



JOURNÉES
FORMULATION
DE LA SOCIÉTÉ CHIMIQUE DE FRANCE



SUBSTITUTION ET REFORMULATION

Défis d'aujourd'hui
Produits de demain

<https://jf2021.utc.fr/>

29 NOVEMBRE
> 1^{ER} DÉCEMBRE 2021

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE
DE COMPIÈGNE (UTC) - FRANCE





JF2021

Introduction

Depuis la première édition, les Journées de Formulation de la Société Chimique de France se veulent une rencontre interdisciplinaire de tous les acteurs de la formulation (industriels, enseignants, chercheurs, étudiants) permettant de faire le point sur des sujets d'actualité scientifiques et techniques.

Cette 20^{ème} édition des Journées de Formulation de la Société Chimique de France se déroule aujourd'hui du lundi 29 novembre au mercredi 1^{er} décembre 2021 sur le campus de l'UTC à Compiègne, sur la thématique « Substitution et Reformulation : défis d'aujourd'hui, produits de demain ».

Comment le formulateur peut-il trouver des solutions pour éviter l'utilisation de certaines matières premières ? Comment faut-il repenser la conception d'un produit formulé quand un des constituants doit être remplacé ? Voici quelques-unes des questions qui seront abordées.

Ce rendez-vous sera l'occasion de mettre en avant la transversalité des outils, des méthodes et des compétences nécessaires dans toute démarche de substitution de matières premières et dans le travail de reformulation des produits et des matériaux qui en découlent, quels que soient les domaines d'activités.

Ces Journées de Formulation s'articuleront autour de cycles de conférences orales, de stands de partenaires exposants, de stands de démonstration de start-ups et de sessions posters, invitant à de nombreux moments d'échanges.

Cet événement est co-organisé par l'Unité TIMR (UTC-ESCOM), le GDR Cosm'actifs du CNRS, et le Groupe formulation de la SCF, en partenariat avec la SFR Condorcet et IAR – le Pôle de la Bioéconomie.

Alain DURAND et Stéphane UGAZIO
*Présidents successifs du Groupe Formulation
de la Société Chimique de France*

Audrey DRELICH
*Présidente du comité d'organisation
des Journées de Formulation 2021*



Partenaires

Les JF2021 bénéficient du concours financier de :



L'ORÉAL

Les JF2021 sont soutenues par :



Exposants



Comité scientifique



Claire ROSSI

*Présidente du Comité Scientifique
Directrice Adjointe de l'UTC
GEC, Université de Technologie de Compiègne
Compiègne, France*



Alain DURAND

*Directeur de l'ENSIC
LCPM UMR 7375, Université de Lorraine
Nancy, France*



Vianney FREVILLE

*EMEA Consumer Robustness R&D
J&J Santé Beauté France
Val-de-Reuil, France*



Erwann GUENIN

*Correspondant pour l'Agrégat Naturalité
TIMR, Université de Technologie de Compiègne
Compiègne, France*



Michel GRISEL

*Membre du GDR Cosm'actifs
URCOM - Université Le Havre Normandie
Le Havre, France*



Nicolas HUANG

*Membre du bureau du GDR Cosm'actifs
Institut Galien Paris-Saclay, Faculté de
Pharmacie, Université Paris-Saclay
Châtenay-Malabry, France*

L'ORÉAL

Joëlle HUYNH-EYSSAUTIER
*Laboratoire d'Analyse des Polymères et
Matériaux
L'ORÉAL R&I
Aulnay-Sous-Bois, France*



Emilie MUNNIER

*Membre du GRD Cosm'actifs
EA Nanomédicaments et Nanosondes,
Axe Innovation en formulation
et objectivation, UFR des Sciences
Pharmaceutiques, Université de Tours
Tours, France*



Cécile PAGNOUX

*Vice-présidente du Groupe Formulation
IRCER, UMR 7315, Université de Limoges
Limoges, France*



Isabelle PEZRON

*Directrice de l'Unité de Recherche
TIMR UTC-ESCOM
Université de Technologie de Compiègne
Compiègne, France*



Véronique RATAJ

*Directrice Adjointe du Laboratoire
UCCS UMR CNRS 8181
Membre du Groupe Formulation
Université de Lille
Lille, France*



Khashayar SALEH

*Responsable du groupe de recherche Interfaces
et Milieux Divisés
TIMR, Université de Technologie de Compiègne
Compiègne, France*



Jacky VANDEPUTTE

*Responsable Innovation Bioéconomie,
Directeur Scientifique R&D
IAR - Le Pôle de la Bioéconomie,
Barenton-Bugny, France*



Comité d'organisation



Audrey DRELICH

*Présidente du Comité d'Organisation
Membre du Groupe Formulation
TIMR, Université de Technologie de Compiègne
Compiègne, France*



**Enseignants-chercheurs
Equipe IMiD
TIMR UTC-ESCOM
Université de Technologie de
Compiègne**

Mohamed BENALI
Elias DAOUK
Mikel LETURIA
Alla NESTERENKO
Franco OTAOLA
Elisabeth VAN HECKE



**Personnels administratif et
technique
Département GPI
Université de Technologie de
Compiègne**

Bruno DAUZAT
Michaël LEFEBVRE
Christelle SNOECK
Céline THOMAIN



**Etudiants PROMO 2021-2022
Parcours M2 Génie des Produits Formulés
Mention Chimie
Université de Technologie de Compiègne**

Equipe START-UPS
Anne-Laure BITTEL
Clarisse LEDORTZ
Julie FEVRE
Amélie ROBERT



Equipe CONF'
Clémence BIENAIME
Marie FOSSEY
Maud HARTEEL
Thibault LANDUYT

Equipe COM'
Flora CHELOUAH
Juliette JOUSSET
Léa THIBERVILLE
Charlotte SOUPEZ

Equipe ACCUEIL
Emma BAPT
Anne SORITA
Camille PIBRE-AYARD



Programme Journées de Formulation 2021

Lundi 29 novembre 2021

13:00 - 14:00 Accueil		
Discours d'introduction <i>Modératrice : Audrey DRELICH</i>		
13:30	30 min	Christophe GUY (Directeur Général de l'UTC) & Claire ROSSI (Directrice Adjointe de l'UTC) Cécile PAGNOUX (Vice-Présidente du Groupe Formulation de la SCF)
Conférence inaugurale <i>Modérateur : Alain DURAND</i>		
14:00	C1	Jean-Marie AUBRY (ENSCL) « <i>Nouveau paradigme et nouveaux outils pour la formulation</i> »
Session 1a - Moteurs de la substitution <i>Modérateur : Alain DURAND</i>		
14:40	C2	Céline GODARD (L'OREAL) « <i>Différents moteurs de la substitution pour l'industrie cosmétiques : les réglementations, les nouvelles données environnementales</i> »
15:10	C3	Christine CHENE (ADRIANOR) « <i>Enjeux de reformulation dans le secteur alimentaire</i> »
15:40	20 min	Communications flash participants
16:00 - 16:20 Pause café		
Session posters et stands exposants		
Session 1b - Moteurs de la substitution <i>Modératrice : Véronique RATAJ</i>		
16:20	C4	Laurence COIFFARD et Céline COUTEAU (Fac. Pharma Nantes) « <i>Regard sur les cosmétiques : Recettes - maison, applications, les deux écueils à éviter</i> »
17:00	C5	Nathalie DARENE et Frédéric HUET (UTC) « <i>"Yukaïser" en toute confiance ?</i> »
17:30	C6	Laurianne GRESSIN (GENIALIS) et Hichem KICHOU (Univ. Tours) « <i>Développement et caractérisation d'émulsions sans tensio-actifs, pour des produits plus naturels et mieux tolérés</i> »
18:00	C7	Marine CORE-BAILLAIS (Pâtisserie Numérique) « <i>Applications de l'impression 3d alimentaire à la pâtisserie française</i> »
18:30 - 19:30 Cocktail de Bienvenue		
Session posters et stands exposants		



