,66
9	0,17	0,66	0,17	2,8	59,13	0,87	3,299	67,1	0,63
10	0,66	0,17	0,17	3,15	74,83	0,78	2,915	67,9	0,69

Validation du modèle en
comparant les valeurs des
réponses théoriques aux valeurs
expérimentales

Test statistiques comparaison de deux populations
Y1 : expérimentale versus théorique : p = 0,75
Y2 : expérimentale versus théorique : p = 0,79
Y3 : expérimentale versus théorique p = 0,90



$$\hat{y} = E_A x_A + E_B x_B + E_C x_C + E_{AB} x_A x_B + E_{AC} x_A x_C + E_{BC} x_B x_C$$

Conclusion