

UNIVERSITE DE LIMOGES
FACULTE DE PHARMACIE

Année 91

Thèse N° 333.

**APPLICATION DE TESTS RHEOLOGIQUES
AUX POUDRES COSMETIQUES**

T H E S E

pour le Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie

présentée et soutenue publiquement
le 25 SEPTEMBRE 1991

par
Stéphanie MAZEAU

née le 12 Janvier 1968
à Périgueux

EXAMINATEURS DE LA THESE

Président : Mme le Professeur CHULIA

Juges : Mr le Professeur LEFORT DES YLOUSES
Mlle LECOMTE, Ingénieur Chimiste

U N I V E R S I T E D E L I M O G E S

F A C U L T E D E P H A R M A C I E

- DOYEN DE LA FACULTE : Monsieur le Professeur RABY
- ASSESSEURS : Monsieur le Professeur GHESTEM (1er Assesseur)
Monsieur DREYFUSS, Maître de Conférences (2e Assesseur)

PERSONNEL ENSEIGNANT

. PROFESSEURS DES UNIVERSITES

BENEYTOUT Jean-Louis	Biochimie
BERNARD Michel	Physique-Biophysique
BROSSARD Claude	Pharmacotechnie
BUXERAUD Jacques	Chimie Organique, Chimie Thérapeutique
CHULIA Albert	Pharmacognosie
CHULIA Dominique	Pharmacotechnie
DELAGE Christiane	Chimie Générale et Minérale
GALEN François Xavier	Physiologie
GHESTEM Axel	Botanique et Cryptogamie
GUICHARD Claude	Toxicologie
HABRIOUX Gérard	Biochimie
LEFORT des YLOUSES Daniel	Pharmacie Galénique
NICOLAS Jean Albert	Bactériologie et Virologie, Parasitologie
LOUDART Nicole	Pharmacodynamie
PENICAUT Bernard	Chimie Analytique et Bromatologie
RABY Claude	Pharmacie Chimique et Chimie Organique
TIXIER Marie	Biochimie

SECRETAIRE GENERAL DE LA FACULTE - CHEF DES SERVICES ADMINISTRATIFS

CELS René

A mes parents et ma famille, pour l'aide
et le soutien qu'ils m'ont apportés tout au
long de mes études.

Qu'ils trouvent ici le témoignage de
toute mon affection et ma reconnaissance.

A Madame Dominique CHULIA, Professeur des
Universités de Pharmacotechnie, Président du Jury.

Vous me faites l'honneur d'accepter la
présidence de cette thèse.

Veillez trouver ici le témoignage de
toute ma gratitude et de ma reconnaissance.

A Monsieur LEFORT DES YLOUSES, Professeur
des Universités de Galénique, et Mademoiselle
LECOMTE, pour avoir accepté de faire partie du
jury de cette thèse, pour avoir examiné ce
travail avec intérêt.

Qu'il me soit permis de vous exprimer
toute ma reconnaissance.

P L A N

TESTS RHEOLOGIQUES SERVANT A CARACTERISER LES POUDRES

1. Caractéristiques angulaires
2. Caractéristiques d'écoulement
3. Caractéristiques de tassement
4. Caractéristiques de cohésion

ETUDE DE POUDRES PARTICULIERES : LES FARDS A PAUPIERES

1ère Partie : GENERALITES CONCERNANT LES FARDS A PAUPIERES

1. Définition
2. Composition
3. Les techniques de fabrication
4. Propriétés des fards à paupières

2ème Partie : TRAVAUX PERSONNELS

1. Enquête concernant les problèmes de compactage
à l'usine
2. Etude de l'aptitude à l'écoulement et au compactage
des matières premières seules, et de leur influence
dans les formules finies

De nombreux secteurs industriels s'intéressent aux problèmes technologiques rencontrés lors des manipulations de matériaux pulvérulents : pharmaceutique, chimique, cosmétique, alimentaire...

Des tests ont été mis au point pour apprécier le comportement des poudres, c'est-à-dire pour connaître leur aptitude à l'écoulement ou à la cohésion.

La première partie de cette étude consistera à répertorier ces tests, en fonction des caractéristiques des poudres mises en évidence.

Dans un deuxième temps, nous nous intéresserons au cas particulier des poudres de l'industrie cosmétique destinées à la fabrication des fards à paupières.

TESTS RHEOLOGIQUES SERVANT
A CARACTERISER LES POUDRES

D'après HIESTAND (11), une poudre est un ensemble continu de particules entre lesquelles s'exercent des interactions infiniment lâches. Sous l'action d'un tassement ou d'une force de compression, ces interactions augmentent et l'énergie nécessaire pour séparer les particules est alors plus importante.

Lors des opérations de mise en forme (comprimés, gélules...), de nombreuses poudres posent des problèmes et ont un mauvais comportement rhéologique. En effet, avant d'être compactée, une poudre sera stockée, transportée, véhiculée et devra ensuite présenter des qualités de fluidité semblables à celles des liquides afin de favoriser son écoulement.

L'assimilation d'une poudre à un liquide nous permet de parler de "rhéologie des poudres". Mais il faut bien garder à l'esprit que les solides pulvérulents et les liquides sont différents, en ce sens que d'après GONTHIER et CHULIA (10) :

"- tout solide pulvérulent au repos peut transférer des contraintes de cisaillement et est caractérisé par un angle de repos non nul. Ainsi, une poudre peut former un tas alors qu'un liquide s'étale.

- la plupart des poudres, lorsqu'elles ont été soumises à une pression, développent des forces de cohésion et conservent ainsi leur forme.

- lorsqu'une poudre est sollicitée par une déformation, il apparaît des contraintes de cisaillement indépendantes du gradient de vitesse mais dépendantes de l'état de consolidation ".

Le terme de rhéologie couvre tous les phénomènes d'écoulement mais il englobe également toutes les situations où interviennent déformations et contraintes. En fonction de l'intensité de la contrainte, nous pouvons aborder

différents concepts :

- l'écoulement
- le tassement
- la cohésion

Le comportement d'un milieu pulvérulent est la résultante de l'interaction des particules qui le composent. Il est possible de distinguer deux ordres de propriétés dans les poudres : voir figure 1 (4).

- propriétés de la particule ou propriétés du 1er ordre influençant directement la rhéologie des poudres et mesurables par des techniques physiques : taille, forme, surface, densité, porosité...

- propriétés de la poudre ou propriétés de 2ème ordre déterminées sur le vrac de poudre et permettant d'apprécier sa texture.

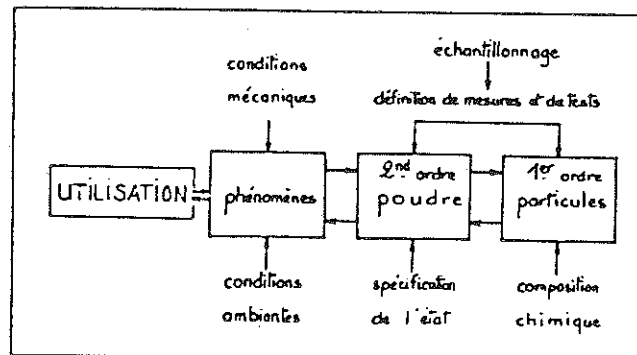


Figure 1 : relation entre le comportement à l'utilisation et les caractéristiques d'une poudre d'après DELEUIL.

Dans cette bibliographie, nous allons passer en revue les différents tests permettant d'apprécier le comportement rhéologique des poudres. Nous ne nous intéresserons ici qu'à leurs propriétés de second ordre, c'est-à-dire celles qui peuvent être mises en évidence sur le vrac de poudre. Ces propriétés peuvent être classées en quatre grands groupes :

- caractéristiques angulaires
- caractéristiques d'écoulement
- caractéristiques de tassement
- caractéristiques de cohésion.

1. CARACTERISTIQUES ANGULAIRES

Les mesures angulaires sur les poudres peuvent être réalisées de deux manières : statique ou dynamique.

Statique : c'est l'angle de repos. Il permet la mise en évidence de la fluidité en mesurant l'angle formé entre la pente d'un cône de poudre et l'horizontale.

Dynamique : ce sont les angles de friction, de glissement et d'écoulement. Ils permettent d'évaluer le comportement des poudres dans les machines.

1.1 Principes

1.1.1 Angle de repos

Il existe deux définitions de l'angle de repos (17) :

- l'angle de repos versé qui correspond à l'angle mesuré sur un tas de poudre versée à l'aide d'un entonnoir sur une surface plane.

- l'angle de repos drainé qui est l'angle formé à l'intérieur d'un récipient servant à l'écoulement du produit, lorsque celui-ci s'écoule incomplètement par la base.

* angle de repos versé

La poudre est versée sur une surface horizontale à l'aide d'un entonnoir, afin de former un tas. Dans le cas où la hauteur de l'entonnoir est fixe, le diamètre de la base du cône varie avec la nature de la poudre. Lorsqu'elle est mobile, la base du cône est alors fixe. Dans les deux cas, la valeur de l'angle peut être calculée grâce au rapport :

$$\operatorname{tg} \alpha = H / r \text{ (voir figure 2)}$$

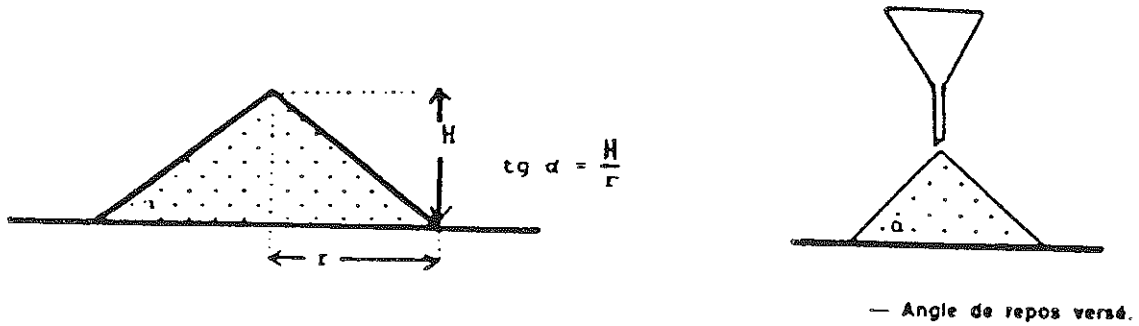


figure 2

L'écoulement de la poudre peut être forcé grâce à un vibreur, lorsque celle-ci s'écoule difficilement dans l'entonnoir (5).

* angle de repos drainé (6)

- Angle de cratère : angle mesuré après écoulement de la poudre par un orifice circulaire central, percé dans la surface plane horizontale d'un récipient cylindrique (voir figure 3)

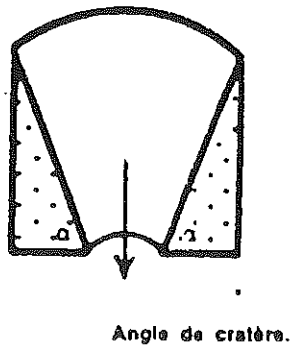
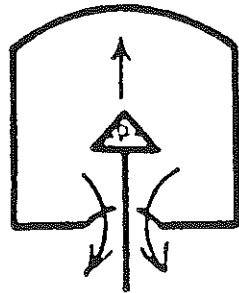


figure 3

- angle de repos drainé conique : le récipient est identique au précédent, mais possède en plus une plate-forme circulaire au-dessus de l'orifice permettant l'écoulement. Cette plate-forme bouche l'orifice lors du remplissage, puis elle est soulevée. La poudre s'écoule et il se forme un cône sur la plate-forme (voir figure 4).



Angle de repos
drainé conique.

figure 4

- angle de repos consolidé : un récipient parallélépipédique possède deux fentes longitudinales sur la base rectangulaire. La poudre est alors consolidée par 50 tassements. Après ouverture du système, la poudre s'écoule et un amas subsiste sur la plate-forme centrale. C'est à partir de cet amas qu'est déterminé l'angle de repos consolidé.

- Méthodes utilisant des cylindres :

* Deux cylindres superposés sont remplis de poudre. Le cylindre supérieur est soulevé et il se forme un cône sur le cylindre inférieur (voir figure 5).

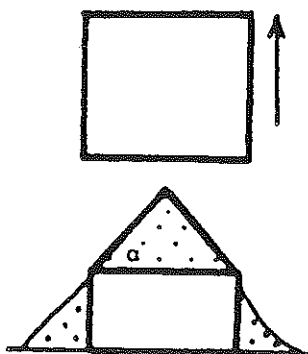


figure 5 : cylindres superposés

* Un cylindre rempli de poudre, posé sur une surface horizontale est soulevé verticalement. La poudre forme un tas conique de rayon r et de hauteur H .

- Angle de spatule : une spatule est introduite dans un tas de poudre à tester, puis elle est soulevée verticalement. L'angle de repos est formé par le plan horizontal et le plan d'effondrement du tas de poudre à l'extrémité de la spatule. Un deuxième angle est mesuré après tapotement de la spatule afin de faire affaisser le cône. La moyenne des deux valeurs donne la valeur de l'angle de spatule.

1.1.2 Angle dynamique

* Angles de friction, de glissement et d'écoulement (6)

La poudre étudiée est placée sur une surface plane qu'un moteur à vitesse constante incline par rapport à l'horizontale. Ce test peut être réalisé à la suite de la

mesure d'un angle de repos. On définit trois angles :

- angle de friction : c'est la valeur de l'angle par rapport à l'horizontale jusqu'à laquelle la poudre reste immobile sur son support.

- angle de glissement : c'est la valeur de l'angle à partir de laquelle la poudre se met en mouvement sur son support.

- angle d'écoulement : c'est la valeur de l'angle pour laquelle tous les éléments ont quitté le support.

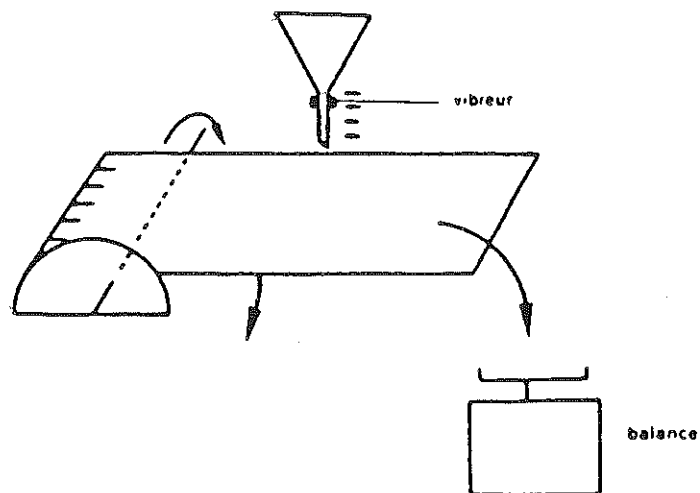


figure 6

La poudre est recueillie sur le plateau d'une balance. Dès la chute des premiers milligrammes de poudre sur le plateau, on note degré par degré la quantité tombée, de manière à réaliser une "cinétique de glissement" (5) (voir figure 6).

* Angle de repos cinétique (6)

La poudre à étudier est placée dans un cylindre rotatif, incliné d'un angle inférieur à 6° par rapport à l'horizontale et présentant huit déflecteurs circulaires placés à intervalles réguliers de 45° sur la circonférence interne. La poudre est introduite dans les déflecteurs, les remplissant à moitié. Des photographies sont prises, pour différentes vitesses de rotation du système. Une exploitation mathématique du phénomène observé est réalisée d'après ces photographies.

Dans les déflecteurs, la poudre est soumise à trois forces :

- force de gravité (verticale)
- force centrifuge dont la direction varie à partir du centre du tambour
- force de friction induite par le mouvement de la poudre qui s'oppose au roulement

L'angle de repos cinétique est une variable : sa valeur pour chaque angle du tambour est dictée par la balance de ces trois forces.

1.2 Domaine d'application

Les tests angulaires sont applicables aux poudres qui s'écoulent facilement, dont la taille moyenne des particules est supérieure à $100 \mu\text{m}$. Certains auteurs ont montré que les valeurs trouvées, même pour les poudres faiblement cohérentes, sont affectées par les conditions de réalisation du test.

Le mode opératoire devra être rigoureusement respecté afin d'obtenir une bonne répétabilité des résultats.

La taille variée des particules ainsi que leur différence de densités peuvent entraîner des démêlages

responsables d'une grande variabilité dans les valeurs des angles mesurés.

D'une manière générale, on peut dire que plus l'angle mesuré est faible, meilleur est l'écoulement de la poudre.

$\alpha < 30^\circ$: écoulement facile
 $30^\circ < \alpha < 50^\circ$: écoulement plus difficile
 $\alpha > 50^\circ$: écoulement impossible.

D'après DEVISE, de nombreux paramètres sont susceptibles d'influencer les caractéristiques angulaires des poudres (6) :

- la forme des particules : la valeur de l'angle de la pente augmente lorsque l'on s'éloigne de la forme sphérique.

- la taille des particules : certains auteurs constatent une augmentation de la valeur de l'angle de repos avec la diminution de la taille des particules. D'autres, ne trouvent aucune corrélation.

- l'humidité de la poudre : la valeur de l'angle de repos augmente lorsque les produits s'humidifient.

- le taux de fines : l'augmentation de la proportion de fines entraîne une augmentation de la valeur de l'angle de pente. On observe un phénomène de maxima : la valeur augmente jusqu'à un certain pourcentage de particules fines ajoutées et diminue ensuite pour des quantités supérieures.

En ce qui concerne les angles statiques, on observe des valeurs d'angle différentes entre les différentes méthodes de mesure.

2. CARACTERISTIQUES D'ÉCOULEMENT

2.1 Vitesse d'écoulement

2.1.1 Principe

La détermination de la vitesse d'écoulement d'une poudre semble être le test qui se rapproche le plus du phénomène existant dans une trémie.

Deux types de mesures sont, en général, retenues :

- la mesure du temps nécessaire à l'écoulement d'une quantité de poudre déterminée
- la mesure de la quantité de poudre s'écoulant pendant un temps donné.

Une autre méthode peut servir d'indication lors d'une étude de fluidité, en utilisant une série d'entonnoirs de même forme, mais de diamètres d'ouverture différents.

Les deux premières méthodes sont plus précises et plus reproductibles. Dans le cas d'une poudre très cohésive, l'écoulement peut être facilité par un vibreur : l'écoulement est alors forcé.

Appareillage

- Pour la mesure de la quantité de poudre écoulee pendant un temps donné :

* "Recording Powder Flowometer" de GOLD, DUVALL et PALERMO (8). Une balance, équipée de jauges de contraintes reliées à un enregistreur, mesure la masse de poudre écoulee. Des écoulements irréguliers peuvent ainsi être décelés. Une étude de la relation existant entre l'écoulement et l'électricité statique de la poudre peut être envisagée.

* "Granule Flow Meter" de MARKS et SCIARRA (13). Un disque perforé d'un orifice tourne lentement sous un

entonnoir rempli de poudre. Celle-ci s'écoule lorsque l'orifice se trouve en face de l'extrémité de l'entonnoir. La quantité de poudre versée est alors pesée.

* Mécanisation d'un entonnoir de manière à exclure toute intervention subjective du manipulateur.

- Pour la mesure du temps d'écoulement d'une quantité déterminée de poudre :

l'appareil est constitué d'une trémie doseuse animée de vibrations favorisant l'écoulement de la poudre et d'une vanne électromagnétique. Lorsque cette dernière est actionnée, la poudre s'écoule et interrompt un faisceau lumineux, déclenchant ainsi le chronomètre. Dès que cesse l'écoulement, le faisceau arrête le compteur.

Un essai d'écoulement est décrit dans la Pharmacopée.

Voir annexe 2. D'autres tests, plus intéressants pour les poudres cohésives sont à signaler :

- le "Minimum Blocked Aperture Test" permet de rechercher la taille minimale d'un orifice percé dans un plateau horizontal, permettant l'écoulement d'une poudre. L'appareil FLODEX permet d'effectuer cette mesure.

- Le test de mobilité mesure la vitesse d'écoulement, dans un tuyau standard, d'une poudre mélangée à divers pourcentages d'un matériau de grosse taille. La concentration minimale de grosses particules nécessaire pour créer l'écoulement peut servir à évaluer la cohésion.

- La vitesse de tamisage : en-dessous d'une certaine taille, la vitesse de tamisage décroît. Ce phénomène est dû à une augmentation des forces interparticulaires responsables de la cohésion et qui influencent défavorablement l'écoulement.

2.1.2 Domaine d'application

On peut prévoir un bon écoulement et un remplissage régulier de la chambre de compression, pour une poudre dont la

vitesse d'écoulement est inférieure ou égale à 10 secondes pour 100 grammes de produit.

La taille des particules a une influence significative sur l'écoulement de la poudre, les fractions les plus fines passant plus vite que les fractions les plus importantes. La vitesse d'écoulement est également très affectée par le taux d'humidité de la poudre.

Malgré la présence d'un vibreur, certaines poudres ne s'écoulent pas régulièrement d'un entonnoir et une appréciation quantitative de l'écoulement reste difficile.

L'avantage de ces tests est que leur mise en oeuvre est facile à réaliser et que les quantités requises de produits sont modérées (50 à 100 g de produit par test).

2.2 Test de Creep Compliance (16)

2.2.1 Principe

Ce test permet d'apprécier l'aptitude au glissement des poudres, lors de leur compactage, par analogie avec le comportement rhéologique des semi-solides. Les résultats obtenus permettent, selon l'auteur, de tracer des courbes différenciant trois types de comportements rhéologiques :

- élastique
- visco-élastique
- plastique

La valeur numérique de l'aptitude au glissement est calculée au moyen de la formule :

$$J = \frac{\text{Déformation}}{\text{Contrainte}}$$

2.2.2 Réalisation du test

Le "Creep Test", tel qu'il est utilisé pour les semi-solides, étudie la déformation progressive d'un produit avec le temps, sous une contrainte constante.

STANIFORTH et PATEL ont réalisé ce test de la façon suivante : ils ont compacté des poudres afin d'obtenir des comprimés de porosité nulle. Ces derniers ont été placés dans des matrices pré lubrifiées, elles-mêmes disposées dans un appareil relié à un analyseur de tension. La vitesse de la charge appliquée est constante. Pour ce test, trois valeurs de pression sont étudiées en fonction du temps (voir figure 7).

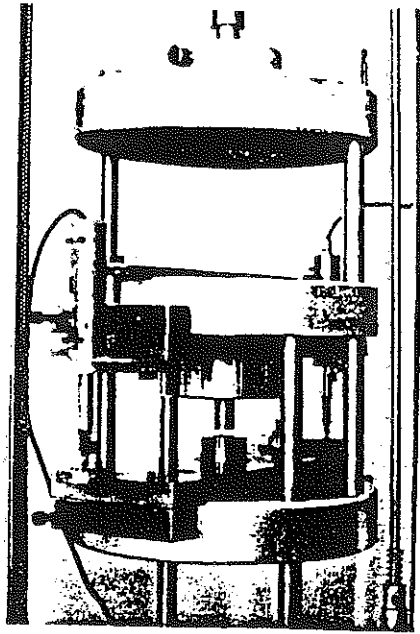


Figure 7

**Systeme de contrôle de l'aptitude à l'écoulement des poudres
(STANIFORTH - UNIVERSITY of BATH)**

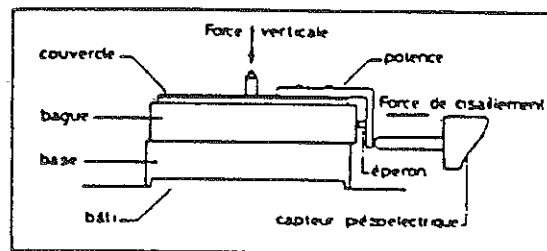
2.3 La cellule de cisaillement de JENIKE

2.3.1 Principe

La théorie et la méthodologie de JENIKE ont été mises au point initialement par l'auteur pour le dimensionnement des silos (2). Ce test permet d'étudier la résistance des lits de poudre quand ceux-ci sont soumis à une force de cisaillement.

L'essai est conduit dans une cellule de cisaillement circulaire de 90 cm de diamètre et de 160 cm³ de volume. Elle permet de travailler dans une gamme de contraintes assez faible (12 à 15 KPa), c'est-à-dire du même ordre de grandeur que celui régnant dans une trémie (voir figure 8).

La cellule se compose d'une base fixée au bâti de l'appareil, d'une bague posée sur la base qui peut se déplacer horizontalement par rapport à celle-ci et d'un couvercle qui coiffe l'ensemble.



La cellule de cisaillement

figure 8

La préparation de l'échantillon consiste à choisir la masse volumique de mise en place qui détermine

la quantité de poudre à loger dans la cellule.

Pour cela, l'araselement doit être parfait et l'échantillon doit conserver une taille adéquate tout au long de l'essai.

Le test proprement dit se réalise en 3 étapes :

- Phase de pré-consolidation et de précisaillement réalisée en appliquant une force verticale (V) sur le couvercle qui simule le poids de la poudre dans la trémie. On cherche ainsi à obtenir une répartition homogène des densités dans tout l'échantillon (10).

- Phase de consolidation qui consiste à appliquer une charge normale (Ni) inférieure à la charge de pré-consolidation et à la maintenir pendant la phase suivante.

- Phase de cisaillement proprement dite pendant laquelle s'opère une traction horizontale de la bague centrale. La résistance au cisaillement du lit de poudre est enregistrée à l'aide d'un capteur piézoélectrique. La force de cisaillement augmente jusqu'à un maximum (Si) correspondant au développement d'un plan de rupture dans tout l'échantillon.

L'essai est entièrement répété pour d'autres charges Ni.

2.3.2 Application

Cette méthode permet de se faire une idée assez précise des poudres étudiées et de les classer suivant leur coulabilité, sachant que ce test est le seul qui permette de tenir compte de l'influence de la pression sur l'aptitude à l'écoulement d'un vrac de poudre.

L'inconvénient de cette méthode est sa mise en oeuvre délicate.

3. CARACTERISTIQUES DE TASSEMENT

Le tassement d'un lit de poudre est dû au glissement et au réarrangement des particules les unes par rapport aux autres, créant ainsi un empilement tel que chaque individu est supporté par un contact direct avec d'autres particules ou avec la paroi du récipient.

Les paramètres utilisés pour décrire l'état d'empilement d'un lit de poudre sont, d'après DEVISE (6) :

- la densité vrac ("Bulk Density" dB) qui est le rapport de la masse de poudre sur le volume qu'elle occupe.

- la porosité du lit de poudre calculée à partir de la densité vrac ("Bed Porosity" pB) qui correspond au rapport des vides interparticulaires et du volume de l'ensemble.

$$pB = 1 - dB / dP \quad dP = \text{densité réelle}$$

La densité apparente n'est pas une propriété de la poudre, en ce sens qu'elle dépend des forces, des formes et des conditions extérieures (2).

Deux mesures de densités apparentes peuvent être effectuées sur un vrac de poudre :

- la densité non tassée (équivalente de la densité vrac)

- la densité tassée.

Le rapport d'une masse sur un volume répond à la définition d'une masse volumique et non d'une densité. Il serait donc plus judicieux de parler ici de masse volumique. Le terme de densité est pourtant couramment repris pour une question de commodité.

3.1 Principes (17)

3.1.1 Densité non tassée

La densité non tassée, déterminée à partir du volume de poudre "avant tassage", rend compte de la densité d'emballage des particules.

3.1.1.1 Densité vrac aérée

La densité vrac aérée correspond au rapport de la masse de poudre au volume occupé par les particules ainsi que par les espaces interparticulaires. Les particules sont ici séparées par un film d'air, il n'y a donc aucun contact direct entre elles. Les particules sont dites "aérées".

L'aération de la poudre est réalisée soit par fluidisation à l'aide d'un gaz, soit lors du dépôt des particules dans le récipient utilisé lors du test.

L'appareillage est tel que la poudre s'écoule d'un récipient oscillant, d'amplitude variable. Elle passe ensuite dans un tamis lui aussi oscillant et tombe d'une hauteur fixe de 25 cm dans un récipient pré-pesé. Le remplissage du récipient doit être réalisé entre 20 et 30 secondes. L'excès de poudre est ensuite éliminé par arasage et le récipient pesé.

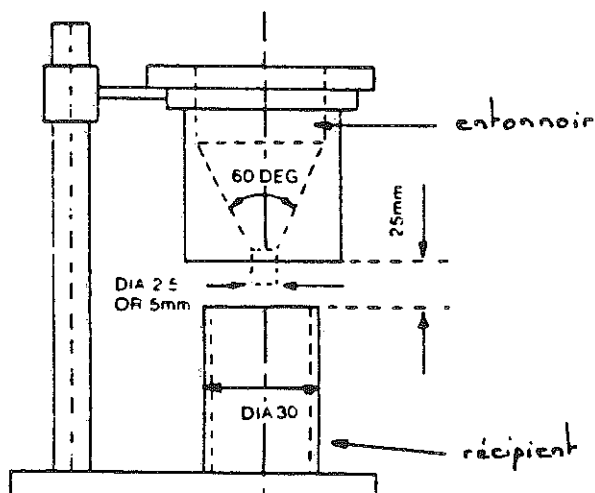
3.1.1.2 Densité vrac versée

Dans ce cas, les particules sont en contact direct les unes avec les autres.

Il existe trois méthodes qui ont été mises au point au départ, pour des poudres métalliques.

* Méthode de l'entonnoir

Cette méthode s'applique à des poudres s'écoulant librement à travers un orifice de 2,5 à 5 mm de diamètre. La poudre testée s'écoule d'un entonnoir, d'une hauteur fixe de 25 cm. Elle est récupérée dans un récipient pré-pesé de volume connu (voir figure 9).



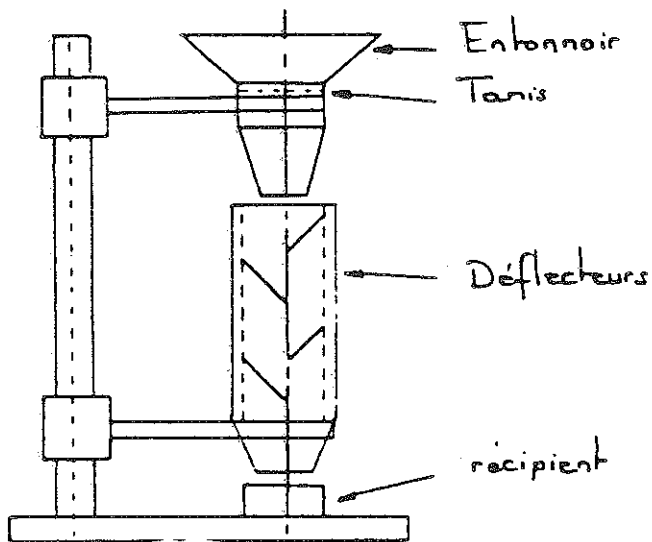
Méthode de l'entonnoir:

figure 9

* Voluménoètre de Scott :

Ce principe est applicable à des poudres ne s'écoulant pas librement à travers un orifice de 5 mm de diamètre et pour lesquelles la méthode de l'entonnoir oscillant ne peut être appliquée, la poudre voyant ses propriétés changer sous l'effet des vibrations.

L'échantillon est tamisé au-dessus d'un entonnoir. La poudre tombe ensuite dans un cylindre sur la paroi duquel sont placés 4 déflecteurs de verre. Elle est alors récupérée dans un récipient taré, de volume connu (voir figure 10).



Voluménoètre de Scott:

figure 10

* Méthode de l'entonnoir oscillant :

Le principe est identique à celui de la méthode de l'entonnoir si ce n'est qu'ici, l'entonnoir est soumis à des vibrations horizontales, de fréquence de l'ordre de 100 à 200 Hz et d'amplitude de 50 à 100 μ m (voir figure 11).

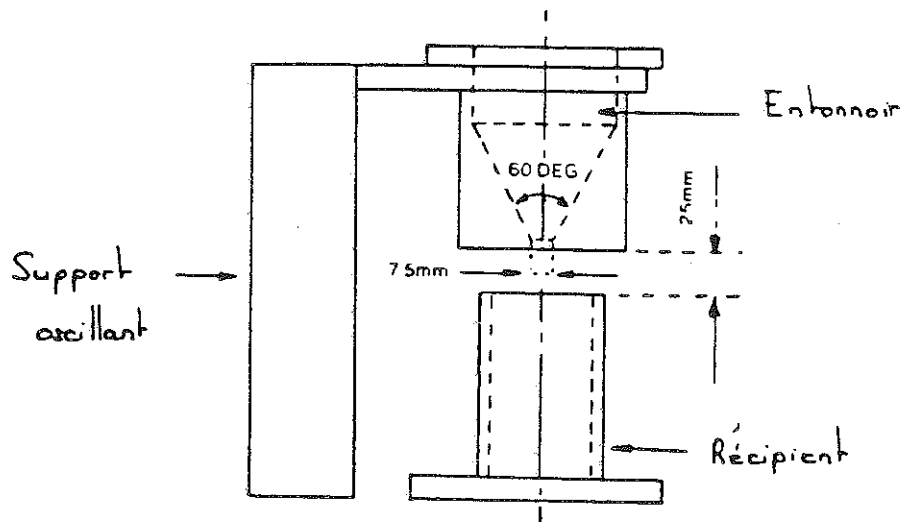


figure 11

Méthode de l'entonnoir oscillant:

3.1.2 Densité tassée

La densité tassée, déterminée à partir du volume de poudre après "tassage" rend compte de la densité apparente des particules, c'est-à-dire après réduction au minimum des espaces interparticulaires.

Le tassement de la poudre peut être réalisé de deux manières, par tapotements ou par vibrations.

3.1.2.1 Ro-Tap Méthode (17)

Un récipient cylindrique de 25 ml de volume est surmonté d'une rehausse de même volume.

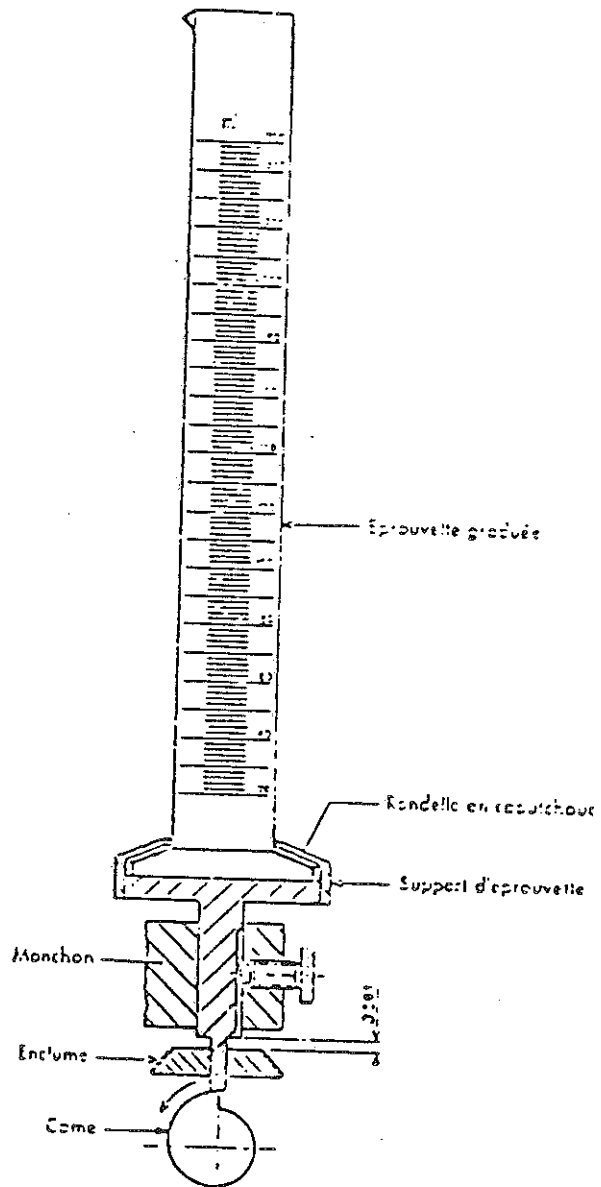
L'ensemble est garni de poudre à tester et subi une série de tassements. Après avoir éliminé la rehausse, la poudre est arasée en faisant attention de ne pas la tasser. Une pesée est ensuite effectuée.

3.1.2.2 Voluménoètre de tassement
d'Engelsmann :

La méthode consiste à introduire 100 g de poudre à étudier dans une éprouvette de 250 ml.

Si la densité de la poudre est trop faible, on peut ne travailler que sur 250 ml de poudre. Après avoir égalisé la surface de la poudre à l'aide d'une spatule, l'éprouvette est fixée sur un support lui-même placé sur un arbre à came. Chaque tour provoque la chute de l'éprouvette d'une hauteur de 3 mm, entraînant ainsi le tassement de la poudre (voir figure 12).

Cette procédure fait l'objet d'une standardisation pour la pharmacopée (voir annexe II).



Volumétre de tassement

figure 12

3.2 Applications

3.2.1 Densité non tassée

Bien que ces méthodes aient été mises au point pour des poudres métalliques, elles sont applicables à d'autres catégories de poudres, notamment pharmaceutiques.

En ce qui concerne les poudres en cosmétologie, leur application risque d'être limitée en raison de la présence de liant gras dans les formules (difficultés à passer dans les déflecteurs du voluménomètre de Scott par exemple).

Ces tests ont l'avantage de pouvoir être facilement réalisés en routine au laboratoire, à la suite d'une détermination de la vitesse d'écoulement, en faisant écouler la poudre directement de l'entonnoir dans le récipient servant à la mesure de la densité.

3.2.2 Densité tassée

La lecture du volume de poudre après 10, 20, 30, 40, 50, 100, 200, 400 et 500 tassements dans le voluménomètre d'Engelsmann permet d'établir une cinétique de tassement, c'est-à-dire de suivre l'évolution du logarithme du volume de poudre initial sur le volume de poudre ($\text{Log } V_0/V$) à un temps "t" en fonction du nombre de tassements.

L'intérêt est porté sur la première phase du tassement afin d'étudier à quelle vitesse le produit se tasse. En effet, la plus grande partie du tassement d'une poudre s'effectue généralement lors des 50 premiers tassements. Son intensité diminue lors des tassements suivants.

La variation du volume de poudre entre 10 et 500 tassements ($V_{10} - V_{500}$) peut aussi donner une idée du comportement de la poudre : plus cette différence est faible, meilleur est l'écoulement de la poudre.

D'autres données peuvent être obtenues à partir de ce test :

- le volume de tassement V_t , qui est la différence entre le volume initial et le volume constant de poudre après un certain nombre de tassements. Un V_t important signifie que la poudre contient beaucoup d'air et qu'elle posera des problèmes lors du compactage (clivage, décalottage). Son écoulement sera lui aussi difficile.