Scanner le QR code pour télécharger le programme



Programme Journées de Formulation 2021

Mardi 30 novembre 2021

08:30 - 09:00 Accueil		
Session 2a - Outils de substitution/reformulation, méthodes d'aide à la décision <i>Modératrice : Isabelle PEZRON</i>		
09:00	C8	Guillaume FAYET (INERIS) « <i>Les approches prédictives pour rationaliser la substitution</i> »
09:30	C9	François MAGNIN (CHEMLYNX) « <i>Les Paramètres de Solubilité de Hansen au Service de la Formulation - exemples des Peintures</i> »
10:00	C10	Emmanuelle ROQUES (ITERG) « <i>L'évaluation environnementale par ACV : un outil d'aide à l'écoconception des produits biosourcés</i> »
10:30	10 min	Flash exposants
10:40 - 11:00 Pause café		
Session posters et stands exposants		
Session 2b - Outils de substitution/reformulation, méthodes d'aide à la décision <i>Modératrice : Joëlle HUYNH-EYSSAUTIER</i>		
11:00	C11	Anne-Marie LHERITIER et Zeineb GHANEM (EBI) « <i>Substituer, formuler une démarche raisonnée</i> »
11:30	E1	Guillaume LEMAHIEU (FORMULACTION) « <i>Complete dispersing and stabilizing suspension properties assessment and prediction using Hansen Parameters</i> »
12:00	E2	Arnaud REMOND (KRÜSS) « <i>Optimising Automotive Coatings - the Balancing Act between Adhesion Energies, Interfacial Tensions, and Spreading Coefficients</i> »
12:30 - 14:00 Pause déjeuner		
Session participants - Communications orales courtes des participants sélectionnés <i>Modératrice : Emilie MUNNIER</i>		
14:00	P8	Cécile JOSEPH (ITERG) « <i>Valuation and use of plant-based powders as emulsion stabilizer</i> »
14:20	P2	Robin SICHLER (Université de Montpellier) « <i>Floating formulations of a biopesticide for sustainable mosquito control / Formulations flottantes d'un biopesticide pour une démoustication efficace</i> »
14:40	P5	Yancie GAGNON (UTC) « <i>Reformulation of vegetable oil microemulsions with bio-based surfactants</i> »
15:00	E3	Frédéric HOPPENOT (TA Instruments) « <i>Apports de l'analyse thermique dans l'étude des performances de différentes formulations</i> »
15:25	E4	Chakib ZAGHLOUL et Marion LINCKER (SANOFI) « <i>Concept et illustration d'une reformulation pour une indication à libération modifiée</i> »
15:50	10 min	Flash start-ups
16:00 - 16:20 Pause café		
Session 3 - Show-room des start-ups <i>Modératrice : Claire ROSSI</i>		
16:00	2 h	Le Papondu, Algama, Circul'Egg, WeLabCosmetic, Concours Ecotrophéa-équipe UTC
17:00 - 18:00 Session posters		
17:30 - 18:30 Réunion Groupe Formulation de la SCF		
19:30 - 22:30 Diner de Gala		



Programme Journées de Formulation 2021

Mercredi 1 décembre 2021

08:30 - 09:00 Accueil		
Session 4a - Défis, enjeux et retours d'expérience <i>Modérateur : Nicolas HUANG</i>		
09:00	C12	Cédric ERNENWEIN (SDP) « <i>Substitution des Amines de suif poly-éthoxylés utilisées comme adjuvants extemporanés et réduction des impacts environnementaux des préparations phytosanitaires</i> »
09:30	C13	Jean-Louis LANOISELLE (U. Bretagne Sud) « <i>Cas des bolus en médecine vétérinaire - Étude comparative de méthodes de suivi du délitement in vitro de bolus pour la nutrition animale</i> »
10:00	C14	Raphaëlle SAVOIRE (ENSCP) « <i>Extraction et mise en œuvre dans des formules de molécules biosourcées : défis et limites</i> »
10:30 - 10:50 Pause café		
Session posters et stands exposants		
Session 4b - Défis, enjeux et retours d'expérience <i>Modératrice : Cécile PAGOUX</i>		
10:50	C15	Karine LOYEN (ARKEMA) « <i>Chronique du Rilsan®, une gamme de polymères bio-ressourcés</i> »
11:30	C16	Stéphanie AMORY (MOLYDAL) « <i>Développement de lubrifiants techniques industriels verts - Substitution des bases pétrolières par des matières biosourcées</i> »
12:00	E5	Christophe SENCE (JRS) « <i>Fibres et hydrocolloïdes multifonctionnels et biosourcés comme alternative aux additifs synthétiques et pétrosourcés</i> »
12:30 - 14:00 Pause déjeuner		
14:00 - 15:20 Session 5 Table ronde <i>Animateur : Jacky VANDEPUTTE</i> <i>Animatrice : Joëlle HUYNH-EYSSAUTIER</i>		
Remise prix Poster Alain FOISSY		
15:20	20 min	Cécile PAGNOUX (Vice-Présidente du Groupe Formulation de la SCF) Roland RAMSCH (Formulation)
Mots de clôture		
15:40	20 min	Cécile PAGNOUX (Vice-Présidente du Groupe Formulation de la SCF) Audrey DRELICH (Présidente du comité d'organisation des JF2021)

C: Conférence
E: Exposant
P: Poster



Journées de Formulation 2021



Communications Orales



Nouveau paradigme et nouveaux outils pour la formulation



Jean-Marie AUBRY

Professeur émérite
Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille
(Institut Centrale Lille)

La formulation a pour rôle de combiner judicieusement des ingrédients actifs et des additifs afin de fournir un produit prêt à l'emploi répondant à un cahier des charges préétabli.

Cette opération, aussi ancienne que l'humanité elle-même, connaît de profondes mutations induites par deux mégatendances du 21^{ème} siècle : le « développement durable » et la « révolution numérique ». La première suscite de nouveaux défis scientifiques et techniques tandis que la seconde offre de nouvelles opportunités pour l'expérimentation, la prédiction et le traitement des données.

Les nouvelles attentes des « clients » (consommateurs ou industriels) et les réglementations de plus en plus contraignantes obligent les formulateurs à renoncer à des matières premières très performantes mais posant des problèmes de santé publique ou de risques pour l'environnement. Il en résulte la nécessité d'éco-concevoir de nouveaux ingrédients et de reformuler les formules devenues obsolètes en mettant à profit les nouveaux outils expérimentaux et conceptuels en « physico-chimie de la formulation » et en modélisation.

Pour illustrer cette démarche, trois problématiques en phase avec le thème du congrès seront discutées :

- Développement d'huiles carbonées cosmétiques comme substituts des silicones volatils [1,2]
- Comparaison de l'approche de Hansen et de COSMO-RS pour sélectionner les solvants [3,4]
- Evaluation du rapport Hydrophile-Lipophile des tensioactifs et de leur sensibilité à la température et à la salinité par les méthodes de la PIT-slope [5] et de la SPI-slope [6].

[1] Emollients – Structures Chimiques, Propriétés Physicochimiques et Sensorielles V. GOUSSARD, J.M. AUBRY, V. NARDELLO-RATAJ; *Techniques de l'Ingénieur* (2019) J3005

[2] New Machine-Learning Tool for Fast Estimation of Liquid Viscosity. Application to Cosmetic Oils V. GOUSSARD, F. DUPRAT, G. DREYFUS, V. NARDELLO-RATAJ, VERONIQUE; J.-M. AUBRY *J. Chem. Inf. Model.* (2020) 60, 2012

[3] Hansen approach versus COSMO-RS for predicting the solubility of an organic UV filter in cosmetic solvents A. BENAZZOUZ, L. MOITY, C. PIERLOT, V. MOLINIER, J.M. AUBRY; *Coll. Surf. A* (2014), 458 (1), 101

[4] A "top-down" in silico approach for designing ad hoc bio-based solvents: application to glycerol-derived solvents of nitrocellulose; L. MOITY, V. MOLINIER, A. BENAZZOUZ, V. GERBAUD, J.M. AUBRY; *Green Chem.* (2016), 18, 3239

[5] Determining the Preferred Alkane Carbon Number (PACN) of nonionic surfactants using the PIT-slope method J.F. ONTIVEROS, C. PIERLOT, M. CATTE, J.L. SALAGER, J.M. AUBRY; *Coll. Surf. A* (2018) 536, 30-37

[6] The Salinity-Phase-Inversion method (SPI-slope): A straightforward experimental approach to assess the hydrophilic-lipophilic-ratio and the salt-sensitivity of surfactants; G. LEMAHIEU, J.F. ONTIVEROS, T. GAUDIN, V. MOLINIER, J.M. AUBRY; *J. Coll. Interf. Sci.* Accepted for publication



Enjeux de reformulation dans le secteur cosmétique



Céline GODARD

Sustainable innovation manager
L'OREAL

En cosmétique, les laboratoires de formulation ont pour objectif principal de développer des formules innovantes et performantes, d'imaginer de nouvelles routines de beauté. Toutefois, une partie de leur temps est accaparé aujourd'hui par la reformulation. Ces reformulations sont la conséquence de différents facteurs : bien évidemment les évolutions réglementaires du fait de nouvelles données scientifiques (Réglementation cosmétique ainsi que d'autres réglementations telles REACh en Europe), mais aussi les engagements propres des industriels, notamment par rapport à leurs objectifs de protection de l'environnement ou encore les évolutions des souhaits/besoins des consommateurs.

Ces reformulations sont un véritable challenge : comment répondre à la même efficacité, la même sensorialité avec d'autres ingrédients (s'ils existent) ou d'autres briques fonctionnelles ; comment prendre en charge les conséquences de ces changements : reformulation spécifique en fonction des pays, nouveau dossier d'efficacité, de sécurité, nouveau dossier réglementaire pour mise sur le marché ou enregistrements...

Quelques exemples spécifiques seront abordés pour mieux appréhender les tenants et aboutissants de ces reformulations pour les industriels.



Enjeux de reformulation dans le secteur alimentaire



Christine CHENE

Directrice de l'ADRIANOR
Centre de Ressources Technologiques agroalimentaire

La formulation d'un produit alimentaire doit répondre à des objectifs sanitaires, organoleptiques et nutritionnels depuis toujours. Mais au fil des ans, des crises sanitaires et scandales alimentaires, tout comme la diffusion de messages de santé publique et les considérations environnementales conduisent à reformuler bon nombre de produits.

