

Amélioration de la pompabilité d'un baume après-soleil

Introduction

De nombreuses crèmes cosmétiques sont des émulsions gélifiées. Ce sont des fluides rhéofluidifiants avec une contrainte seuil à l'écoulement. Ces matériaux ne s'écoulent que si une force suffisante, nommée contrainte seuil, leur est appliquée.

Un baume après soleil est un produit gélifié. Il doit présenter un caractère solide au repos, comme lorsqu'on forme une petite noisette de produit dans sa main ou sur la peau - en effet le produit ne doit pas couler sous son propre poids- mais il doit également montrer un caractère liquide lorsqu'on lui applique un cisaillement car on doit pouvoir l'appliquer facilement sur la peau. Il doit aussi pouvoir être pompé aisément de son flacon, voir dans certains cas sprayé.

La rhéologie permet de caractériser mais également d'anticiper le comportement physique des fluides dans toutes les conditions d'usage, que ce soit lors de leur stockage, lors du packaging, ou encore lors de leur utilisation.

Contexte et problématique

Un fabricant de cosmétiques rencontre un problème de restitution du produit avec des flacons/pompes de 400 mL. Le produit est un baume épais et consistant, qui s'épaissit dans le temps et vient à bloquer le mécanisme de la pompe. Une phase de reformulation du produit est en cours et le client souhaite obtenir une caractérisation du comportement des différentes formulations afin de sélectionner la meilleure reformulation pour solutionner le problème de pompabilité. L'objectif est donc de formuler un produit de texture semblable au produit de départ, mais qui puisse être pompé plus facilement, et qui reste stable aussi longtemps. La caractérisation rhéologique du comportement des différentes formulations (élasticité, seuil d'écoulement, propriétés d'écoulement, structuration) permettra de répondre à cette problématique.

Protocoles de mesure

Trois tests rhéologiques ont été effectués sur 5 formulations :

- Un test d'écoulement pour obtenir l'évolution de la viscosité et de la contrainte en fonction du gradient de cisaillement. Ce test a permis d'obtenir en particulier le **seuil dynamique de contrainte d'écoulement** des produits en appliquant aux courbes de contrainte un modèle dit « d'Herschel-Buckley ». Un fluide d'Herschel-Bulkley est un fluide non-Newtonien (viscoplastique) dont la loi de comportement, reliant la contrainte σ au taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, s'écrit de la façon suivante :

$$\begin{cases} \sigma = S + K\dot{\gamma}^n, & \text{si } \sigma > S \\ \dot{\gamma} = 0, & \text{si } \sigma \leq S \end{cases}$$

Avec S le seuil dynamique de contrainte à l'écoulement exprimé en Pa, K la consistance, équivalant à une viscosité en Pa.sⁿ et n l'indice de rhéofluidification.

- Un balayage en déformation (strain sweep), à une fréquence de 1 Hz, de 0,01 à 1000 % pour dégager les modules élastique et visqueux et les valeurs de $\tan(\delta)$ au plateau, ainsi que les valeurs de déformation, de contrainte et de module au crossover point. La contrainte au crossover point peut être assimilée à un **seuil de contrainte statique**.
- Un balayage en fréquence (frequency sweep), sous une déformation dans le domaine linéaire de 0,1 %, de 0,01 à 100 Hz pour dégager les valeurs de $\tan(\delta)$, des modules élastique G' et visqueux G'' , et les coordonnées d'un éventuel crossover point dans cette gamme de fréquences. **Le temps caractéristique t_c du crossover point**, qui peut être extrapolé, est assimilé à la durée de vie du produit.

Résultats

Le Tableau 1 ci-après présente l'ensemble des valeurs des paramètres collectées pour chaque échantillon, la formulation de base et les 4 reformulations, nommées A, B, C et D. Les paramètres sont définis dans le tableau 2.

En vert, pour chaque paramètre, la valeur se rapprochant le plus de l'objectif visé (optimisation de la pompabilité et texture la plus proche de la référence).

Paramètres		Produits				
		Référence	A	B	C	D
Strain sweep	G' (Pa)	3005	3090	2833	2145	2675
	G'' (Pa)	674,5	963,3	607,9	376,0	640,8
	τ_c (Pa)	264,8	149,2	268,4	277,1	128,2
	γ_c (%)	56,8	41,7	72,0	82,4	36,8
Frequency sweep	t_c (s)	2,8E+04	1,6E+05	3,1E+06	1,0E+06	3,8E+07
Ecoulement	S (Pa)	54,6	72,7	79,9	44,7	62,7
	K (Pa.s ⁿ)	36,6	35,1	75,6	66,5	23,4
	n	0,59	0,86	0,76	0,71	0,54

Tableau 1. Résultats des paramètres rhéologiques collectés.



Dénomination	Acronyme	Définition	Que veulent dire ces grandeurs?
Module élastique	G'	Composante élastique dans le domaine linéaire	Rigidité au repos, dureté, gainant
Module visqueux	G''	Composante visqueuse dans le domaine linéaire	Viscosité au repos, pâteux
Déformation statique à l'écoulement	τ_c	Contrainte à l'entrée en écoulement	Fermeté du produit, pompabilité statique sans agitation (repos total)
Contrainte statique à l'écoulement	γ_c	Déformation à l'entrée en écoulement	Déformabilité du gel, capacité à se déformer sans se détériorer (inverse de la fragilité)
Temps caractéristique	t_c	Temps caractéristique du produit, stabilité mécanique théorique	Durée de vie du produit, temps de stabilité avant modification structurelle
Contrainte seuil à l'écoulement dynamique	s	Force à appliquer au produit pour qu'il s'écoule. Force du gel.	Pompabilité du produit agité
Consistance	k	Viscosité globale, résistance du produit lors de l'écoulement.	Cohésion du produit
Indice de rhéofluidification dynamique	n	Taux de rhéofluidification globale (prend en compte la thixotropie et la déstructuration)	Capacité du produit à perdre son niveau de viscosité lors de l'écoulement et limiter les pertes de charges. Processabilité, facilité d'enduction

Tableau 2. Définition des paramètres.

Conclusion

Au regard des résultats, nous préconisons le produit D en substitution du produit de référence, et en second lieu le produit A. En effet, les caractéristiques microstructurales des produits A et D (G' , G'') sont proches du produit de référence. En particulier concernant le produit D, dont la pompabilité statique (τ_c) est deux fois meilleure car divisée par deux, avec une pompabilité dynamique (S) équivalente, et tout en gardant également une déformabilité élastique équivalente (γ_c). La stabilité mécanique est, elle aussi, largement augmentée (t_c) à une durée théorique de 1 an. L'indice de rhéofluidification, compris entre 0.5 et 0.6, traduit le degré de fluidification du produit sous cisaillement ; il est quasi identique entre le produit D et le produit de référence, de même que la consistance globale (K) du produit D. Ces valeurs garantissent ainsi la même texture que le produit de référence, de son stockage jusqu'à son application par le consommateur à plus fort taux de cisaillement.

Bilan

L'analyse des propriétés rhéologiques des produits cosmétiques permet de répondre à de nombreuses problématiques industrielles, qui peuvent être aussi bien liées à la formulation (choix des matières premières, contrôle de la texture, stabilité...), qu'à la fabrication industrielle (choix du procédé, calcul de pertes de charge...), le stockage des produits ou leur utilisation par le consommateur (prévision de leur comportement lors de leur prélèvement ou de leur étalement, corrélation avec des données sensorielles, etc.).