- le taux de tassement TT qui est le rapport du volume de tassement sur le volume initial.

$$TT = V_t/V_0$$

- le nombre de tassements nécessaires (N_c) pour obtenir un volume constant témoigne de la rapidité avec laquelle la poudre se tasse. Un nombre de tassements important signifie que la poudre à laquelle nous avons à faire est dans un état instable en ce qui concerne l'empilement de ces particules et que cet empilement se modifie presque indéfiniment. Cette poudre sera difficile à compacter puisque sa phase de tassement est très longue.

- la compressibilité C

$$C = ((DT - DNT) / DT) \times 100$$

Pour une compressibilité comprise entre 20 et 40 %, la poudre aura tendance à créer des ponts dans les trémies. Lorsque la compressibilité est supérieure à 40 %, la poudre a beaucoup de mal à s'écouler.

CARR a établi une corrélation entre le pourcentage de compressibilité et la coulabilité d'une poudre. Toutefois, cette relation est limitée à un schéma qualitatif, plus valable au centre c'est-à-dire pour 20 à 30 % de compressibilité, qu'aux extrêmes (voir figure 13). (4)

Echelle des facteurs de compressibilité (f). D'après
CARR(4)

f	coulabilité	exemples de produits
5 à 18	très bonne	granulés, sable sec
18 à 22	bonne	poudres avec peu de fines
22 à 33	médiocre	poudres avec fines
33 à 38	mauvaise	cohésif
≥ 38	très mauvaise	très cohésif

figure 13

- le Ratio de Hausner (RH) est un index qui dépend de la taille des particules (17). Il témoigne également de la friction interparticulaire.

$$RH = DT / DNT$$

L'écoulement de la poudre sera d'autant meilleur que ce ratio sera proche de 1.

Remarque : le combiné d'analyse d'HOSOKAWA est un appareil qui permet selon son fabricant de réaliser de nombreux tests permettant d'apprécier :

- les caractéristiques angulaires : angles de repos versé et de spatule.
- les caractéristiques d'écoulement : vitesse d'écoulement.
- les caractéristiques de tassement : densités tassées et non tassées.

Cet appareil permet également de déterminer la granulométrie du produit, ainsi que sa dispersibilité. L'ensemble de ces tests

permet de définir des indices représentatifs des propriétés rhéologiques des poudres.

4. CARACTERISTIQUES DE COHESION

La cohésion est la propriété de certaines poudres de transformer une partie des contraintes en force d'attraction inter-grains, et ceci de façon spontanée. L'adhésion des particules entre elles, peut se faire par l'intermédiaire de liaisons matérielles ou non (15). (voir figure 14).

Liaison matérielle	Liaison non matérielle
pont chimique	liaison de Van der Waals
pont de cristallisation	liaisons électrostatiques
pont liquide	

figure 14

De nombreux facteurs peuvent avoir une influence sur l'intensité de la cohésion d'une poudre : le taux de fines, l'intensité du tassement, l'humidité, la température ambiante, le temps, etc... (4)

Si on étudie l'influence d'une pression extérieure sur un vrac de poudre, on constate un tassement, donc une densification. D'après GONTHIER et CHULIA. Ce phénomène peut être décomposé en plusieurs étapes :

(1) - " Tout d'abord on observe un réarrangement des particules entraînant un tassement du lit de poudre.

- lorsque les particules ne peuvent plus se déplacer indépendamment, le tassement ne peut se poursuivre que par déformation des particules. Les phénomènes dominants sont la fragmentation et le début des déformations plastiques.

- pour une pression plus élevée, les particules se déforment plastiquement et il se forme des liaisons interparticulaires.

- lorsque la porosité devient pratiquement nulle, le compact ne peut alors se déformer qu'élastiquement ".

L'étude de la cohésion peut être abordée par deux voies distinctes (6) :

- Mesure des forces unissant les particules, c'est-à-dire des forces requises pour séparer des particules individuelles, les détacher d'un plan, ou les dévier dans un champ électrique. Ces mesures nécessitent des techniques très spécialisées et ne peuvent pas être utilisées pour un travail de routine en laboratoire.

- Mesure des propriétés du solide en vrac. Hormis les méthodes d'écoulement, les caractéristiques angulaires et la courbe de tassement qui donnent quelques informations qualitatives concernant la cohésion des poudres, il existe d'autres méthodes susceptibles d'apporter une notion plus quantitative de cette cohésion. Il s'agit de :

- la méthode du plateau fendu ou split Plate Method.
- le viscosimètre à double cylindre.
- la cellule triaxiale.
- le test de compression simple.

4.1 La méthode du plateau fendu

4.1.1 Principe (6)

La méthode définie par TIDESWELL et TODYFIELD est utilisable quel que soit l'état de cohésion de la poudre.

Sur une plaque de laiton, inclinée lentement par un moteur, est attachée une cellule d'aluminium. Cette cellule est composée de deux parties, l'une fixée à la plaque de laiton, l'autre libre de glisser sur un roulement à billes. Lors du remplissage de la cellule par la poudre, ces deux parties sont maintenues ensemble. L'épaisseur du lit de poudre dans la cellule doit être d'environ 1 cm. La poudre

est alors tassée par une force perpendiculaire et calibrée de 50 à 700 g/cm². La plaque s'incline à une vitesse de 10°/min. L'angle pour lequel on constate une rupture de la cellule en deux parties est mesuré à l'aide d'une échelle circulaire (voir figure 15).

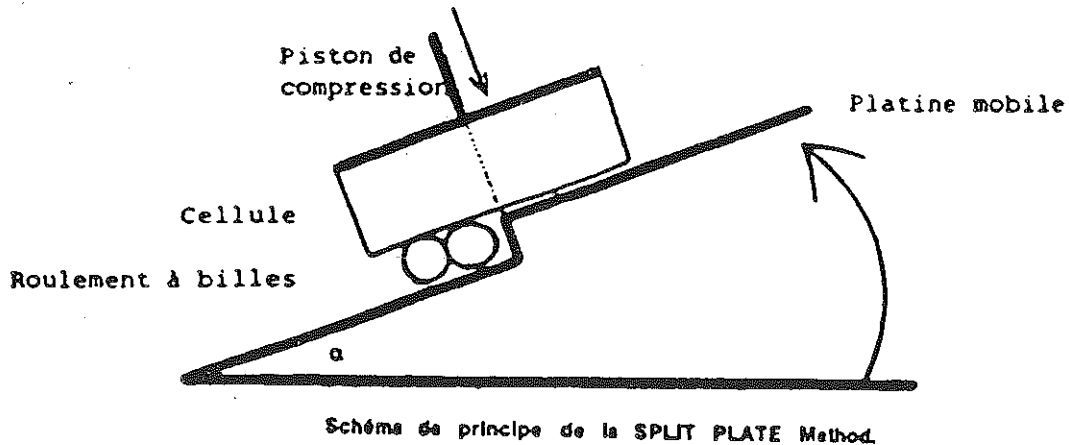


figure 15

4.1.2 Application

La cohésion est donnée par la formule :

$$W g \sin \theta / A = C \text{ (dyn/cm}^2\text{)}$$

W = poids d'une demi cellule + poids de la poudre + poids du roulement à billes.

A = aire de la surface de rupture (profondeur du lit * largeur du lit).

θ = angle d'inclinaison de la plaque de laiton lors de la rupture.

La valeur calculée n'est pas exactement la cohésion, mais plutôt la force normale requise pour briser un échantillon sous tension, c'est-à-dire sa force de tension.

La réalisation de ce test est moins aisée que celle du viscosimètre à double cylindre.

4.2 Le viscosimètre à double cylindre (6)

4.2.1 Principe

Ce procédé permet essentiellement de quantifier la cohésion d'une poudre.

Les cylindres externes et internes du viscosimètre présentent sur leur surface en contact avec la poudre, des entailles permettant d'assurer une adhérence permanente d'une couche de particules à leur surface. Lors de la mise en rotation du cylindre externe, le moment exercé sur le cylindre interne est enregistré. Il rend compte de la cohésion de la poudre. Plus la poudre est cohésive, plus la valeur du moment est faible (voir figure 16).

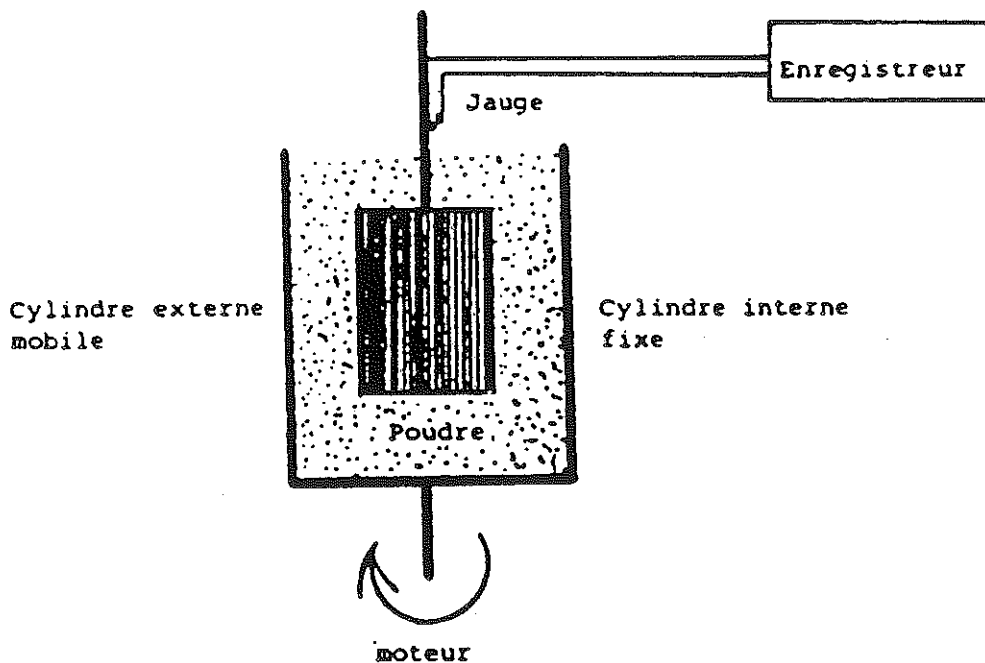


Schéma de principe du viscosimètre de TANÉYA.

figure 16

4.2.2 Application

Lors de la mise en route du moteur, la résistance de la poudre augmente en fonction du temps jusqu'à une valeur limite pour laquelle la poudre ne présente plus de résistance et le galvanomètre

de l'appareil qui mesure le couple de torsion appliqué au mobile revient à zéro. Ce couple maximum mesure la force nécessaire pour observer le cisaillement de la poudre non consolidée. Il reflète la cohésion de la poudre.

Dans le cas de poudres non cohésives, le moment exercé sur le cylindre interne est sujet à des variations dues à des irrégularités locales de la densité de la poudre.

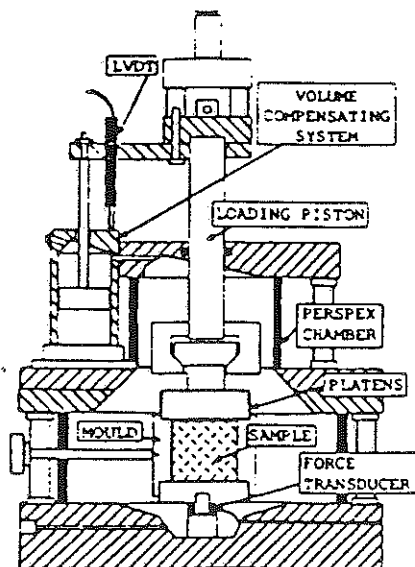
Cette méthode permettant d'apprécier la cohésion est assez sensible, et exprime assez fidèlement le comportement des poudres.

4.3 La cellule triaxiale

4.3.1 Principe

La cellule triaxiale se compose d'une gaine de caoutchouc dans laquelle est placé l'échantillon de poudre à étudier. L'ensemble est placé dans une cellule pressurisée (voir figure 18).

Le test se réalise en deux temps. L'échantillon est tout d'abord préparé. La poudre placée dans la gaine de caoutchouc est soumise à une certaine contrainte afin d'atteindre une densité donnée. La cellule dans laquelle se trouve la gaine est ensuite remplie d'eau et on enregistre la variation de volume de l'échantillon sous l'effet d'une contrainte isostatique



cellule triaxiale Lancelot, Lille (12)

Ce test permet d'étudier des poudres seules ou en mélange, et de déterminer leur cohésion ainsi que l'angle de frottement interne.

4.3.2 Application

La cellule triaxiale est un test assez représentatif du comportement d'un produit pulvérulent sous l'effet d'une contrainte. Comme la cellule de cisaillement de JENIKE, ce test peut être utilisé pour le dimensionnement des silos. Des essais comparatifs entre ces deux méthodes ont été réalisés par LANCELOT (12).

Ce test est peu utilisable en routine en raison de la difficulté de construction de l'échantillon et de la longueur de l'essai.

4.4. Test de compression simple

4.4.1 Principe (1)

L'objectif de ce test est de rechercher l'évolution de la cohésion apparente d'un matériau en fonction des pressions de consolidation successivement mises en oeuvre. Le domaine de pression étudié va, pour certains auteurs, de 50 à 600 bars.

Schématiquement, ce test se réalise en deux étapes :

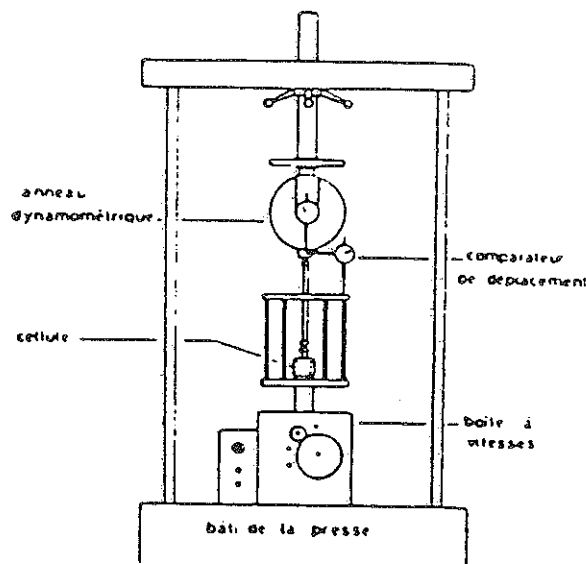
- tassement de la poudre sous pression dans une cellule appropriée, afin de déterminer sa compressibilité, c'est-à-dire son aptitude à diminuer de volume sous l'effet d'une contrainte.

- essai de rupture ou mesure de la résistance à la rupture afin d'apprécier la comprimabilité du produit, c'est-à-dire son aptitude à former un compact de résistance convenable.

4.4.2 Méthode

4.4.2.1 Consolidation de la poudre

Une cellule constituée de demi-boîtes formant un cylindre est remplie de poudre à étudier. Un piston animé d'une vitesse constante descend dans la chambre de compression. L'intensité de la force de compactage est mesurée à l'aide d'un anneau dynamométrique et le déplacement du piston à l'aide d'un comparateur (voir figure 19).



Cellule de consolidation utilisée par D. Chulia et Y. Gonthier.
Université de Grenoble (1)

figure 19

Le compact formé est ensuite récupéré. Sa masse est mesurée, ainsi que sa hauteur, afin d'évaluer la porosité moyenne de l'échantillon.

4.4.2.2 Essai de rupture

L'essai de rupture, ou résistance à la compression simple, consiste à écraser l'échantillon suivant sa hauteur tandis que ses faces latérales restent libres. Un essai de dureté peut également être envisagé.

Un compromis doit être trouvé en ce qui concerne la taille du compact, afin que celui-ci soit suffisamment haut pour que l'essai de rupture soit significatif sans pour autant avoir de variations de densité trop importante. Un rapport hauteur sur diamètre compris entre 1,5 et 2 semble convenir.

4.4.3 Exploitation des résultats

La phase de tassement peut être exploitée en terme de tassement relatif $\Delta H/H$. De nombreux modèles de porosité - pression ont été proposés afin de se rendre compte de la déformation des poudres sous la pression (1).

Les essais de rupture permettent de tracer la courbe $R = f(P)$, c'est-à-dire l'évolution de la résistance à la rupture des compacts en fonction de la pression de consolidation.

ETUDE DE POUDRES PARTICULIERES

LES FARDS A PAUPIERES

Ce travail a été réalisé dans le laboratoire des poudres du groupe l'OREAL. Ce laboratoire étudie tous les types de maquillage sous forme de poudres et élabore des formules nouvelles, que ce soit pour les yeux ou le teint : " fards à joues, fards à paupières, poudres libres ".

Des études sont menées sur les nouvelles matières premières ainsi que sur les formules et les nouveaux procédés de fabrication.

Le deuxième aspect du travail effectué au laboratoire est la mise au point de formules destinées à la fabrication industrielle. Dans cette optique, il est responsable de la qualité finale du produit et doit donc étudier, en conséquence, les modifications de formules rendues nécessaires par la transposition industrielle.

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés au cas particulier des fards à paupières.

Avant d'aborder le sujet même de ce travail, nous allons rappeler brièvement quelques notions concernant ces produits : composition, technique de fabrication, principales propriétés contrôlées...

Première Partie : Généralités

FARDS A PAUPIERES

1. DEFINITION

Les fards à paupières poudres peuvent être considérés comme une couleur incorporée dans un excipient solide pulvérulent, le tout étant compacté dans une coupelle métallique à l'aide d'une presse.

En raison de son utilisation près de l'oeil, le fard à paupières ne contient jamais de parfum.

2. COMPOSITION

2.1 Composition générale

Les fards à paupières compacts se composent pour la plus grande proportion de charge blanche, peu cohésive par simple compression. Des pigments et des agents nacrant sont ajoutés dans des proportions variant en fonction de la texture souhaitée. La cohésion et les propriétés cosmétiques sont améliorées par l'adjonction de liant composé d'un mélange de corps lipophiles auxquels sont ajoutés des conservateurs. (voir figure 21).

2.2 Les grandes familles de constituants (3)

2.2.1 Les produits de charge

* Les poudres minérales

- le talc : c'est un silicate hydraté de magnésium et d'aluminium, de structure lamellaire, fibreuse, foliacée.

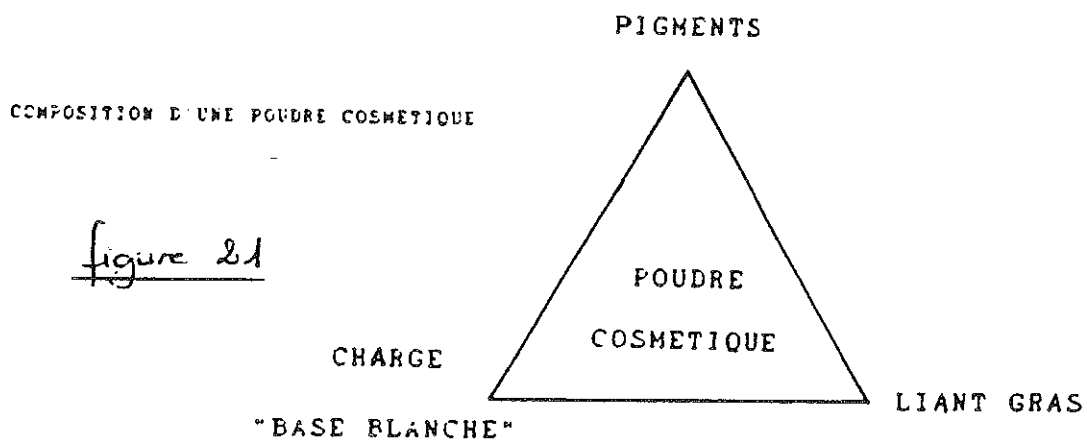
La poudre est de couleur blanche, douce et onctueuse. Son pouvoir glissant est appréciable dans une formule de fard à paupières.

- le mica : le mica est un silicate d'aluminium et de potassium. C'est un fin pigment lamellaire, couleur blanc grisâtre. Son pouvoir glissant est important et il peut être

à l'origine de problèmes de compactage.

- le carbonate de magnésium : peu dense et très absorbant, il sert à la fabrication de magnésies parfumées.

- kaolin : silicate d'aluminium hydraté, blanc grisâtre, gras au toucher, et constitué de feuillets empilés.



* Les poudres organiques

- l'amidon : la poudre d'amidon est blanche, inodore et très fine. Elle a la propriété de bien s'étaler.

- les savons métalliques : ils agissent comme des liants à sec et apportent de la cohésion ainsi que de l'onctuosité.

- les poudres de polyéthylène et de polyamide apportent de la douceur aux fards à paupières.

2.2.2 Les agents liants

- Les corps gras sont les agents liants les plus utilisés dans les fards à paupières. Il peut s'agir de lanoline, vaseline, silicones, huiles végétales, triglycérides, esters d'acides gras, glycérine, propylène glycol...

- Les liants émulsionnés : dans les poudres cosmétiques l'utilisation de tensioactifs peut prévenir le phénomène de mottage.

- Les liants à sec : les stéarates de zinc et de magnésium peuvent remplir ce rôle.

- Les liants solubles dans l'eau : on trouve des gommes (de karaya, arabique) ou des produits synthétiques (polyvinylpyrrolidone, méthylcellulose).

2.2.3 Les pigments

Un pigment est une matière colorante insoluble qui ne doit pas désorber, alors qu'un colorant est une matière colorante soluble.

Une laque est constituée d'un colorant adsorbé sur un support insoluble. Une laque est plus brillante, plus intense qu'un pigment.

2.2.3.1 Les pigments minéraux

* Blancs

- Oxyde de titane : doté d'une bonne stabilité à la fois physique et chimique, l'oxyde de titane apporte de la couvrance à la formule.

- Oxyde de zinc : utilisé en pharmacie pour ses propriétés antiseptiques, cicatrisantes, fongistatiques et déodorantes, il est aussi apprécié en cosmétologie pour son pouvoir couvrant. Bien qu'il soit rêche au toucher, il s'étale mieux que l'oxyde de titane.

* Colorés

Parmi les principaux pigments colorés, nous retiendrons :

- les oxydes de fer : rouge : Fe_2O_3
jaune : $Fe_2O_3 \cdot nH_2O$
noir : Fe_3O_4

- les oxydes de chrome : vert : Cr_2O_3
vert hydraté: $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

- les pigments outremer

Les sulfosilicates de sodium et d'aluminium, c'est-à-dire le bleu et le violet outremer.

- le bleu de Prusse : ferrocyanure ferrique d'aluminium

- le violet de manganèse : $\text{NH}_4\text{MnP}_2\text{O}_7$

2.2.3.2 Les pigments organiques

Ils sont dans l'ensemble de petite taille :

- rouge flaming
- rouge lithol
- carmin de cochenille
- pigments thioingoides

2.2.3.3 Les pigments nacrés

Ce sont de très fines lamelles à haut indice de réfraction.

- l'oxychlorure de bismuth apporte douceur et facilité d'étalement aux fards à paupières. Il possède un bon pouvoir couvrant.

- les micatitanes sont des lamelles mica recouvertes d'une couche d'oxyde de titane.

3. TECHNIQUES DE FABRICATION

3.1 Mélange des poudres

Après avoir été pesés, charges, pigments et nacrés sont mélangés par un système de pales et d'émoteur, pendant une durée déterminée au départ et fonction de la texture finale désirée.

A ce mélange est ajouté le liant. Dans certains cas, un broyage peut être réalisé afin d'homogénéiser le mélange, par exemple à l'aide de broyeurs à broches ou à marteaux.

3.2. Calibrage

Le calibrage du mélange de poudres est obtenu par tamisage. L'ouverture de la maille du tamis utilisé doit correspondre à la texture de la poudre à tamiser. Le passage de la poudre à travers les mailles du tamis doit être forcé à l'aide d'un pinceau. La poudre ainsi obtenue peut être compactée.

3.3 Fabrication des compacts

Au laboratoire, le compactage des poudres est réalisé à l'aide d'une compacteuse manuelle (type Kenwall). La pression est obtenue à l'aide d'un système hydraulique.

Les coupelles servant au compactage de la poudre sont de forme carrée, de 2,56 cm de côté. La valeur de la section du vérin utilisé étant voisine de la surface des coupelles ($\phi = 2,86$ cm ; $S = 6,42$ cm²), à une pression de 100 bars correspond une force de 1 KN environ.

La masse de poudre correspondant à un compact est d'abord pesée, puis introduite dans la matrice de compactage où aura été disposée préalablement la coupelle. La matrice est introduite dans la compacteuse. La montée en pression est obtenue en actionnant un levier. La valeur de la pression est indiquée par l'aiguille du manomètre. Ce type de compacteuse ne permet pas de contrôler la vitesse de montée en pression, ni le temps d'application de la force de compactage sur la poudre.

4. PROPRIETES DES FARDS A PAUPIERES (18)

4.1 Propriétés cosmétiques

4.1.1 Coloration

La couleur d'un fard à paupières est le premier critère qui oriente le choix de l'utilisatrice. Elle doit s'harmoniser à la couleur de ses yeux, de ses vêtements et au reste de son maquillage.

D'autre part, la couleur est directement soumise aux tendances de la mode.

4.1.2 Le pouvoir couvrant

C'est la façon dont le produit masque la couleur naturelle de la paupière. L'importance de la couverture varie en fonction des pigments ou des charges.

4.1.3 Pouvoir glissant

C'est la facilité à faire glisser l'applicateur à la surface du compact lors de la prise ainsi que la facilité à étaler la poudre sur la paupière sans que le produit ne semble " accrocher " à la peau. Une matière première telle que le talc est un bon agent glissant.

4.1.4 Adhésion

La poudre doit suffisamment adhérer à la paupière afin de réaliser un maquillage durable. Cette propriété peut être remplie par des matières premières telles que les stéarates de zinc et de magnésium.

4.1.5 Douceur et onctuosité

Ces deux propriétés se manifestent à la fois lors de la prise et de l'application de la poudre.

La présence de talc dans les compacts peut être à l'origine de cette douceur. L'onctuosité, quant à elle, peut être obtenue grâce à l'addition de liant gras.

4.2 Propriétés physiques

La cohésion d'un fard à paupières compact doit être telle qu'elle permette sa manipulation de façon aisée, sans risquer de le casser ou de l'effriter.

D'autre part, le délitage doit être facile sans risque de "cirage" : après plusieurs passages de l'applicateur, la surface du compact ne doit pas devenir luisante, ni glacée rendant la prise de poudre impossible.

Il faut donc réaliser un compromis entre une bonne résistance mécanique et un délitage satisfaisant.

Ces propriétés sont appréciées grâce à des tests de chute, de dureté et de délitage.

4.2.1 Test de résistance à la chute

La résistance mécanique des compacts est évaluée par un test de chute qui consiste à déterminer la perte de poids de 6 coupelles de poudre après 10 chutes d'une hauteur de 20 cm sur une surface plane et dure.

4.2.2 Dureté

La dureté par indentation est mesurée au moyen d'un pénétromètre (appareil Zwick 7206 UIm, RFA).

Chaque résultat, exprimé en unités de l'appareil, est la moyenne de 6 mesures.

4.2.3 Délitage

Le délitage est évalué à la prise du produit, à l'aide d'un applicateur de mousse. Ce test peut être réalisé de façon manuelle, ou à l'aide d'un appareil si on veut le quantifier. La prise du produit s'effectue par un mouvement de rotation de l'applicateur à la surface du compact.

4.3 Autres propriétés

Les fards à paupières doivent satisfaire à certains essais de conservation. Pour cela, ils sont placés pendant 2 mois :

- à température ambiante,
- à 40°C pour accélérer le processus de vieillissement,
- en étuve humide pour simuler les conditions pouvant être rencontrées en pays chauds et humides ou tout simplement dans une salle de bain.

Deuxième Partie : Travaux Personnels

Notre étude peut être divisée en deux grandes parties :

* Dans un premier temps, nous nous intéresserons aux problèmes de compactage rencontrés à l'usine. Nous essaierons de voir s'il existe une corrélation entre ces problèmes et les résultats de certaines mesures effectuées au laboratoire sur les vracs de poudres. Pour ce faire, nous allons recueillir le maximum d'informations concernant le comportement industriel de certaines formules et nous les comparerons aux données de masses volumiques apparentes détenues au laboratoire. L'objectif de cette étude est de prévoir le comportement des poudres au compactage, de façon plus précise, dès la mise au point de la formule.

* La deuxième partie de notre travail sera consacrée à l'étude de matières premières nouvelles et anciennes, dans le but de caractériser leurs propriétés régulatrices d'écoulement ou améliorant le compactage et de classer ainsi ces produits. Forts de ces informations, nous étudierons ensuite, l'influence de ces matières premières au sein d'une formule finie de fard à paupières.

1. ENQUETE CONCERNANT LES PROBLEMES DE COMPACTAGE A L'USINE

1.1 Généralités

La conception d'un fard à paupières passe par plusieurs étapes indispensables à l'obtention d'un produit de qualité.

C'est dans le laboratoire des poudres que sont mises au point les formules nouvelles de fards à paupières. Ces formules sont l'aboutissement de l'étude permanente de nouvelles matières premières ainsi que d'essais de nouveaux procédés de fabrication. Chaque essai est réalisé sur une petite quantité de poudre : 300 g par formule.

Dans un deuxième temps, et lorsque les formules semblent satisfaisantes au laboratoire, elles sont essayées à un stade semi-industriel, sur des quantités intermédiaires entre le laboratoire et l'usine (environ 10 kg). Déjà, à ce niveau, des problèmes peuvent être mis en évidence, tels que des modifications de teinte, des problèmes de compactage ou d'écoulement. Certains paramètres de la formule peuvent alors être modifiés en conséquence, avec l'accord du laboratoire.

La troisième étape est la transposition industrielle proprement dite. Le laboratoire contrôle les premières fabrications, et intervient également si de nouveau, des modifications dans le mode opératoire s'avèrent nécessaires.

1.2 Les problèmes rencontrés lors de la fabrication

Deux problèmes majeurs peuvent être rencontrés lors de la fabrication des fards à paupières. Il s'agit des problèmes d'écoulement et des problèmes de compactage.

A l'usine, les problèmes d'écoulement sont responsables d'un mauvais remplissage des chambres de compression, en raison d'un écoulement irrégulier de la poudre dans la trémie d'alimentation. En fait, ce problème n'est que relatif, car la plupart des compacteuses utilisées en usine disposent d'un système d'alimentation tel que la poudre est amenée manuellement dans les matrices.

Le véritable problème le plus fréquemment rencontré est plutôt un problème de compactage : les compacts réalisés ne satisfont pas alors aux normes fixées par le laboratoire. Schématiquement, deux comportements opposés de la poudre peuvent être observés :

- une cohésion insuffisante du compact avec une dureté faible, un taux de perte de poids à la chute importante et des phénomènes de clivage ou de frittage même à pression élevée.

- une cohésion trop importante du compact rendant le délitage difficile et entraînant un phénomène de cirage (avec impossibilité de réduire la dureté en diminuant la pression car alors, le compact deviendrait trop fragile).

Le comportement de la poudre sous l'effet d'une pression est difficile à prévoir. De nombreux facteurs peuvent influencer le compactage :

- les conditions ambiantes : température et humidité résiduelle

- la durée de stockage du vrac de poudre avant compactage, ainsi que les conditions dans lesquelles il est stocké

- le type de compacteuse utilisée

- le manipulateur

- la forme de la coupelle
- la composition de la formule

Un autre problème entrant en ligne de compte, est la difficulté rencontrée pour extrapoler une formule du laboratoire à l'usine. En effet, même si le squelette de la formule reste le même, il n'en demeure pas moins que beaucoup d'autres facteurs varient :

- les lots de matières premières
- les quantités de poudres manipulées : 300 g au laboratoire contre 20 à 40 kg à l'usine
- les appareils de fabrication des vracs de poudres
- les compacteuses :

* compacteuses manuelles au laboratoire, où la pression, la vitesse et le temps de compactage ne sont pas contrôlés.

* à l'usine, les compacteuses utilisées sont le plus souvent alternatives où pression et temps de compactage peuvent être réglés précisément.

1.3 Le but de l'enquête usine

Le but de cette enquête est tout d'abord de voir s'il est possible d'établir une corrélation entre les résultats des mesures de densités réalisées au laboratoire et le comportement industriel des vracs de poudres. Ces mesures de densités réalisées à l'aide du volumétre d'Engelsmann sont systématiquement effectuées au laboratoire, dans le but d'identifier une poudre. Elles représentent, en quelque sorte, une "photo" du vrac servant de référence entre le laboratoire et l'usine.

Mises à part les densités tassées et non tassées, d'autres données peuvent être exploitées à partir du volumétre et peuvent nous donner des informations quant aux propriétés d'écoulement d'une poudre (taux de tassement), la friction interparticulaire (ratio de Hausner).

Nous essaierons également de voir si d'autres facteurs

tels que le taux et les propriétés des constituants d'une formule, le mode opératoire de fabrication des vrac, la coupelle utilisée, le site de fabrication peuvent influencer le compactage des poudres.

L'objectif de cette étude est de pouvoir prévoir dès la formulation, le comportement industriel du vrac de poudre ; ceci afin d'intervenir à deux niveaux :

- au laboratoire, la connaissance de paramètres influents pourra guider le formateur en l'orientant dans une voie plutôt que dans une autre. Il évitera ainsi la réalisation d'essais dont il connaîtra à l'avance les défauts. L'intérêt est de laisser le moins possible place au hasard, afin que le formateur soit entièrement maître de la qualité de son produit et puisse ainsi gagner du temps.

- à l'usine, l'intérêt est de diminuer l'importance des réglages des compacteuses à chaque début de fabrication, de réduire ainsi les pertes de produits et donc aussi de gagner du temps, en connaissant à priori la "sensibilité" de la formule au compactage.

1.4 Recueil des données

Le maximum de données possible va être recueilli à la fois auprès des usines et du laboratoire, au sujet des formules à problèmes. Ces renseignements vont être rassemblés dans des tableaux (voir tableaux 1, 2 et 3 Annexe II) avant de faire l'objet d'une étude statistique.

1.4.1 Données fournies par les usines

L'enquête a été menée auprès de trois usines responsables de la fabrication des fards à paupières. Chacune d'elles nous a communiqué les numéros des formules pour lesquelles des problèmes de compactage lors de la fabrication ont été constatés.

Pour chaque formule, il nous a été décrit le type de problème rencontré.

Nous avons choisi de ne pas mélanger les résultats des différentes usines entre eux pour plusieurs raisons :

- les situations géographiques des usines sont très différentes. Or, on sait que les conditions d'humidité et de température peuvent influencer le comportement des poudres au compactage et à l'écoulement.

- les conditions de stockage des vrac de poudres avant compactage ne sont pas les mêmes.

- les types de compacteuses diffèrent également.

- enfin l'appréciation du problème de compactage peut être différente d'un site à l'autre (importance du facteur "humain").

La majorité des problèmes de compactage décrits par les usines témoigne d'une mauvaise cohésion de la poudre même lorsque la pression de compactage est augmentée. Cela se traduit généralement par une dureté insuffisante et une perte de poids à la chute importante.

Nous avons choisi de classer les problèmes de compactage en fonction de leur fréquence d'apparition :

1. Formules ayant toujours des problèmes de compactage.

2. Formules ayant parfois des problèmes de compactage.

3. Formules n'ayant jamais de problème de compactage.

L'apparition des problèmes de type 2 peut s'expliquer par une plus grande sensibilité de ces formules aux variations des conditions ambiantes (température et humidité résiduelle), aux variations entre les lots de matières premières ou aux conditions de stockage de la poudre entre deux fabrications.

1.4.2 Données recueillies au laboratoire

Pour chaque formule fournie par l'usine, nous avons rassemblé des données existantes au laboratoire.

1.4.2.1 Décomposition de la formule

1.4.2.1.1 Par famille de composants

Nous avons classé les constituants de chaque formule de fards à paupières en 4 familles auxquelles nous avons attribué un taux :

- charge : W %
- pigment : X %
- nacre : Y %
- liant : Z %

Toutes les formules ont ainsi été décomposées afin de voir lors de l'analyse des tableaux si une famille de composants plus qu'une autre et à un certain taux a une influence plus ou moins importante sur le compactage.

1.4.2.1.2 Par matières premières

Dans un second temps, nous essaierons de voir si les problèmes de compactage peuvent être attribués à certaines matières premières, et s'il y a un "effet-dose" pour certains composants. Pour les différentes usines nous avons recensé toutes les matières premières : charges, pigments, nacres et liants (voir tableau 4).

USINES	MATIERES PREMIERES			
	CHARGES	PIGMENTS	NACRES	LIANTS
A	7	12	26	6
B	8	10	18	2
C	8	12	46	2

Tableau 4

De nombreuses matières premières sont communes aux trois usines, surtout en ce qui concerne les charges.

1.4.2.2. La coupelle

La forme de la coupelle peut, elle aussi, influencer le compactage, en ce sens que la répartition de la poudre sera plus ou moins homogène. Dans une coupelle ronde, par exemple, la répartition de la poudre sera plus homogène que dans une coupelle triangulaire dans laquelle les angles seront moins remplis que le centre.

La majorité des coupelles auxquelles nous avons à faire ici sont carrées (H131) ou presque carrées (DOE, H1121, H150), d'autres sont rectangulaires (TOE, H210) ou triangulaires (H202). Les côtes de ces coupelles figurent en annexe 2.

1.4.2.3 Mode opératoire de fabrication

Il existe deux grands types de modes opératoires.

Le premier consiste à réaliser mélange et broyage en une seule étape : Mode opératoire B.

Le second consiste en un mélange sur mélangeur Lödige puis à un broyage sur broyeur à broches : Mode opératoire C.

Dans tous les cas, la poudre est calibrée en fin de fabrication. L'ouverture de maille du tamis dépend de la texture et est fixée pour chaque produit.

1.4.2.4 Données obtenues à partir du volumétre d'Engelsmann

Les mesures des densités apparentes tassées et non tassées sont normalement régies par une procédure commune au laboratoire et aux usines. Bien que ces déterminations de

densités soient toujours réalisées sur des vracs usinés, les valeurs obtenues diffèrent bien souvent entre le laboratoire et les usines.

Nous avons donc cherché à comprendre l'origine de ces différences. Pour cela nous avons demandé aux usines et à chaque personne du laboratoire de nous décrire leur méthode de détermination des densités.

1.4.2.4.1 Procédures

* Procédure interne l'OREAL :

Cette procédure figure en Annexe II.

* Méthodes suivies par les usines (voir tableau 5) :

Il faut noter que le seul tamisage effectué ici est celui qui suit la fabrication, la détermination de densités n'étant pas forcément réalisée immédiatement après.

* Méthode du laboratoire :

- Le matériel utilisé est conforme à la procédure l'OREAL de tassement.

- La poudre ne subit aucune dessiccation avant le test.