Ainsi, les principaux axes de reformulation des aliments concernent l'amélioration nutritionnelle et la rassurance des consommateurs. En matière de composition nutritionnelle, la reformulation vise à un meilleur positionnement selon des systèmes d'information nutritionnelle comme le Nutri-Score® et cherche à accompagner la transition alimentaire vers moins de protéines animales. Quant à la rassurance, il s'agit de répondre aux attentes de transparence et de naturalité exprimées par les consommateurs en limitant l'usage de substances controversées (additifs, intrants chimiques ou marqueurs dits d'ultra-transformation) et en garantissant l'origine (géographique, pratiques agricoles, d'élevage, ...) des ingrédients utilisés. Finalement, l'enjeu majeur de la reformulation des produits alimentaires est bien d'aboutir à un compromis entre ces objectifs qui pourrait être qualifiée de formulation raisonnée et un produit qui reste satisfaisant aux plans sensoriel et économique.



Recettes - maison, applications, les deux écueils à éviter



Laurence COIFFARD

Professeur

Faculté de Pharmacie — Université de Nantes.

Lab. de Pharmacie Industrielle et de
Cosmétologie



Céline COUTEAU

Maître de Conférences HDR

Faculté de Pharmacie — Université de Nantes.

Lab. de Pharmacie Industrielle et de
Cosmétologie

Le XXI^e siècle a de quoi nous surprendre. Prenant le contre-pied de ce qui est pratiqué depuis des siècles, cette ère nouvelle place le néophyte au sommet de la pyramide du savoir, ce savoir étant fortement entaché de croyances ne reposant sur aucune base scientifique.

Pourtant, jusqu'à présent, ce sont les experts qui, au travers d'ouvrages cosmétiques (recueil de recettes, formulaires), se sont chargés de transmettre à la population générale les informations scientifiques concernant des produits à la frontière entre la beauté et la santé. Les médecins, les pharmaciens, les sages-femmes, en particulier, se sont, de l'Antiquité jusqu'à nos jours, passionnés au sujet des cosmétiques livrant aux personnes en capacité de les lire des formules aussi variées que des produits de maquillage, des produits raffermissants, des produits capillaires, des produits à usage bucco-dentaire...

Au XXI^e siècle, les experts n'ont plus la cote. Les réseaux sociaux, les applications sont les nouveaux lieux privilégiés par toute une frange de la population en quête de bons plans cosmétiques, en quête de sécurité (de nombreux ingrédients étant pointés du doigt à tort). Les fake-news cosmétiques sont légion et sont véhiculées avec une rapidité extrême (en un simple clic !) touchant au passage un public de plus en plus large. Il semble bien, en effet, qu'il existe une relation inversement proportionnelle entre vérité scientifique et importance du public touché.

La formulation cosmétique est à la fois un art et une science. Formuler un bon produit nécessite donc à la fois du talent et de l'expertise. En voulant s'affranchir de cette expertise le consommateur prend des risques pour sa santé. Avec l'exemple des produits de protection solaire et d'usage bucco-dentaire, il est facile de montrer les erreurs commises par les blogueurs beauté et/ou par les applications. C'est ce que nous nous proposons de faire au cours de cette conférence en montrant l'inanité des solaires maison (des solaires ne renfermant parfois aucune molécule filtrante), l'inanité des dentifrices maison (des dentifrices ne renfermant jamais de sels fluorés).



« Yukaïser » en toute confiance ?



Nathalie DARENE

Enseignante-chercheur

Université de Technologie de Compiègne
Unité de Recherche COSTECH
(Connaissance, Organisation
et Système TECHnique)



Frédéric HUET

Maître de conférence

Université de Technologie de Compiègne
Unité de Recherche COSTECH
(Connaissance, Organisation
et Système TECHnique)

Yuka est la plus populaire des applis alimentaires, on se met à yukaïser ses produits comme à googler de l'information. Basée sur les données ouvertes Open Food Facts, elle affirme sa dimension citoyenne, son souhait de transparence, et garantit son indépendance vis-à-vis des producteurs / distributeurs grâce à un modèle économique basé sur une gratuité sans publicité.

Les scandales sanitaires dans l'IAA ont altéré l'image des marques et accru la perception de risque alimentaire. Pour les consommateurs, Yuka semble être un outil d'aide à la consommation détaché des prescriptions de ces marques. Sa Simplicité d'usage et son évaluation indépendante expliquent sa diffusion rapide dans notre quotidien numérique. Les producteurs et distributeurs ne peuvent plus ignorer ce « pouvoir prescripteur ». Nouveau levier de promotion de leurs produits et/ou nouvelle boussole dans leur stratégie produits, Yuka transforme l'action des entreprises (reformulation des recettes, nouveaux ingrédients...).

La question de la confiance en cette appli est ainsi fréquemment évoquée. Mais qu'est-ce qu'agir « en confiance » au travers d'une appli ? Selon nous, une activité se fait « en confiance » lorsqu'elle est engagée malgré une irréductible incertitude. Nous ne traiterons ainsi pas la confiance comme mécanisme de réduction d'incertitude, mais plutôt comme un registre d'action en incertitude. A bien des égards, Yuka laisse ouverte la problématique de la fiabilité de l'information et de son interprétation, sans pour autant freiner son usage. Nous tenterons donc d'éclairer ce registre d'action ne relevant ni de la « naïveté », ni de l'assurance.



Développement et caractérisation d'émulsions sans tensio-actifs, pour des produits plus naturels et mieux tolérés



Laurianne GRESSIN

Responsable département Recherche et
Formulation
GENIALIS



Hichem KICHOU

Doctorant
EA NanoMédicaments & NanoSondes,
Faculté de Pharmacie -Université
de Tours

Les tensioactifs (TA) sont largement utilisés pour stabiliser les émulsions cosmétiques. Ces ingrédients sont controversés à cause de leur tolérance cutanée limitée et de leur origine synthétique. Ils continuent d'être intégrés aux produits finis faute d'alternative mais aussi parce qu'ils sont susceptibles de favoriser la pénétration des actifs. L'entreprise GENIALIS innove en proposant des procédés de formulation des émulsions comportant une étape d'exposition ultrasonore permettant de les stabiliser sans TA [1]. L'EA6295 NMNS apporte son expertise bioanalytique afin d'évaluer l'impact de ce nouveau procédé d'une part sur la physico-chimie de l'émulsion et sur sa stabilité, d'autre part sur son potentiel à véhiculer des actifs cosmétiques de diverses polarités dans la peau [2].

Mots-clés : stabilisation ultrasonore, émulsion, cosmétique, pénétration cutanée

[1] Kaci M, et al. *Ultrason Sonochem.* 21:1010-7, 2014.

[2] Miloudi L et al., *J Biophotonics.*, 11:1-12, 2018.



Applications de l'impression 3d alimentaire à la pâtisserie française



Marine CORE-BAILLAIS

Fondatrice
La Pâtisserie Numérique

A la Pâtisserie Numérique, nous développons depuis 3 ans des outils de fabrication additive sous un angle applicatif pour les professionnels de la gastronomie. Quels sont les challenges de formulation quand on veut rentrer dans les cuisines des grands chefs pâtisseries français ? Quelles applications les intéressent ? Quels gestes peut-on remplacer efficacement par les imprimantes ?



Les approches prédictives pour rationaliser la substitution



Guillaume FAYET

Responsable d'Etudes et de Recherche
Direction des Risques Accidentels
INERIS

Face aux préoccupations énergétiques et environnementales actuelles, le développement de produits plus sûrs et plus propres et la substitution des substances préoccupantes représentent des défis majeurs pour l'industrie. Ce contexte concerne une grande diversité de produits chimiques et d'applications et encourage des innovations tant au niveau des produits et des matières premières que des procédés impliqués.

En complément de ces moyens expérimentaux, l'INERIS a développé des modèles de relations quantitatives structure-propriété (QSPR) pour la prédiction des propriétés physico-chimiques de diverses familles de produits chimiques comme les amines, les peroxydes organiques, les liquides ioniques ou les tensioactifs. Ces modèles basés sur des corrélations entre les structures moléculaires des produits chimiques et leurs propriétés sont notamment recommandés, dans le cadre du règlement européen REACH, comme une des alternatives possibles aux tests expérimentaux.

De telles méthodes représentent également des outils de criblage pour sélectionner les molécules ou formulations présentant les meilleures performances dans leurs applications tout en limitant leurs propriétés dangereuses (comme l'inflammabilité ou l'explosivité) pour le développement de produits plus sûrs (dans une approche safety-by-design) ou à des fins de substitution.

Ces modèles permettent ainsi de rationaliser au mieux le recours aux essais en priorisant les efforts de recherche sur des molécules candidates à plus fort potentiel et en prenant en compte au plus tôt dans les phases de développement les dangers associés aux nouvelles substances et mélanges.