- Avant d'introduire la poudre dans l'entonnoir, celle-ci est tamisée à l'aide d'un tamis dont l'ouverture de maille est adaptée à la texture de la poudre étudiée (le même que celui qui a servi au calibrage).

- La quantité de poudre introduite dans l'éprouvette est de 40 g.

- La surface de la poudre, avant lecture du volume sans tassement, est égalisée à l'aide d'une spatule.

- Le nombre de tassements que subit la poudre pour la lecture du volume après tassement est de 1500.

- Cette mesure n'est généralement réalisée qu'une seule fois.

		PROCEDURE POUR LA DETERMINATION DES DENSITES A L'USINE		
		A	B	C
USINES				
	VOLUMETRE	CONFORME A LA PROCEDURE	CONFORME A LA PROCEDURE	CONFORME A LA PROCEDURE
MATERIEL	EPROUVETTE	VERRE	VERRE	PLASTIQUE
	ENTONNOIR	PAS D'ENTONNOIR	NON PRECISE	HAUT D'UNE BOUTEILLE EN PLASTIQUE
	TAMISAGE	PAS DE TAMISAGE	PAS DE TAMISAGE	PAS DE TAMISAGE
PREPARATION				
ECHANTILLON				
	QUANTITE Poudre	250 ml	40 g	50 g
OPERATOIRE	EGALISATION SURFACE	NON STANDARDISEE	SECousse DE L'EPROUVETTE	NON STANDARDISEE
	NOMBRE DE COUPS	1250 COUPS	1500 COUPS	1500 COUPS
	NOMBRE D'ESSAIS	2 ESSAIS	1 ESSAI	1 ESSAI

TABLEAU 5

La différence de protocole suivi entre les usines et le laboratoire, semble à elle seule être capable d'expliquer cette différence de densités observée. Nous avons donc envisagé de mettre en évidence :

- l'importance du tamisage avant la réalisation du test, le rôle de celui-ci étant de supprimer la cohésion acquise par la poudre au cours du stockage.

- l'importance de l'ouverture de maille du tamis utilisé.

1.4.2.4.2 Etude concernant la préparation de la poudre avant la mesure des densités

* poudres étudiées

Pour cette étude, nous avons choisi de prendre deux poudres très différentes, que ce soit par leur couleur, leur texture ou leur comportement au compactage.

- la première poudre P1, couleur saumon et de texture nacrée pose de très importants problèmes de compactage à l'usine.

Charge 51 % (1)	(entre parenthèses figure
Composition : Pigment 4 % (2)	le nombre de matières
Nacre 35 % (4)	premières différentes dans
Liant 10 % (1)	chaque famille de constituants)

- la deuxième poudre P2, couleur lie de vin et de texture mate ne pose pas de problème de compactage.

Charge 71,9 % (5)
Composition : Pigment 17,1 % (4)
Nacre 10 % (1)
Liant 1 % (1)

Les deux poudres sont des vracs provenant de l'usine.

* matériel

- volumétre d'Engelsmann conforme à la procédure officielle
- tamis d'ouverture de maille 250 μm et de 630 μm
- balance précise à 0,1 g.

* méthode

Pour chaque poudre P1 et P2, la mesure des densités tassées et non tassées a été réalisée de trois manières :

- sur le vrac non tamisé, pris directement dans le fût où il a été stocké pendant plusieurs mois
- sur le vrac tamisé à l'aide d'un tamis non adapté à la texture de la poudre
- sur le vrac tamisé avec le tamis correspondant.

Les mesures étant réalisées habituellement au laboratoire sur 40 g de poudre, nous avons choisi de conserver cette masse pour notre étude.

Afin de pouvoir établir une moyenne et déterminer un écart-type, chaque essai a été réalisé trois fois. A chaque fois nous avons relevé les valeurs de la température ambiante et de l'humidité relative.

Après tamisage de la poudre, lorsque c'est le cas, celle-ci est introduite dans l'éprouvette en verre à l'aide d'un entonnoir en plastique. La surface de la poudre est alors égalisée à l'aide d'une fine spatule sans provoquer de secousses de l'éprouvette.

* résultats

Les résultats obtenus sont consignés dans les tableaux 6. Entre parenthèses figurent les écarts types.

Vo : volume initial	DNT : Densité non tassée
VT : volume tassé	DT : Densité tassée

Au cours de ces mesures, les conditions ambiantes sont

POUDRE P1

	NON TAMISEE	TAMIS 250	TAMIS 630
V_0 (ml)	75 (3)	98 (2)	82 (2)
DNT(mg/ml)	0.53 (0.02)	0.40 (0.01)	0.48 (0.01)
V_t (ml)	57 (1)	68 (2)	62 (1)
DT(mg/ml)	0.70 (0.01)	0.58 (0.02)	0.64 (0.01)

POUDRE P2

	NON TAMISEE	TAMIS 250	TAMIS 630
V_0 (ml)	105 (4)	133 (3)	140 (1)
DNT(mg/ml)	0.38 (0.02)	0.30 (0.01)	0.28 (0)
V_t (ml)	82 (1)	93 (1)	94 (2)
DT(mg/ml)	0.48 (0)	0.43 (0.01)	0.42 (0.01)

TABLEAUX 6

V_0 : volume de poudre non tassée
 V_t : volume de poudre tassée
 DNT : densité non tassée
 DT : densité tassée

restées sensiblement constantes, variant de 20 à 21° C pour la température, et de 32 à 34 % pour l'humidité.

* discussion

Si nous ne tenons pas compte de l'ouverture de maille du tamis utilisé, nous pouvons globalement dire que le tamisage de la poudre entraîne :

- une augmentation des volumes initiaux et tassés, responsable d'une diminution des densités
- une diminution de l'incertitude sur la lecture du volume initial.

L'augmentation des volumes peut s'expliquer par le fait que le tamisage induit une rupture des liaisons interparticulaires dues à une consolidation du vrac lors de son stockage et à une aération de la poudre.

Un écart type important observé lors de la détermination du volume initial de la poudre non tamisée, peut être expliqué par une variation de l'état de consolidation dans lequel se trouve la poudre testée. En effet, cet état peut changer suivant :

- les conditions de stockage du vrac de poudre : sol vibrant, proximité de sources de chaleur...
- la position de l'échantillon prélevé dans le vrac : la consolidation sera plus intense au fond du fût qu'en haut.

Si nous considérons maintenant l'ouverture de maille du tamis employé, nous pouvons dire que celle-ci influence les résultats observés. Elle influe largement sur la détermination du volume initial des poudres P1 et P2. En ce qui concerne le volume après tassement, celui-ci ne semble avoir varié que pour P1.

Les conclusions pouvant être tirées de cette étude sont :

- il semble préférable de tamiser la poudre avant toute détermination de densités, afin d'obtenir des résultats reproductibles.

- il convient de bien définir au départ l'ouverture de maille du tamis à utiliser, afin que les conditions de mesures soient identiques à l'usine et au laboratoire.

- comme cela est décrit dans la méthode officielle, on pourrait envisager de n'employer qu'une ouverture de maille de tamis pour tous les produits puisque cela n'a d'influence que sur les volumes initiaux.

- quelques remarques peuvent, cependant être émises :

1) Le fait de tamiser la poudre sur un fond de tamis et de la transvaser ensuite dans l'éprouvette peut perturber l'homogénéité de l'échantillon et être à l'origine des variations de volumes observées pour les poudres tamisées. Peut-être serait-il plus judicieux de trouver un système autorisant le tamisage de la poudre directement sur l'éprouvette, évitant ainsi d'intervenir sur la poudre tamisée ?

2) Dans la procédure interne l'OREAL, le matériau de l'éprouvette n'est pas précisé. Etant en verre au laboratoire ainsi que dans les usines A et B, et en plastique dans l'usine C, il serait intéressant d'évaluer son influence sur la détermination des densités.

1.4.2.4.3 Données prises en compte à partir du volumétre

Dans les tableaux 1, 2, 3 - Annexe 2) destinés à notre étude, nous avons fait figurer :

- les densités non tassées DNT
- les densités tassées DT

- les variations de volume $\Delta V = V_0 - V_T$

- les taux de tassements :

$$TT = \frac{\Delta V}{V_T}$$

- les ratio de Hausner :

$$RH = \frac{DT}{DTN}$$

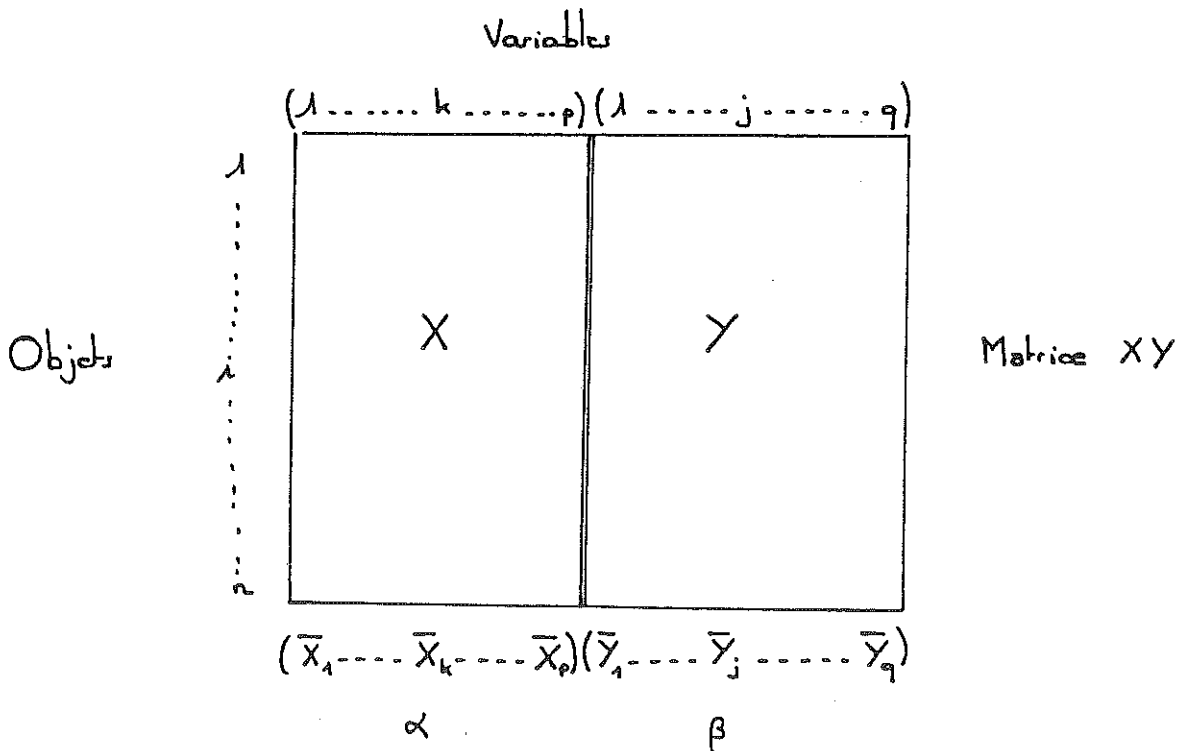
La plupart de ces données (DNT et DT) figurent dans des cahiers de laboratoire. Les mesures ont été refaites pour les formules dont les résultats n'étaient pas répertoriées, en suivant le mode opératoire habituel (Cf méthode au laboratoire 1-4-2-4-1).

1.5 Analyse statistique des tableaux

1.5.1 Principe de l'analyse

L'analyse statistique utilisée pour étudier ces tableaux est une PLS = projection to latent structures. Ce test permet de réaliser une analyse de données multiparamétriques.

Le point de départ est une table de données encore appelée matrice XY.



μ et β représentent la moyenne de chaque variable. Dans notre cas, les variables étudiées seront d'une part les réponses, c'est-à-dire les résultats des densités apparentes, des taux de tassement, de ratio de Hausner, des résultats de compactage, les taux de charge, pigments, nacres et liant ; d'autre part tous les constituants de chacune des "n" formules considérées.

Le but de cette PLS est de trouver des relations entre les réponses et les constituants des formules.

Le principe de cette analyse consiste à déterminer la composante principale de la matrice XY, c'est-à-dire la ligne (le plan ou l'hyperplan) qui sera la mieux ajustée sur le nuage de points dans un espace de dimension (p+q), et explique le mieux les variations des données. Cet ajustement ou "fit" se fait par la méthode des moindres carrés de façon à minimiser la somme des carrés des distances entre les points et le fit.

La matrice XY peut alors être modélisée de la façon suivante au moyen d'un algorithme mathématique :

$$X = 1 \times \mu + T \times P + E$$

$$Y = 1 \times \beta + U \times Q + F$$

E et F représentent les matrices des résidus dont le contenu peut être analysé par le calcul mathématique de la variance résiduelle du modèle. L'ajustement sera alors d'autant meilleur que cette variance sera faible.

T et U ou "score vector" témoigne de la pente que fait le "fit" par rapport à chaque axe.

De cette même façon, plusieurs ajustements peuvent être déterminés, afin d'augmenter le degré d'information.

La significativité de cette analyse est évaluée en

éliminant certaines données de la matrice expérimentale et en les faisant recalculer par le modèle (méthode du "cross validation"). La comparaison des valeurs expérimentales aux valeurs recalculées permet de donner une estimation du pouvoir prédictif du modèle, et de valider ainsi l'analyse.

1.5.2 Résultats de l'analyse

La première partie de l'analyse a consisté à comparer le comportement industriel des fards à paupières aux différents taux de charge, pigment, nacre et liant, ainsi qu'aux taux de tassement, ratio de Hausner et densités. Cette étude n'a pas permis de mettre en évidence de corrélation entre ces différents paramètres et les problèmes de compactage observés à l'usine.

Nous avons alors choisi de comparer tous les produits entrant dans la composition des fards à paupières aux différents paramètres cités ci-dessus.

Cette étude n'a porté que sur deux usines = B et C. Aucune information très précise n'a pu être dégagée de ces tableaux, par contre nous avons pu mettre en évidence certaines tendances.

* Usine B

Lorsque la densité non tassée d'une formule est faible, on peut s'attendre à ce que les valeurs du taux de tassement ainsi que de la différence entre le volume de poudre non tassée et tassée soient faibles.

Les matières premières impliquées pour une valeur de densité non tassée élevée sont :

Charges : S (Mica) Pigments : P23/Nacres : N56
 : C19
 : W (talc)

- Un faible taux de tassement ainsi qu'une faible variation de volume peuvent être dûs à :

Charges : K (Stéarate de Zinc)	Pigments : P24	Nacres : N70
: C17	P30	N52
: C16	P34	
: H (talc)		

- Un bon compactage peut être attribué à la coupelle H 150.

- Les nacres N 59 et N 69, le pigment P 23 et la coupelle H 202 semblent être impliqués lors de mauvais compactages.

* Usine C

- Une variation de volume faible est rencontrée dans le cas d'une poudre dont la densité non tassée est elle-même faible.

- Les matières premières impliquées dans le cas d'une poudre ayant une densité non tassée élevée sont :

Charges : S	Nacres : N 47
C 19	N 51
W	N 35
	N 33

- Une faible variation de volume peut être due aux matières premières :

Charges : C 13	Pigments : P 30	Nacres : N 63
C 16	P 24	N 62
K	P 27	N 55
H		N 54
		N 78

- Les problèmes de compactage ont été très faiblement expliqués en raison de leur faible apparition comparée au nombre total de formules exploitées dans cette usine.

1.5.3 Discussion

Bien que les informations fournies par l'exploitation de ces tableaux soient peu nombreuses, on retrouve néanmoins quelques résultats similaires dans les deux usines (voir tableau 7).

En effet les charges telles que le talc H, le stéarate de zinc K et C 16 ainsi que les pigments P 24 et P 30 entrent dans la composition des poudres dont les variations de volume après tassements sont faibles. La charge C 18, le mica S et le talc W sont impliqués dans des poudres dont les densités sont élevées.

D'autre part, les informations fournies au sujet des problèmes de compactage sont logiques, surtout en ce qui concerne la coupelle utilisée lors de ces problèmes. On pouvait s'attendre à ce qu'un mauvais compactage soit assez bien corrélé avec l'utilisation d'une coupelle triangulaire H 202.

1.5.4 Conclusion

Au vu des résultats de l'analyse de ces tableaux, nous n'avons pas pu mettre en évidence de corrélation, que ce soit entre les données obtenues à partir du volumétre de tassement d'Engelsmann (DT, DNT, TT, RH) et les problèmes de compactage, ou entre les différents taux de constituants et ces mêmes problèmes.

Le peu de renseignements obtenus à partir de cette étude peut être dû :

- au manque de précision dans l'appréciation des problèmes de compactage, avec une part d'influence non

négligeable du facteur humain.

- au peu de formules à problèmes, par rapport au nombre total de fards à paupières.

- à une mauvaise définition des paramètres susceptibles d'être influents.

Certains résultats peuvent paraître surprenants, comme par exemple l'absence d'influence des taux de nacres et de liants sur le comportement au compactage d'une formule. Nous aurions pu nous attendre à ce qu'un taux élevé de nacres soit à l'origine de problèmes (le compactage de formules très nacrées, au laboratoire étant en général difficile), or bien souvent, il est compensé par une importante quantité de liant.

Si nous observons les résultats de cette analyse suivant les différents axes de projection, nous constatons que les densités tassées et non tassées évoluent toujours dans le même sens (figures 22 et 23). Cette observation peut nous amener à remettre en question l'utilité de la détermination de deux densités (DT et DNT) pour identifier un vrac de poudre, en routine au laboratoire. Seule la détermination de la densité non tassée pourrait suffir.

INFLUENCE DE CERTAINES MATIERES PREMIERES SUR DES
PARAMETRES DE CINETIQUE DE TASSEMENT

Observation	ΔV ↓			TT ↓			DENSITES ↓		
	Charge	Pigment	Nacre	Charge	Pigment	Nacre	Charge	Pigment	Nacre
USINE B	C 16	P 24	N 70	C 16	P 24	N 70	S	P 23	N 56
	C 18	P 30	N 52	C 18	P 30	N 52	C 19		
	K	P 34		K	P 34		W		
	H			H					
USINE C	C 13	P 24	N 63				S		N 47
	K	P 30	N 62				C 19		N 51
	C 16	P 27	N 55				H		N 35
	H		N 54						N 33
			N 78						

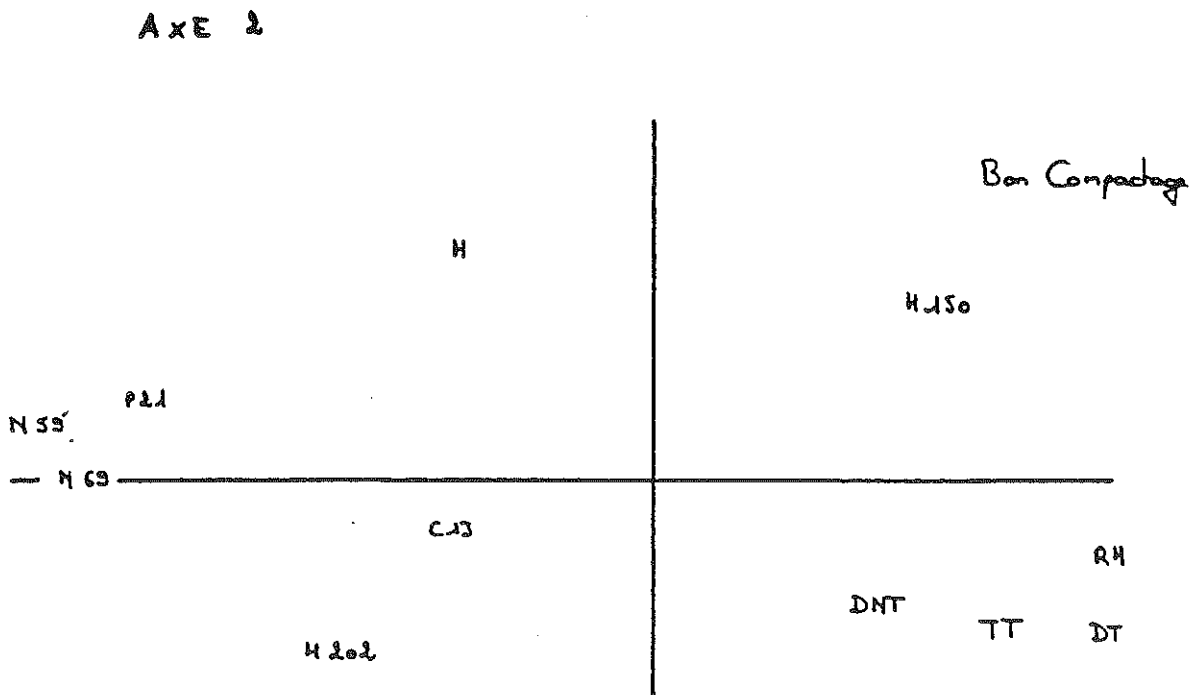
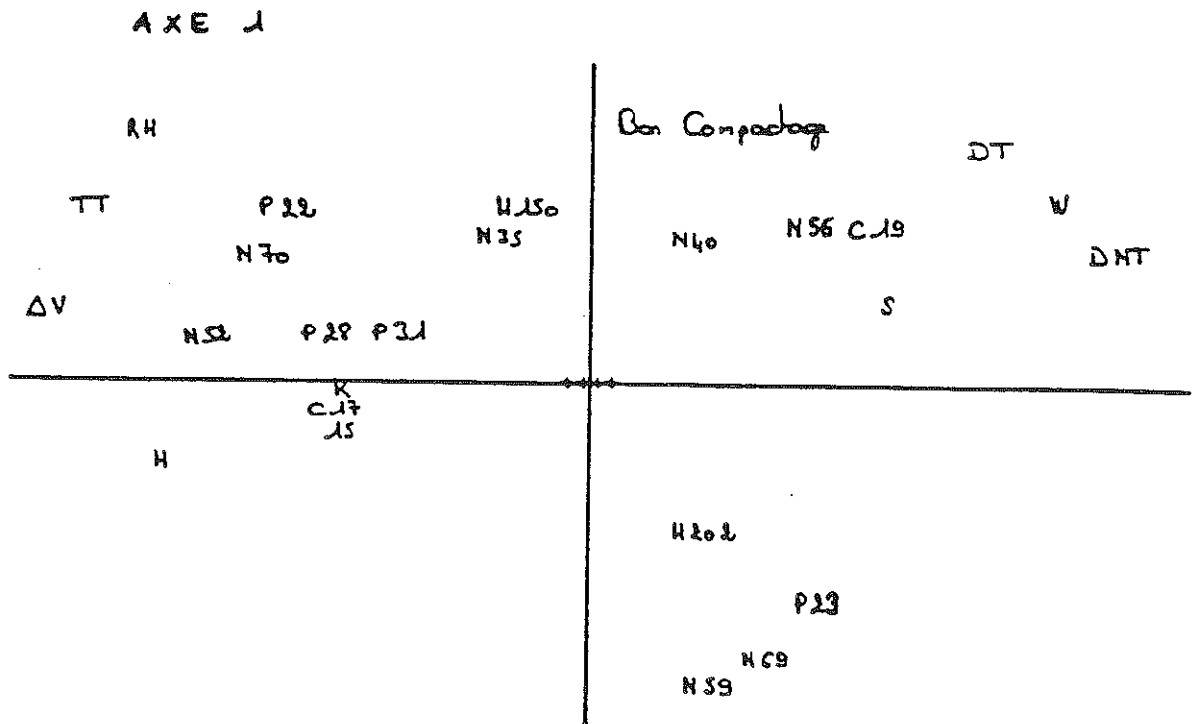
TABLEAU 7

ΔV ↓ : Matières premières responsables d'une diminution de variation de volume

TT ↓ : " " " " " " du taux de tassement

Densité ↑ " " " " " " augmentation de densité

USINE B

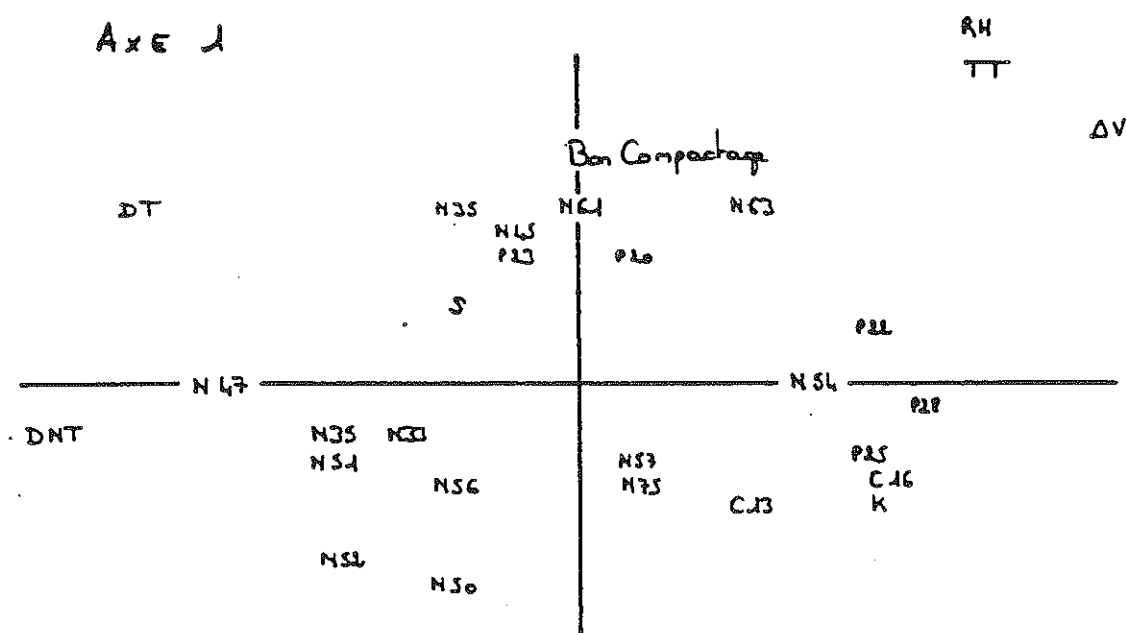


Projection des points du tableau 2 - Annexe 2

sur les axes 1 et 2

Figure 22

USINE C



Projection des points du tableau 3 - Annexe 2

sur l'axe 1

figure 23

En ce qui concerne les relations possibles entre les résultats des mesures sur les vracs et les différentes matières premières, cette analyse nous a fourni des résultats concordants entre les deux usines. L'influence de certaines matières premières, sur le taux de tassement et sur les densités, est attribuée aux mêmes charges C16, K, H et pigments P24 et P30. Les nacres influençant ces mêmes paramètres différent, en raison des différences de teintes ainsi que de la grande diversité de matières premières nacrées entre les deux sites.

Certaines matières premières semblent peu sensibles à la variation de volume sous l'effet des tassements. Des hypothèses peuvent être émises quant à leur comportement au compactage : ces poudres ayant peu d'air à chasser lors des tassements, nous pouvons nous attendre à ce qu'elles se compactent assez facilement. Citons ici le cas des charges C16, C18, C13, K et H, des pigments minéraux P24 et P30, des pigments organiques P34 et P27, ainsi que des nacres N70, N52, N63, N62, N55, N54 et N78. En pratique courante au laboratoire, il n'a pas été observé de problèmes particuliers lors de l'utilisation de ces matières premières.

Il semble surprenant que les matières premières à l'origine d'une augmentation des densités ne soient pas également responsables d'une diminution du tassement des vracs. Parmi elles, nous citerons les charges S, W et C19. En formulation, ces poudres sont à l'origine de problèmes de compactage, lorsque leur taux, dans une formule, est trop important.

2. ETUDE DE L'APTITUDE A L'ÉCOULEMENT ET AU COMPACTAGE DES MATIÈRES PREMIÈRES SEULES ET DE LEUR INFLUENCE DANS DES FORMULES FINIES

En pratique courante au laboratoire, la plupart des tests sont réalisés sur les vracs de produits formulés afin de déterminer leur comportement au compactage. Par contre, peu de tests sont effectués sur les matières premières dans le but de connaître leur aptitude à l'écoulement et au compactage et de prévoir leur influence en formulation.

Des essais non systématiques sont réalisés sur certaines matières premières afin d'appréhender leur comportement. Ces tests consistent à compacter un peu de poudre dans une coupelle, à observer simplement l'aspect du compact, et éventuellement à évaluer sa dureté. Ce procédé permet d'apprécier globalement le comportement d'une matière première sous l'effet d'une contrainte, mais il ne donne pas la possibilité de classer les produits les uns par rapport aux autres, cette appréciation étant simplement qualitative.

En ce qui concerne les vracs de fards à paupières, la détermination de leur aptitude au compactage est évaluée de la façon suivante : la poudre est compactée à différentes pressions dans la coupelle prévue pour la fabrication industrielle. Pour chaque pression de compactage, le délitage est évalué. Lorsqu'il semble satisfaisant, un test de chute est réalisé. Étant donné que toutes les formules de fards à paupières ne sont pas compactées dans des coupelles identiques, il est difficile de comparer les poudres entre elles.

Les propriétés d'écoulement, quant à elles, ne sont pas véritablement abordées au laboratoire. Seule une détermination des densités apparentes tassées et non tassées est réalisée à l'aide du volumétre d'Engelsmann. Aucune autre information telle que les cinétiques de tassement, les taux de tassement ou encore le ratio de Hausner, n'est exploitée à partir de test. Les mesures de densités sont

réalisées dans le but de dresser une "photo" du vrac de fard à paupières, permettant de compléter sa fiche d'identité et d'établir un point de repère entre l'usine de fabrication et le laboratoire.

En amont de ceci, aucun test n'est réalisé afin d'apprécier l'aptitude à l'écoulement des matières premières.

Le but de notre étude sera, dans un premier temps, de tirer le maximum d'informations à partir des données obtenues à l'aide du volumétre d'Engelsmann, afin d'apprécier l'écoulement d'une poudre. Dans un second temps, et afin de prévoir le comportement d'un matériau pulvérulent lors du compactage, nous essaierons d'exploiter le test de compression simple, décrit dans l'étude des tests rhéologiques en l'adaptant aux conditions du laboratoire.

Ces deux types de déterminations seront, tout d'abord, effectuées sur des matières premières utilisées couramment dans les formules de fards à paupières, mais aussi sur des produits nouveaux proposés par les fournisseurs.

Notre objectif est de pouvoir comparer ces matières premières les unes par rapport aux autres sans pour autant passer par le stade de la formulation.

Puis, ces mêmes déterminations seront réalisées sur des produits finis dans lesquels les matières premières précédemment étudiées auront été introduites, afin de voir si l'on peut retrouver dans le comportement d'un vrac de fard à paupières l'influence d'une matière première.

2.1 Etude des matières premières seules

2.1.1 Les matières premières étudiées

Les poudres étudiées entrent toutes dans la composition de la charge des fards à paupières. Ce sont donc

des poudres blanches. Certaines sont couramment employées dans les formules, d'autres plus récentes sont en expérimentation.

Dans cette présentation, nous classerons ces matières premières en deux grands groupes :

- * matières premières non enrobées
- * matières premières enrobées

Les propriétés décrites ci-dessous sont celles indiquées par les fournisseurs.

* matières premières non enrobées
(voir tableau 8)

PRESENTATION DES MATIERES PREMIERES NON ENROBEES

Matière Première	Nature	Forme des particules	Stade de la formulation	Propriétés indiquées par les fournisseurs
A - Aerosil 972	Silice	Agglomération lâche de particules très petites	Non exploité	Améliore la fluidité et l'aptitude à la diffusion
B	Silice	Plaquettes	Non exploité	Donne un aspect satiné, et une bonne adhésion à la peau
C	Silice	Microbilles, non poreuses	Non exploité	
D et W	Silice Silice	Sphères poreuses Microbilles	Non exploité Non exploité	D et W sont deux mêmes produits qui ne diffèrent que par la porosité et la granulation
E	Minérale	Cristaux floconneux hexagonaux	Non exploité	Lubrifiant
F	Minérale	Microcapsules	Non exploité	Lubrifiant
G P	Organique Organique	Fibrillaire Fibrillaire	Non exploité Non exploité	Lubrifiant Lubrifiant
M talc W talc	Lusenac 00 Lusenac 15M00	Lamellaire Lamellaire	Exploité Exploité	Base des formules de poudres compactes. Apportent douceur, glissant. Assez bon coespactage.
J	Séricite	Plaquettaire	Exploité	
S	Mica	Lamellaire	Exploité	Apporte douceur et glissant
K	Stéarate de zinc		Exploité	Apporte de la cohésion
8	Polyamide	Sphère poreuse	Exploité	Apport de douceur et de couverture au saquillage.

TABLEAU 8

* poudres enrobées (voir tableau 9)

Le support d'enrobage est soit le talc Luzenac 00 ou 15M00, soit du Mica.

Matière Première	Support d'enrobage	Produit d'enrobage et taux	Stade de formulation
T	Talc Luzenac 00	E1 1,5%	Matières premières non encore exploitées en formulation.
L	Talc Luzenac 15MO	E2 2%	
M	Talc Luzenac 15MO	E3 3%	
V	Talc Luzenac 15MO	E4 2%	
X	Mica	E5	Matière première exploitée en formulation.

Tableau 9

2.1.2 Etude des cinétiques de tassement à partir du volumétre de tassement d'Engelsmann

* Matériel

- Volumétre d'Engelsmann conforme à la procédure décrite dans l'étude des tests rhéologiques.
- Eprouvette en verre de 250 ml.
- Tamis d'ouverture de maille de 160 μ m.
- Balance précise 0,1 g.

* Mode opératoire

Chaque poudre est forcée à l'aide d'un pinceau à travers un tamis, puis introduite dans l'éprouvette à l'aide d'un entonnoir.

Les 40 g de poudre, habituellement utilisés pour réaliser ce test, ne peuvent être conservés dans ce cas. En effet, certaines matières premières ayant une densité très faible, le volume occupé par 40 g de poudre risque d'être supérieur à celui de l'éprouvette. Aussi, avons-nous choisi de fixer le volume de poudre à étudier à 100 ml et de peser la masse correspondante.

Après avoir introduit la poudre dans l'éprouvette, la surface est égalisée à l'aide d'une spatule. Le volume occupé par la poudre au bout de 10, 20, 30, 40, 50, 100, 500, 1000, 1500 tassements et plus, si nécessaire, est enregistré.

Ce test est reproduit trois fois pour chaque matière première afin de calculer des résultats moyens. La température ambiante ainsi que l'humidité résiduelle sont relevées pour chaque série de tassements.

* Résultats

* La connaissance de la masse moyenne (M) ainsi que des volumes initiaux (Vo) et finaux (VT) nous a permis de calculer les données réunies dans le tableau 10

- Densité non tassée

$$DNT = \frac{\overline{M}}{V_0} \text{ (mg/ml)}$$

MP	D V (MG/ML)	MASSE (G)	DNT (MG/ML)	DT (MG/ML)	TT %	RH	MC	PENTE 10-4
A	2.14	5.76	0.06 (0)	0.07 (0)	16.4	1.23	1500	16.00
B	2.29	19.68	0.20 (0)	0.40 (0.02)	51.4	2.06	1500	16.00
C		15.03	0.15 (0)	0.24 (0.02)	37.7	1.60	1000	38.00
D	2.02	39.97	0.40 (0.02)	0.58 (0.03)	31.7	1.46	3000	12.00
E		11.64	0.12 (0.01)	0.18 (0.02)	37.0	1.55	2000	17.00
F	1.36	46.04	0.46 (0.01)	0.71 (0.02)	35.0	1.54	>7000	6.00
G	2.25	40.32	0.40 (0.02)	0.50 (0.07)	19.4	1.24	1000	11.00
H	2.82	35.69	0.36 (0.01)	0.74 (0.05)	52.0	2.08	1000	26.00
J	2.88	28.79	0.29 (0)	0.54 (0.01)	46.4	1.87	1500	23.00
K	1.11	10.99	0.11 (0.01)	0.16 (0.02)	30.4	1.44	1000	30.00
L		34.89	0.35 (0.01)	0.59 (0.09)	41.0	1.70	1000	17.00
M		39.68	0.40 (0.01)	0.72 (0.03)	44.7	1.81	1500	23.00
N	2.21	59.31	0.60 (0.01)	0.88 (0.03)	33.0	1.49	2000	17.00
P		44.11	0.44 (0.01)	0.51 (0.01)	14.0	1.16	500	13.00
R		28.76	0.30 (0.01)	0.46 (0.01)	32.4	1.59	500	17.00
S		15.06	0.15 (0)	0.28 (0.01)	45.4	1.87	2000	32.00
T	2.64	72.68	0.72 (0)	0.97 (0)	25.0	1.35	500	36.00
V		50.28	0.50 (0.01)	0.87 (0.02)	42.0	1.68	500	34.00
W	2.53	54.17	0.54 (0.03)	0.97 (0.05)	44.4	1.80	1000	37.00
X		18.96	0.19 (0.01)	0.37 (0.03)	49.4	1.95	1500	26.00

DV : Densité vraie

DNT : Densité non tassée

DT : Densité tassée

TT : Taux de tassement

Nc : Nombre de coups pou obtenir un volume constant

Pente : Pente de la courbe lors des 50 premiers tassements

TABLEAU 10

DONNEES OBTENUES A PARTIR DU VOLUMENOMETRE D'ENGELSMANN

SUR LES MATIERES PREMIERES

- Densité tassée

$$DT = \frac{\overline{M}}{V_t} \text{ (mg/ml)}$$

L'erreur ($\hat{\Delta}D$), commise lors de la détermination des densités figure entre parenthèses dans le tableau, II3 - Annexe 1. Elle est calculée de la façon suivante :

$$\Delta D = \left(\frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta M}{M} \right) D$$

- le taux de tassement

$$TT = \frac{\overline{V_0} - \overline{V_t}}{\overline{V_0}} \times 100 \text{ (\%)}$$

- le ratio de Hausner

$$RH = \frac{DT}{DNT}$$

- Le nombre de coups nécessaires pour obtenir un volume constant ou un volume qui ne varie pas de plus d'1 ml tous les 500 tassements = NC.

La moyenne du volume occupé par la poudre à chaque tassement (voir tableau 11) nous a permis de tracer la courbe :

$$F = \ln \frac{\overline{V_0}}{\overline{V}}$$

en fonction du nombre de coups pour chaque matière première.

Nous avons également calculé la pente de chaque courbe lors des 50 premiers tassements :

$$P = \frac{F50 - F0}{50} \text{ --- } F0 = \text{Ln} \frac{\overline{V_0}}{V_0} = 0 \text{ --- } P = \frac{F50}{50}$$

Afin de se rendre compte de la significativité de cette pente, un calcul d'erreur a été effectué.

EVOLUTION DU VOLUME DES MATIERES PREMIERES EN FONCTION DU NOMBRE DE TASSEMENTS

MATIERE PREMIERE	V10 (ml)	V20 (ml)	V30 ml	V40 (ml)	V50 (ml)	V100 (ml)	V500 (ml)	V1000 (ml)	V1500 (ml)
A	97.6 (1.5)	96.0 (2.0)	94.0 (2.0)	93.3 (1.0)	92.3 (1.5)	89.0 (1.5)	85.3 (3.1)	83.3 (3.1)	82.6 (3.2)
B	98.3 (0.6)	97.0 (0.0)	94.6 (0.6)	93.0 (1.0)	91.3 (1.5)	86.3 (1.5)	61.0 (2.0)	52.3 (1.2)	50.3 (1.0)
C	96.0 (3.5)	91.3 (3.0)	88.3 (2.5)	85.3 (3.0)	82.7 (3.1)	75.0 (3.0)	64.0 (2.0)	62.7 (2.0)	62.3 (2.0)
D	97.3 (1.2)	96.3 (1.5)	95.0 (1.0)	94.6 (1.5)	94.0 (1.0)	92.3 (3.2)	85.0 (1.0)	78.0 (2.0)	72.6 (1.7)
E	97.7 (1.5)	96.0 (2.0)	94.3 (1.5)	93.3 (1.5)	92.0 (2.0)	87.6 (1.7)	73.0 (1.7)	66.7 (2.0)	64.3 (2.0)
F	98.3 (1.1)	98.0 (1.7)	97.3 (2.1)	97.0 (1.7)	97.0 (1.7)	95.0 (1.5)	92.0 (1.7)	87.7 (1.5)	84.3 (1.5)
G	98.7 (1.1)	97.3 (1.5)	96.3 (2.5)	95.3 (2.5)	94.7 (3.0)	92.3 (3.2)	86.3 (4.9)	82.0 (8.5)	81.3 (8.0)
H	95.3 (2.5)	93.0 (3.0)	91.3 (3.0)	89.6 (2.5)	88.0 (2.6)	83.6 (1.7)	61.7 (1.5)	49.3 (1.1)	48.3 (1.1)
J	97.7 (0.6)	94.6 (1.1)	92.3 (1.1)	90.6 (1.5)	89.0 (1.0)	85.3 (1.2)	63.3 (1.2)	56.0 (0.0)	54.3 (0.0)
K	97.3 (1.1)	93.0 (1.0)	90.3 (1.1)	88.0 (2.6)	86.3 (2.3)	82.6 (3.2)	71.3 (6.8)	71.0 (6.1)	70.0 (6.0)
L	99.0 (1.0)	97.6 (1.5)	96.0 (2.0)	93.6 (1.5)	92.0 (1.0)	87.0 (2.0)	65.6 (3.2)	59.7 (9.3)	59.0 (9.1)
M	97.3 (1.5)	94.0 (2.0)	92.0 (1.5)	90.6 (2.3)	89.3 (2.1)	85.0 (1.5)	68.3 (0.6)	57.0 (0.0)	55.3 (0.0)
N	96.0 (2.0)	94.3 (2.1)	93.3 (2.1)	92.3 (1.5)	91.7 (1.5)	88.3 (1.0)	79.0 (1.0)	71.0 (1.0)	67.6 (1.0)
P	98.7 (0.6)	96.6 (0.5)	95.6 (0.6)	95.3 (0.6)	93.7 (0.6)	91.6 (1.2)	86.7 (1.5)	86.0 (1.0)	86.0 (1.0)
R	98.7 (0.6)	97.0 (0.5)	96.0 (0.8)	93.3 (1.2)	91.7 (1.5)	87.3 (1.2)	69.0 (1.0)	67.7 (0.6)	67.6 (0.6)
S	94.7 (1.5)	92.0 (1.5)	89.0 (1.7)	87.3 (2.0)	85.3 (2.1)	79.6 (1.7)	63.3 (1.5)	59.0 (1.0)	56.3 (1.0)
T	95.7 (0.6)	91.6 (0.8)	88.3 (1.0)	85.6 (0.6)	83.7 (0.6)	78.3 (0.3)	75.0 (0.0)	75.0 (0.0)	75.0 (0.0)
V	96.3 (0.6)	92.3 (0.8)	89.3 (0.6)	86.6 (0.6)	84.3 (0.6)	76.6 (0.3)	60.0 (0.0)	58.0 (0.0)	58.0 (0.0)
W	95.3 (0.6)	91.3 (0.8)	88.3 (0.6)	85.6 (0.6)	83.3 (0.6)	76.6 (0.6)	56.7 (0.6)	55.7 (0.6)	55.6 (0.6)
X	97.3 (1.5)	95.0 (1.2)	92.3 (1.2)	90.3 (1.5)	88.0 (1.7)	82.3 (1.7)	59.0 (2.6)	53.3 (2.1)	50.6 (2.1)

TABLEAU 11
Entre parenthèses figurent les écart-types

EVOLUTION DU VOLUME DES MATIERES PREMIERES EN FONCTION DU NOMBRE DE TASSEMENTS

MATIERE PREMIERE V2000 (ml) V3000 (ml) V4000 (ml)

	V2000 (ml)	V3000 (ml)	V4000 (ml)
A	82.0 (3.0)		
B	49.6 (1.0)	48.6 (1.0)	
C	62.3 (2.0)		
D	70.6 (1.7)	68.6 (1.7)	
E	64.0 (2.0)	63.0 (2.0)	
F	81.3 (1.5)	77.3 (1.5)	73.0 (1.5)
G	80.6 (7.5)		
H	48.0 (1.0)		
J	54.0 (0.0)	53.6 (0.0)	
K	69.6 (6.0)		
L	59.0 (9.1)		
M	55.3 (0.0)		
N	67.0 (1.0)		
P			
R	67.6 (0.6)		
S	55.0 (1.0)	54.6 (1.0)	
T			
V			
W			
X			

TABLEAU 11

Calcul de l'erreur sur :

$$F = \text{Ln} \frac{V_0}{V}$$

$$d \text{Ln} F = \frac{d \text{Ln} \frac{V_0}{V}}{\text{Ln} \frac{V_0}{V}} = \frac{d \text{Ln} V_0 - d \text{Ln} V}{\text{Ln} \frac{V_0}{V}}$$

$\text{Ln} V_0 = \text{constante}$ donc $d \text{Ln} V_0 = 0$

$$\frac{dF}{F} = \frac{-d \text{Ln} V}{\text{Ln} \frac{V_0}{V}} = - \frac{dV}{V} \frac{1}{\text{Ln} \frac{V_0}{V}}$$

$$\frac{dF}{F} = - \frac{dV}{V} \cdot \frac{1}{F}$$

$$dF = - \frac{dV}{V}$$

$$\Delta F = \frac{\Delta V}{V}$$

. Calcul de l'erreur sur :

$$P = \frac{F50}{50}$$

(voir tableau 12)

RESULTATS DE CALCULS D'ERREURS

MATIERE PREMIERE	ΔV_{50}	ΔF_{50} (10-3)	ΔP (10-4)	PENTE 10-4
A	1.53	16.10	5	16
B	1.53	16.10	5	18
C	3.05	36.80	7	38
D	1.00	10.60	2	12
E	2.00	21.60	4	17
F	1.73	17.50	4	6
G	3.05	32.20	6	11
H	2.65	29.90	6	26
J	1.00	11.50	2	23
K	2.31	26.50	5	30
L	1.00	11.50	2	17
M	2.08	23.20	5	23
N	1.53	16.60	3	17
P	0.58	6.00	1	13
R	1.53	16.60	3	17
S	2.08	24.15	5	32
T	0.58	6.90	1	36
V	0.58	6.90	1	34
W	0.58	6.90	1	37
X	1.73	19.50	4	26

ΔV_{50} = Erreur sur la lecture du volume de poudre au bout de 50 tassements.

ΔF_{50} = Erreur sur le calcul de F pour 50 tassements

$$F = L_0 \frac{V_0}{V}$$

ΔP = Erreur sur le calcul de la pente lors des 50 premiers tassements.

TABEAU 12

$$\ln P = \ln \frac{F50}{50} = \ln F50 - \ln 50$$

$$d \ln P = \frac{dP}{P} = \frac{d F50}{F50}$$

$$d P = \frac{F50}{50} \cdot \frac{d F50}{F50} = \frac{d F50}{50}$$

$$\Delta P = \frac{\Delta F50}{50}$$

ΔV , ΔF , ΔP et P figurent dans le tableau 12.

La température ambiante et l'humidité résiduelle moyennes relevées lors des tests sont répertoriées dans le tableau 13.

* Discussion

-> Précision des mesures de volume.

L'incertitude moyenne sur la lecture des volumes de poudre est d'environ +/- 2 ml. Cette incertitude varie peu entre la lecture du volume initial et du volume final. Globalement, il est possible d'envisager quelques explications :

- la poudre est tamisée sur un fond de tamis, avant d'être reprise par une spatule pour être versée dans l'éprouvette. La chute, par à coups, du produit dans l'éprouvette peut être à l'origine de poches d'air au sein du lit de poudre. Le tamisage direct de la poudre au-dessus de l'éprouvette assurerait une meilleure homogénéité du produit. Il faudrait donc chercher à améliorer le protocole.

- les variations de conditions ambiantes ne semblent pas très importantes avec des fluctuations maximales de +/- 4,5 % pour l'humidité relative et de +/- 3,1°C pour la

température ; mais peut être suffisent-elles pour influencer les lectures de volumes. Ce point serait à vérifier.

L'incertitude sur la lecture des volumes de certaines poudres augmente au cours des tassements : c'est le cas pour les matières premières G, K et L (l'incertitude sur le volume initial est de +/- 1,1 ml pour G et K et de 1 ml pour L ; pour le volume final, elle est de +/- 7,5 ml pour G, +/- 6m pour K et +/- 9,1 ml pour L). Les résultats obtenus pour ces poudres devront être interprétés avec précaution. Nous pouvons émettre des hypothèses pour expliquer ces variations :

- ces matières premières, déjà utilisées en formulation, au laboratoire, sont connues pour la cohésion qu'elles confèrent à un fard à paupières. Dans notre cas, la cohésion interne du produit n'est peut-être pas homogène, avec des agglomérats de particules plus ou moins lâches.

- ces poudres sont peut-être sensibles au matériau de l'éprouvette, à la surface de laquelle elles adhèrent en perturbant ainsi le tassement.

MATIERE PREMIERE	TEMPERATURE °C	HUMIDITE RELATIVE %
A	22.2 (1.3)	30.4 (3.5)
B	19.8 (1.6)	31.8 (3.5)
C	20.0 (0.7)	31.5 (3.4)
D	19.7 (1.3)	31.8 (3.7)
E	19.2 (1.5)	32.5 (4.5)
F	19.9 (2.0)	29.7 (2.1)
G	21.1 (1.1)	28.0 (4.0)
H	20.0 (1.5)	28.6 (3.4)
J	21.5 (2.7)	25.1 (4.2)
K	21.2 (3.1)	25.1 (4.2)
L	21.6 (2.9)	25.1 (3.8)
M	22.2 (2.1)	25.6 (4.5)
N	22.0 (0.5)	27.1 (0.6)
P	21.5 (0.4)	27.6 (0.8)
R	18.0 (0.4)	43.4 (3.3)
S	18.6 (0.4)	45.2 (1.6)
T	18.7 (0.4)	47.7 (2.5)
V	18.9 (0.3)	50.1 (4.2)
W	19.9 (0.3)	42.9 (1.4)
X	19.5 (0.2)	47.6 (1.4)

Entre parenthèses figurent les écart-types

CONDITIONS AMBIANTES LORS DE L'ETUDE DES CINETIQUES DE TASSEMENT DES MATIERES PREMIERES

TABEAU 13

-> interprétation des cinétiques de tassement

Comme nous l'avons vu dans l'étude des tests rhéologiques une poudre sera dotée d'une bonne aptitude à l'écoulement si au cours d'une cinétique de tassement :

- son tassement est rapide :

* le nombre de coups nécessaires pour obtenir un volume constant (N_c) est peu important.

* la pente (P) de la courbe lors des 50 premiers tassements est importante.

- son taux de tassement (TT) est faible.

D'après les résultats de notre étude, certaines poudres se tassent rapidement (matières premières : P, R, T, V), d'autres ont un TT très faible (matières premières : A, G, P), d'autres ont une pente importante (matières premières : C, K, S, T, V, W), mais aucune ne répond simultanément à ces trois conditions.

Néanmoins, nous avons essayé de classer ces poudres par "familles" de comportements, tout en sachant que dans notre cas, il n'est pas possible d'établir de véritables barrières entre ces groupes. Nous parlerons donc plutôt de tendances.

Le premier classement que nous avons ébauché est un classement par valeurs de pente P .

* classement par pentes

- Pente faible $P \leq 17 \times 10^{-4}$: poudres A, D, E, F, G, N, P.
Deux tendances sont observées dans ce groupe avec :

des poudres dont le tassement est très lent ($N_c \geq 2000$) avec un TT important (TT de 30 à 40 %) : poudres D, E, F, N.

des poudres dont le tassement est rapide ($N_c = 500$ à 1000) avec un TT faible ($TT < 20$ %) : poudres A, G, P (voir graph II.1 Annexe 1).

- Pente moyenne $17 \times 10^{-4} < P < 30 \times 10^{-4}$ (voir graph II.2 - Annexe 1). Les poudres composant ce groupe (B,H,J,L,M,X,R) semblent avoir des comportements analogues avec un TT important (TT > 40 %) et Nc de l'ordre de 1000 à 1500. Seule la matière première R diffère sensiblement de ce groupe avec un TT et un Nc plus faibles.

- Pente importante $P \geq 30 \times 10^{-4}$ (voir graph II.3 - Annexe 1). La plupart des poudres de ce groupe (C,K,V,W) se tassent entre 500 et 1000 tassements avec un TT important (TT > 30 %). La poudre T a un TT plus faible et la poudre S, quant à elle, se tasse très lentement (Nc environ 2000).

Comme nous pouvons le constater dans le tableau 12 la précision dans la détermination des pentes n'est pas très importante, aussi diminue-t-elle la fiabilité de ce classement. Nous avons envisagé un second classement.

* classement par TT et Nc

- Groupe 1 (voir graph II.4 - Annexe 1). Les poudres de ce groupe (C,K,L,T,R) se tassent rapidement (Nc = 500 à 1000) avec un TT moyen de l'ordre de 25 à 40 %.

- Groupe 2 (voir graph II.5 - Annexe 1). Le tassement de ces poudres (A,G,P) est rapide (Nc = 500 à 1000) avec un TT faible (TT < 20 %).

- Groupe 3 (voir graph II.6 - Annexe 1). Le tassement de ces poudres (D,F,N,S) est très lent (Nc \geq 2000), le TT varie de 30 à 45 %.

- Groupe 4 (voir graph II.7 - Annexe 1). La rapidité de tassement de ces poudres est intermédiaire.

(Nc \approx 1500) et le TT est important (TT > 40 %). Poudres G,H,J,M,X et W.

Nous pouvons remarquer que ce deuxième classement n'invalide pas complètement le premier et que nous pouvons même retrouver quelques recoupements : des poudres appartenant à une même famille de pente se retrouvent maintenant dans un même groupe.

Faisant nôtre, ce deuxième classement, nous allons essayer d'en tirer certaines conclusions :

- le tassement des poudres du groupe 3 étant très long, nous pouvons prévoir pour celles-ci, un compactage difficile en raison de la difficulté rencontrée par le lit de particules pour trouver un arrangement stable. Ces poudres devraient plutôt apporter du glissant dans une formule finie de fards à paupières, bien que leur comportement n'aille pas dans le sens de la définition d'un bon écoulement.

La poudre F (micro-capsules minérales) est présentée par les fournisseurs comme étant un bon agent lubrifiant. Cette propriété n'a pas encore été appréciée au laboratoire en formulation.

En ce qui concerne les deux silices D et N et le mica S, leur utilisation dans des formules de fards à paupières a entraîné des problèmes de compactage, mais a amélioré le délitage des compacts. Un réarrangement lent des particules au cours des cinétiques de tassement pourrait peut-être être corrélé à une amélioration du délitage des compacts de fards à paupières. Cette hypothèse mériterait d'être confirmée.

- Pour le groupe 2, c'est-à-dire l'aérosil A et les poudres organiques fibrillaires G et P, nous pouvons prévoir un bon écoulement ainsi peut-être qu'un compactage assez facile. En effet, ces poudres se tassent rapidement avec un TT faible. Il y aura donc peu d'échappement d'air du produit lors du compactage.

Ces trois types de poudre étaient présentés par les

fournisseurs comme étant de bons lubrifiants.

- Le groupe 1 avec les micro-billes de silice C, le stéarate de zinc K, les sphères de polyamide R et les poudres enrobées L et R, semble avoir un comportement intermédiaire.

Le tassement rapide favorisera vraisemblablement un bon écoulement. Dans les formules des fards à paupières les poudres K et T n'ont pas entraîné de problèmes particuliers de compactage ou d'écoulement.

D'autre part, on ne constate pas d'homogénéité dans les propriétés indiquées par les fournisseurs ; certaines poudres apportant de la cohésion, d'autres de la douceur et de la couvrance au maquillage.

- Le groupe 4, quant à lui, devrait à la fois poser des problèmes d'écoulement et de compactage en raison de son taux de tassement très important. Toutes les poudres qui composent ce groupe sont composées de particules lamellaires : les talcs H et W, la silice B, la séricite J et les poudres enrobées M et X. Il faut noter que le comportement du talc W est à la limite des groupes 1 et 4.

Comme nous venons de le montrer, ce test nous a permis de classer les matières premières par tendances de comportement sous l'effet des tassements. Ce classement rest encore au stade de l'hypothèse. Pour confirmer les propriétés d'écoulement ou de compactage de ces poudres, il serait intéressant soit de les faire écouler dans une trémie, soit de les compacter isolément afin d'apprécier leur comportement en situation réelle.

Il est intéressant de noter ici que dans tous les cas, les temps de tassement sont exceptionnellement longs.

Pour essayer de préciser nos jugements sur ces produits, nous allons les soumettre à un autre test ;

permettant d'étudier leur comportement sous l'effet d'une contrainte . Pour cela, nous avons choisi d'appliquer un test s'apparentant au test de compression simple que nous avons décrit dans l'étude des tests rhéologiques. Il nous permettra d'apprécier la cohésion de ces poudres.

2.1.3 Etude de la cohésion

Pour l'étude de la cohésion, nous avons sélectionné certaines matières premières étudiées en cinétique de tassement. Parmi les poudres retenues, une partie est couramment employée pour la formulation des fards à paupières. Il s'agit des deux talcs H et W, de la séricite J et du stéarate de zinc K. Ces matières premières serviront de référence dans cette étude. L'autre partie des poudres est étudiée depuis peu de temps au laboratoire et n'est donc pas utilisée en formulation. Il s'agit de l'aérosil A, des silices B, D et N, des poudres minérales F, organiques G et enrobées T.

Comme lors de l'étude des cinétiques de tassement, nous essaierons de comparer ces poudres entre elles, tout en essayant de situer les matières premières nouvelles par rapport à celles qui sont déjà connues.

Les cinétiques de tassement de ces poudres figurent sur le graphique II.8 - Annexe 1 où elles sont regroupées par familles de comportements, telles que nous les avons définies dans le chapitre précédent.

2.1.3.1 Partie expérimentale

Rappelons, pour commencer, que tel qu'il est abordé par les auteurs, ce test est réalisé en deux phases (1) :

- compactage des matières premières et mesure de la hauteur des compacts pour chaque pression de compactage.
- mesure de la résistance à la rupture.

Nous allons essayer d'adapter ce test aux poudres

cosmétiques, au matériel disponible dans le laboratoire ainsi qu'au type de présentation habituelle des produits afin que les résultats obtenus soient représentatifs.

2.1.3.1.1 Compactage des matières premières

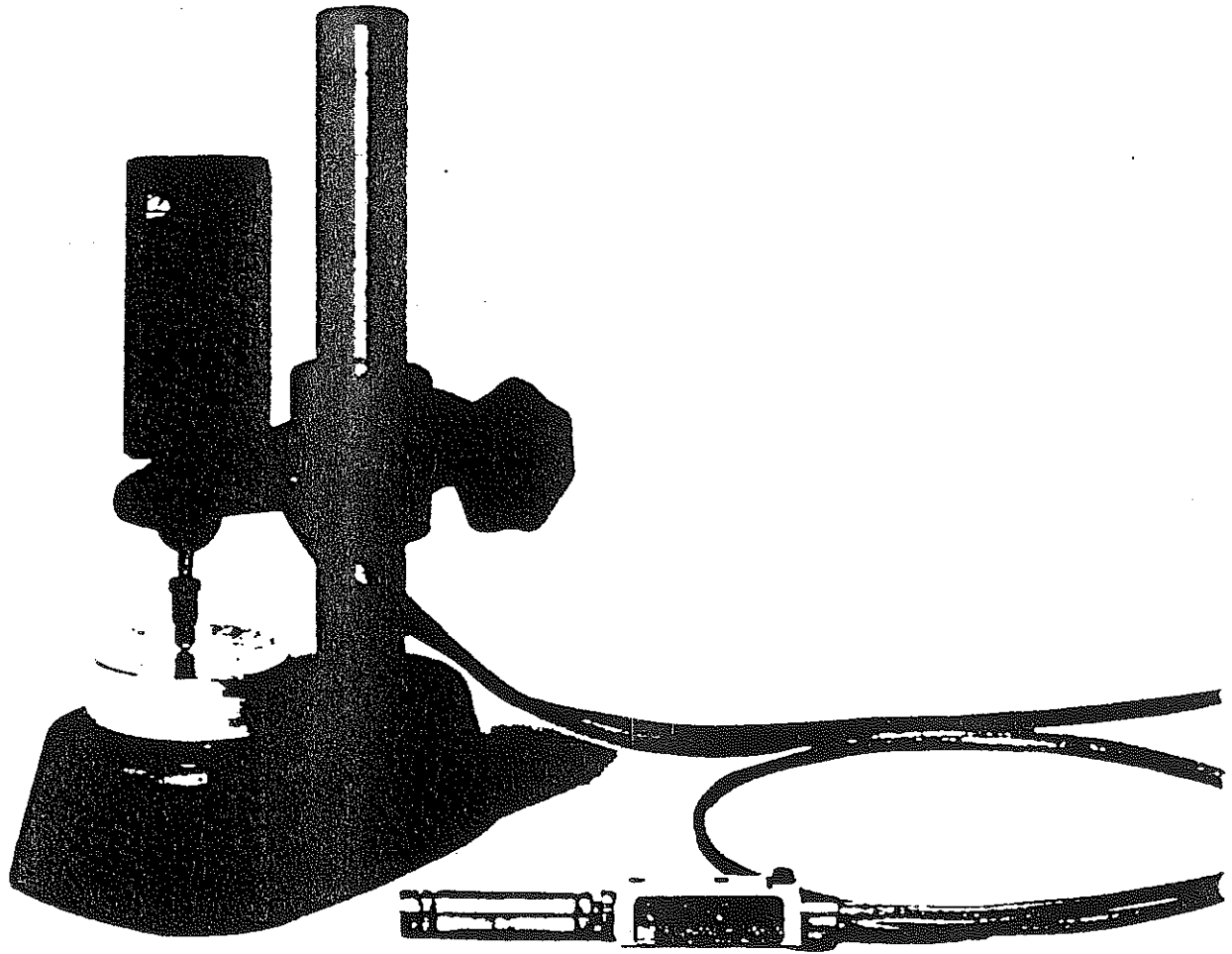
* Matériel

Ce test, tel qu'il est réalisé par CHULIA et GONTHIER (1), préconise le compactage des matériaux pulvé-
rulents sous forme de cylindres nus dont la hauteur est 2,5 fois plus importante que le diamètre, avec une vitesse de montée en pression lente et une pression de compactage précise.

Les conditions dans lesquelles nous allons réaliser ce test diffèrent de ce que nous venons de décrire sur plusieurs points.

- La compacteuse utilisée pour le compactage de ces matières premières est une presse manuelle (type Kenwall) habituellement employée pour le compactage des fards à paupières au laboratoire. La montée en pression est réalisée en actionnant un levier. Sur ce type de compacteuse, il n'est pas possible de contrôler la vitesse de montée en pression, ni son temps d'application. La précision sur la valeur de la pression est de +/- 5 bars dans le cas de pressions supérieures à 100 bars et de +/- 2 bars pour des pressions inférieures.

- La poudre sera compactée dans des coupelles carrées H131 (de 2,5 cm de côté et 4 mm de hauteur environ). Nous avons choisi une forme carrée, afin que la répartition du produit dans la coupelle soit la plus homogène possible. L'idéal aurait été de disposer de coupelles rondes.



COMPARATEUR TYPE HEIDENHAIM MT 12

* Méthode

Nous avons choisi de compacter une masse constante de poudre pour chaque matière première sur une gamme de contraintes représentatives de celles utilisées pour le compactage des fards à paupières. Cette gamme de pression varie de 25 à 250 bars par pas de 25 bars.

La masse de poudre à compacter est déterminée pour chaque produit de manière à ce que le compact obtenu à 25 bars de pression remplisse entièrement la coupelle.

Pour chaque pression de compactage, trois compacts sont réalisés afin de pouvoir réaliser une moyenne des mesures effectuées dans les deux phases suivantes du test.

2.1.3.1.2 Mesure de la hauteur des compacts

* Matériel

L'appareil utilisé pour mesurer la hauteur des compacts est un comparateur (type Heidenhain MT 12, voir photo). Il se compose d'une plaque de marbre plane sur laquelle est posé le compact à mesurer et d'un mobile. Après avoir taré l'appareil en éliminant l'épaisseur de la coupelle, le mobile descend jusqu'à ce qu'il entre en contact avec le compact. Cet appareil permet d'évaluer la hauteur du compact avec une précision de 10^{-4} mm.

* Méthode

Ne pouvant pas adapter un comparateur directement sur la presse utilisée pour le compactage des poudres, nous avons mesuré la hauteur des compacts après les avoir retirés de la compacteuse, c'est-à-dire après relâchement de la pression.

Il faut donc bien préciser ici, que nous nous éloignons du test de compression simple d'origine pour lequel les auteurs (1) préconisent une détermination de la hauteur

des compacts sous la contrainte de compactage.

Les conditions de compactage ne nous permettant pas d'obtenir une surface de compact rigoureusement plane, nous avons choisi d'effectuer la mesure de la hauteur en leur centre. Pour chaque pression de compactage, la hauteur moyenne de trois compacts a été déterminée pour chaque poudre étudiée. Les valeurs obtenues, ainsi que les écarts moyens figurent dans le tableau 14 - Annexe 2.

2.1.3.1.3 Etude de la résistance à la pénétration

Dans notre cas, nous ne pouvons pas envisager d'étudier la résistance des compacts de poudre à la rupture comme cela est défini pour le test de compression simple, pour deux raisons :

- la forme des compacts ne correspond pas à celle définie à l'origine pour ce test. Ici, les compacts sont assez plats et n'ont pas la forme de cylindres.

- le compactage des poudres est réalisé dans des coupelles qui empêchent de briser les compacts sous une forme tangentielle.

Afin d'apprécier la cohésion des compacts obtenus, nous avons choisi d'étudier leur résistance à la pénétration d'un mobile.

* Matériel

L'appareil utilisé est un analyseur de texture (type TA-XT2 Rhéo). Il se compose d'un mobile métallique et cylindrique de 4 mm de diamètre, animé d'une vitesse constante de 2 mm/sec et d'un plateau sur lequel est posé le compact à analyser.

* Méthode

L'étude de la résistance à la pénétration consiste à enregistrer la force nécessaire pour que le mobile pénètre de deux mm dans le compact, dès que celui-ci entre en contact avec le produit. La hauteur du compact doit être suffisamment importante pour que le mobile n'atteigne pas le fond de la coupelle, surtout pour des compacts obtenus à des pressions élevées (250 bars par exemple).

Pour chaque poudre, la hauteur moyenne des compacts figure dans le tableau 15. Entre parenthèses figurent les écarts-types.

RESISTANCE DES COMPACTS DE MATIERES PREMIERES A LA PENETRATION (EN G)

MP	25 BARS	50 BARS	75 BARS	100 BARS	125 BARS	150 BARS	175 BARS	200 BARS	250 BARS
A	4939 (489)	14850 (342)	20357 (201)	22035 (480)					
B	1729 (209)	2998 (785)	3201 (417)	3361 (1142)	4737 (1228)	4148 (867)	4519 (781)	3940 (566)	4455 (494)
D	30 (2)	25 (7)	41 (8)	26 (6)	56 (3)	60 (7)	72 (20)	78 (11)	57 (17)
F	35 (2)	36 (1)	50 (2)	39 (2)	51 (6)	43 (7)	47 (6)	50 (16)	43 (6)
G	15618 (774)	25000 (0)							
H	1087 (17)	1805 (280)	2828 (232)	3670 (157)	3740 (818)	4334 (713)	5244 (176)	5276 (730)	7117 (206)
J	1696 (655)	1711 (870)	3475 (838)	5514 (277)	6751 (340)	7714 (151)	7923 (741)	8069 (1556)	10182 (1006)
K	3980 (103)	6661 (551)	7831 (285)	10170 (669)	12447 (863)	14019 (686)	13799 (1347)	15698 (1496)	16090 (2405)
N	41 (1)	52 (7)	77 (21)	50 (2)	77 (18)	78 (7)	92 (5)	81 (9)	99 (7)
T	1586 (81)	3733 (79)	5452 (44)	7426 (72)	9846 (54)	11478 (298)	12785 (636)	14349 (1534)	16310 (1574)
W	779 (11)	1291 (311)	2142 (380)	3372 (365)	4649 (49)	4873 (414)	5552 (778)	6265 (655)	6757 (201)

TABLEAU 15 (ENTRE PARENTHESES FIGURENT LES ECART-TYPES)

2.1.3.2 Résultats

2.1.3.2.1 Etude de la compressibilité des matières premières

La compressibilité d'un corps étant sa capacité à diminuer de volume sous l'effet d'une contrainte, nous allons étudier la diminution de hauteur de la poudre sous l'effet de la pression.

* Tassement relatif

$$TR = \frac{H_0 - H}{H} = \frac{\Delta H}{H} \times 100 (\%)$$

H_0 = Hauteur de poudre non compactée (en cm) dans la matrice de compactage.

$$H_0 = \frac{M}{S \times D}$$

M = masse de poudre par coupelle (g) déterminée pour chaque matière première

S = surface de la coupelle (cm²)

D = densité non tassée de la poudre (g/ml)

H = hauteur du compact mesurée à l'aide du comparateur.

L'évolution de la hauteur du compact en fonction de la pression de compactage (P) peut être suivie grâce à la courbe $P = f(TR)$ (voir graph II.9 - Annexe 1).

* Etude de la porosité

La compressibilité d'une matière première peut

également être évaluée par la porosité (n) du compact obtenu.

D'après Heckel (1), la porosité évolue en fonction de la pression de la façon suivante :

$$- \log n = PB + A$$

avec

$$n = 1 - Gr$$

$$Gr = \frac{DC}{DV} \quad ; \quad DC = \frac{M}{S \times H}$$

DV = densité vraie de la poudre

DC = densité du comprimé

P = pression de consolidation (en bars)

B et A sont des constantes.

La densité vraie DV de chaque poudre a été mesurée à l'aide d'un picnomètre. Les valeurs figurent dans le tableau 10.

L'évolution de la porosité en fonction de la pression ($-\text{Log}n = f(P)$) pour chaque matière première est représentée sur le graph II. 10 en Annexe 1.

Dans notre cas, l'étude de la porosité des compacts est réalisée après relâchement de la pression de compactage. Les courbes de porosité que nous obtenons ne peuvent pas être comparées à celles décrites par Heckel, surtout pour les matériaux à forte relaxation.

2.1.3.2.2 Etude de la résistance des compacts à la pénétration

La force nécessaire pour pénétrer de deux millimètres dans chaque compact peut être assimilée à la cohésion de la poudre, acquise sous l'effet d'une contrainte. Pour chaque matière première, nous pouvons donc tracer la courbe de cohésion / pression. Voir graphe II.11 - Annexe 1.

2.1.3.3 Discussion

* Précision des mesures

La précision des mesures de hauteur des compacts figurent dans le tableau 16.

Dans l'ensemble, cette précision n'est pas très bonne. Elle est particulièrement mauvaise pour les poudres D, F et N, pour lesquelles l'incertitude sur le tassement relatif est aussi importante que la valeur même du tassement relatif. Pour les autres poudres, il ne sera bien souvent pas possible de déterminer une différence de comportement significative entre elles, toujours en raison de l'imprécision des résultats. Par contre, nous pourrions distinguer des groupes de comportements.

Cette imprécision peut s'expliquer de plusieurs manières :

- le compactage des poudres n'est pas réalisé dans des conditions idéales, la précision de la pression appliquée n'étant pas contrôlée de façon rigoureuse.

- l'outillage de compactage (matrice et poinçon) ne permet pas d'avoir une surface du compact parfaitement plane.

- comme nous le verrons dans cette étude, les poudres dont l'incertitude sur la détermination du tassement relatif est la plus grande, se compactent difficilement, voire pas du tout.

- la mesure de l'épaisseur des compacts est réalisée après relâchement de la pression de compactage. Le compact a donc le temps de reprendre un certain volume. Cette relaxation du produit ne se fait peut-être pas de façon homogène pour toutes les poudres.

Il faudra donc être très prudent quant à l'interprétation des courbes de tassement relatif des différentes poudres. Il ne sera possible de discerner que des types de comportement, le jugement étant plus qualitatif que quantitatif.

TASSEMENT RELATIF DES COMPACTS DE MATIERES PREMIERES

MP	MASSE PAR COUPELLE (G)	HO (MM)	Δ HO	TR à 25 BARS (%)	Δ TR 25	TR à 250 BARS (%)	Δ TR 250
A	0.6	16.0	0.0300	76	5		
B	1.3	10.1	0.5100	60	13	69	13
D	1.4	5.3	0.2700	25	44	29	25
F	1.7	5.6	0.1200	38	27	39	26
G	3.5	13.4	0.6700	74	47	80	7
H	3.0	12.8	0.3600	67	10	80	8
J	2.5	13.3	0.0004	68	4	80	5
K	1.6	22.4	0.0200	80	3	88	8
N	2.0	5.1	0.0800	31	34	32	33
T	3.3	7.0	0.0009	43	9	63	6
W	3.3	9.3	0.5100	56	20	71	9

TABLEAU 16 (Δ TR = ERREUR SUR LE TASSEMENT RELATIF)

HO = Hauteur de poudre non compactee dans la matrice

Δ HO = Erreur sur la determination de la hauteur de poudre non compactee

Les valeurs de porosité des compacts étant calculées à partir de leur épaisseur, leur précision est également peu importante.

En ce qui concerne la précision des mesures de la résistance des compacts à la pénétration, celle-ci est correcte dans l'ensemble (voir tableau 15). Quelques écarts-types importants peuvent être rencontrés. Ils sont vraisemblablement dûs à la mauvaise maîtrise de la pression de compactage appliquée sur la poudre.

* Courbes de tassement relatif

Considérons, dans un premier temps, le tassement relatif de la poudre à 25 bars. Nous pouvons séparer les matières première en deux groupes :

- celles dont le tassement relatif est inférieur à 50 % : poudres A, F, N, T.

- celles dont le tassement relatif est supérieur à 50 % : poudres B, D, G, H, J, K et W.

Avec l'augmentation de la pression de compactage, certaines poudres voient leur tassement relatif :

- augmenter de plus de 10 % : poudres A, H, J, T.

- augmenter entre 5 et 10 % : poudres B, G et K.

- rester stable : poudres D, F et N.

Si nous comparons l'évolution du tassement relatif des matières premières en fonction de la pression de compactage, au taux de tassement déterminé à partir des cinétiques de tassement (c'est-à-dire sous une contrainte normale nulle) de ces mêmes produits : nous pouvons mettre en évidence plusieurs choses :

- quelle que soit la pression appliquée, certaines poudres ne se tassent jamais : poudres D, F et N. Les valeurs du taux de tassement et des tassements relatifs à différentes pressions sont sensiblement les mêmes (voir tableau 17).
Courbes bleues.

MP TT (%)	TASSEMENT DES MATIERES PREMIERES										
	TR25 (%)	TR50 (%)	TR75 (%)	TR100 (%)	TR125 (%)	TR150 (%)	TR175 (%)	TR200 (%)	TR250 (%)		
A 18	76	82	83	85	86	87					
B 51	60	64	65	66	66	67	68	68	69		
D 32	25	25	26	26	28	26	28	28	29		
P 35	38	40	40	40	41	40	39	39	39		
G 19	74	79	79	79	79	80	80	80	80		
H 52	67	71	74	76	77	77	78	79	80		
J 46	68	72	73	75	77	78	78	79	80		
K 30	80	84	86	86	87	88	88	88	88		
N 33	31	32	30	31	31	31	32	30	32		
T 25	43	51	55	57	60	60	62	62	63		
W 44	56	60	64	66	69	69	70	71	72		

TABLEAU 17

- les poudres K et T, que nous avons classées dans un même groupe lors de l'étude des cinétiques de tassement, ont ici des comportements différents : la poudre K se tasse beaucoup plus que la poudre T sous l'effet de la pression, (courbes rouges).

- les poudres A et G qui avaient un faible taux de tassement ($TT < 20 \%$) avec le volumétre d'Engelsmann, se tassent toutes les deux de façon très importante sous l'effet d'une pression ($TR \text{ à } 25 \text{ bars} > 70 \%$) (courbes jaunes).

- les poudres B, H, J et W ont été classées dans le même groupe (Gr 4) en cinétique tassement. Leurs tassements sous l'effet d'une pression sont sensiblement les mêmes ; J et H se tassant un peu plus que B et W (courbes vertes).

Si nous observons l'évolution de la porosité en fonction de la pression de compactage, nous pouvons constater que celle-ci évolue peu entre 25 et 250 bars. Ceci peut s'expliquer par le fait que la poudre reprend un certain volume après application de la contrainte.

Ces courbes de porosité ne nous fournissent pas de renseignements très importants, comparées aux courbes de tassement relatif ou de cohésion.

* Courbes de cohésion

Il faut rappeler ici, que nous avons qualifié de cohésion, la résistance des compacts à la pénétration.

Le tracé des courbes de cohésion (voir graphe II.11 Annexe 1) nous permet de retrouver les groupes de poudres, tels que nous les avons définis lors de l'étude des cinétiques de tassement.

- Certaines poudres n'acquièrent aucune cohésion,

quelque soit la pression de compactage : poudres D, F et N du groupe 3 (courbes bleues).

- Les autres poudres acquièrent de la cohésion lorsqu'elles sont soumises à une pression. La progression de la cohésion évolue avec la pression de compactage, de façon différente en fonction des poudres.