Les Paramètres de Solubilité de Hansen au Service de la Formulation des Peintures



François MAGNIN

Expert Consultant
Paints & Coatings and Solvents
chez CHEMLYNX

Le remplacement de solvants, et plus généralement le travail de reformulation d'une peinture, peut s'avérer complexe et occasionner de nombreux problèmes. Dans ce contexte, les paramètres de solubilité de Hansen peuvent s'avérer un outil puissant pour le formateur. Avec 3 paramètres caractérisant chaque molécule et une manipulation simple, ils permettent de quantifier le principe du « like dissolves like » et offrent la possibilité de prédire les comportements. Le choix d'un plastifiant ou l'analyse d'un système liant-pigment-solvant ne sont que quelques exemples de leur application.



L'évaluation environnementale par ACV : un outil d'aide à l'écoconception des produits biosourcés



Emmanuelle ROQUES

Chef de projet Environnement
et Eco-industries
chez ITERG

La mise en place de réglementations ou de labels répondant aux attentes des consommateurs en matière d'impacts environnementaux et sanitaires incite progressivement les industriels de la chimie à décarboner leur production et à se tourner vers des matières premières renouvelables à la place des matériaux génériques pétrosourcés. Les produits biosourcés pour la chimie et les matériaux sont des produits industriels non alimentaires obtenus à partir de matières premières renouvelables issues de la biomasse. En substituant les matières premières fossiles utilisées, la chimie du végétal contribue à réduire la dépendance aux ressources fossiles et améliorer l'empreinte environnementale des produits et procédés selon différentes catégories d'impacts environnementaux, en particulier le changement climatique.

L'écoconception des produits et des procédés vise à « intégrer des aspects environnementaux dans la conception et le développement de produits » (norme ISO 14062). L'Analyse de Cycle de Vie (ACV) est une méthode d'évaluation reposant sur une « compilation et évaluation des intrants, extrants et des impacts environnementaux potentiels d'un système de produits au cours de son cycle de vie » (norme ISO 14040). En proposant une évaluation environnementale multicritère sur l'ensemble du cycle de vie du système de produit, cette méthode représente aujourd'hui l'un des outils les plus aboutis pour accompagner les industriels dans l'écoconception de leurs produits ou de leurs procédés.

L'utilisation de matériaux biosourcés pour l'industrie est associée à des aspects environnementaux spécifiques qu'il est possible d'intégrer dans l'évaluation par ACV, en particulier le stockage du carbone biogénique dans la biomasse. Toutefois, l'évaluation environnementale des produits biosourcés est confrontée à certains freins méthodologiques, en particulier lorsqu'il s'agit de réaliser une comparaison avec des références pétrosourcées dont la production repose sur des procédés avec des degrés de maturité et d'optimisation nettement supérieurs.



Substituer, formuler une démarche raisonnée



Anne-Marie PENSE-L'HERITIER

Enseignante-chercheur HDR
Ecole de Biologie Industrielle
Pôle Formulation et Sensoriel



Zeineb GHANEM

Enseignante-chercheur
Ecole de Biologie Industrielle
Pôle Formulation et Sensoriel

Afin de formuler et/ou substituer efficacement et durablement, il est nécessaire en premier lieu de comprendre les attentes des consommateurs. En deuxième lieu, un processus de conception en adéquation avec le cahier des charges est envisageable. Ce processus doit intégrer une démarche raisonnée permettant de limiter le nombre, le temps et le coût des expériences. Il doit aussi assurer la dualité « éco-conception et performance technologique ». A l'Ecole de Biologie Industrielle, une approche de formulation et substitution raisonnée a été développée. Elle repose tout d'abord sur la définition des caractéristiques sensorielles et instrumentales du produit envisagé. Le formulateur choisit ensuite ses facteurs (ingrédients, paramètres de procédé) et met en place un plan d'expériences de criblage afin d'en retenir les plus adaptés à la réalisation des produits. La réalisation d'un second plan d'expériences peut être envisagé pour optimiser les plages de variation des facteurs comme la concentration d'un ingrédient ou la vitesse d'agitation d'un mobile. Concernant la validation des formules, des mesures instrumentales (rhéologie et texture) sont réalisées à chaque étape, les études sensorielles viendront valider la solution. Les réponses sont soumises à des analyses statistiques, permettant de conclure sur la voie de formulation et sur la robustesse de la méthodologie utilisée.



Online Particle size and Stability measurement by Static Multiple Light Scattering (SMLS)

Complete dispersing and stabilizing suspension properties assessment and prediction using Hansen Parameters



Guillaume LEMAHIEU

Ingénieur Application
FORMULATION

Static Multiple Light Scattering (SMLS) has been shown to be a straightforward technique for the characterization of dispersions without dilution on a large range of concentration (0.001 up to 95% v/v), as multiple scattered light in backscattered and transmitted mode is directly related to concentration and size of scatterers present in the sample [1]. In this view, the use of SMLS for stability measurement of various dispersion types has already been described in the literature [2]. The principle is based on repeated scans over the whole height of dispersed samples such as emulsions or particle suspensions. Starting from a homogeneous dispersion, the variation of backscattered or transmitted light can be attributed to destabilization phenomena, such as migration (sedimentation, creaming) or particle size change (coalescence, flocculation, aggregation) [3]. In a view to investigate more on the dispersibility of suspensions, we have developed an experimental set-up for online SMLS experiment to understand the impact of the formulation and the process parameters on particle size and dispersibility. The SMLS experiment is performed with a highspeed acquisition (until 10 measurement per second), with no dilution, and under agitation applied directly in the analysed sample (Fig. 1).

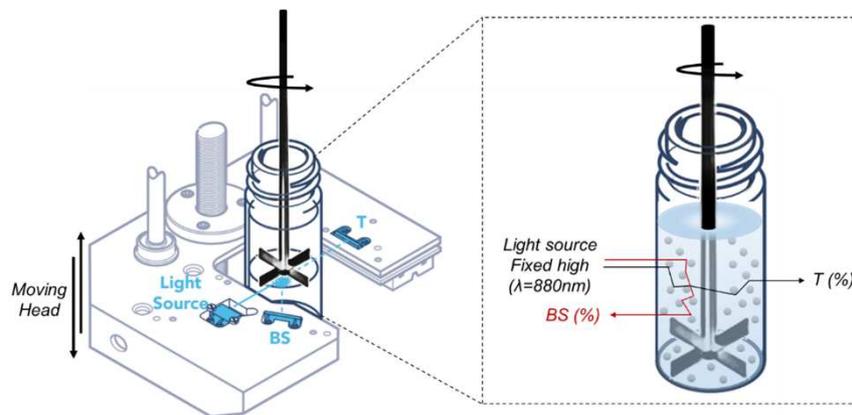


Figure 1: Scheme of the experimental device allowing the measurement of the dispersibility under stirring with the Turbiscan Lab®

In this work, we will present how the development of new suspensions can be carried out using SMLS under stirring to study dispersion properties of surfactant and the influence of process parameters. In addition, results obtained from this experimental device can be coupled with predictive models, such as the Hansen approach, to predict the best solvents regarding dispersing and stabilizing properties of particles in suspensions. This work is so intended to find better dispersion media, greener and cheaper solvents to optimize particles suspensions, to reduce the content of costly stabilizing additive or to satisfy product regulatory requirements evolution in various industrial fields using suspensions (paints & inks, coatings, cosmetics, energy, ... etc.).

[1] Fan, X. et al. *Light: Science & Applications*, 2014, 3(6), e179-e179.

[2] Luo, M. et al. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2017, 533, 9-19.

[3] Delforce, L. et al. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2021, 127333.



Optimising Automotive Coatings - the Balancing Act between Adhesion Energies, Interfacial Tensions, and Spreading Coefficients



Arnaud REMOND

Ingénieur Chimiste
Technical Consultant at KRÜSS

The optimization of any coating process involves controlling the bulk rheology of the coating, the surface chemistry aspects of the coating, and the surface energetics of the solid. Here we share some recent work on the surface chemistry aspects of solvent based coatings used to color the plastisol materials which make up much of the interior of most automobiles – dashboards, door interiors, arm rests, and the like. Without surface treatment (corona, flame, plasma, or other) plastisol is a fairly hydrophobic (low surface polarity) and moderately low overall surface energy material, onto which the coating needs to properly spread (wet) and then adhere. The goodness of adhesion needs to be considered in both, the short and the long term. The spreading coefficient of the coating on the substrate determines the uniformity of initial wetting. Coating/substrate adhesion energy (also known as work of adhesion) characterizes the short term bonding. And, coating/substrate interfacial tension – being that it represents the tension left in the formed bond (i.e. the bond's potential to break) – characterizes long term adhesion. Any alteration of either the substrate surface or the coating changes all three of these important parameters. The trick is to optimize all three properties at once. This note is an example case wherein we helped a customer improve one particular color coating, based on studying these parameters relative to those of another coating which was known to have many less adhesion issues.



Apports de l'analyse thermique dans l'étude des performances de différentes formulations



Frédéric HOPPENOT

Ingénieur d'applications analyse thermique
chez TA Instruments

La formulation des matériaux est un domaine complexe qui offre de très nombreuses possibilités. Aujourd'hui nous cherchons à remplacer dans ces formulations les produits issus de ressources non durables par des produits issus de sources durables. L'objectif est que ces nouveaux produits répondant aux attentes environnementales n'impactent pas négativement les performances des produits finis voire même les améliorent.

De nombreuses techniques permettent de caractériser les performances des matériaux d'un point de vue à la fois mécanique, thermique et stabilité dans le temps.

L'analyse thermique permet de caractériser les performances de ces différentes formulations en DSC et ATG.

Nous allons voir dans cette présentation que l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) peut permettre par exemple de comparer divers taux de réticulation sur une résine, de quantifier une présence d'impureté ou de déterminer l'éventuelle incompatibilité entre des composants.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) quant à elle va nous permettre via l'étude en ATG modulée de déterminer les cinétiques de décomposition et ainsi de prédire des temps de vie de différentes formulations en fonction de leur température de stockage.

[1] W. P. Brennan, M. D. DiVito, R. L. Fyans, A. P. Gray, "An Overview of the Calorimetric Purity Method" in *Purity Determinations by Thermal Analysis*, R. L. Blaine and C. K. Schoff (Eds.), American Society for Testing and Materials Special Technical Publication 838, West Conshohocken, PA, 1984, pp. 5-15.

[2] E 928, "Mole Percent Impurity by Differential Scanning Calorimetry", American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA

[3]. ASTM E1641-18, Standard Test Method for Decomposition Kinetics by Thermogravimetry Using the Ozawa/Flynn/Wall Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018, www.astm.org

[4]. Flynn, J.H. and Wall, L.A. A Quick, Direct Method for the Determination of Activation Energy from Thermogravimetric Data. *Polymer Letters*, 4, 323-328 (1966)



Concept et illustration d'une reformulation pour une indication à libération modifiée



Chakib ZAGHLOUL

Global Category Development Lead
chez SANOFI



Marion LINCKER

Expert en Chimie Analytique
chez SANOFI

All around the need that anyone can experience during his sleep journey... sometimes wanting to fall asleep faster with a restful nighttime, avoiding to being awoken in the middle of the night. This for own reason, e.g., maximization of sleep time, thoughts and worries making waste of sleep time.

This talk is about describing the formulation reflections, process and results of a consumer healthcare product that allows to being relief from this need. An overview of a new generation of a standard solid pharmaceutical dosage form (tablet) to improve the expected performance combining natural active ingredients will be presented.



Substitution des Amines de suif poly-éthoxylés utilisées comme adjuvants extemporanés et réduction des impacts environnementaux des préparations phytosanitaires



Cédric ERNENWEIN

Directeur R&D de SDP,
chez groupe Rovensa

L'annexe III du règlement Européen 1107/2009 vise à bannir l'usage de co-formulants jugés inacceptables dans les préparations des produits de protections des plantes et dans les adjuvants extemporanés. Les adjuvants étant des formulations, sans activités biologiques, ajoutés par l'agriculteur au moment de la préparation de la bouillie avant l'application sur les plantes, afin de renforcer l'action des produits phytopharmaceutiques.

Mis à jour lors de la publication du règlement 2021/383 du 3 mars 2021, l'annexe III comporte dorénavant deux amines grasses alkoxyées, utilisées historiquement dans les préparations herbicides à base de glyphosate, car elles augmenteraient les risques de toxicité de cette matière active.

Depuis 2016, SDP, spécialiste de la formulation des adjuvants, a engagé une démarche de substitution des amines grasses par des tensioactifs d'origine végétale et biodégradables. Prenant en compte les durées nécessaires au développement, à la construction des dossiers d'homologation et des délais d'instruction de l'ANSES, l'une des clés de succès est d'obtenir l'autorisation de mise en marché (AMM) avant le bannissement des molécules incriminées. Un autre défi est de réussir la substitution en proposant une solution aux efficacités au moins équivalentes, notamment sur les fonctions liées à l'augmentation des rétentions foliaires et de pénétration cuticulaire, tout en réduisant les risques pour l'agriculteur, le consommateur et l'environnement.

Mots-clés : Produits de protections des plantes (PPP), Adjuvant, tensioactifs, propriétés technico-fonctionnelles.



Étude comparative de méthodes de suivi du délitement in vitro de bolus pour la nutrition animale



Jean-Louis LANOISELLE

Professeur

Université de Bretagne Sud

IUT de Lorient & Pontivy

Les bolus sont des compléments alimentaires sous forme de comprimés destinés aux ruminants. Placés dans le rumen (premier estomac des ruminants), ils permettent un apport individualisé en minéraux et vitamines pendant une durée contrôlée. Pour suivre et maîtriser les cinétiques de libération des nutriments, des tests in vitro et in vivo de délitement des bolus sont mis en œuvre. L'entreprise Vetagri cherche en permanence à adapter son protocole in vitro pour qu'il soit représentatif des mécanismes physiques, chimiques et biologiques impliqués dans le délitement in vivo des bolus. Les cinétiques de délitement sont dépendantes et, en partie, maîtrisables par la formulation des bolus. Dans le cadre de cette étude, des bioréacteurs agités contenant du digestat ont été mis en œuvre pour se rapprocher des conditions de délitement chez l'animal. En effet, le digestat de méthanisation contient une variété de microorganismes anaérobies capables de sécréter des enzymes et de dégrader de nombreux substrats. Cette méthodologie alternative, mise au point par le laboratoire IRDL de l'Université Bretagne Sud, a été comparée au protocole en place chez Vetagri. Pour deux bolus de formulation très différente, notés A et B, un suivi de leur masse, du pH du milieu et de la production de biogaz au cours du temps a été réalisé. Il a été identifié que le délitement des bolus est dû à la combinaison d'une action mécanique et d'un effet pH. La présence de microorganismes n'a pas d'influence et le suivi de la production de biogaz ne semble donc pas une information pertinente dans l'étude du délitement. Enfin, il a été confirmé que la composition du bolus conditionne sa capacité à être délité. En effet, l'un des deux bolus testés a été complètement délité dans certaines conditions expérimentales, tandis que l'autre bolus ne l'a jamais été.

Mots-clés : Bolus, complément alimentaire, ruminant, digestion anaérobie, cinétique, minéraux



Extraction et mise en œuvre dans des formules de molécules biosourcées : défis et limites



Raphaëlle SAVOIRE

Enseignante chercheur
ENSCP

La recherche de nouveaux actifs pour les formulations alimentaires ou cosmétiques nécessite des étapes d'extraction et de purification indispensables avant d'évaluer le potentiel fonctionnel de ces biomolécules dans des formulations complexes. L'une des principales limites est la concentration desdits actifs dans les sources accessibles (végétales et animales) et le degré de pureté pouvant être atteints lors de l'extraction. Plus l'actif est dilué dans la source, plus sa récupération et sa concentration sont complexes et moins il est purifié plus son potentiel actif peut être limité. Cette présentation mettra en avant les difficultés liées à ces étapes d'extraction et de purification en lien avec la formulation ultérieure. L'utilisation de produits biosourcés peu transformés dans des formulations sera également abordée. Ce propos sera illustré par des exemples liés à l'emploi de lipides ou autres molécules biosourcées d'intérêt (phospholipides, acides gras oméga 3, polyphénols ...) dans des formulations.



Chronique du Rilsan®, une gamme de polymères bio-ressourcés



Karine LOYEN

Global Business Development Director
Specialty Polyamides
chez ARKEMA

Alors que les ressources fossiles s'épuisent, l'utilisation de matériaux bio-sourcés, renouvelables s'impose plus que jamais, dans le monde industriel comme pour le grand public. Le polyamide 11 Rilsan®, polymère issu de la chimie du ricin, conçu et produit par la société Arkema, est totalement en adéquation avec ces nouveaux besoins.

Le polyamide 11 Rilsan®, combine en effet son caractère 100 % bio-sourcé avec un très haut niveau de performance : il est léger, résistant aux agressions extérieures, qu'elles soient mécaniques, chimiques ou thermiques et très polyvalent quant à ses conditions de mise en œuvre.

Cette association unique de propriétés, supérieures à celles de nombreux polymères pétro-sourcés, a permis aux équipes de Recherche et Développement de concevoir une large gamme de produits biosourcés innovants, qui répondent aux cahiers des charges exigeants d'applications dans les domaines de l'Automobile, des Nouvelles Energies, des Revêtements, mais aussi dans le Sport, les Accessoires Electroniques, le Médical ou encore la Fabrication Additive.

Un atout supplémentaire du polyamide 11 Rilsan® est qu'il offre en plus de sa performance, des possibilités très concrètes de recyclage, lorsque tous ces produits qui accompagnent notre quotidien arrivent en fin de vie.



Développement de lubrifiants techniques industriels verts - Substitution des bases pétrolières par des matières biosourcées



Stéphanie AMORY

Directrice Recherche et développement
chez MOLYDAL SA

Présentation de la société :

Molydal formule et commercialise des lubrifiants techniques industriels :

- Graisses haute technologie, pâtes de montage, produits de maintenance, dégrissants, dégraissants.
- Produits destinés au travail des métaux (usinage à froid, découpage, perçage, emboutissage)
- Produits destinés aux industries alimentaires

Molydal a lancé dès 2007 une gamme de produits à base végétale.