+ la cohésion augmente lentement et ne dépasse pas 10 kg à 250 bars de pression : poudres B, H, J et W du groupe 4 (courbes vertes).

+ la cohésion augmente plus rapidement et atteint 15 kg à 250 bars de pression : poudres T et K du groupe 1 (courbes rouges).

+ la cohésion augmente très rapidement et dépasse 20 kg à 250 bars de pression : poudres A et G du groupe 2 (courbes jaunes).

* Conclusions

L'étude de la cohésion des compacts par l'intermédiaire de leur résistance à la pénétration nous a permis de valider les hypothèses émises à la suite de l'étude des cinétiques de tassement, quant aux propriétés d'écoulement des poudres ou à leur aptitude au compactage.

En effet, nous avons pu confirmer l'excellente aptitude au compactage de l'aérosil A et de la poudre G (organique et structure fibrillaire), ainsi que l'inaptitude au compactage des silices D et N et de la poudre F (micro-capsules minérales).

Nous avons également pu préciser notre jugement au sujet du stéarate de zinc (K) et de la poudre enrobée T pour lesquels un comportement était satisfaisant à la fois au compactage et à l'écoulement. Leur aptitude au compactage est effectivement satisfaisante.

D'une manière générale, les poudres du groupe 4 (la silice B, la séricite J et les talcs H et W) se compactent moins facilement que les poudres du groupe 1 (le stéarate de zinc et la poudre K). De plus, il semble qu'un taux de tassement élevé lors de l'étude des cinétiques de tassement soit corrélé à une faible cohésion des compacts correspondants, lors de l'étude de leur résistance à la pénétration.

2.1.4 Conclusion

Il est intéressant de noter que les poudres utilisées depuis longtemps dans la composition des fards à paupières (les talcs H et W, la séricite J et le stéarate de zinc K) ont des comportements voisins dans les deux tests que nous venons de réaliser. Nous pourrions les placer comme des intermédiaires par rapport au comportement des autres poudres (seul le stéarate de zinc présente une aptitude au compactage supérieure). Il n'est donc pas surprenant que ces poudres soient utilisées à des taux importants dans les formules de fards à paupières, sans entraîner de problèmes d'écoulement ou de compactage.

Parmi les matières premières non encore exploitées, il semble que le comportement de certaines puisse être assimilé à celui des poudres évoquées précédemment. Il s'agit de la silice B et de la poudre K.

A côté de ces poudres, nous trouvons des matières premières aux comportements extrêmes lors de l'étude de la cohésion, et qui avaient pourtant certaines analogies en cinétique de tassement :

- les poudres A et G se compactent extrêmement bien,
- les poudres D, F et N ne se compactent pas du tout.

Ces poudres pourront être utilisées à faible taux dans des formules de fards à paupières, dans le but de contrebalancer le mauvais comportement de certains vracs de poudres, afin d'améliorer soit l'écoulement, soit le compactage.

Maintenant que nous avons réussi à caractériser le comportement des matières premières seules, il serait intéressant de connaître leur influence au sein d'une formule finie de fard à paupières, afin de valider notre étude.

2.2 Etude de l'influence des matières premières sur le comportement final d'un vrac de poudre

2.2.1 La formule de fard à paupières étudiée

Le fard à paupières qui nous servira de témoin dans cette étude est une formule de texture mate qui ne contient donc pas de nacres. L'ouverture de maille du tamis correspondant est de 160 μ m.

Sa composition est la suivante :

Charges	: Talc Luzenac 15 MOO	38,9 %
	(= matière première H)	
	C ₂	10,0 %
	C ₃	4,0 %
	C ₄	12,5 %
	C ₅	12,5 %
	C ₆	0,1 %
Pigments	: P ₁	9,0 %
	P ₂	6,0 %
	P ₃	1,0 %
Liant	: Li	6,0 %

2.2.2 Introduction des matières premières étudiées dans la formule

Les matières premières dont on voudra connaître l'influence sur le comportement d'un vrac de poudre, seront introduites, en substitution d'un composant de la formule.

Cette substitution sera totale, c'est-à-dire que la matière

première étudiée sera introduite en quantité équivalente à celle du constituant remplacé.

Les matières premières faisant l'objet de cette étude sont :

- les silices D et N
- la poudre minérale F
- le séricite J
- la poudre organique G
- le talc enrobé T

Toutes ces poudres font partie des matières premières non encore exploitées et qui sont à l'étude en formulation.

Dans le cadre d'une étude préliminaire au laboratoire, certaines de ces matières premières (D, F, J et N) ont déjà été introduites dans la formule que nous avons choisi d'étudier, en substitution de la charge C_2 . Les vracs de ces essais ainsi qu'un témoin t ayant été conservés, nous allons les reprendre, afin d'étudier leur comportement en cinétique de tassement et la cohésion de leurs compacts.

Les vracs pour lesquels la charge C_2 a été substituée par l'une de ces matières premières (D, F, J ou N) constituent le groupe A.

En ce qui concerne les produits G et T, nous les introduisons également dans la formule, en substitution de la charge C_2 pour la poudre organique G et du talc pour le talc enrobé T. Un vrac témoin t' sera également réalisé afin de pouvoir comparer entre eux des produits fabriqués à un même moment. Ces trois derniers vracs constituent le groupe B.

L'étude simultanée des deux témoins t et t' nous permettra d'apprécier l'évolution du comportement d'un vrac de poudre dans le temps.

2.2.3 Réalisation des tests sur ces vracs

2.2.3.1 Cinétiques de tassements

- Le matériel utilisé ainsi que la méthode suivie pour la réalisation de ce test sont identiques à ceux dont nous nous sommes servis pour l'étude des matières premières seules.

Seule, l'ouverture de maille du tamis utilisé pour préparer l'échantillon, avant tassement, diffère. Elle est ici de 160 μm , c'est-à-dire adaptée à la texture mate de la formule.

Dans ce cas également, trois mesures seront réalisées sur chaque poudre afin d'établir une moyenne des résultats.

- Les résultats étudiés sont les mêmes que ceux des matières premières seules : DNT, DT, RH, TT, Nc et la pente P de la courbe lors des 50 premiers tassements (voir tableau 18).

Sur le graph II.13 - Annexe 1 figure pour chaque formule l'évolution du Log Vo/V en fonction du nombre de tassements.

- Discussion : notre première constatation est que les cinétiques de tassement des deux témoins sont identiques, donc le vieillissement de la poudre n'a pas perturbé ce test. Nous pouvons donc comparer entre eux les groupes de vracs A et B, sans tenir compte de l'influence du vieillissement.

Les modifications apportées par la présence de nouvelles matières premières dans la formule concernent surtout le taux de tassement TT et Nc. La pente des courbes lors des 50 premiers tassements n'est pratiquement pas modifiée par rapport aux témoins.

Considérons maintenant les matières premières, cas par cas, et comparons les aux témoins t et t' confondus (voir tableau 18).

FORMULE	MASSE (G)	DNT (MG/ML)	DT (MG/ML)	TT %	RH	NC	PENTE (10-4)
ε	36.56 (0.70)	0.36 (0.01)	0.48 (0.02)	24	1.33	500	30
F	30.45 (0.09)	0.30 (0.00)	0.39 (0.00)	23	1.30	500	22
J	31.75 (0.87)	0.32 (0.01)	0.46 (0.02)	31	1.44	500-1000	24
D	31.68 (0.50)	0.32 (0.01)	0.55 (0.01)	42	1.72	1000	22
M	36.24 (0.33)	0.36 (0.00)	0.52 (0.01)	30	1.44	500-1000	14
ε'	35.32 (0.40)	0.35 (0.00)	0.46 (0.01)	23	1.31	500	24
G	32.24 (1.50)	0.32 (0.01)	0.40 (0.02)	20	1.25	500	18
T	44.40 (1.02)	0.44 (0.01)	0.58 (0.02)	23	1.32	500	26

TABLEAU 18

(LES ECART-TYPES FIGURENT ENTRE PARENTHESES)

DONNEES OBTENUES A PARTIR DU VOLUMENOMETRE D'ENGELESMANN

SUR LES FORMULES DE FARDS A PAUPIERES

DNT = densité non tassée DT = densité tassée TT = taux de tassement

RH = ratio de HAUSNER NC = nombre de coups nécessaires à l'obtention d'un

volume constant

RESULTATS DE CALCULS D'ERREURS

FORMULE	V50	F50 (10-3)	PENTE (10-4)	P (10-4)
t	1.15	12.7	30	2.5
P	0.58	7.0	22	1.4
J	0.58	6.0	24	1.2
D	0.58	7.0	22	1.4
M	1.00	10.0	14	2.0
t'	0.58	6.0	24	1.2
G	1.15	13.0	18	2.6
T	0.58	7.0	26	1.4

$$F_{50} = \log \frac{V_0}{V_{50}}$$

V50 = Volume de poudre au bout de 50 tassements

P = Pente de la courbe F = f(nombre de coups)
entre 0 et 50 tassements

TABLEAU 18 (suite)

CALCULS D'ERREUR SUR LA DETERMINATION DE LA PENTE LORS DES
50 PREMIERS TASSEMENTS

- Les silices D et N et la poudre minérale F étaient caractérisées seules par un Nc élevé et un TT moyen. Nous en avons déduit une bonne aptitude à l'écoulement pour ces matières premières. Dans la formule de fard à paupières :

les silices D et N ont toutes deux entraîné une augmentation de Nc et de TT. Leur influence sur le comportement du vrac est donc remarquable.

La poudre minérale F n'a pas provoqué de modification notable dans le comportement du vrac.

- la poudre organique G caractérisée seule par un tassement rapide et un TT très faible, a entraîné une diminution sensible du TT du vrac de fard à paupières.

- la séricite J dont le tassement était lent avec un TT élevé, a provoqué un léger retard dans le tassement du vrac avec une augmentation de son TT.

- le talc enrobé T introduit en grande quantité dans la formule de fard à paupières n'a pas entraîné de modification de son comportement.

L'ensemble de ces résultats est résumé dans le tableau 19.

CINETIQUE DE TASSEMENT

Matière première	Comportement de la matière première seule		Modifications apportées par la matière première, par rapport aux témoins	
	TT (%)	Nc	TT (%)	Nc
D	moyen	élevé	↑↑	↑
F	moyen	très élevé	0	0
G	faible	élevé	↓	0
J	élevé	moyen	↑	↑
N	moyen	élevé	↑	↑
T	moyen	moyen	0	0

Tableau 19

↑↑ = très augmenté

↑ = augmenté

0 = aucune modification

↓ = diminué

2.2.3.2 Etude de la cohésion

Matériel et méthode : nous avons suivi le même protocole pour la réalisation de ce test, que celui utilisé pour l'étude des matières premières seules. Chaque résultat est la moyenne de trois mesures.

Résultats : deux types de résultats ont été exploités.

- le tassement relatif de la poudre sous l'effet de la pression appliquée (voir graph II.13 - Annexe 1 et tableau 20).

- l'évolution de la résistance des compacts à la pénétration par le mobile, en fonction de la pression de compactage (voir graph II.14 - Annexe 1 et tableau 21).

TASSEMENT RELATIF DES COMPACTS DE FARDS A PAUPIERES

FORMULE	RESULTATS	25.00	50.00	75.00	100.00	125.00	150.00	175.00	200.00	250.00
L	H MOY	4.21	3.82	3.40	3.29	3.13	3.02	2.95	2.88	2.80
	E-T ABS	0.03	0.07	0.17	0.06	0.05	0.04	0.02	0.02	0.02
	TR	0.63	0.66	0.70	0.71	0.73	0.74	0.74	0.75	0.75
N	H MOY	4.29	3.93	3.76	3.55	3.43	3.30	3.25	3.17	3.12
	E-T ABS	0.02	0.03	0.06	0.02	0.03	0.02	0.02	0.07	0.01
	TR	0.66	0.69	0.70	0.72	0.73	0.74	0.74	0.75	0.75
J	H MOY	4.39	4.18	3.92	3.53	3.33	3.20	3.10	3.04	2.93
	E-T ABS	0.02	0.08	0.13	0.04	0.03	0.07	0.03	0.02	0.09
	TR	0.61	0.63	0.66	0.69	0.71	0.72	0.73	0.73	0.74
D	H MOY	4.12	4.09							
	E-T ABS	0.03	0.07							
	TR	0.57	0.57							
N	H MOY	4.51	4.27	3.88	3.51	3.35	3.23	3.16	3.08	2.97
	E-T ABS	0.09	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	7.77e-03	0.02	0.01
	TR	0.58	0.60	0.63	0.67	0.68	0.70	0.70	0.71	0.72
L'	H MOY	3.89	3.43	3.14	2.93	2.81	2.72	2.65	2.59	2.52
	E-T ABS	0.04	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01
	TR	0.64	0.69	0.71	0.73	0.74	0.75	0.76	0.76	0.77
G	H MOY	3.98	3.50	3.21	2.98	2.88	2.77	2.70	2.67	2.58
	E-T ABS	0.01	0.04	0.02	3.62e-03	0.02	0.01	0.01	0.02	0.01
	TR	0.67	0.71	0.73	0.75	0.76	0.77	0.77	0.78	0.78
T	H MOY	3.61	3.24	3.06	2.89	2.78	2.68	2.64	2.58	2.55
	E-T ABS	0.04	0.02	0.01	0.03	0.02	0.02	0.03	0.01	0.02
	TR	0.60	0.64	0.66	0.68	0.69	0.70	0.71	0.71	0.72

TABLEAU 20

H MOY = Hauteur moyenne des compacts
 E-T ABS = Ecart-type de la hauteur moyenne
 TR = l'assement Relatif

RESISTANCE DES COMPACTS DE FARDS A PAUPIERES A LA PENETRATION (EN G)

FORMULE	25 BARS	50 BARS	75 BARS	100 BARS	125 BARS	150 BARS	175 BARS	200 BARS	250 BARS
t	1213 (67)	2127 (367)	3628 (63)	4965 (122)	6432 (231)	7418 (220)	9036 (575)	10795 (202)	12966 (422)
P	1440 (62)	2273 (45)	3036 (406)	4222 (177)	5263 (208)	6104 (211)	6810 (93)	8043 (529)	9143 (473)
J	952 (76)	1356 (54)	2274 (473)	3745 (41)	5025 (47)	6295 (28)	7213 (243)	8152 (504)	9944 (326)
D	504 (53)	257 (14)							
N	820 (14)	1174 (62)	2351 (176)	3840 (68)	5519 (101)	6345 (261)	7899 (220)	9230 (136)	11942 (157)
t'	1591 (48)	3318 (141)	5381 (123)	7209 (198)	9978 (260)	12062 (319)	13727 (188)	15436 (34)	18538 (231)
G	2008 (45)	4490 (29)	6861 (324)	10107 (201)	13067 (248)	14953 (83)	17102 (183)	19168 (328)	22372 (409)
T	1631 (38)	3368 (194)	5532 (181)	7386 (317)	9712 (736)	11438 (416)	12608 (894)	14894 (921)	16289 (1167)

TABLEAU 21

(ENTRE PARENTHESES FIGURENT LES ECART-TYPES)

- Discussion :

- Etude du tassement relatif des poudres.

Nous constatons une légère différence de comportement entre les deux poudres témoins, mais celle-ci ne semble pas suffisamment importante pour nous permettre de les différencier (voir tableau 22).

Témoins	TR à 25 bars (%)	TR à 250 bars (%)
t	63	64
t'	75	77

Tableau 23

Dans ce test également, nous confondrons les deux témoins t et t' afin de pouvoir comparer entre elles les formules des groupes A et B.

Les observations faites sur l'évolution du tassement relatif des fards à paupières, en fonction de la matière première introduite, sont résumées dans le tableau 23.

Matière première	TASSEMENT		RELATIF
	Comportement de la poudre seule de 25 à 250 bars		Modification apportée par la poudre dans la formule, comparée aux témoins t et t'
D	25%	(↓
N	30%) Très faible	↓
F	40%	(0
G	74 à 80%	Important	↑
J	68 à 80%	Important	↓
T	43 à 63%	Moyen	↓

↓ = diminution du TR de la formule
 0 = aucune modification du TR de la formule
 ↑ = augmentation du TR de la formule

Tableau 23

Il faut noter que les variations de tassement relatif apportées par les matières premières introduites dans la formule sont peu importantes dans l'ensemble. Ces modifications ne dépassent pas 10 % par rapport aux formules témoins.

- Etude de la résistance à la pénétration des compacts

Dans cette étude, les comportements des deux témoins sont différents, surtout dans la zone de pressions élevées où leur cohésion diffère de plus de 4 kg. Comme nous ne pourrons pas comparer toutes les matières premières entre elles, nous distinguerons les deux groupes A et B définis dans le paragraphe 2 de ce même chapitre.

Les modifications de la résistance à la pénétration observées sur les compacts sont décrites dans le tableau 24 pour les deux groupes.

	Matière première	Résistance de la matière première seule, face à la pénétration du mobile	Modification apportée par la matière première comparée au témoin t
G R O U P E A	D N F	NULLE	↓↓
			Légerement ↓
			Légerement ↓
	J	Moyenne	Légerement ↓
G R O U P E B		Résistance de la matière première face à la pénétration du mobile	Modification apportée par la matière première comparée au témoin t'
	G	Très important	↑
	T	Important	0

Tableau 24

↓↓ = diminution très importante de la résistance des compacts de fards à paupières à la pénétration.

légerement ↓ = légère diminution de la résistance des compacts à la pénétration

0 = aucune modification de la résistance des fards à paupières à la pénétration.

2.2.4 Conclusion

Dans l'ensemble, les modifications apportées par les matières premières étudiées dans la formule de fard à paupières étaient prévisibles, sauf pour la poudre minérale F et le talc enrobé T (voir tableau 25).

- La poudre minérale F a entraîné une légère diminution de la cohésion des compacts de fards à paupières. Sa concentration dans la formule n'était peut-être pas suffisante pour permettre à ses caractéristiques de se développer.

- Des essais préliminaires, au laboratoire, utilisant le talc enrobé T, s'étaient traduits par une diminution du taux de perte des compacts lors des tests de chute. Dans notre étude, nous aurions pu nous attendre à ce que la résistance des compacts à la pénétration soit augmentée.

En ce qui concerne le vieillissement du vrac de fard à paupières, nous avons vu que celui-ci s'observait principalement au niveau de la cohésion des compacts. Avant de conclure un peu hâtivement sur le rôle du vieillissement sur la perte de cohésion des compacts, il faudrait peut-être tenir compte également de la différence de lots de matières premières utilisés pour la fabrication des vracs.

COMPORTEMENT DES MATIERES PREMIERES SEULES ET LEUR INFLUENCE DANS LE

COMPORTEMENT D'UN FARD A PAUPIERES

MP	Seule				Influence dans un fard à paupières par rapport à un témoin			
	Cinétique de tassement		Compression simple		Cinétique de tassement		Compression simple	
	TT	Nc	TR	Cohésion	TT	Nc	TR	Cohésion
D	Moyen	élevé	très faible	nulle	↑↑	↑	↓	↓↓
F	Moyen	élevé	très faible	nulle	0	0	0	légèrement ↓
N	Moyen	élevé	très faible	nulle	↑	↑	↓	légèrement ↓
A	Faible	moyen	important	très importante				
G	Faible	moyen	important	très importante	↓	0	↑	↑
B	Important	moyen	important	moyenne				
H	Important	moyen	important	moyenne				
J	Important	moyen	important	moyenne	↑	↑	↓	légèrement ↓
W	Important	faible	important	moyenne				
K	Moyen	moyen	important	importante				
T	Moyen	faible	moyen	importante	0	0	↓	0

TABLEAU 25

↑↑ = très augmenté ↑ = augmenté ↓ = diminué ↓↓ = très diminué

0 = aucune modification

2.3 Conclusion sur l'étude des matières premières

* Conditions opératoires : même si nous avons réussi à classer nos produits les uns par rapport aux autres, ainsi qu'à comparer le comportement des matières premières nouvelles à celui des matières premières déjà exploitées, il n'en demeure pas moins que le principal défaut de nos tests est leur manque de précision. Des améliorations pourraient être envisagées, par exemple :

- au niveau de l'étude des cinétiques de tassement, en tamisant la poudre à étudier directement au-dessus de l'éprouvette, nous diminuons ainsi l'imprécision de notre lecture sur le volume de poudre.

- au niveau de l'étude de la cohésion, en utilisant pour le compactage des poudres une presse automatisée permettant de contrôler à la fois la vitesse de montée en pression, la valeur de la pression de compactage et son temps d'application.

* Matières premières

- Comparaison entre les résultats obtenus à partir des tests et l'expérience du laboratoire sur ces produits :

Après avoir défini des paramètres caractéristiques pour chaque matière première (TT, Pente, Nc ainsi que TR et cohésion à 75 bars de pression), nous allons les comparer aux données obtenues en formulation : en effet, des essais préliminaires ont été réalisés avec certains de ces constituants, afin d'avoir un aperçu de leur influence sur les propriétés dans les compacts.

Les critères pris en compte lors de ces essais sont :

* le compactage apprécié à l'aide du test de chute

* le délitage

* la douceur appréciée par test sensoriel au toucher et au maquillage.

Toutes ces données sont réunies dans les tableaux 26 et 27.

Matières Premières	Groupe	CINETIQUE DE TASSEMENT			COMPRESSION SIMPLE(à 75 bars)		COMPORTEMENT EN FORMULATION		
		Nc	TT (%)	Peme (x10 ⁻⁴)	TR (%)	Cohésion (Kg)	Compactage	Délitage	Douceur
K	1	1000	30	30	86	8	+++	0	+
T		500	25	36	55	5	+++	0	++
A	2	1500	18	16	83	20	?	?	?
G		1000	19	11	79	> 25	+++	0	+
D	3	3000	32	12	26	0	0	+++	+++
F		> 7000	35	6	40	0	0	++	+
N		2000	33	17	30	0	0	++	+
B	4	1500	51	18	65	3	?	?	?
H		1000	52	26	74	3	++	+	++
J		1500	46	23	72	3	+	+	++
W		1000	44	37	65	2	+	++	++

TABLEAU 26

Matières premières testées en cinétique de tassement et en compression simple.

Matières Premières	Groupe	CINETIQUE DE TASSEMENT				COMPORTEMENT EN FORMULATION			
		Nc	TT (%)	Perte (x 10 ⁻⁴)	Compactage	Délitage	Douceur		
C		1000	38	38	?	?	?		
L	1	1000	41	17	+++	0	0		
R		500	32	17	+	++	+++		
P	2	500	14	13	?	?	?		
S	3	2000	45	32	+	++	++		
M	4	1500	45	23	++	+	0		
X		1500	49	26	0	+++	+++		

TABLEAU 27

Matières premières testées seulement en cinétique de tassement

D'après ces tableaux nous pouvons voir que les résultats obtenus sur les matières premières semblent assez bien corrélés au comportement final du fard à paupières, surtout en ce qui concerne son aptitude au compactage et au délitage.

* Ce compactage sera d'autant plus facile que la poudre renfermera des matières premières se tassant rapidement en cinétique de tassement ($N_c < 1000$ pour les matières premières K, T, G, et L) et dont la cohésion est importante (cohésion > 5 kg pour les matières premières K, T, A et G).

* Le délitage des compacts est influencé favorablement par des matières premières dont le N_c est élevé ($N_c > 1500$: matières premières D, F, M, S et X), ou dont la cohésion est pratiquement nulle (cohésion inférieure à 5 kg pour les matières premières D, F, N, H, J et W). Cette constatation nous amènera à penser qu'un bon délitage des compacts peut être assez bien corrélé à un bon écoulement de la poudre. En plus de l'écoulement et du compactage, nous pourrions alors prévoir grâce à ces tests l'influence des matières premières sur le délitage des fards à paupières.

* Ces tests ne permettent pas de prévoir la douceur des compacts, celle-ci n'étant apparemment liée à aucun autre paramètre.

- Problème des lots de matières premières

Pour chaque matière première, il serait intéressant d'étudier différents lots de produits afin de mettre en évidence d'éventuelles différences de comportement des poudres entre les fournisseurs ou chez un même fournisseur. Cela pourrait expliquer, par exemple, l'apparition aléatoire de certains compactages à l'usine.

* Validation des tests

D'après l'étude des cinétiques de tassement, nous avons prévu pour certaines matières premières une bonne aptitude à l'écoulement. Afin de confirmer cette hypothèse,

des essais d'écoulement proprement dits pourraient être réalisés en observant le comportement de ces poudres dans une trémie par exemple.

En ce qui concerne l'étude de la cohésion, il serait utile de savoir s'il existe une corrélation entre la résistance des compacts à la pénétration et les tests de résistance à la chute habituellement réalisés au laboratoire.

3. CONCLUSION

Suite à l'enquête menée auprès des usines concernant les problèmes de compactage de certaines formules de fards à paupières, nous n'avons pas pu établir une véritable relation entre les valeurs des densités obtenues à partir du volumétre d'Engelsmann et ces problèmes. Par contre, l'influence de certaines matières premières sur des paramètres tels que les densités, les taux de tassement et les variations de volume (tirés à partir des cinétiques de tassement) ou sur l'aptitude au compactage des vracs de poudres a pu être mise en évidence.

Une exploitation plus poussée des cinétiques de tassement des matières premières a été réalisée. D'autre part, une étude de cohésion a été réalisée sur ces produits. Nous avons ainsi pu comparer leur comportement, aussi bien en écoulement qu'en compression. Ces tests pourraient certainement nous permettre de compléter les spécifications des matières premières, ainsi que de comparer plusieurs lots d'un même produit afin de contrôler leur homogénéité.

Nous avons voulu également vérifier que ces mêmes tests permettaient d'évaluer l'influence des matières premières sur les propriétés des vracs. Pour cela nous avons appliqué les tests rhéologiques précédemment cités à des vracs de fards à paupières renfermant les matières premières étudiées. Il s'avère que les résultats confirment ce qui a pu être observé "empiriquement" au laboratoire, lors d'essais préliminaires. Il n'est donc pas faux de dire qu'il est possible de prévoir, dans une certaine mesure, le comportement d'un vrac de poudre, connaissant les propriétés des matières premières qui le composent.

Nous sommes donc bien sur la voie de ce qui peut être considéré comme une ébauche de pré-formulation, c'est-à-dire la possibilité de déterminer à priori, les tendances du comportement d'un produit pulvérulent, sans avoir recours en premier lieu à la fabrication d'un produit fini.

RÉSULTATS OBTENUS POUR LES MATIÈRES PREMIÈRES ÉTUDIÉES DANS LES

CHAPITRES I ET II

Matières premières	FORMULES EN USINE				MATIÈRES PREMIÈRES SEULES				FORMULES AU LABORATOIRE							
	Tendances observées par analyse statistique (formules exploitées dans les usines)				CINETIQUE DE TASSEMENT				COMPRESSION SIMPLE A 75 BARS				COMPORTEMENT EN FORMULATION			
	ΔV	TT	Densités	NC	TT (%)	Pente (x10-4)	TR (%)	Cohésion Kg	Compactage	Défilage	Douceur					
Stéarate de Zinc	↗	↗	?	1000	30	30	86	8	+++	0	+					
Talc	↗	↗	?	1000	52	26	74	3	++	+	++					
Talc	?	?	↗	1000	44	37	65	2	+	++	++					
Mica	?	?	↗	2000	45	32	?	?	+	++	++					

↗ = augmenté, ↘ = diminué

Certaines matières premières mises en évidence dans la première partie de l'étude (problèmes de compactages industriels) ont également été étudiées dans la seconde partie (étude des propriétés des matières premières). Les résultats sont réunis dans le tableau suivant.

Il semble possible d'établir une ébauche de corrélation entre les résultats de l'analyse des formules exploitées à l'usine, et le compactage au laboratoire.

- une diminution de la variation de volume et du taux de tassement des poudres lors des cinétiques de tassement se traduirait par une amélioration du comportement de ces vracs au compactage (stéarate de zinc K et talc H).

- une augmentation de la valeur des densités se traduirait par l'apparition de problèmes de compactage (Mica S et talc W).

Ces hypothèses demandent à être confirmées : pour cela, il est indispensable de vérifier que ces tests permettent de distinguer les fards à paupières ne posant pas de problèmes de compactage industriel de ceux qui se comportent mal en compression.

Une relation peut également être établie entre les résultats des tests effectués sur les matières premières et l'expérience du Laboratoire sur ces produits (voir tableaux 26 et 27, et conclusion du chapitre 2) :

- un compactage facile pour des vracs renfermant des matières premières se tassant rapidement en cinétique de tassement et dont la cohésion est importante.

- le délitage semble satisfaisant pour les vracs dont les matières premières se tassent très lentement.

L'application de ces deux tests pourrait être élargie aux autres constituants des fards à paupières tels que les pigments et les agents nacrants.

Il serait aussi intéressant de pouvoir confirmer la corrélation existant entre la cinétique de tassement d'une poudre et le délitage du compact

Les hypothèses émises quant à l'aptitude au compactage d'une poudre, ont pu être vérifiées par des mesures de tassement relatif et de résistance à la pénétration. De la même manière, l'aptitude à l'écoulement d'une poudre pourrait être confirmée en situation réelle, c'est-à-dire en étudiant son comportement au contact d'un matériau identique à celui de certaines trémies utilisées à l'usine, et dans des conditions identiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. **CHULIA D et GONTHIER Y.**
Contrôle de qualité et de formulation. Cisaillement en cellule de Casagrande et compression simple.
STP Pharma, **2**, (14), 221-228, (1986).
2. **CHULIA D.**
Formulation des poudres en pharmacie: qualité rhéologique des matières premières et qualité pharmaceutique.
24ème colloque annuel de rhéologie PARIS, 171-175, (1989)
3. **DEFOSSEZ B.**
Poudres compactes cosmétiques : cas particulier des fards à paupières.
Thèse de Docteur d'Etat en Pharmacie, LILLE II, (1987)
4. **DELEUIL M**
Approche du comportement des poudres.
STP Pharma. , **3**, (8), 668-675, (1987)
5. **DEVISE B, DELACOURTE-THIBAUT A, GUYOT J-C et TRAINEL M**
Mise au point d'une technique d'étude simplifiée de l'écoulement des poudres destinées à la compression.
Pharm. Acta. Helv. , **50**, (12), 432-446, (1975)
6. **DEVISE B, DELACOURTE-THIBAUT A, GUYOT J-C et TRAINEL M**
Rhéologie des poudres pharmaceutiques. Principes fondamentaux et mise en évidence.
R. Sci. Techn. Pharm. , **4**, (1), 37-60, (1975)
7. **FARBER L.**
Face Powders.
in: BLASAM M.S, SAGARINE E.
Cosmetics science and technology. 2ème Ed.
Wiley Interscience, (1972)

8. **GOLD G, RONAN N, DUVAL L et PALERMO T**
Powder Flow Studies I. Instrumentation an Application.
J. Pharm. Sci., **55**, 1133-1136, (1966)
9. **GONTHIER Y**
Contribution à l'étude du comportement mécanique des poudres pharmaceutiques sous pression.
Labo. Pharma., Probl. Techn., **32**, 339, 17-21, (1984)
10. **GONTHIER Y et CHULIA-CLEMENT D.**
La théorie et la méthodologie de JENIKE face à la prévision del'écoulement des poudres.
3ème congrès Int. Techn. Pharm., **I**, 37-46, (1983)
11. **HIESTAND N.**
Particules interactions.
J. Pharm. Sci., **55**, 1325-1344, (1966)
12. **LANCELOT L., ROBINET J-C., STANLEY-WOOD N-G.**
Flow properties of powders determined by a triaxial cell.
Powders and Grains, BIAREZ J. et GOURVES R., 469-475, (1989)
13. **MARKS A-M. et SCIARRA J-J.**
Effects of size on other physical properties of granules and their corresponding tablets.
J. Pharm. Sci., **57**, 497-504, (1968)
14. **MARMIOND-M.**
Handbook of U.S colorants of food, drugs and cosmetics. 2ème Ed.
WileyInterscience, (1984)
15. **SCHUBERT H.**
Food Particule Technology, Part I: properties of particules and particulate systems.
Journal of Food Engineering, **6**, 1-32, (1987)

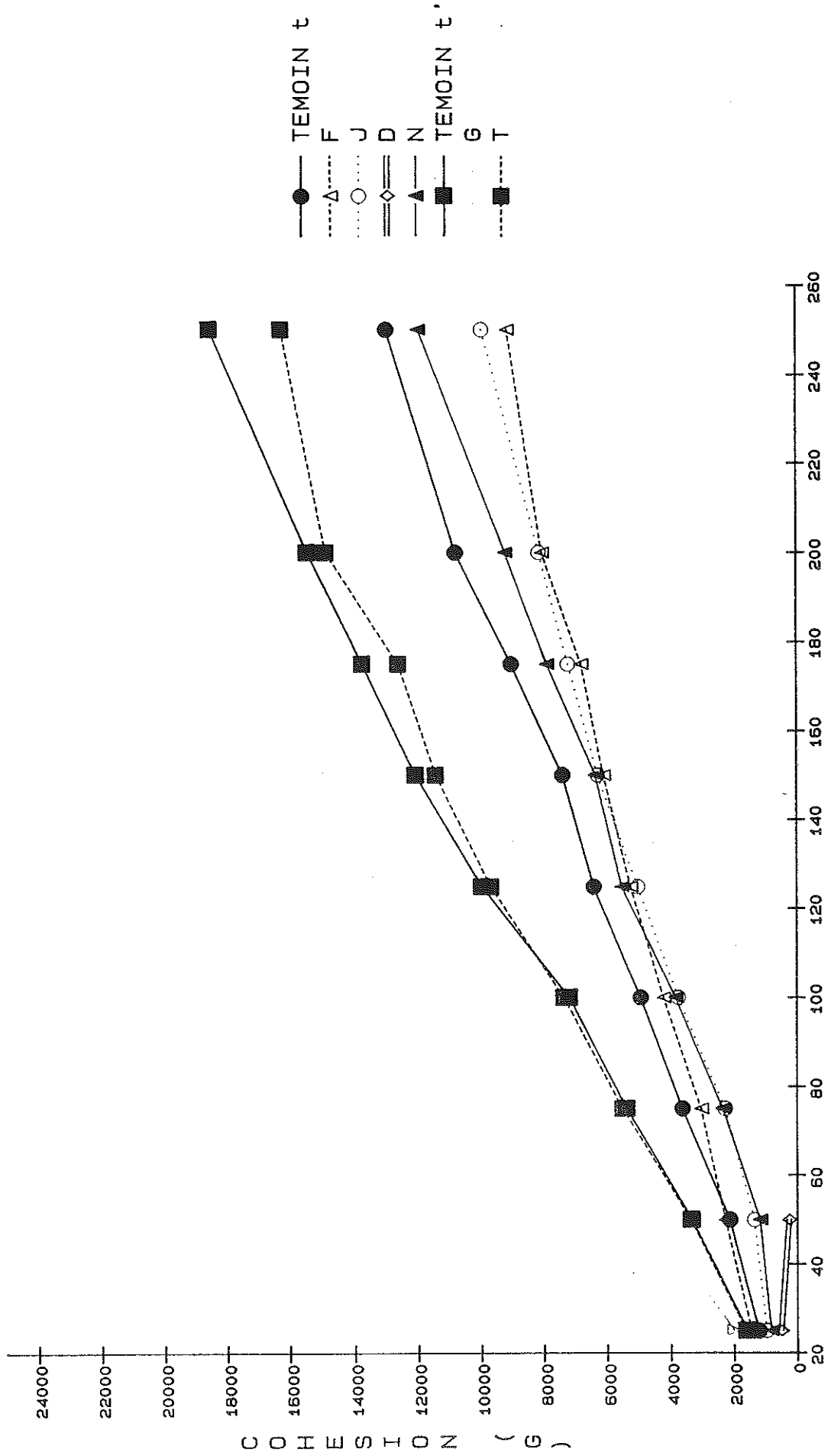
16. **STANIFORTH J.N. et PATEL C.I.**
Creep compliance behaviour of direct compression excipient.
Powder Technol., **57**, 83-87, (1989)

17. **SVAROVSKY L.**
Powder Testing Guide : Methods of Measuring the Physical Properties of Bulk Powders.
Elsevier Afflied Science, LONDON and NEW YORK, (1987)

18. **WILKINSON J.B.**
The principles and practice of modern cosmetics.
Harry's cosmetology - 6ème Ed.
LONDON, Leonard Hill Book, (1973)

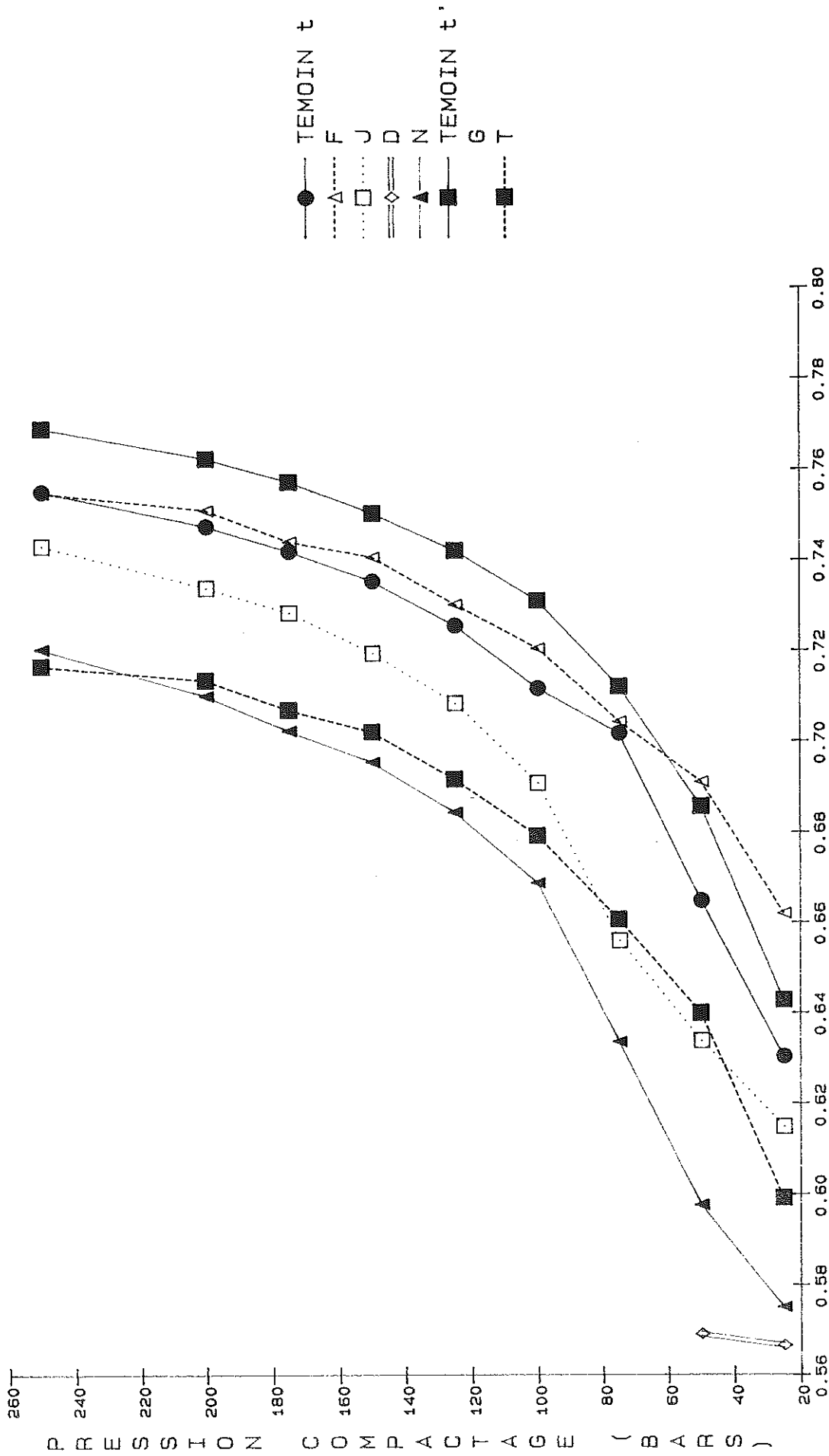
ANNEXE I

RESISTANCE DES COMPACTS DE FARDS A PAUPIERES A LA PENETRATION



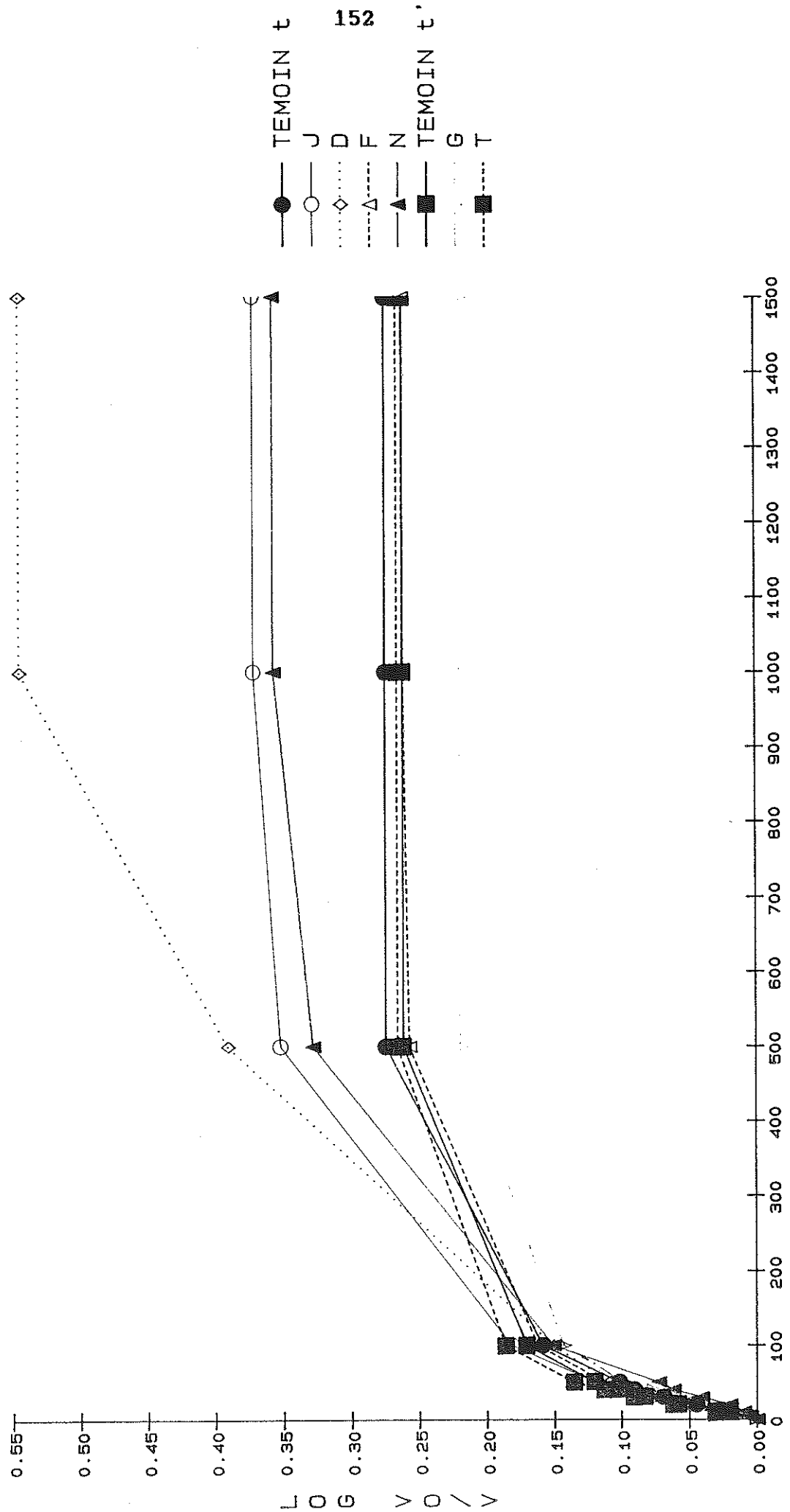
PRESSION COMPACTAGE (BARS)

TASSEMENT RELATIF DES FARDS A PAUPIERES



TASSEMENT RELATIF

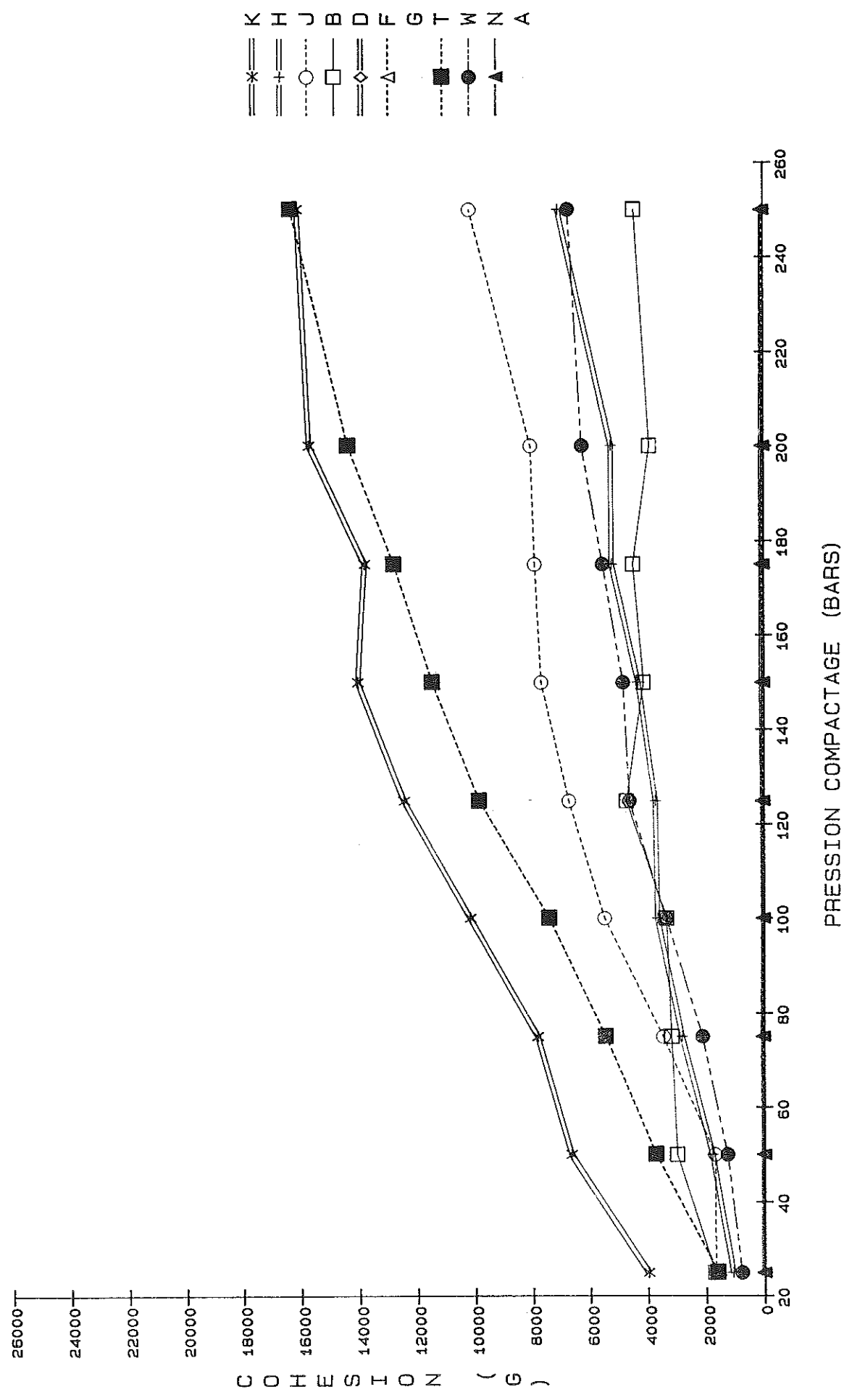
CINETIQUE DE TASSEMENT DES FARDS A PAUPIERES



NOMBRE DE COUPS

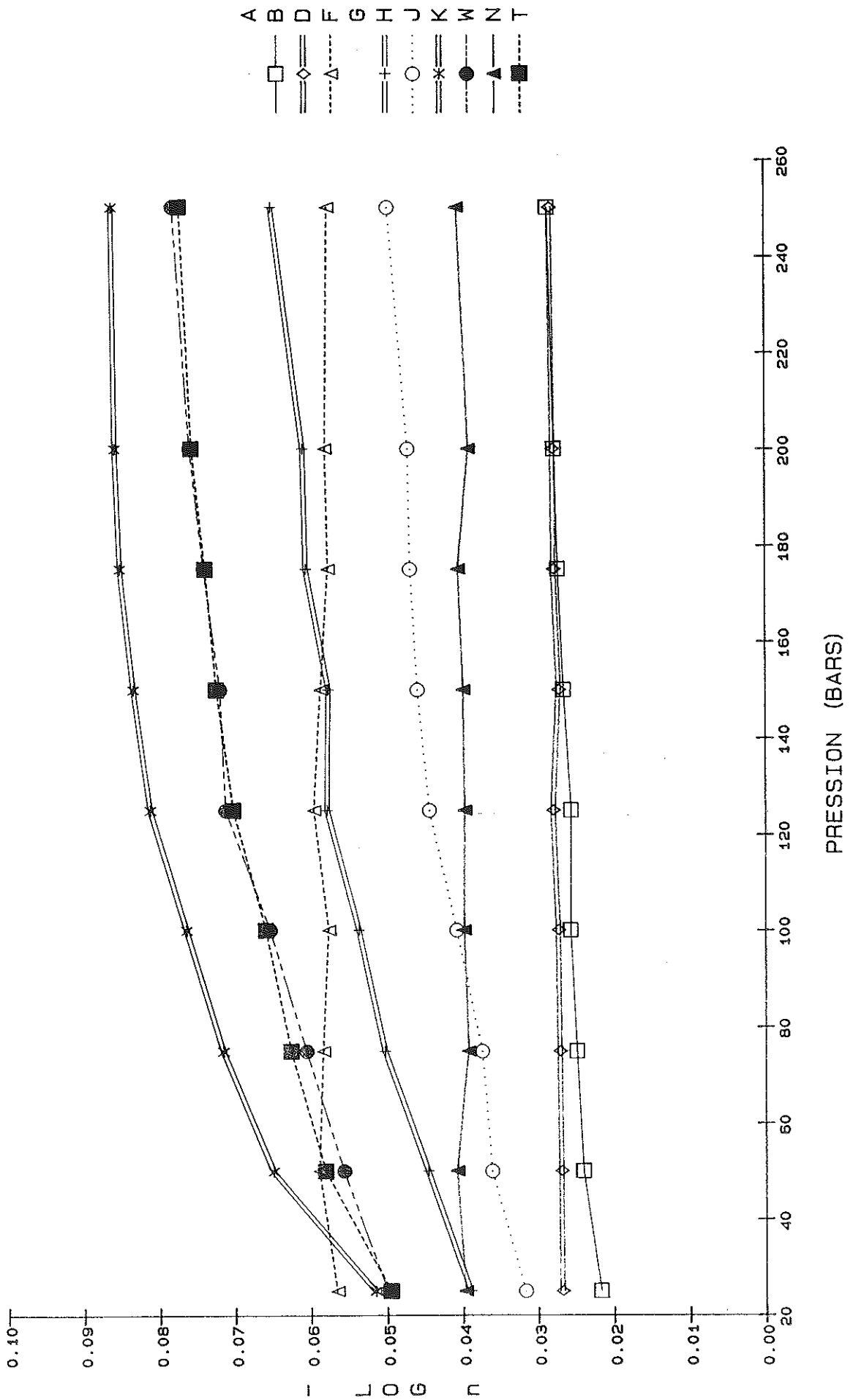
GRAPHIQUE II.12 ANNEXE 1

RESISTANCE DES COMPACTS DE MATIERES PREMIERES A LA PENETRATION

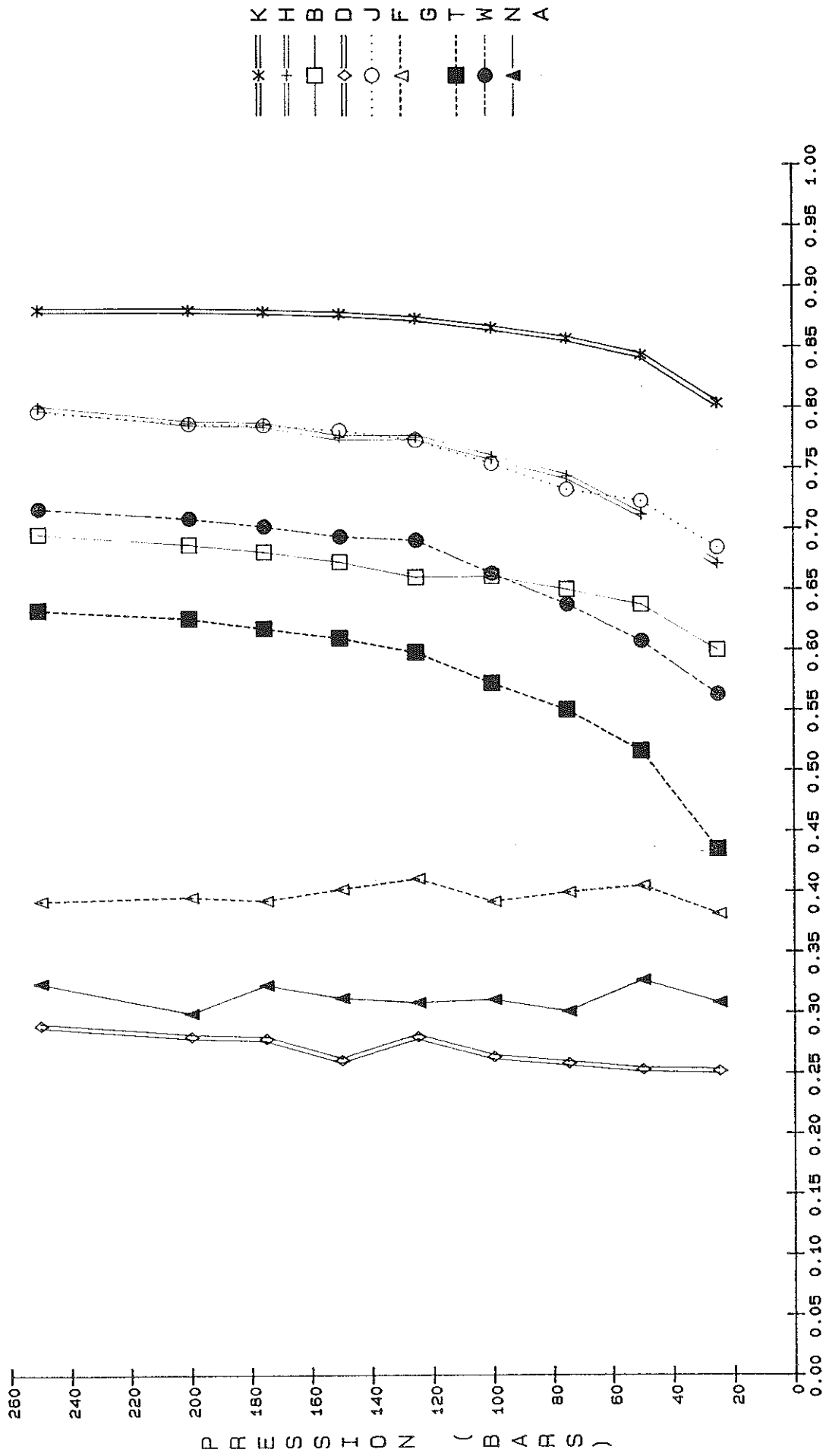


GRAPHIQUE II.11 ANNEXE 1

EVOLUTION DE LA POROSITE DES COMPACTS EN FONCTION DE LA PRESSION DE COMPACTAGE

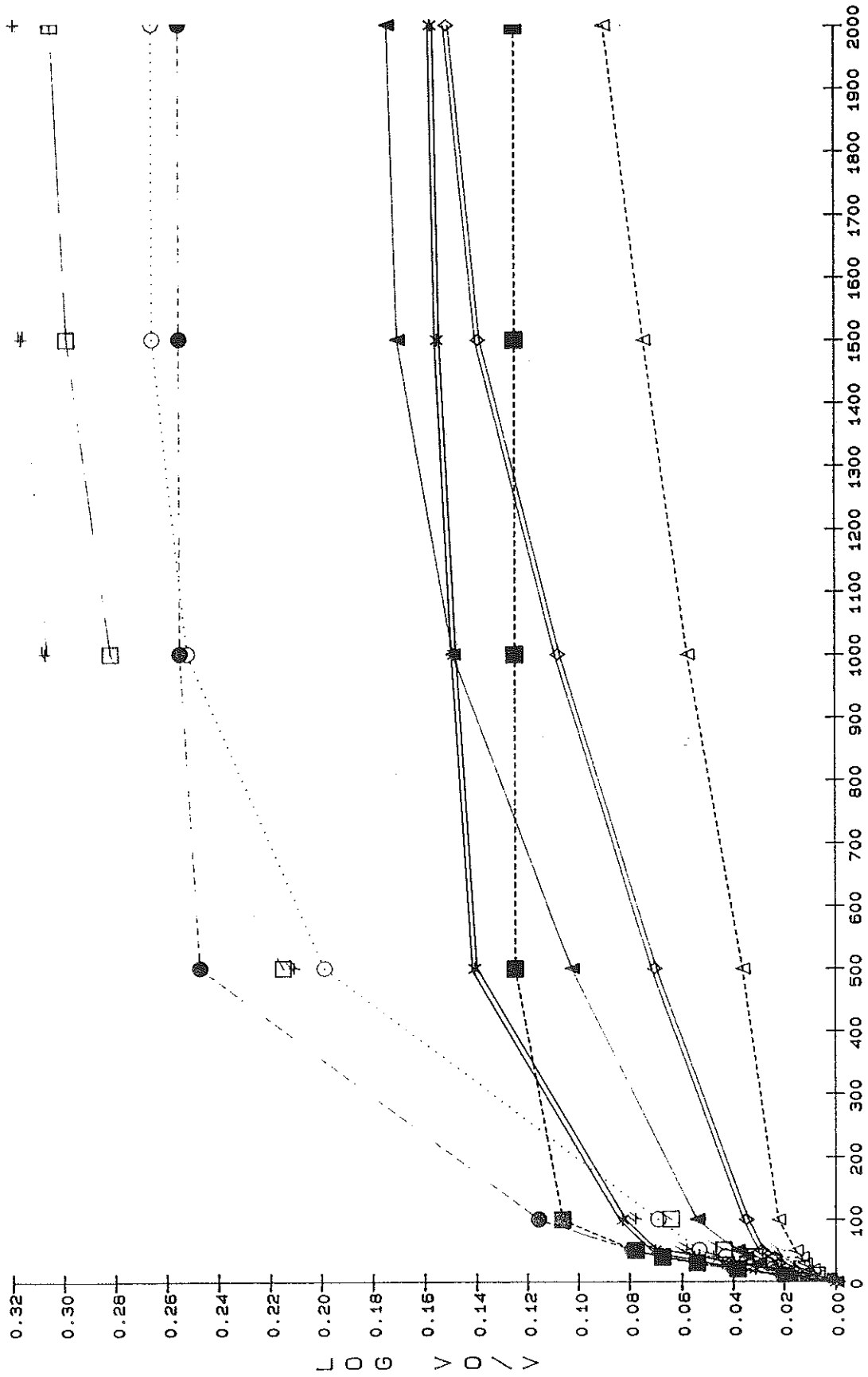


TASSEMENT RELATIF DES MATIERES PREMIERES



TASSEMENT RELATIF

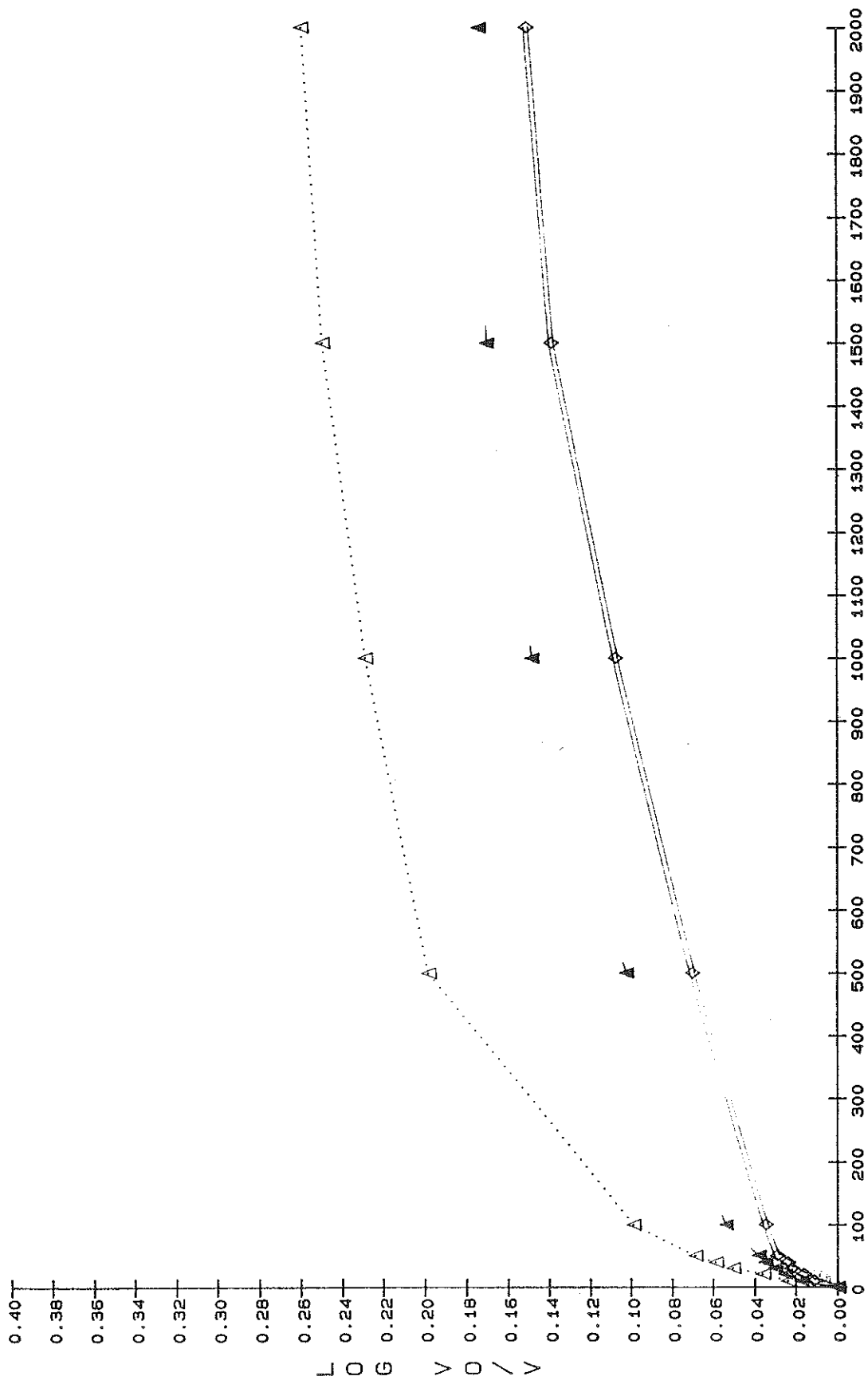
CINETIQUE DE TASSEMENT DES POUDRES DONT ON A ETUDIE LA COHESION



NOMBRE DE COUPS

ROUGE=GR1 ; JAUNE=GR2 ; BLEU=GR3 ; VERT=GR4 GRAPHIQUE II . 8

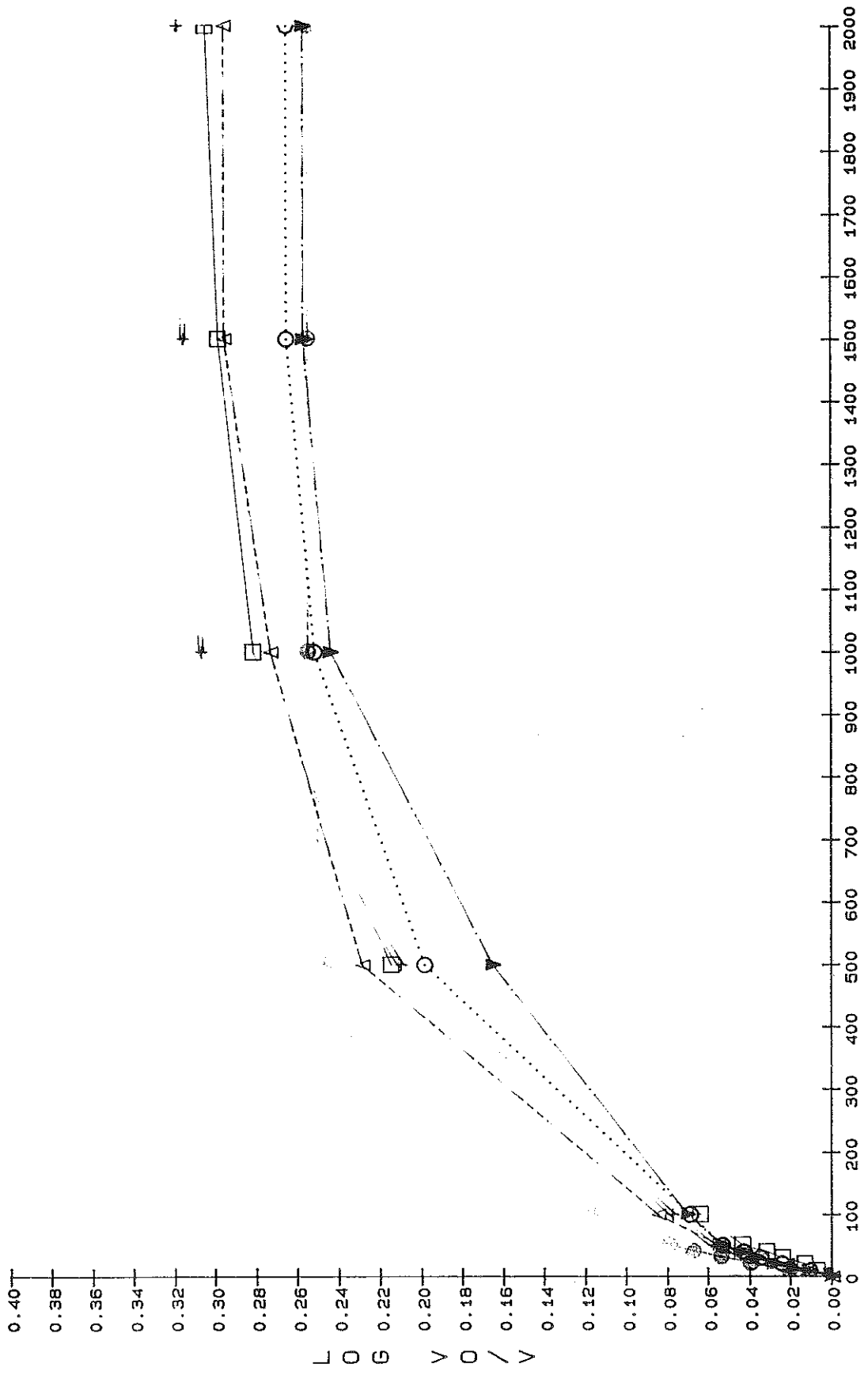
CINETIQUE DE TASSEMENT DES POUDRES DU GROUPE 3



NOMBRE DE COUPS

Nc > 2000 : 30 % < TT < 45 % GRAPH II.5 ANNEXE 1

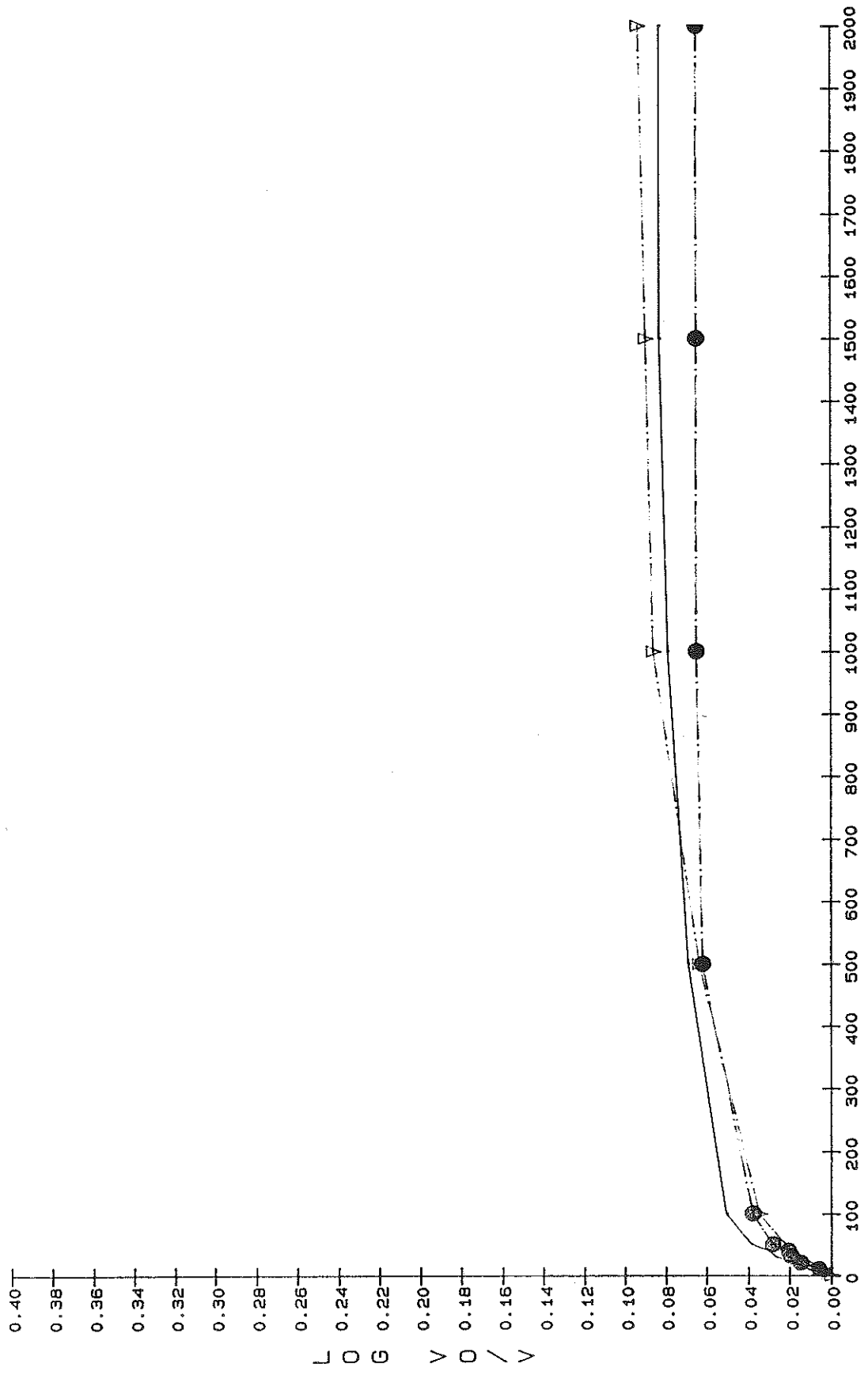
CINETIQUE DE TASSEMENT DES POUDRES DU GROUPE 4



B — □ —
 H — + —
 J — ○ —
 M — ▼ —
 X — △ —
 W — ● —

NOMBRE DE COUPS

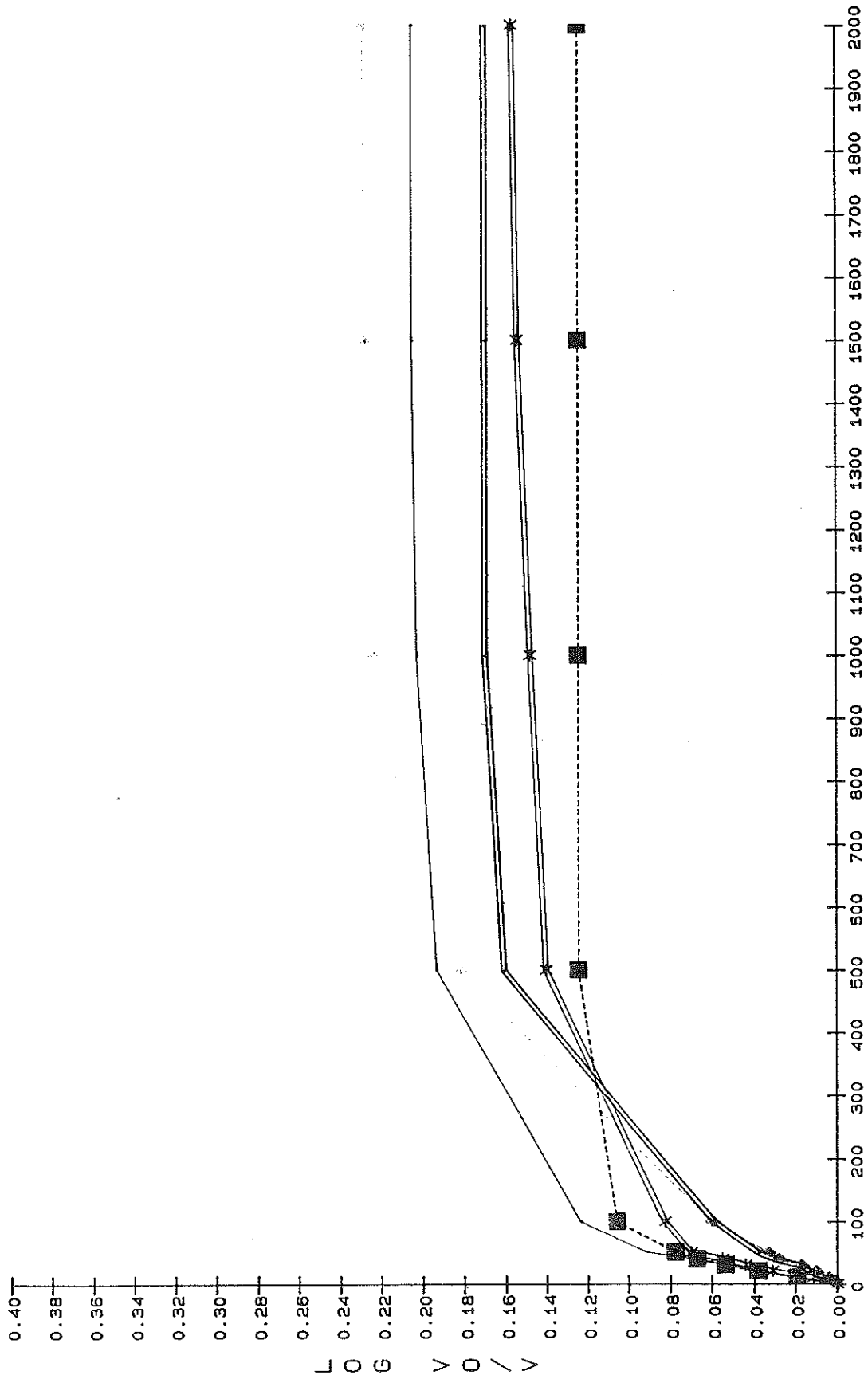
CINETIQUE DE TASSEMENT DES POUDRES DU GROUPE 2



NOMBRE DE COUPS

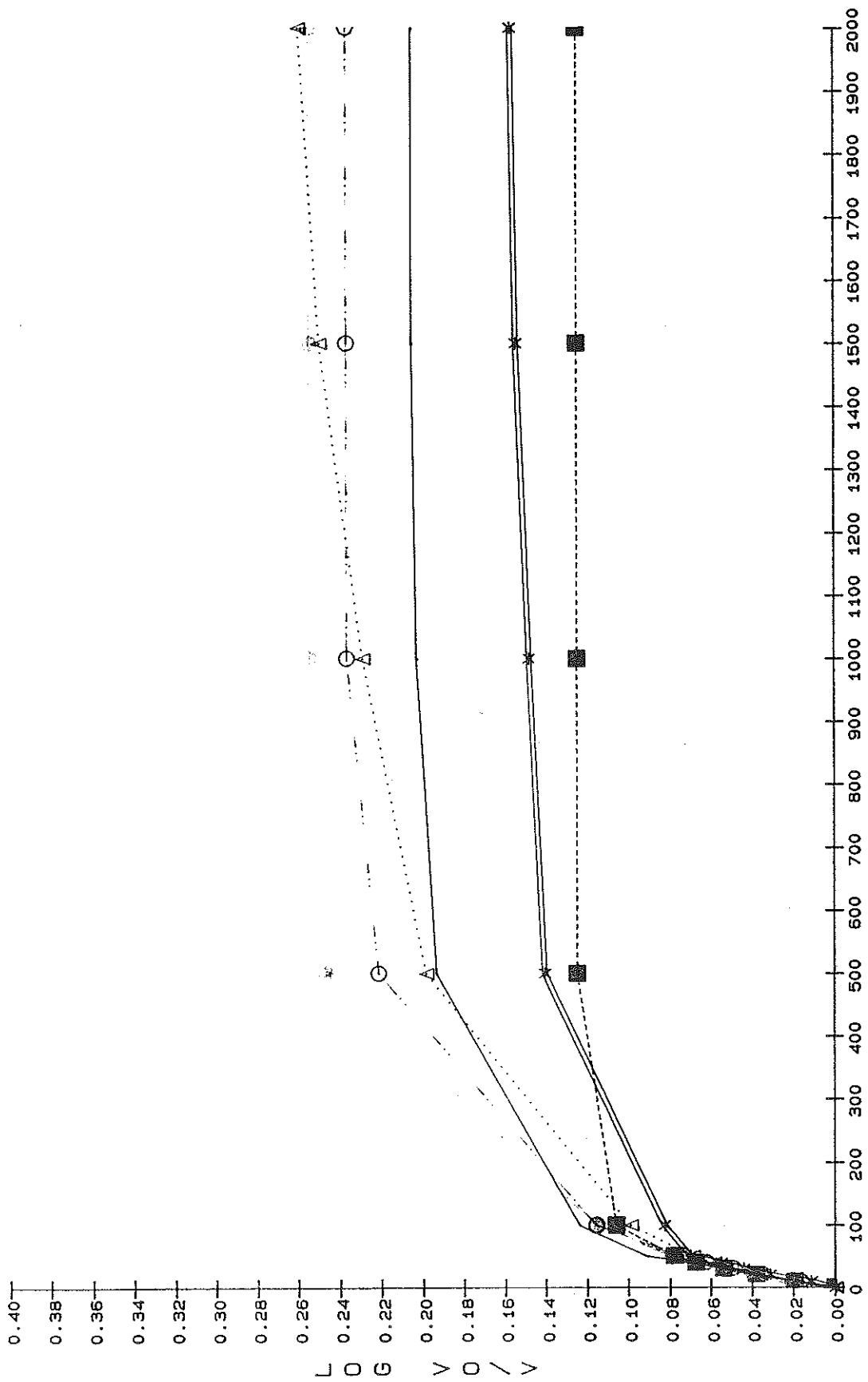
NC = 500 - 1000 : TT < 20 % GRAPH II.5 ANNEXE1