Défis & Enjeux :

MOLYDAL formule des fluides évaporables à base pétrolière. Il s'agit de substituer les solvants isoparaffiniques et autres additifs d'origine pétrolière par des produits issus de matières renouvelables, pour des opérations de profilage, de découpage

La chimie du végétal permet de se conformer aux évolutions de la réglementation, mais aussi d'améliorer la santé au travail et le respect de l'environnement.

La poursuite du développement de la gamme de produits verts devrait permettre d'aider les industries à optimiser la rentabilité et la sécurité de leurs procédés.

Aspects techniques :

- Amélioration des performances (réduction de l'usure)

Aspects réglementaires :

- Absence de VLE /VME -> Sécurité de l'utilisateur
- Point éclair plus élevé -> Inflammabilité
- Sans étiquetage de sécurité (H304 – danger par aspiration)
- Absence de COV

Aspects environnementaux :

- Moins de carbone fossile (plus de carbone renouvelable) - USDA Biopreferred
- Baisse des consommations – Gestion des déchets (fûts, jerrycan ...)

Problématiques :

Additivation, Oxydation, Tenue thermique, Compatibilité matières, Compétitivité, Adaptation du poste de travail ou changement des habitudes.

Retours d'expérience :

Fabrication des conduits de cheminées

Fabrication de montures de lunettes en acétate



Fibres et hydrocolloïdes multifonctionnels et biosourcés comme alternative aux additifs synthétiques et pétrosourcés



Christophe SENCE

Responsable technico-commercial
chez JRS RETTENMAIER FRANCE

Le Groupe JRS Rettenmaier est le leader mondial du développement et de la transformation de fibres végétales et d'ingrédients d'origine naturelle principalement issus du bois, de la cellulose, des céréales, des fruits et des algues.

JRS emploie actuellement plus de 3 500 personnes dans plus de 90 organisations de fabrication et de vente régionales à travers le monde.

Les secteurs d'application sont multiples et couvrent principalement la pharma, l'alimentation humaine, la nutrition animale (aliments pour animaux et animaux de compagnie), les soins de la maison et de la personne, la chimie du bâtiment, la construction de routes, la filtration, les applications chimiques et techniques, l'agriculture, les litières pour chats et de nombreuses autres applications innovantes.

Qu'est-ce que les fibres de cellulose ?

Les fonctionnalités offertes par les fibres de cellulose sont multiples dans différentes matières ; Absorption, thixotropie, anti-fissuration, renforcement...

Exemple d'applications :

- Fibres de cellulose en alternative aux fibres de PP dans le béton
- Exfoliants biosourcés et biodégradables comme alternative aux microplastiques (cosmétique)
- Sphères de cellulose en alternative aux billes de PMMA dans les applications industrielles (produits intercalaires de plaques de verre, peinture...)

Qu'est-ce que les hydrocolloïdes ?

Les fonctionnalités offertes par les Hydrocolloïdes sont multiples dans différentes matières ; épaississant, gélifiant, effet filmogène...

Exemple d'applications :

- Épaississants / stabilisants (MCG) comme alternative aux épaississants synthétiques (peinture, adhésifs, cosmétique, détergence...)



Journées de Formulation 2021



Communications par Affiche



Accelerated stability tests for faster development of solid cosmetics

Roland Ramsch*, Thierry Brillou, Giovanni Brambilla, Gerard Meunier

Formulation, SAS, 3-5 rue Paule Raymondis, 31200 Toulouse, France

*E-mail address: roland.ramsch@formulation.com

Lipids are commonly used in many cosmetic products, such as creams, lipsticks, ointments... They provide many interesting end-use properties, such as texture, moisturizing sensation, and skin care. The use of bio-sourced lipids has come into the focus of many formulators. However, their use can induce various quality issues ranging from instability to incompatibility and process problems. In most of the cases, these issues are due to the thermal behavior during heating and cooling. Customers may observe exudation spots, recrystallization, or other visible alterations. The detection of these issues is complicated, especially in the case of solid and semi-solid cosmetics, where the quality issue appears only after months. It is therefore of outmost interest for the developer to be able to evaluate a formulation as soon as possible. Recently, a highly sensitive technique to control microstructure mobility - Diffusing Wave Spectroscopy (DWS) [1, 2, 3] - was combined with an accurate temperature control. Samples can be analyzed during heating and cooling ramps to obtain phase transition temperatures (melting point, crystallization point, pour point, ...). These results are primordial to understand the impact of pure and mixed waxes and to avoid problems during preparation and process. Moreover, the instrument allows to program temperature cycles (typically 6 to 10 complete cycles between 4°C and 40°C) to imitate the thermal stress a cosmetic product undergoes during its life cycle. These accelerated stability tests provide a rapid method to screen and evaluate the sample stability using the response of the sample to the thermal stress. An equal response (equal signal over time) indicates a stable sample, whereas a decreasing response indicates instability. Thus, a measurement of several hours can indicate a stable or unstable formulation and decrease the development time significantly. This work will show on several examples, how an innovative measurement method can help to choose the right raw materials as a function of melting point and purity. Control its compatibility with other compounds in the formulation. Finally, a method to study lipstick stability is presented, that allows to evaluate new formulas within a day.

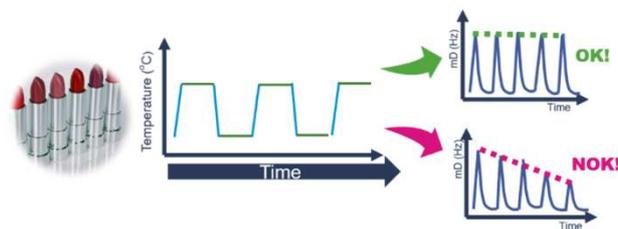


Figure: Schematic representation of accelerated stability measurements on solid and semi-solid cosmetic products.

Keywords: stability, solid, cosmetics, acceleration

[1] D.A. Weitz et al., in *Dynamic Light Scattering*, W. Brown (Ed.) (Oxford Univ. Press, New York (1993), Chap. 16.

[2] D. J. Pine et al., *Phys. Rev. Lett.* 60 (1988) 1434.

[3] V. Viasnoff et al., *Rev. Sci. Instrum.* 73 (2002) 2336.



Floating formulations of a biopesticide for sustainable mosquito control / Formulations flottantes d'un biopesticide pour une démoustication efficace

Robin Sichler^{a*}, Fanny Giusti^a, Floriane Vabre^a, Ty Phou^a, Sébastien Brun^a, Fabrice Chandre^b, Marie Rossignol^b, Gladys Massiera^{a*}

^a*Charles Coulomb Laboratory UMR 5221, University of Montpellier-CNRS, Montpellier, France*

^b*Institut de Recherche pour le Développement, Montpellier, France*

*E-mail address: robin.sichler@umontpellier.fr, gladys.massiera@umontpellier.fr

Because of mosquito's resistance to pyrethroids, chemical pesticides used for mosquito control are replaced with more sustainable products. The use of Bti (Bacillus Thuringiensis Israelensis), as an environmentally safe biolarvicide, is nowadays widely spread [1]. However, sedimentation of Bti limits its persistence and its use against species such as Anophele Gambiae (Malaria vector) which feed exclusively at water surfaces [2].

We developed two floating formulations of Bti: i) An O/W emulsion [3], the oil being in the solid state up to 54°C using an organogel; ii) a suspension of core/shell microcapsules, obtained from a double emulsion with a rigidified oil shell and a core containing the Bti. The shell is designed to prevent Bti deactivation by sunlight exposure and hydrodynamic shear.

En raison de la résistance des moustiques aux pyrèthrinoïdes, les pesticides chimiques utilisés pour la démoustication sont remplacés par des produits plus durables. L'utilisation du Bti (Bacillus Thuringiensis Israelensis), en tant que biolarvicide sans danger pour l'environnement, est aujourd'hui largement répandue [1]. Cependant, la sédimentation du Bti limite sa rémanence et son utilisation contre des espèces comme l'Anophèle Gambiae (vecteur du paludisme) qui se nourrit exclusivement à la surface de l'eau [2].

Nous avons développé deux formulations flottantes de Bti : i) Une émulsion H/E [3], l'huile étant à l'état solide jusqu'à 54°C grâce à l'utilisation d'un organogel ; ii) une suspension de microcapsules cœur/écorce, obtenue à partir d'une double émulsion avec une coque d'huile rigidifiée et un cœur contenant le Bti. La coque est conçue pour prévenir la désactivation du Bti par exposition aux rayonnements solaires et aux cisaillements hydrodynamiques.

Keywords/Mots-clés: Emulsion, microencapsulation, biopesticide, vector control

[1] Zogo, B. et al., 2019, *Malar. J.*, 18.

[2] Zhang, L. et al., 2016, *Sci. Rep.*, 6.

[3] Chevalier Y. et Bolzinger, M-A, 2013, *Colloids and Surface A: Physicochem. Eng. Aspects*, 439.