CINETIQUE DE TASSEMENT DES POUDRES DU GROUPE 1



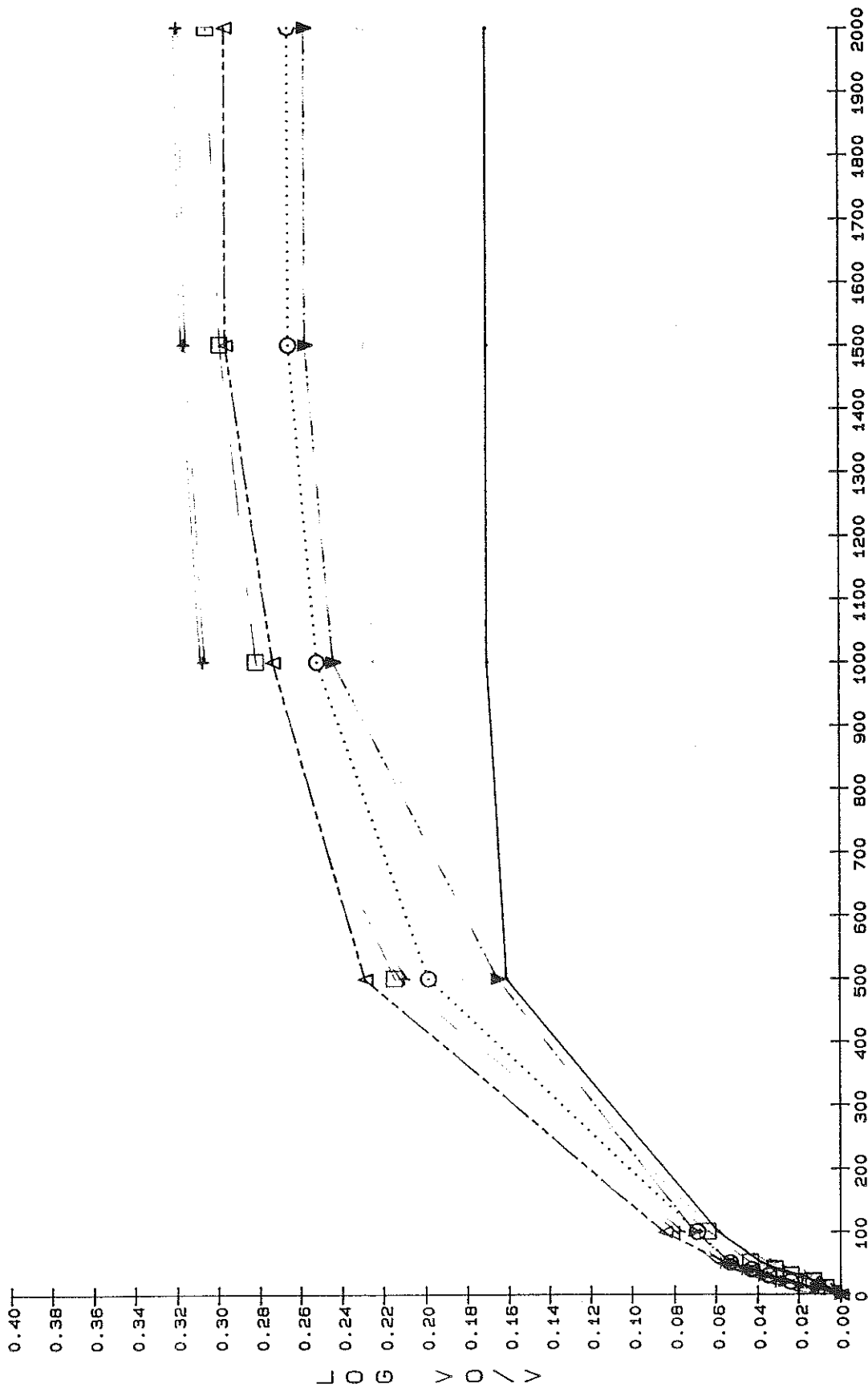
NOMBRE DE COUPS

PENTE SUPERIEURE A 30*10-4



NOMBRE DE COUPS

PENTE COMPRISE ENTRE 17*10-4 ET 30*10-4

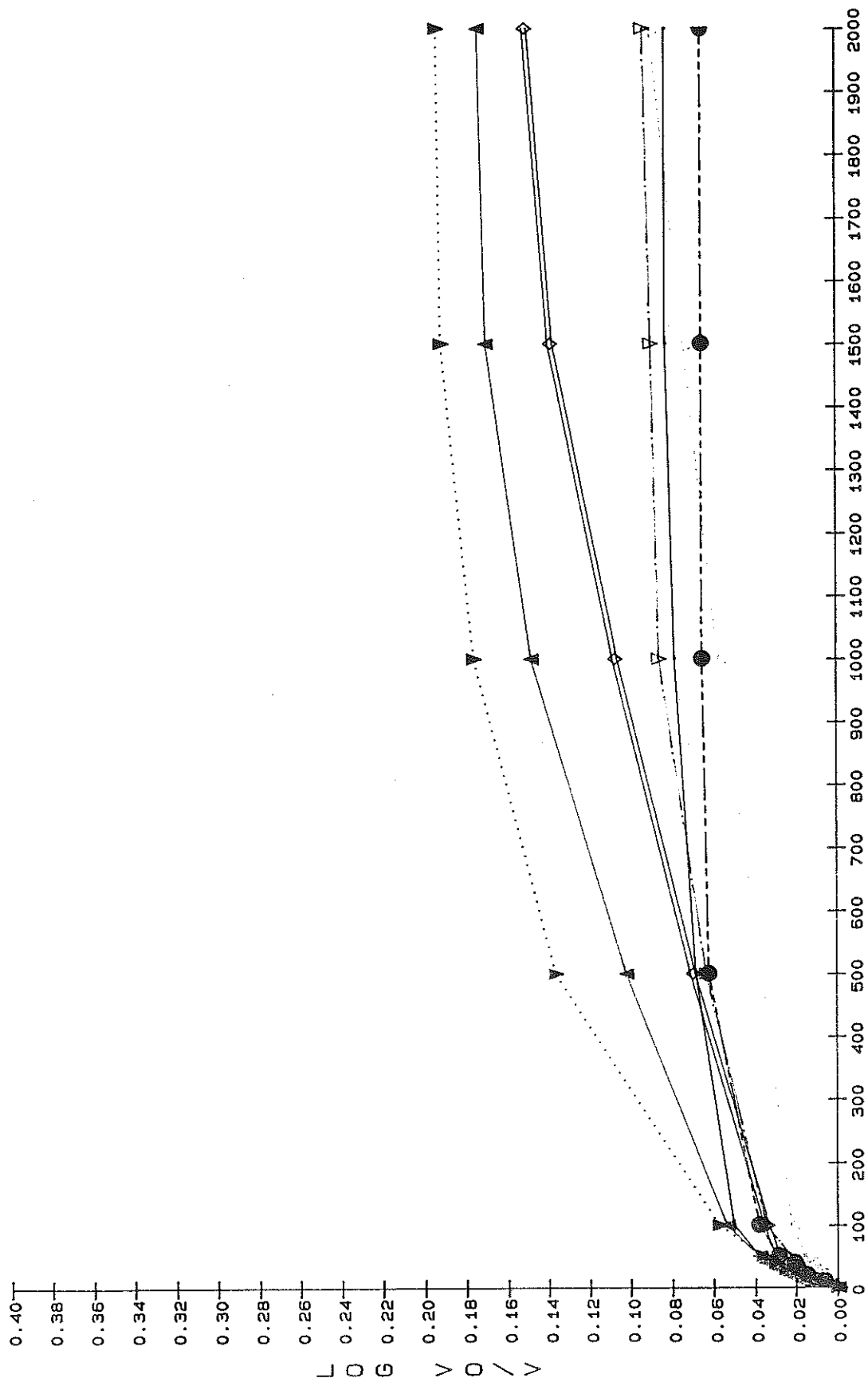


NOMBRE DE COUPS

CINETIQUE DE TASSEMENT

GRAPH II.2 ANNEXE 1

PENTE INFERIEURE A 17*10-4



NOMBRE DE COUPS

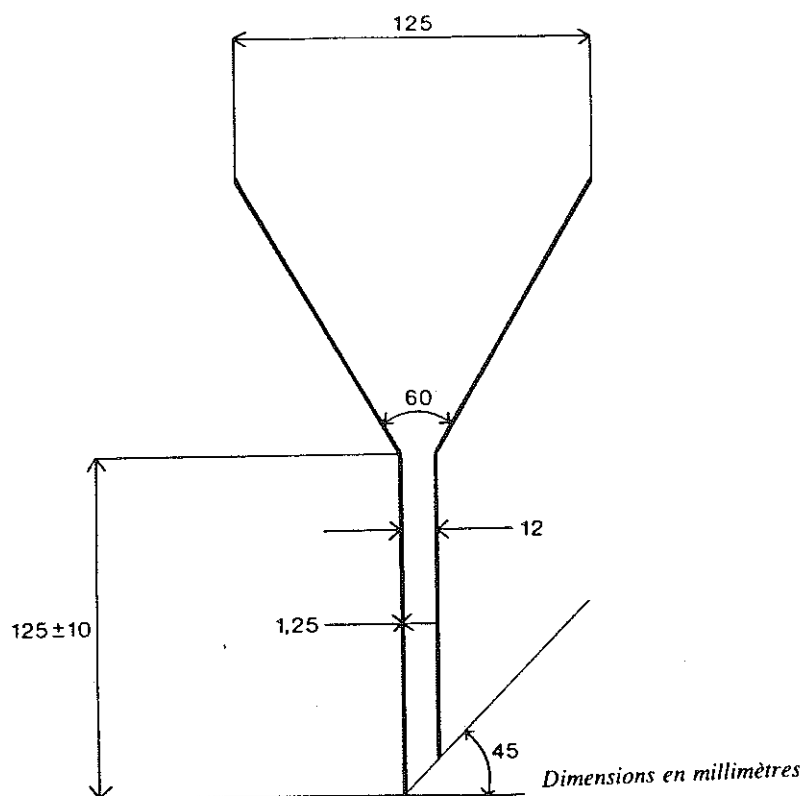
ANNEXE II

ESSAI D'ÉCOULEMENT

PHARMACOPÉE Française X^{ème} Ed

Cet essai est destiné à déterminer, dans des conditions définies, l'aptitude des solides divisés (poudres, granulés...) à s'écouler verticalement.

Appareillage. — L'appareil est constitué d'un entonnoir en verre (voir figure ci-après). L'entonnoir est maintenu verticalement par un dispositif approprié. L'ensemble doit être protégé des vibrations.



Mode opératoire. — Dans l'entonnoir sec, dont l'orifice d'écoulement a été préalablement obturé à l'aide d'un moyen approprié, introduisez sans tasser une prise d'essai de 100 g pesée avec une précision de 0,5 pour cent. En cas d'impossibilité, la prise d'essai doit être adaptée et sa masse précisée dans l'expression des résultats. Libérez l'orifice de l'entonnoir et mesurez le temps d'écoulement de la totalité de l'échantillon. Effectuez trois déterminations.

Expression des résultats. — L'aptitude à l'écoulement est exprimée en secondes et en dixièmes de secondes. Si la prise d'essai est inférieure à 100 g, faites figurer sa masse dans l'expression des résultats.

Le résultat peut être exprimé par :

- la moyenne de ces déterminations, à condition qu'aucune des valeurs individuelles ne s'écarte de plus de 10 pour cent de la valeur moyenne ;
- les deux valeurs extrêmes, si les valeurs individuelles s'écartent de plus de 10 pour cent de la valeur moyenne ;
- un temps infini si la totalité de l'échantillon ne s'écoule pas.

DÉTERMINATION DU VOLUME APPARENT

PHARMACOPEE Française X^{ème} Ed

Cet essai est destiné à déterminer, dans des conditions définies, les volumes apparents avant et après tassement, l'aptitude au tassement, ainsi que les masses volumiques apparentes des solides divisés (poudres, granulés ...).

Appareillage. — L'appareillage (voir figure ci-après) est constitué par :

- un appareil de tassement pouvant provoquer par minute 250 chutes + 15 chutes d'une hauteur de $3\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$. Le support de l'éprouvette, avec son dispositif de fixation, doit avoir une masse de $450\text{ g} \pm 5\text{ g}$;
- une éprouvette de 250 ml graduée tous les 2 ml dont la masse doit être de $220\text{ g} \pm 40\text{ g}$.

Mode opératoire. — Dans l'éprouvette sèche, introduisez sans tasser une prise d'essai M de 100 g pesée avec une précision de 0,5 pour cent. En cas d'impossibilité, la prise d'essai doit être adaptée et précisée dans l'expression des résultats. Fixez l'éprouvette sur son support. Lisez le volume apparent non tassé V_0 estimé à 1 ml près. Faites subir 10, 500 et 1 250 chutes et lisez les volumes correspondants V_{10} , V_{500} et V_{1250} , estimés à 1 ml près.

Expression des résultats. — Si la prise d'essai est inférieure à 100 g, faites figurer sa masse dans l'expression des résultats.

a) Volumes apparents :

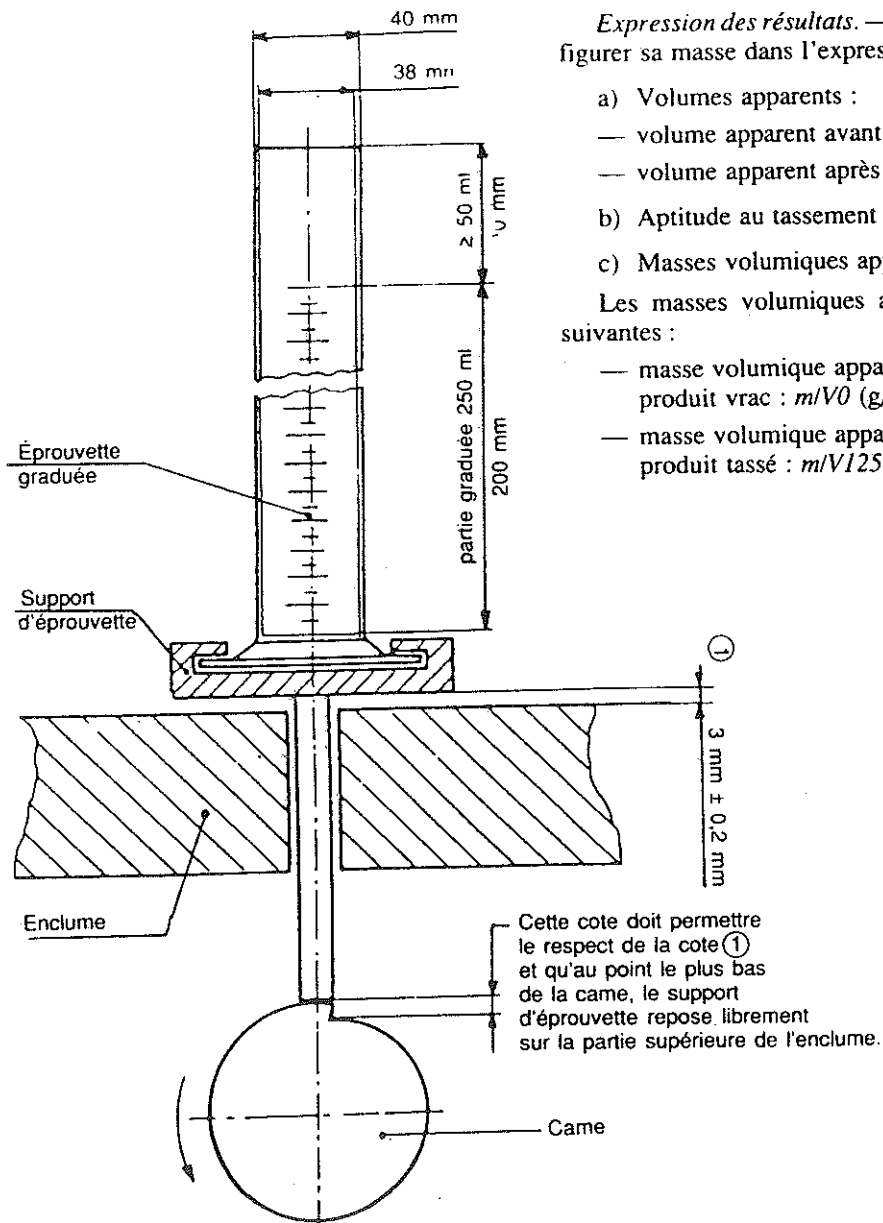
- volume apparent avant tassement ou volume vrac : V_0 (ml) ;
- volume apparent après tassement ou volume tassé : V_{1250} (ml).

b) Aptitude au tassement : différence $V_{10} - V_{500}$ (ml).

c) Masses volumiques apparentes :

Les masses volumiques apparentes sont données par les expressions suivantes :

- masse volumique apparente avant tassement ou masse volumique du produit vrac : m/V_0 (g/ml) ;
- masse volumique apparente après tassement ou masse volumique du produit tassé : m/V_{1250} (g/ml).



Procédure de tassement interne l'OREAL

Principe : Introduire dans une éprouvette graduée une quantité connue de poudre puis tasser dans les conditions fixées dans le mode opératoire.

La masse volumique apparente du produit tassé et non tassé est calculée en comparant la masse utilisée et le volume occupé avant et après tassement.

Matériel :

- Tamis de 200mm de diamètre et de 0.5 mm d'ouverture nominale de maille.
- Appareil de tassement pouvant provoquer 250 chutes par minute comprenant :
 - * une éprouvette graduée en verre de 250 ml NFB 35302 et de masse égale à 220 ± 40 g,
 - * un support pour l'éprouvette muni d'un pied et pesant 450 ± 5 g (si nécessaire, une éprouvette de mesure de volume et de masse différents peut être utilisée à condition que la masse totale de l'éprouvette et de son support reste égale à 670 ± 45 g),
 - * une came soulevant le pied du support, et de ce fait l'éprouvette mesure, une fois par révolution et tournant à la vitesse de 250 ± 15 tours minute,
 - * une enclure sur laquelle le pied mobile tombe d'une hauteur de 3 ± 0.2 mm
 - * un compteur destiné à indiquer le nombre de révolution de la came.
 - * un manchon destiné à guider le pied du support, et fait d'un métal provoquant un minimum de frottement.
- Balance précise à 0.1 g
- Etuve à $105^\circ \pm 2^\circ$

Répartition de l'échantillon

L'essai doit être effectué sur un échantillon représentatif de la poudre à étudier.

Le volume de cet échantillon doit être suffisant pour permettre la réalisation de 2 mesures (500 ml au minimum).

Homogénéiser avec soin l'échantillon.

Dans certains cas qui seront notifiés dans la spécification correspondante, après avoir homogénéisé l'échantillon, le faire passer sur le tamis et le sécher à $105^\circ \pm 2^\circ$ pendant 2 heures, puis le laisser refroidir dans un dessiccateur.

Mode opératoire

A l'aide d'un entonnoir, remplir l'éprouvette préalablement tarée, jusqu'à la graduation 250 par exemple, avec la poudre à étudier en évitant les poches d'air.

Rétablir l'horizontalité de la surface de la poudre.

Peser l'éprouvette ainsi remplie, la différence entre les 2 pesées indique la masse M de la poudre.

Bloquer l'éprouvette en contact direct avec son support et mettre l'appareil en marche.

Procéder par ensemble de 2 séries de 1250 chocs.

Pour chaque ensemble comparer les volumes occupés par la poudre à la fin de chacune des 2 séries.

Lorsque la différence entre ces deux volumes est inférieure à 2% du volume le plus important, noter ce dernier comme étant le volume après tassement, soit V en millilitres.

Expression des résultats

1/ Masse volumique apparente sans tassement :

$$\frac{M}{250}$$

M = masse en g de la prise d'essai prélevée sur la poudre préalablement séchée.

2/ Masse volumique apparente après tassement :

$$\frac{M}{V}$$

V = volume en ml obtenu après tassement comme indiqué dans le mode opératoire.

0 numero de formule	1 charge	2 pigment	3 nacre	4 liant	5 densité non tassée	6 densité tassée	7 variation de volume	8 taux de tassement	9 R H	10 coupelle
1	17.60	17.00	50.0	15.4	0.38	0.50	25	23.8	1.315789	H 1121
2	11.90	24.00	48.0	16.1	0.42	0.58	26	27.4	1.380952	H 1121
3	42.25	11.75	34.9	11.1	0.30	0.44	40	30.7	1.466667	H 1121
4	29.90	5.10	50.0	15.0	0.33	0.50	40	31.3	1.515152	TOE
5	20.00	30.00	40.0	10.0	0.33	0.45	32	26.6	1.363636	TOE
6	34.20	0.80	50.0	15.0	0.33	0.51	42	29.0	1.545455	DOE
7	43.45	11.75	34.8	11.0	0.26	0.32	30	19.0	1.230769	DOE
8	18.00	17.00	50.0	15.0	0.33	0.38	16	13.0	1.151515	TOE
9	33.60	1.90	50.5	14.0	0.40	0.55	28	28.0	1.375000	TOE
10	35.32	11.88	40.0	11.8	0.37	0.51	31	28.7	1.370370	H 1121
11	49.20	0.80	40.0	10.0	0.40	0.55	26	26.5	1.375000	H 1121
12	34.70	0.30	50.0	15.0	0.41	0.58	28	30.0	1.414634	H 1121
13	34.80	1.30	50.0	13.9	0.36	0.58	42	38.1	1.611111	H 1121
14	33.40	1.20	50.0	15.4	0.44	0.59	23	25.5	1.340909	H 210
15	47.90	1.00	40.0	11.1	0.36	0.53	35	31.8	1.472222	H 210
16	47.00	3.00	40.0	10.0	0.28	0.42	45	32.0	1.500000	TOE
17	34.95	0.05	50.0	15.0	0.52	0.71	20	26.3	1.365385	TOE
18	77.50	11.50	10.0	1.0	0.32	0.50	44	35.4	1.562500	TOE
19	56.00	3.40	30.0	10.6	0.47	0.64	23	27.0	1.361702	H 210
20	34.00	1.40	60.0	14.6	0.43	0.60	26	28.3	1.395349	H 1121
21	52.10	9.90	30.0	8.0	0.42	0.56	24	25.2	1.333333	DOE

0	11 M O	12 resultat	13	14 H	15 W	16 K	17	18 S	19	20	21
1	B	1	0.000	0.000	17.600	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	B	1	0.000	0.000	11.900	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	B	1	0.000	42.250	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	C	1	5.000	29.900	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	C	1	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	C	1	0.000	0.000	34.200	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	B	1	0.000	43.450	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	C	1	0.000	0.000	18.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	B	1	3.000	0.000	30.600	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	B	2	0.000	0.000	25.320	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	B	2	0.000	0.000	39.200	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	B	2	3.000	30.600	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	B	2	3.000	0.000	31.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	B	2	0.000	0.000	24.600	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	B	3	0.000	0.000	41.900	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
16	B	3	0.000	0.000	47.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
17	C	3	0.000	0.000	34.950	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
18	C	3	0.000	0.000	44.500	0.000	11.000	10.000	0.000	0.000	0.000
19	B	1	0.000	51.000	0.000	0.000	0.000	5.000	0.000	0.000	0.000
20	B	2	0.000	0.000	14.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
21	C	3	0.000	52.100	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Tableau 1

USINE A

0	14	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	
0	numero de	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
	formule												
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	6.000	3.000	8.000	0.000	0.000	0.000
2	17.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	7.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.650	11.100	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.100	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	11.100	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	7.000	0.000	0.650	0.000	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.100	0.000	0.800	0.000	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4.500	7.200	0.000	0.180
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.200	0.400	0.000	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.300	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.300	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	1.200	8.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000
16	1.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	2.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
17	0.000	0.000	0.000	0.000	0.050	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
18	0.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	11.000	0.000	0.000	0.000
19	1.500	1.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.400	0.000	0.000	0.000
20	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
21	0.000	0.000	0.000	0.000	4.700	0.000	0.000	4.000	0.000	1.200	0.000	0.000	0.000
1	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
13	0.000	0.000	20.000	0	0.000	30.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	3.75	0.000	0.000
15	0.000	0.000	10.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
16	0.000	0.000	10.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
17	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
18	0.000	0.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
19	0.000	0.000	20.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
20	0.400	10.000	0.000	0	0.000	15.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000
21	0.000	10.000	0.000	0	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.00	0.000	0.000

Tableau 1 (suite)

0 numero de formula	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	30.000	8.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	11.000	0.000	17.400	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	10.950	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	19.000	0.000	0.000	20.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	25.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
16	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	30.000	0.000	0.000	0.000	0.000
17	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000
18	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000
19	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	5.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
20	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
21	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4.000	0.000	0.000	0.000	6.000

0	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	20.000	0.000	17.400	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	6.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	12.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000
16	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
17	40.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
18	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
19	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
20	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
21	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	25	0.000	0.000	0.000	0.000

Tableau J (suite)

0 numero de formule	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79 P
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	20.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	6.50	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	40.000	0.000	0.000	0.00	15.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.00	10.000
6	0.000	0.000	50.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	15.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	6.45	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	10.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	15.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	40.000	0.000	0.00	14.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	21.25	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
16	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	10.000
17	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	15.000
18	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	1.000
19	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
20	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000
21	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	8.000

0	80	81	82	83	84	85	86
1	0.000	13.800	0.000	0.000	0.500	0.000	0.000
2	0.000	0.000	15.000	0.000	0.000	0.000	1.100
3	0.000	6.700	0.000	0.000	3.300	0.000	1.100
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.000	11.300	0.000	0.000	1.500	10.000	0.000
11	0.000	6.700	0.000	0.000	3.300	10.000	0.000
12	0.000	15.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.100
13	0.000	11.500	0.000	0.000	1.300	0.000	1.100
14	0.000	13.800	0.000	0.000	0.500	0.000	1.100
15	0.000	6.700	0.000	0.000	3.300	0.000	1.100
16	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
17	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
18	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
19	0.000	5.300	0.000	0.000	4.200	0.000	1.100
20	0.000	12.500	0.000	0.000	1.000	0.000	1.100
21	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Tableau 1 (suite)

0 numero de formule	1 charge	2 pigment	3 sucre	4 liant	5 densité non tassée	6 densité tassée	7 variation de volume	8 taux de tassement	9 R H	10 coupelle
1	47.45	2.55	40.0	10	0.30	0.45	43	33.00	1.500000	M 202
2	41.80	9.20	40.0	10	0.34	0.44	26	22.40	1.294118	M 202
3	53.10	0.90	36.0	10	0.50	0.70	19	24.05	1.400000	M 202
4	36.00	19.00	35.0	10	0.36	0.55	28	25.45	1.527778	M 202
5	53.80	0.20	40.0	6	0.50	0.65	19	23.75	1.300000	M 202
6	42.80	12.20	35.0	10	0.30	0.48	48	37.00	1.600000	M 150
7	44.83	10.17	35.0	10	0.48	0.66	22	26.80	1.375000	M 150
8	45.00	5.00	40.0	10	0.40	0.57	28	28.00	1.425000	M 150
9	46.50	3.50	40.0	10	0.30	0.45	38	28.80	1.500000	M 150
10	20.00	30.00	40.0	10	0.40	0.52	22	22.45	1.300000	M 150
11	44.72	0.28	45.0	10	0.37	0.54	35	32.00	1.459459	M 150
12	18.00	37.00	35.0	10	0.36	0.51	32	29.10	1.416667	M 202
13	41.50	8.50	40.0	10	0.37	0.45	20	18.52	1.216216	M 202
14	38.20	0.50	47.3	14	0.36	0.50	30	27.30	1.388889	M 202
15	77.50	11.50	10.0	1	0.31	0.48	46	36.00	1.548187	M 202

Tableau 2

0	11 M O	12 resultats	13	14 H	15 W	16 K	17	18 S	19	20	21
1	B	3	0.000	0.000	47.450	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	B	3	0.000	0.000	41.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	B	3	0.000	42.100	0.000	0.000	0.000	0.000	11.000	0.000	0.000
4	B	3	0.000	0.000	36.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	B	3	0.000	53.800	0.000	0.000	0.000	0.000	30.000	10.000	0.000
6	B	3	0.000	0.000	42.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	B	3	0.000	44.830	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000
8	B	3	0.000	0.000	45.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	B	3	3.000	0.000	43.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	5.000
10	B	3	0.000	0.000	17.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	B	3	0.000	0.000	44.720	0.000	3.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	B	1	0.000	18.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	B	1	0.000	0.000	41.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	5.000
14	B	1	3.800	0.000	32.500	0.000	1.900	0.000	0.000	0.000	0.000
15	C	1	0.000	0.000	44.500	2.000	11.000	10.000	10.000	0.000	0.000

USINE B

A PARTIR DE LA COLONNE 13 FIGURENT LES MATIERES PREMIERES

0 numero de formula	46	47	48	19	50	51	52	53	54	55	56
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	30.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	18.000
4	6.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	7.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	27.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	20.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	15.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	20.800	0.500	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000
0 1											
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	25.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	20.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.000	0.000	20.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Tableau 2 (suite)

0 numero de formule	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	6.000
6	0.000	8.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	20.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	10.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	14.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.000

0	81	82	83	84	85	86
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	10.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Tableau 2 (suite)

A PARTIR DE LA COLONNE 13 FIGURENT LES MATIERES PREMIERES

0 FORMULES	1 CHARGE	2 PIGMENT	3 MACRE	4 LIANT	5 DMT	6 DT	7 VOLUME	8 T T	9 R H	10 RESULTAT	11 M O
1	40.00	8.00	40.00	12.00	0.30	0.43	40.00	29.80	1.51	3.00	B
2	43.70	1.30	45.00	10.00	0.29	0.48	54.00	39.10	1.64	3.00	B
3	45.00	5.00	40.00	10.00	0.38	0.59	38.00	35.80	1.55	3.00	B
4	80.30	1.70	15.00	3.00	0.33	0.50	40.00	33.30	1.50	3.00	C
5	74.40	3.60	17.00	5.00	0.43	0.63	28.00	30.40	1.44	3.00	B
6	53.60	8.40	30.00	8.00	0.32	0.54	54.00	40.30	1.67	3.00	B
7	61.90	2.10	28.00	8.00	0.30	0.47	46.00	34.80	1.53	3.00	B
8	47.90	2.10	40.00	10.00	0.33	0.53	44.00	36.60	1.58	3.00	B
9	71.90	17.10	10.00	1.00	0.25	0.40	60.00	37.50	1.60	3.00	C
10	77.50	11.50	10.00	1.00	0.32	0.50	44.00	35.50	1.55	3.00	C
11	47.70	2.30	40.00	10.00	0.35	0.48	29.00	25.60	1.35	3.00	B
12	93.60	0.40	0.00	6.00	0.53	0.65	13.00	17.30	1.21	3.00	B
13	50.00	7.00	40.00	3.00	0.28	0.43	48.00	34.00	1.51	3.00	C
14	49.50	1.00	39.50	10.00	0.37	0.51	29.00	27.10	1.37	3.00	B
15	29.00	6.00	50.00	15.00	0.28	0.43	52.00	36.10	1.56	3.00	B
16	69.30	0.70	20.00	10.00	0.40	0.67	40.00	40.00	1.66	3.00	B
17	36.00	29.00	27.00	8.00	0.30	0.44	43.00	32.30	1.48	3.00	B
18	49.20	0.80	40.00	10.00	0.40	0.57	30.00	30.00	1.42	3.00	B
19	53.00	13.00	26.00	8.00	0.40	0.53	24.00	24.00	1.32	3.00	B
20	40.30	9.70	40.00	10.00	0.31	0.44	40.00	30.70	1.44	3.00	B
21	46.50	3.50	40.00	10.00	0.35	0.47	30.00	26.00	1.35	3.00	B
22	48.20	1.80	40.00	10.00	0.39	0.57	32.00	31.40	1.45	3.00	B
23	47.00	3.00	40.00	10.00	0.33	0.51	42.00	35.00	1.53	3.00	B
24	56.50	3.50	32.00	8.00	0.31	0.43	34.00	26.56	1.35	3.00	B
25	53.30	10.70	28.00	8.00	0.34	0.45	30.00	25.40	1.34	3.00	B
26	40.00	10.00	40.00	10.00	0.44	0.53	15.00	16.60	1.20	3.00	B
27	34.00	1.00	50.00	15.00	0.36	0.51	34.00	30.35	1.43	3.00	B
28	34.80	0.20	50.00	15.00	0.35	0.51	37.00	32.20	1.47	3.00	B
29	44.20	5.80	40.00	10.00	0.32	0.49	43.00	34.40	1.52	3.00	B
30	53.00	4.00	40.00	3.00	0.33	0.56	52.00	40.00	1.66	3.00	C
31	49.40	0.60	41.00	9.00	0.37	0.57	36.00	33.96	1.54	3.00	B
32	32.50	2.50	50.00	15.00	0.45	0.65	26.00	29.50	1.42	3.00	B
33	5.00	30.00	50.00	15.00	0.37	0.54	34.00	31.50	1.46	3.00	B
34	26.50	23.50	40.00	10.00	0.33	0.47	34.00	28.30	1.40	3.00	B
35	32.00	3.00	50.00	15.00	0.48	0.60	17.00	20.20	1.25	3.00	B
36	30.10	26.90	35.00	8.00	0.31	0.51	52.00	40.00	1.66	3.00	B
37	59.00	35.00	0.00	6.00	0.37	0.54	34.00	31.50	1.45	3.00	B
38	43.60	20.40	28.00	8.00	0.42	0.67	36.00	37.50	1.60	3.00	B
39	61.80	2.20	28.00	8.00	0.37	0.59	40.00	37.00	1.41	3.00	B
40	62.50	23.50	10.00	4.00	0.36	0.59	42.00	38.20	1.62	3.00	B
41	54.78	0.22	35.00	10.00	0.53	0.67	16.00	21.33	1.26	3.00	B
42	38.20	0.50	47.30	14.00	0.36	0.48	26.00	23.60	1.31	3.00	B
43	24.90	5.10	55.00	15.00	0.36	0.51	32.00	29.00	1.41	3.00	B
44	47.40	2.60	40.00	10.00	0.27	0.41	50.00	33.70	1.51	3.00	B
45	17.00	18.00	50.00	15.00	0.35	0.51	36.00	31.50	1.46	3.00	B
46	21.20	13.80	50.00	15.00	0.39	0.61	36.00	35.30	1.54	3.00	B
47	33.60	1.90	50.50	14.00	0.40	0.55	28.00	28.00	1.38	3.00	B
48	29.00	6.00	50.00	15.00	0.34	0.50	36.00	31.00	1.45	3.00	B
49	93.80	0.20	0.00	6.00	0.50	0.66	19.00	23.75	1.31	3.00	B
50	21.00	29.00	40.00	10.00	0.37	0.59	40.00	37.00	1.59	3.00	B
51	31.70	3.30	50.00	15.00	0.43	0.57	22.00	23.90	1.31	3.00	B
52	40.00	16.00	35.00	9.00	0.31	0.42	35.00	27.00	1.37	3.00	B
53	46.70	3.30	40.00	10.00	0.36	0.48	26.00	23.60	1.31	3.00	B
54	50.70	0.30	40.00	9.00	0.34	0.43	25.00	21.30	1.27	3.00	B

13 14 H

Tableau 3

USINE C

0 FORMULES

	LSW	JKK	JF	JPS	J9	20	22	23	24	25	26	27
1	40.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	43.70	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3	45.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	5.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
4	55.30	0.00	0.00	25.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.50	0.00	0.00	0.00
5	54.40	0.00	0.00	10.00	10.00	10.00	0.00	0.00	1.20	0.00	0.00	0.00
6	33.60	0.00	0.00	10.00	10.00	10.00	4.00	0.00	3.60	0.00	0.00	0.00
7	41.90	0.00	0.00	10.00	10.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
8	47.90	0.00	0.00	10.00	10.00	0.00	0.00	0.80	7.00	0.00	0.00	2.00
9	37.90	2.00	12.00	10.00	10.00	0.00	0.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	44.50	2.00	11.00	10.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.50	0.00	0.00
11	47.70	0.00	0.00	0.00	30.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	7.00	0.00	0.00	0.00	0.00
13	50.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
14	49.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
15	29.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	0.00	0.00	0.00
16	69.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
17	16.00	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	4.50	0.00	0.00	0.00	13.00	0.00
18	49.20	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	0.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
19	33.00	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	0.00	0.00	7.00	0.00	0.00	0.00
20	40.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21	46.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
22	48.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.80	0.00	0.00	0.00
23	47.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.80	0.00	0.00	0.00
24	36.50	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	0.00	0.00	2.00	0.00	0.00	0.00
25	33.30	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	2.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
27	34.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
28	34.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
29	44.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00
30	53.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
31	49.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
32	32.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	2.50	0.00	0.00	0.00	0.00
33	5.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	22.00	8.00	0.00	0.00	0.00	0.00
34	26.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	6.00	14.00	0.00
35	32.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.70	0.00	0.00
36	30.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.70	0.00	10.40	0.00	0.00	0.00
37	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	5.00	0.00	0.00	0.00
38	23.60	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	0.00	0.00	0.00	12.00	0.00	0.00
39	41.80	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
40	0.00	0.00	0.00	30.00	10.00	10.00	14.00	0.00	1.50	0.00	0.00	0.00
41	0.00	0.00	0.00	4.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
42	32.50	0.00	1.90	0.00	0.00	0.00	0.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
43	24.90	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	5.00	0.00	0.00	0.00	0.00
44	47.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
45	17.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	0.00	0.00
46	21.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	2.50	0.00	0.00
47	30.60	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
48	29.00	0.00	0.00	0.00	30.00	10.00	0.00	0.00	3.00	0.00	0.00	0.00
49	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
50	21.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
51	31.70	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
52	40.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	6.40	0.00	0.00	0.00	0.00
53	46.70	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	1.80	0.00	0.00	0.00	0.00
54	50.70	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

Tableau 3 (suite)

0 FORMULES

	18	19	30	31	33	34	35	38	38	40	41	42	44
1	0.00	0.00	3.00	5.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	0.00
2	0.00	0.00	0.20	1.10	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	25.00
3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.60	0.00	1.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
6	0.00	0.00	0.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
7	0.00	1.80	0.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
8	0.00	0.00	0.70	1.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
9	0.00	0.00	7.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	0.00	0.00	11.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
11	0.00	0.00	0.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
12	0.30	0.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
13	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
14	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
15	0.00	0.00	3.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	30.00
16	0.30	0.20	0.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
17	0.00	0.00	2.50	9.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
18	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.50	10.00	10.00	10.00	0.00	0.00	0.00	20.00
19	0.00	0.00	6.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	8.00	0.00	0.00	8.00	0.00
20	5.20	1.50	3.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21	2.00	1.20	0.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
22	0.00	0.00	0.40	0.00	0.00	0.60	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00
23	0.00	0.00	0.40	0.00	1.80	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00	0.00	0.00	0.00
24	0.00	0.00	1.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
25	0.00	0.00	0.70	8.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
27	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
28	0.00	0.00	0.10	0.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
29	1.80	0.00	3.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	31.00	0.00	0.00	0.00	0.00
30	0.00	0.00	4.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
31	0.00	0.00	0.00	0.00	0.60	0.00	8.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
32	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	50.00
33	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00
34	0.00	0.00	3.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
35	0.00	0.00	1.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00	0.00	0.00	0.00	0.00
36	0.00	0.00	7.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
37	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
38	4.20	0.00	4.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
39	1.80	0.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
40	0.00	0.00	4.00	4.00	0.00	0.00	17.60	0.00	0.00	4.80	0.00	0.00	0.00
41	0.22	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	5.20
42	0.00	0.00	0.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	25.00
43	0.00	0.00	0.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
44	1.60	1.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
45	8.00	0.00	7.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
46	9.00	0.00	0.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
47	1.10	0.00	3.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
48	0.00	0.00	3.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
49	0.00	0.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
50	0.00	20.00	9.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
51	1.20	1.70	0.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	50.00	0.00	0.00	0.00
52	0.00	0.00	9.60	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
53	0.00	0.00	0.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00
54	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.30	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

Tableau 3 (suite)

0 FORMULES

	89	17	48	49	90	50	91	52	55	56	92
1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
7	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
8	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
9	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
13	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
14	0.00	2.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00	0.00	0.00
16	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
17	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	7.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
18	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
19	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
22	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
24	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
25	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
27	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	40.00	0.00	0.00
28	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
29	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
31	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
32	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
33	0.00	32.00	8.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
34	5.00	0.00	0.00	0.00	21.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
35	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
36	0.00	0.00	0.00	0.00	17.50	17.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
37	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
38	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	28.00	0.00	0.00	0.00	0.00
39	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
40	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
41	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
42	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
43	0.00	0.00	10.00	0.00	20.00	0.00	0.00	12.60	0.00	0.00	0.00
44	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.50	0.00	0.00	0.00
45	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
46	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
47	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
48	0.00	0.00	0.00	25.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
49	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00
50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
51	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	14.00	0.00	0.00
52	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
53	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00
54	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00

Tableau 3 (suite)

0 FORMULES

	57	93	94	95	96	59	60	62	63	97	64
1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00	0.00	0.00	0.00
4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00	0.00	0.00	0.00
7	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
8	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	30.00	0.00	0.00	0.00
9	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
13	0.00	0.00	0.00	27.00	13.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
14	0.00	0.00	7.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	30.00	0.00	0.00	0.00	20.00
16	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
17	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
18	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
19	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	14.00	0.00	12.00	0.00	0.00
21	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	30.00	0.00	0.00	0.00	0.00
22	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	25.00	0.00
23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00	0.00
24	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
25	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	40.00	0.00	0.00	0.00
27	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
28	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
29	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	40.00	0.00	0.00
30	0.00	0.00	0.00	8.00	32.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
31	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00
32	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
33	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
34	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
35	30.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
36	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
37	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
38	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
39	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
41	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
42	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
43	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
44	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.00	0.00	0.00	0.00	0.00
45	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	30.00	0.00	0.00
46	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
47	15.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	22.00	0.00	6.50	0.00	0.00
48	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
49	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
51	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
52	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
53	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
54	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	0.00

Tableau 3 (suite)

0 FORMULES

	74	75	76	77	78	79	80
1	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	12.00	0.00
2	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	10.00	0.00
3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	0.00
5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	5.00	0.00
6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
7	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
8	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
9	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00
10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00
11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	6.00	0.00
13	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	0.00
14	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
16	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
17	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
18	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
19	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
21	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
22	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
24	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
25	0.00	28.00	0.00	0.00	0.00	8.00	10.00
26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
27	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
28	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
29	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	0.00
31	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	9.00	0.00
32	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
33	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00
34	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
35	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
36	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
37	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	6.00	0.00
38	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
39	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	8.00	0.00
40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	4.00
41	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
42	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	14.00	0.00
43	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
44	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
45	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
46	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
47	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	14.00	0.00
48	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00
49	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	6.00	0.00
50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
51	0.00	0.00	20.00	0.00	0.00	15.00	0.00
52	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	9.00	0.00
53	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00
54	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	9.00	0.00

Tableau 3 (suite)

0 FORMULES 1 CHARGE 2 PIGMENT 3 NACRE 4 LIANT 5 DNT 6 DT 7 VOLUME 8 T T 9 R H 10 RESULTAT 11 M O 12 13

55	30.60	4.40	50.00	15.00	0.38	0.44	16.00	15.10	1.17	3.00	B	0.00	0.00
56	51.00	4.00	35.00	10.00	0.33	0.54	38.00	34.00	1.65	3.00	B	0.00	51.00

0 FORMULES

55	30.60	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

0 FORMULES

55	2.50	1.50	0.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
56	2.00	2.00	0.00	0.00	0.00	0.00	15.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

0 FORMULES

55	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	10.00	0.00	0.00	5.00	9.10	0.00

0 FORMULES

55	0.00	22.70	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	18.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	5.00	0.00	0.00	0.00	0.00

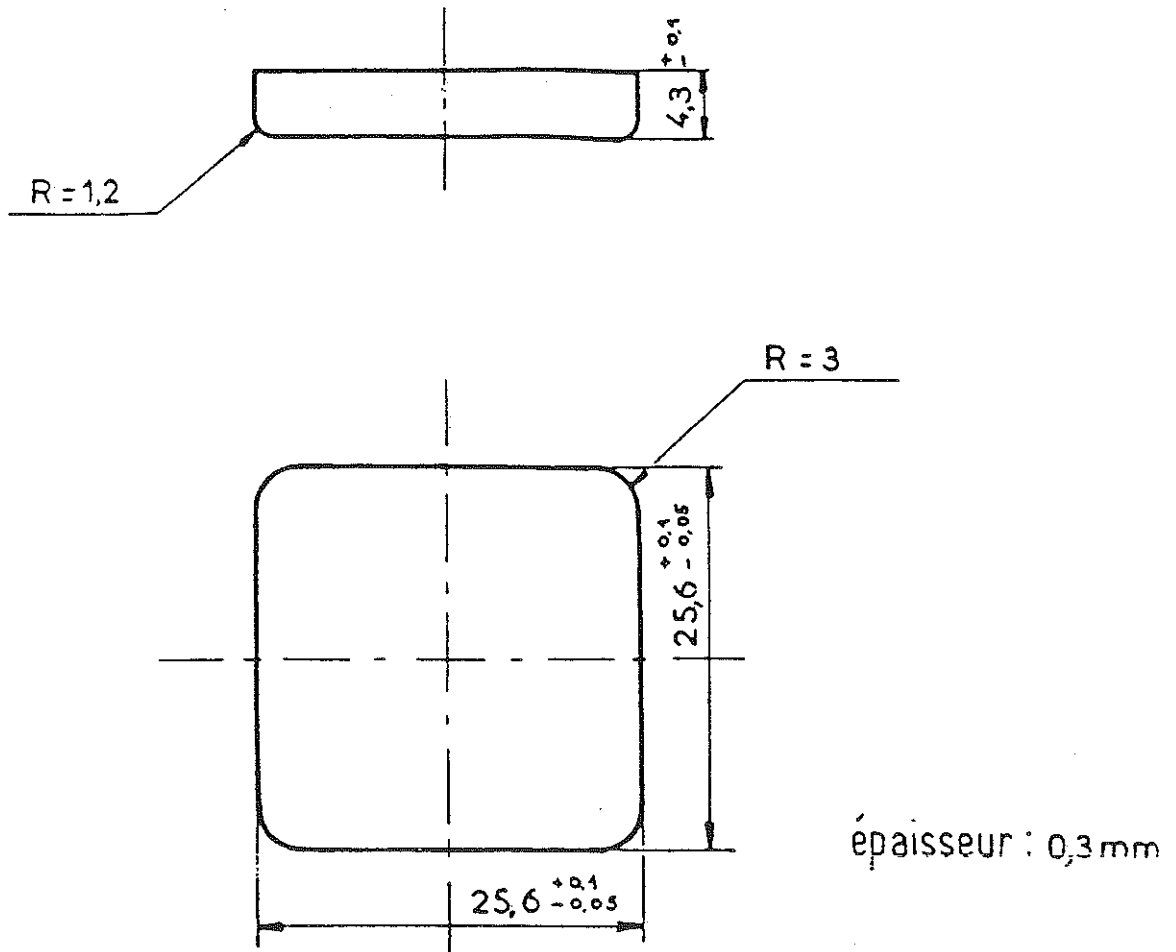
0 FORMULES

55	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

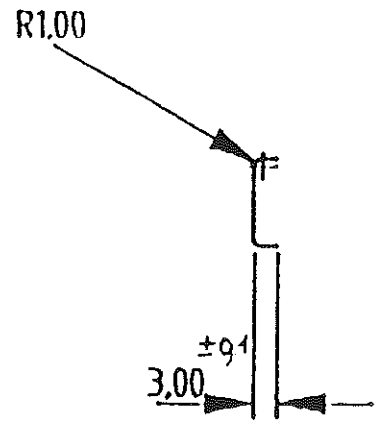
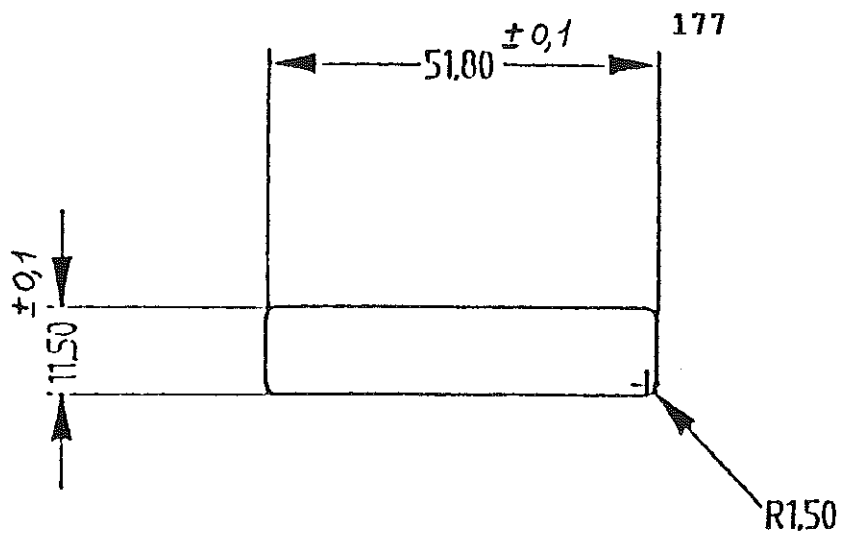
0 FORMULES

55	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
56	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

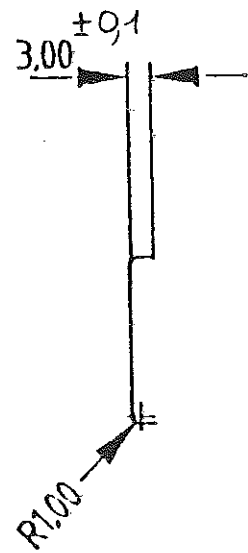
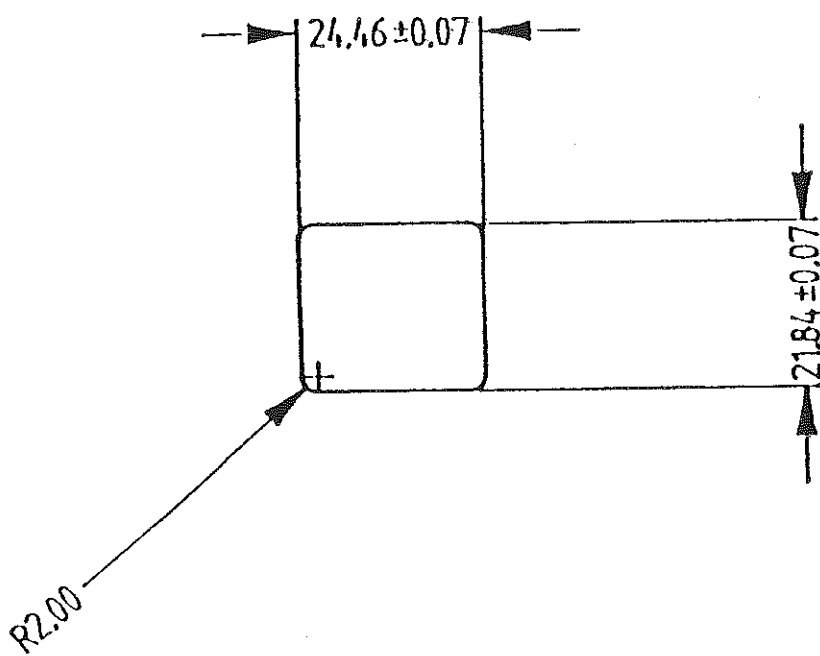
Tableau 3 (suite)



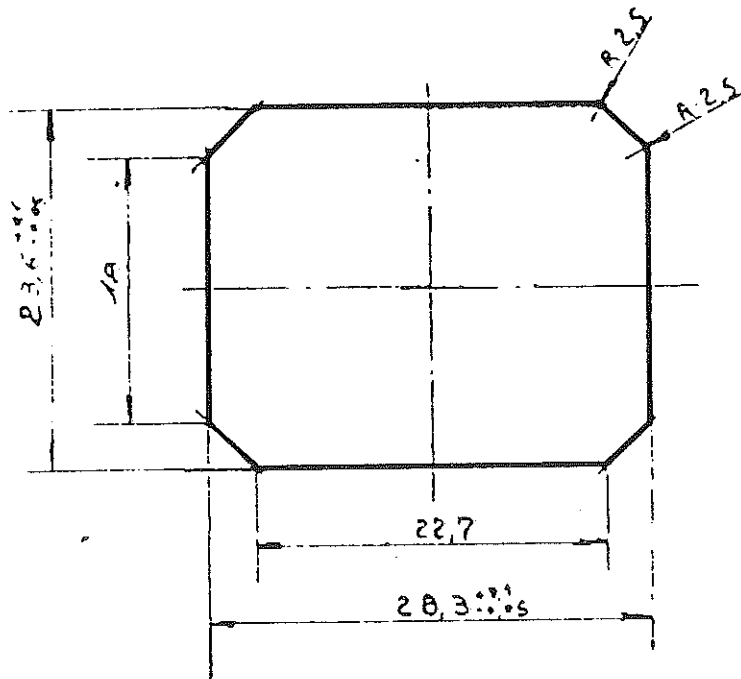
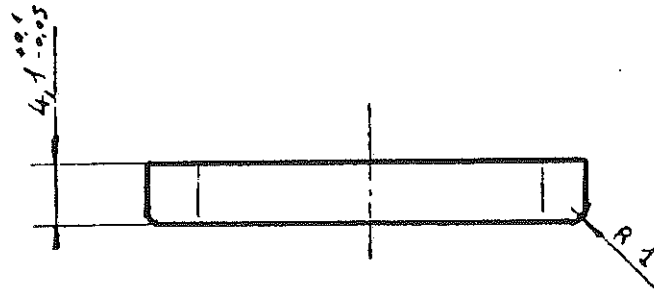
Coupelle H 131



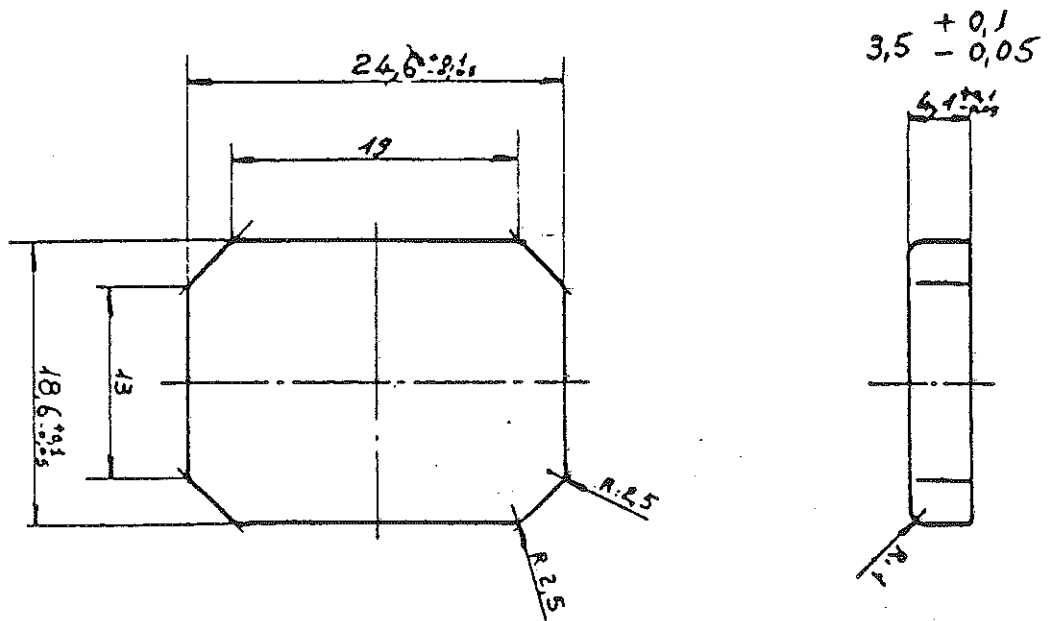
Coupelle H 210



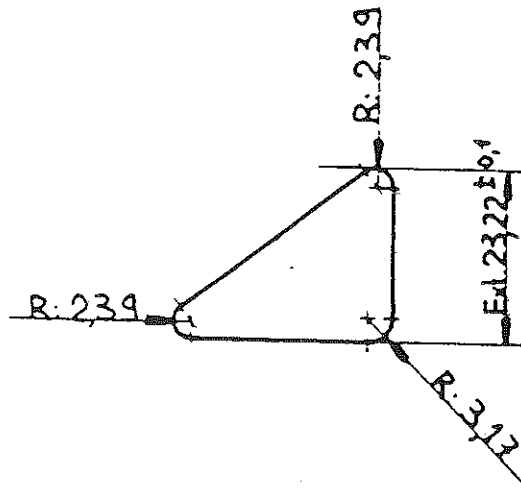
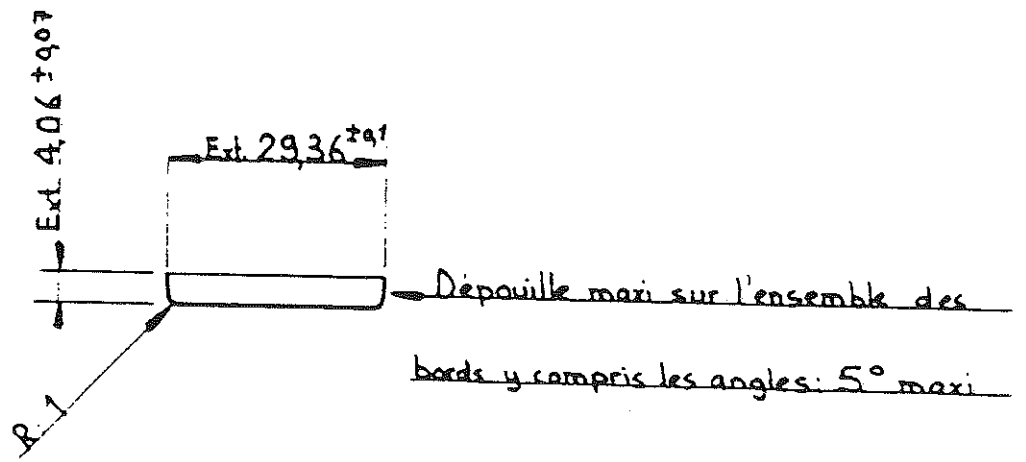
Coupelle H 1121



Coupelle DOE



Coupelle TOE



Coupelle H 202

TASSEMENT RELATIF ET POROSITE DES COMPACTS DE MATIERES PREMIERES

MP	RESULTAT	25.00	50.00	75.00	100.00	125.00	150.00	175.00	200.00	250.00
K	H MOY	4.41	3.53	3.21	3.01	2.84	2.77	2.72	2.70	2.69
	E-T ABS	0.02	0.02	0.04	0.04	0.02	0.01	0.02	0.02	0.08
	TR	0.80	0.84	0.86	0.87	0.87	0.88	0.88	0.88	0.88
	POROSITE	0.95	0.94	0.93	0.93	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92
	-logn	0.05	0.06	0.07	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.09
H	H MOY	4.22	3.70	3.30	3.10	2.88	2.89	2.75	2.74	2.57
	E-T ABS	0.02	0.12	0.05	0.03	0.02	0.08	0.03	0.07	0.04
	TR	0.67	0.71	0.74	0.76	0.77	0.77	0.78	0.79	0.80
	POROSITE	0.96	0.96	0.95	0.95	0.94	0.94	0.94	0.94	0.94
	-logn	0.04	0.04	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.06	0.07
J	H MOY	4.20	3.70	3.57	3.29	3.02	2.92	2.87	2.85	2.71
	E-T ABS	0.03	0.00	0.10	0.06	0.03	0.02	0.05	0.08	0.05
	TR	0.68	0.72	0.73	0.75	0.77	0.78	0.78	0.79	0.80
	POROSITE	0.97	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.95	0.95	0.95
	-logn	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05
B	H MOY	4.05	3.67	3.54	3.44	3.44	3.31	3.23	3.17	3.08
	E-T ABS	0.03	0.06	0.13	0.08	0.12	0.08	0.10	0.12	0.04
	TR	0.60	0.64	0.65	0.66	0.66	0.67	0.68	0.69	0.70
	POROSITE	0.98	0.98	0.98	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97
	-logn	0.02	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
D	H MOY	3.97	3.96	3.93	3.91	3.82	3.92	3.83	3.82	3.77
	E-T ABS	0.06	0.09	0.07	0.02	0.03	0.07	0.04	0.08	0.02
	TR	0.25	0.25	0.26	0.26	0.28	0.26	0.28	0.28	0.29
	POROSITE	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97	0.97
	-logn	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
F	H MOY	3.47	3.34	3.37	3.41	3.30	3.35	3.41	3.39	3.41
	E-T ABS	0.08	0.19	0.05	0.14	0.08	0.06	0.09	0.22	0.08
	TR	0.38	0.40	0.40	0.39	0.41	0.40	0.39	0.39	0.39
	POROSITE	0.94	0.94	0.94	0.94	0.94	0.94	0.94	0.94	0.94
	-logn	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06
G	H MOY	3.46	2.83	2.76	2.86	2.76	2.70	2.69	2.69	2.66
	E-T ABS	0.31	2.65e-03	0.27	0.01	0.01	0.04	0.01	3.28e-03	0.01
	TR	0.74	0.79	0.79	0.79	0.79	0.80	0.80	0.80	0.80
	POROSITE	0.93	0.92	0.91	0.92	0.91	0.91	0.91	0.91	0.91
	-logn	0.07	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09
T	H MOY	3.96	3.39	3.15	3.00	2.82	2.74	2.68	2.62	2.57
	E-T ABS	0.04	3.88e-03	9.34e-03	5e-03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.04
	TR	0.43	0.52	0.55	0.57	0.60	0.61	0.62	0.63	0.63
	POROSITE	0.95	0.94	0.94	0.94	0.93	0.93	0.93	0.93	0.93
	-logn	0.05	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08
W	H MOY	4.07	3.66	3.38	3.14	2.89	2.86	2.78	2.72	2.64
	E-T ABS	0.06	0.08	0.12	0.04	0.02	0.03	0.05	0.02	0.01
	TR	0.56	0.61	0.64	0.66	0.69	0.69	0.70	0.71	0.72

TASSEMENT RELATIF ET POROSITE DES COMPACTS DE MATIERES PREMIERES

MP	RESULTAT	25.00	50.00	75.00	100.00	125.00	150.00	175.00	200.00	250.00
N	POROSITE	0.95	0.95	0.94	0.94	0.93	0.93	0.93	0.93	0.92
	-logn	0.05	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08
N	H MOY	3.53	3.44	3.57	3.52	3.53	3.51	3.46	3.58	3.45
	E-T ABS	0.09	0.06	0.04	0.09	0.07	0.09	0.08	0.03	0.09
	TR	0.31	0.33	0.30	0.31	0.31	0.31	0.32	0.30	0.32
	POROSITE	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96
A	-logn	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
	H MOY	3.79	2.94	2.65	2.36	2.20	2.00			
A	E-T ABS	0.04	0.07	0.05	0.03	0.20	0.13			
	TR	0.76	0.82	0.83	0.85	0.86	0.87			
A	POROSITE	0.99	0.99	0.98	0.98	0.98	0.98			
	-logn	0.01	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02			

TABLEAU 14 ANNEXE 2

$H =$ Hauteur moyenne des compacts (mm)

TR = Tassement relatif

TASSEMENT RELATIF DES COMPACTS DE FARDS A PAUPIERES

FORMULE	RESULTAT	25.00	50.00	75.00	100.00	125.00	150.00	175.00	200.00	250.00
t	H MOY	4.21	3.82	3.40	3.29	3.13	3.02	2.95	2.88	2.80
	E-T ABS	0.03	0.07	0.17	6.24e-03	5.25e-03	0.04	0.02	0.02	0.02
	TR	0.63	0.66	0.70	0.71	0.73	0.74	0.74	0.75	0.75
H	H MOY	4.29	3.93	3.76	3.55	3.43	3.30	3.25	3.17	3.12
	E-T ABS	0.02	0.03	0.06	0.02	0.03	0.02	0.02	0.07	0.01
	TR	0.66	0.69	0.70	0.72	0.73	0.74	0.74	0.75	0.75
J	H MOY	4.39	4.18	3.92	3.53	3.33	3.20	3.10	3.04	2.93
	E-T ABS	0.02	0.08	0.13	0.04	0.03	6.79e-03	0.03	0.02	9.5e-03
	TR	0.61	0.63	0.66	0.69	0.71	0.72	0.73	0.73	0.74
D	H MOY	4.12	4.09							
	E-T ABS	0.03	0.07							
	TR	0.57	0.57							
N	H MOY	4.51	4.27	3.88	3.51	3.35	3.23	3.16	3.08	2.97
	E-T ABS	0.09	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	7.77e-03	0.02	0.01
	TR	0.58	0.60	0.63	0.67	0.68	0.70	0.70	0.71	0.72
t'	H MOY	3.89	3.43	3.14	2.93	2.81	2.72	2.65	2.59	2.52
	E-T ABS	0.04	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01
	TR	0.64	0.69	0.71	0.73	0.74	0.75	0.76	0.76	0.77
G	H MOY	3.98	3.50	3.21	2.98	2.88	2.77	2.70	2.67	2.58
	E-T ABS	0.01	0.04	0.02	3.62e-03	0.02	0.01	0.01	0.02	0.01
	TR	0.67	0.71	0.73	0.75	0.76	0.77	0.77	0.78	0.78
T	H MOY	3.61	3.24	3.06	2.89	2.78	2.68	2.64	2.58	2.55
	E-T ABS	0.04	0.02	0.01	0.03	0.02	0.02	0.03	0.01	0.02
	TR	0.60	0.64	0.66	0.68	0.69	0.70	0.71	0.71	0.72

TABLEAU ANNEXE 2

EVOLUTION DU VOLUME (ML) ET DU LOG VO/V DES FORMULES DE FARDS A PAUPIERES EN FONCTION DU NOMBRE DE TASSEMENTS

FORMULE	V0	V10	V20	V30	V40	V50	V100	V500	V1000	V1500	V2000
t	100 (0)	98 (1)	96 (1)	93 (1)	91 (1)	90 (1)	85 (1)	76 (2)	76 (2)	76 (2)	76 (2)
LOG VO/V	0.00	0.02	0.04	0.07	0.09	0.10	0.16	0.27	0.27	0.27	0.27
J	100 (0)	97 (1)	95 (1)	92 (1)	91 (1)	89 (1)	83 (1)	70 (1)	69 (1)	69 (1)	69 (1)
LOG VO/V	0.00	0.03	0.05	0.08	0.10	0.12	0.18	0.35	0.37	0.37	0.37
D	100 (0)	97 (1)	95 (1)	93 (1)	91 (1)	90 (1)	86 (0)	68 (1)	58 (0)	58 (0)	58 (0)
LOG VO/V	0.00	0.03	0.07	0.07	0.09	0.11	0.15	0.39	0.54	0.55	0.55
F	100 (0)	97 (0)	95 (0)	93 (1)	90.67	89 (1)	85 (0)	77 (1)	77 (0)	77 (0)	77 (0)
LOG VO/V	0.00	0.03	0.05	0.08	0.10	0.11	0.16	0.26	0.26	0.26	0.26
N	100 (0)	99 (1)	97 (1)	95 (1)	93 (1)	92 (1)	85 (1)	71 (1)	69 (1)	69 (1)	69 (1)
LOG VO/V	0.00	0.01	0.02	0.04	0.06	0.07	0.15	0.32	0.36	0.36	0.36
t'	100 (0)	98 (0)	94 (1)	92 (0)	90 (1)	89 (1)	84 (1)	77 (1)	77 (1)	77 (1)	77 (1)
LOG VO/V	0.00	0.02	0.06	0.08	0.10	0.12	0.17	0.26	0.26	0.26	0.26

TABLEAU 2 - ANNEXE 2 (ENTRE PARENTHESES FIGURENT LES ECART-TYPES)

EVOLUTION DU VOLUME (ML) ET DU LOG VO/V DES FORMULES DE FARDS A PAUPIERES EN FONCTION DU NOMBRE DE TASSEMENTS

FORMULE	V0	V10	V20	V30	V40	V50	V100	V500	V1000	V1500	V2000
G	100 (0)	98 (1)	96 (1)	94 (1)	93 (1)	91 (1)	87 (1)	80 (1)	80 (1)	80 (1)	80 (1)
LOG VO/V	0.00	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10	0.14	0.22	0.22	0.22	0.22
T	100 (0)	97 (1)	94 (0)	91 (1)	89 (1)	87 (1)	83 (1)	77 (1)	77 (1)	77 (1)	77 (1)
LOG VO/V	0.00	0.03	0.06	0.09	0.11	0.13	0.19	0.27	0.27	0.27	0.27

TABLEAU 2A - ANNEXE 2 (ENTRE PARENTHESES FIGURENT LES ECART-TYPES)

T A B L E D E S M A T I E R E S

TESTS RHEOLOGIQUES SERVANT A L'ETUDE DES POUDRES

1. CARACTERISTIQUES ANGULAIRES p.8
 - 1.1 Principe p.8
 - 1.1.1 Angle de repos p.8
 - 1.1.2 Angle dynamique p.11
 - 1.2 Domaine d'application p.13
2. CARACTERISTIQUES D'ECOULEMENT p.14
 - 2.1 Vitesse d'écoulement p.15
 - 2.1.1 Principes p.15
 - 2.1.2 Domaine d'application p.16
 - 2.2 Test de "Creep Compliance" p.17
 - 2.2.1 Principe p.17
 - 2.2.2 Réalisation p.18
 - 2.3 Cellule de cisaillement de JENIKE p.20
 - 2.3.1 Principe p.20
 - 2.3.2 Application p.21
3. CARACTERISTIQUES DE TASSEMENT p.22
 - 3.1 Principes p.23
 - 3.1.1 Densité non tassée p.23
 - 3.1.2 Densité tassée p.24
 - 3.2 Applications p.29
4. CARACTERISTIQUES DE COHESION p.32
 - 4.1 Méthode du plateau fendu p.33
 - 4.2 Viscosimètre à double cylindre p.35
 - 4.2 La cellule triaxiale p.36
 - 4.3 Test de compression simple p.37

ETUDE DE POUDRES PARTICULIERES

LES FARDS - A PAUPIERES

Première Partie : Généralités concernant les Fards à Paupières.

1. DEFINITION p. 41

2. COMPOSITION p. 41

2.1 Composition générale p. 41

2.2 Les grandes familles de constituants p. 41

2.2.1 Les produits de charge p. 41

* Les poudres minérales

* Les poudres organiques

2.2.2 Les agents liants p. 42

2.2.3 Les pigments p. 43

* Les pigments minéraux

* Les pigments organiques

* Les pigments nacrés

3. LES TECHNIQUES DE FABRICATION p. 44

3.1 Mélange des poudres p. 44

3.2 Calibrage p. 45

3.3 Fabrication des compacts p. 45

4. PROPRIETES DES FARDS A PAUPIERES p. 45

4.1 Propriétés cosmétiques P. 45

4.1.1 Coloration p. 45

4.1.2 Pouvoir couvrant P. 46

4.1.3 Pouvoir glissant p. 46

4.1.4 Adhéresion p. 46

4.1.5 Douceur et onctuosité P. 46

4.2 Propriétés physiques P. 47

4.2.1 Test de résistance à la chute P.

4.2.2 Dureté p. 47

4.2.3 Délitage p.47

4.3 Autres propriétés p.47

Deuxième Partie : Travaux Personnels

1. ENQUETE CONCERNANT LES PROBLEMES DE COMPACTAGE A L'USINE P. 51

1.1 Généralités p. 51

1.2 Problèmes rencontrés lors de la fabrication des fards à paupières P. 51-52

1.3 But de l'enquête usine p. 53

1.4 Recueil des données p. 54

1.4.1 Données fournies par les usines p.54

1.4.2 Données recueillies au laboratoire p. 56

1.4.2.1 Décomposition de la formule p. 56

1.4.2.2 La coupelle p. 57

1.4.2.3 Le mode opératoire de fabrication p.57

1.4.2.4 Données obtenues à partir du volumétre d'Engelsmann p. 57-58

1.4.2.4.1 Les procédures p. 58

1.4.2.4.2 Etude concernant la préparation de la poudre avant la mesure des densités p. 60

1.4.2.4.3 Données prises en compte à
partir du voluménoètre p. 64

1.5 Analyse statistique des tableaux p.65

1.5.1 Principe de l'analyse p. 65

1.5.2 Résultats de l'analyse p. 67

1.5.3 Discussion p. 69

1.5.4 Conclusion p.69

2. ETUDE DE L'APTITUDE A L'ECOULEMENT ET AU COMPACTAGE DES
MATIERES PREMIERES SEULES ET DE LEUR INFLUENCE DANS
DES FORMULES FINIES p. 75

2.1 Etude de matières premières seules p. 76

2.1.1 Matières premières étudiées p. 76

2.1.2 Etude des cinétiques de tassement à partir du
voluménoètre d'Engelsmann p. 79

- matériel
- mode opératoire
- résultats
- discussion

2.1.3 Etude de la cohésion p. 95

2.1.3.1 Partie expérimentale p. 95

2.1.3.1.1 Compactage des matières premières p.96

2.1.3.1.2 Mesure de la hauteur des compacts p. 98

2.1.3.1.3 Etude de la résistance à la pénétration p. 99

2.1.3.2 Résultats p. 102

2.1.3.2.1 Etude de la compressibilité des matières
premières p. 102

2.1.3.2.2 Etude de la résistance à la pénétration
des compacts p. 103

2.1.3.3 Discussion p. 104

2.1.4	<u>Conclusion</u>	p. 110
2.2	Etude de l'influence des matières premières sur le comportement final d'un vrac de poudre	p. 111
2.2.1	<u>Formule de fard à paupières étudiée</u>	p. 111
2.2.2	<u>Introduction des matières premières dans la formule</u>	p. 111
2.2.3	<u>Réalisation des tests sur ces vracs</u>	p. 113
2.2.3.1	Cinétiques de tassements	p. 113
2.2.3.2	Etude de la cohésion	p. 118
2.2.4	<u>Conclusion</u>	p. 124
2.3	Conclusion sur les matières premières	p.126
3.	<u>CONCLUSION</u>	p. 131

Stéphanie MAZEAU - Application de tests rhéologiques aux poudres cosmétiques.
p., ill., tabl.
Thèse Pharm. : LIMOGES : 1991 - N°

RESUME :

L'étude de matières premières pulvérulentes entrant dans la composition de fards à paupières, est réalisée à l'aide de deux tests rhéologiques. Le premier test utilise le volumétre de tassement d'ENGELSMANN. Il permet la réalisation de cinétiques de tassement. Le second test est une étude de la cohésion des compacts obtenus à partir des matières premières seules.

L'objectif est de pouvoir classer les produits par familles de comportements et de prévoir par la suite leur influence au sein d'un vrac de fards à paupières.

MOTS-CLES :

- POUDRES
- FARDS A PAUPIERES
- TESTS RHEOLOGIQUES
- ECOULEMENT
- COMPACTAGE
- CINETIQUES DE TASSEMENT
- COHESION
- FORMULATION

JURY :

Président : Mme le Professeur CHULIA

Juges : Mr le Professeur LEFORT DES YLOUSES
Mlle LECOMTE Ingénieur Chimiste

DATE DE SOUTENANCE :

25 SEPTEMBRE 1991