Agents épaississants dérivés de l'acide stéarique: diesters biosourcés et lipopeptides simples comme gélateurs de solutions aqueuses et de liquides organiques naturels

Frederic Delbecq^{a*}

^a*Ecole Supérieure de Chimie Organique et Minérale (ESCOM), TIMR EA 4297, UTC/ESCOM, 1 allée du réseau Jean-Marie Buckmaster, F-69200 Compiègne France.*

*E-mail address: f.delbecq@escom.fr

De nos jours, les gels peuvent être obtenus par l'assemblage supramoléculaire de petites molécules de faible masse moléculaire dans l'eau, les huiles végétales et même les liquides eutectiques, sous l'impulsion d'interactions de faible niveau d'énergie comme des liaisons hydrophobes ou hydrogène. Ces nouveaux matériaux peuvent ouvrir de nombreuses possibilités dans des domaines variés comme l'alimentation, la cosmétique, l'énergie, l'ingénierie tissulaire et même l'électronique. Par exemple, des études faites sur certains de ces gels moléculaires ont permis la formulation de médicaments, mais d'autres sont également utiles pour la dépollution des huiles usées. Certains ont également fait leur preuve dans la préparation supportée et in-situ de nanomatériaux inorganiques comme des particules [1,2] ou des filaments métalliques.

Récemment, des avancées techniques ont été faites dans notre laboratoire comme la mise au point de diesters ou de thioesters d'acide stéarique et biosourcés capables de gélifier sélectivement les huiles végétales et la paraffine liquide. Introduits dans les huiles, ces composés se comportent comme des promoteurs de la recristallisation des triglycérides, mais fonctionnent aussi comme de simples organogélateurs de faible masse moléculaire dans les hydrocarbures lourds [3]. En parallèle, nous avons mis au point des ionogels chargés de nanoparticules de métaux nobles à base de solvants eutectiques composés de chlorure de choline et d'urée, solubles dans l'eau et se présentant comme des matériaux prometteurs pour l'électrodéposition contrôlée de métaux sur différents supports solides [4].

D'un point de vue pratique, pour chacun des candidats gélateur, on a pu déterminer par des tests adéquats leur pouvoir gélifiant qui se situe à des concentrations de l'ordre de 0,1 à 1 % en masse du liquide à gélifier. Dans une seconde étape ces gels sont analysés par des techniques de calorimétrie, de rhéologie, de spectroscopie (UV et FT-IR) et surtout de microscopie confocale et électronique (MEB et MET). Malgré tout, il reste des défis techniques à relever comme l'obtention de la thixotropie et de la transparence pour les oléogels, une meilleure compréhension de la relation qui peut exister entre la viscosité et la conductivité des ionogels, des applications en impression 3D, etc.

Mots-clés: gels supramoléculaires, lipopeptides, dispersions colloïdales

[1] « N-Stearoyl Amino Acid Derivatives: Potent Biomimetic Hydro/Organogélateurs as Templates for Preparation of Gold Nanoparticles » F. Delbecq et al, *J. of Colloid and Interface Science*, 390, 2013, p 17-24.

[2] « Supramolecular gels from lipopeptide gelators : Template improvement and strategies for the in-situ preparation of inorganic materials and dispersion of carbon nanomaterials" F. Delbecq, *Advances in Colloid and Interface Sciences*, 2014, 209, p 98-108.

[3] "Design and physicochemical properties of long and stiff fatty low molecular weight oleogelators" F. Delbecq et al, *Journal of Molecular Liquids*, 295, 2019, Article 111708.

[4] "Study of a gelled Deep Eutectic Solvent metal salt solution as template for the production of size-controlled small noble metal nanoparticles" F. Delbecq et al, *Colloid and Surface A: Physicochemical and Engineering aspects*, 2019, 567, p 55-62.



Etude Multi-Echelle et Multi-Physique de l'Ordre d'Introduction des Phases d'une Emulsion

Natacha Guyader^{a*}, Magalie Michiel^a, Stéphane Serfaty^a

^a*Laboratoire des Systèmes et Applications des Technologies de l'Information et de l'Energie (SATIE), CNRS UMR 8029, CY Cergy Paris Université, 5 Mail Gay Lussac, 95031 Neuville sur Oise, France*

*E-mail address: natacha.guyader@cyu.fr

Pour optimiser la stabilité d'une émulsion [1,2], une investigation multi-échelle est nécessaire [3,4]. Les moyens préventifs classiques d'étude se font par l'analyse de l'inversion de phase (H/E ou E/H [5,6]) ou par le changement de paramètres, tels que la composition [7], le procédé d'émulsification [8,9] et les conditions environnementales. Ce travail consiste en une étude préliminaire multiphysique et multi-échelle, par un changement d'ordre d'introduction des phases. Les caractéristiques mécaniques et électriques sont étudiées à deux échelles d'investigation par deux nouvelles techniques : rhéologie ultrasonore et impédancemétrie radiofréquence. La comparaison des caractéristiques, macroscopiques et mésoscopiques, cherche à identifier les grandeurs d'influence précurseurs d'une (in)stabilité [10].

Mots-clés : Emulsions, Phases, Ordre, Caractérisation, Multi-échelle, Multi-physique, Rhéologie, Impédancemétrie, Electrique, Mécanique

[1] Israelachvili, J. *The science and applications of emulsions — an overview. Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.* 91, 1–8 (1994).

[2] Brochette, P. *Émulsification - Élaboration et étude des émulsions. Techniques de l'Ingénieur* (2013).

[3] Naru, M. C. *Numerical Simulation of a Water/Oil Emulsion in a Multiscale/Multiphysics context. (EDSorbonne University, 2021).*

[4] Jaramillo, J. E. C. C., Archenie, L. E., Alvarez, O. A., Bautista, M. P. C. & Barrios, A. F. G. *The multiscale approach to the design of bio-based emulsions. Curr. Opin. Chem. Eng.* 27, 65–71 (2019).

[5] McNaught, A. D. & Wilkinson, A. *Compendium of Chemical Terminology, IUPAC Recommendations. (Blackwell Scientific Publications, 1997).*

[6] Doumeix, O. *Opération unitaires en génie biologique : les Emulsions. in Bio Tech (ed. CNDP-CRDP) 1–21 (Scérén, 2011).*

[7] Wei, Y. et al. *Interfacial and emulsion characterisation of chemically modified polysaccharides through a multiscale approach. J. Colloid Interface Sci.* 580, 480–492 (2020).

[8] Gallo-Molina, J. P., Ratkovich, N. & Alvarez, O. *Multiscale analysis of W/O emulsions : A Computational Fluid Dynamics approach. Ind. Eng. Chem. Res.* 56, 7757–7767 (2017).

[9] Pradilla, D., Vargas, W. & Alvarez, O. *The application of a multi-scale approach to the manufacture of concentrated and highly concentrated emulsions. Chem. Eng. Res. Des.* (2014) doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2014.10.016>.

[10] Torres, J. J., Tinjaca, C. D., Alvarez, O. A. & Gomez, J. M. *Optimization proposal for emulsions formulation considering a multiscale approach. Chem. Eng. Sci.* 212, (2020).



Reformulation of vegetable oil microemulsions with bio-based surfactants

Yancie Gagnon^a, Houcine Mhemdi^b, Frédéric Delbecq^b, Elisabeth Van Hecke^{a*}

^aEA4297 TIMR/UTC, Alliance Sorbonne Université, Université de Technologie Compiègne, France ^bEA4297 TIMR/ESCOM, École Supérieure de Chimie Organique et Minérale, France

*E-mail address: elisabeth.van-hecke@utc.fr

Adding surfactants to formulations is a common industrial strategy used to emulsify oil and water. By reducing the interfacial tension (IFT) between these two phases, surfactants enhance the stability of emulsions. To obtain thermodynamically stable systems (microemulsions), the IFT must be reduced to 10-2 mN/m [1]. Since large triglyceride molecules form vegetable oils, only a few petroleum-based surfactants have proved their efficiency [2]. In this study, the characterization of 2 petroleum-based surfactants guided the screening of 10 bio-based ones. The impact of [NaCl], [Surfactant], and Temperature on IFT was investigated. Results led to new data related to rapeseed oil and aqueous phase's IFT and useful knowledge to select bio-based surfactants for vegetable oils/water formulations.

Keywords: Bio-based microemulsions / surfactants, Interfacial tension, Optimal formulation

[1] Salager J.L., Morgan J.C., Schechter R.S., Wade W.H. and Vasquez E., 1979, SPE J., 19 (02)

[2] Miñana-Perez M., Graiaa A., Lachaise J., Salager J.L., 1995, Colloids Surf., A, 100



Amélioration de la biodisponibilité de la quercétine par formulation en dispersion solide

Wafa DRIDI*, Aurélien GILLES, Elisabeth VAN HECKE, Mohammed BENALI

Université de Technologie de Compiègne, ESCOM, TIMR (Transformations Intégrées de la Matière Renouvelable), Centre de recherche Royallieu, CS 60319 – 60203, Compiègne Cedex, France

*E-mail address: wafa.dridi@utc.fr

Les polyphénols, composés bioactifs antioxydants, souffrent souvent d'une biodisponibilité limitée dans les formulations solides, due à leur faible solubilité dans l'eau [1]. Des études ont montré qu'en général, un état amorphe était préférable à l'état cristallin pour augmenter la solubilité des composés peu solubles dans l'eau [2]. Notre étude porte sur la formulation de la quercétine en dispersions solides dans une matrice de PolyÉthylène Glycol (PEG). Différents types de PEG ont été testés ainsi que différents procédés de formulation. Les meilleurs résultats (40% m/m de quercétine à l'état amorphe) ont été obtenus à l'aide d'un disperseur-mélangeur, en présence de PEG 6000. Ces résultats peuvent être étendus à différents extraits végétaux peu hydrosolubles à haut potentiel antioxydant.

Mots-clés : dispersion solide, biodisponibilité, quercétine, PEG

[1] X. Ma et R. O. Williams, « Characterization of amorphous solid dispersions: An update », *J. Drug Deliv. Sci. Technol.*, vol. 50, p. 113-124, avr. 2019.

[2] S. Baghel, H. Cathcart, et N. J. O'Reilly, « Polymeric Amorphous Solid Dispersions: A Review of Amorphization, Crystallization, Stabilization, Solid-State Characterization, and Aqueous Solubilization of Biopharmaceutical Classification System Class II Drugs », *J. Pharm. Sci.*, vol. 105, no 9, p. 2527-2544, sept. 2016.



Screening of process parameters for the formulation of alginate microparticles with efficient encapsulation of fragile molecules using a Plackett-Burman design

A.R.S. Mackin-Mohamou^{a*}, T. Bastogne^{c,d,e}, L. Hassler^e, J. Budzinski^e, T. Roques-Carmes^b, V. Sadtler^b, M. Lebrun^b, P. Marchal^b, A. Sapin-Minet^a, M. Parent^a

^aUniversité de Lorraine, CITHEFOR (EA 3452), F-54000, Nancy, France

^bLaboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP), UMR CNRS, 7274, Université de Lorraine, 54001, Nancy, France

^cUniversité de Lorraine, CNRS, CRAN, F-54000 Nancy, France

^dINRIA BIGS, Nancy, France & ^eCYBERNANO, Nancy, France

*E-mail address: mackinmo1@univ-lorraine.fr

There are currently around 100 therapeutic peptides on the market worldwide, representing a global market of USD 956 billion in 2011 [1]. Moreover, these biopharmaceuticals account already for around 40% of drugs under clinical evaluation, and this share will continue growing in the future [2]. However, their efficacy and safety are often limited by instability, short half-life, immunogenicity and their hydrophilic nature jeopardizing their transport across biological membranes. Polymeric delivery systems are a growing area of research to overcome these limitations. Specifications of the particles have to consider the drug properties, the desired route of administration, the minimal drug loading and the appropriate release profile. Polymer and formulation processes have to be chosen accordingly. In this work, we focus on an example of peptidic drug, S-nitrosothiols (RSNO), physiological forms of storage and transport of nitric oxide (NO). It is a widespread messenger involved in many physiological processes [3-4]. In various pathological situations but also during ageing, NO bioavailability decreases, leading for example to endothelial dysfunction and finally cardiovascular diseases with increased risk of myocardial infarction and cerebral stroke [5]. An adequate exogenous supply of NO might provide a major input in various therapeutic fields, e.g. secondary prevention of stroke [6], of atherosclerosis and of myocardial infarction [7], as well as healing of diabetic ulcers [8]. Although challenging, the oral route of administration is especially interesting for patient observance, in particular for chronic treatments. RSNO have been demonstrated safe in clinical trials and effective in various pathologies in preclinical models [9], but must be vectorized and protected in the gastro-intestinal tract by a formulation as they are hydrophilic and fragile peptides and proteins. We have developed a drug delivery system based on an hydrophilic matrix of alginate polymer as a platform suited to the encapsulation and delivery of hydrophilic drugs. There are several advantages: this polymer is biodegradable so the particles will be suitable for multiples routes of administration (including oral one), alginate is also hydrophilic so it will favor encapsulation of the drug during the simpler W/O emulsion/gelation process adapted from Rastorgi et al. [10]. A model compound (yellow sunset FCF) with physicochemical properties similar to GSNO is used during this particle development, to facilitate analytical steps. An 4-factor Plackett-Burman design of experiments was carried out to optimise the formulation process using the Quality by Design (QbD) development paradigm, including one critical material attribute and three process parameters: alginate concentration, drug/polymer ratio, the crosslinker addition flow rate and the crosslinker volume. The impact of these different parameters on six responses (critical quality attributes) was studied: particle size, polydispersity, particle aggregation, encapsulation efficiency, drug loading, drug release profile. The results show that, depending on the different formulation conditions, particles are extremely polydisperse (polydispersity index over 0.5). The encapsulation efficiency reached 80 % (w/w) in specific conditions with more than 20 % (w/w) drug loading. However, the release profile still needs to be optimized. Alginate concentration and drug/polymer ratio are the two main critical parameters conditioning the physicochemical properties of particles. This work corresponds to the first step of the platform development: a better definition of the level by a sequential composite central plan will be next conducted. In parallel, the process optimization by microfluidic (to control polydispersity) and a coating with hydrophobic polymer (to restrain diffusion and to sustain the drug release) will be proposed in the future leading to an optimized platform adapted to hydrophilic drug delivery.

Keywords: Polymeric particles, emulsion/gelation process, Quality by Design (QbD), experimental design, oral administration

[1] Gamboa A., et al., 2020, *Eur J Pharm Biopharm* 156, 203-18

[3] Moncada S., et al., 1991, *Pharmacol Rev* 43, 109-42

[5] Daiber A., et al., 2019, *Intl J Molec Sc* 20 : 187

[7] Roth L., et al., 2019, *Vascul Pharmacol* 118-119, 106561

[9] Gaucher C., et al., 2013, *Curr Pharm Des* 19, 458-72

[2] Walsh G., et al., 2018, *Nat Biotechnol* 36, 1136-45

[4] Malone-Povolny M.J., et al., 2019, *Adv Healthcare Mater* 8, e1801210

[6] Liu S., et al., 2020, *Exp Neurol*, 328, 113262

[8] Chen Y.J., et al., 2019, *Mol Pharm* 16, 4241-51

[10] Rastogi R., et al., 2007, *Int Pharm* 334, 71-77



Evaluation and use of plant-based powders as emulsion stabilizer

Cécile JOSEPH ^a *

^a ITERG, 11 rue Gaspard Monge, 33600 Pessac, France

*E-mail address: joseph@iterg.com

Emulsions are homogeneous systems of immiscible phases, commonly stabilized by surface-active species as surfactants, polymers or proteins. Amphiphilic particles are now well known as an alternative to soluble emulsifiers and the resulting solid-stabilized emulsions are commonly called Pickering emulsions. They were mainly studied with synthetic and chemically modified particles (latex, silica), but recent developments are focused on biobased particles in order to meet the naturality demand [1,2]. In this way, particles deriving from proteins, polyphenols, polysaccharides and their complexes were successfully used for emulsion fabrication and stabilization. Vegetal powders, by-products and fibers were also found effective without chemical treatments [3–5].



Example of an emulsion stabilized by a vegetal powder

We stabilized emulsions using oleaginous press cake powders only. Several impacts are discussed: powders composition, emulsification process, nature of the oil phase, powder content and aqueous/oil ratio. The resulting emulsions are very stable and many textures can be reached, from fluid to gel. Emulsions can also be dried to obtain a non-sticky powder rich in oil and redispersible, which can be advantageous for emulsion transport, formulation, microbiological stability and encapsulation of lipophilic compound. We also find that the lipid oxidation is significantly delayed when linseed oil is emulsified with rapeseed press cake, in aqueous and dried emulsions.

Keywords: Pickering emulsion, plant-based ingredients, emulsion stabilization

[1]. Leal-Calderon, F. & Schmitt, V. Solid-stabilized emulsions. *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 13, 217–227 (2008).

[2]. Berton-Carabin, C. C. & Schroën, K. Pickering Emulsions for Food Applications: Background, Trends, and Challenges. *Annu. Rev. Food Sci. Technol.* 6, 263–297 (2015).

[3]. Wallecan, J., McCrae, C., Debon, S. J. J., Dong, J. & Mazoyer, J. Emulsifying and stabilizing properties of functionalized orange pulp fibers. *Food Hydrocoll.* 47, 115–123 (2015).

[4]. Zembyla, M., Murray, B. S. & Sarkar, A. Water-In-Oil Pickering Emulsions Stabilized by Water-Insoluble Polyphenol Crystals. *Langmuir* 34, 10001–10011 (2018).

[5]. Joseph, C. et al. O/W Pickering emulsions stabilized by cocoa powder: Role of the emulsification process and of composition parameters. *Food Res. Int.* (2018).



Reformulation de produits détergents à usage ménager à base d'algues

Lucie Dréviillon^{a*}, Jacques Le Verger^b, Thomas Lendormi^c, Virginie Boy^c, Yves Lemée^c, Jean-Louis Lanoisellé^c

^a*PFT Prodiabio, IUT Lorient & Pontivy, Allée des pommiers, F-56300 Pontivy*

^b*Algothal, 14 rue Louis Lavergne, F-22600 Loudéac*

^c*Univ. Bretagne Sud, UMR CNRS 6027, IRDL, Allée des pommiers, F-56300 Pontivy*

*E-mail address: lucie.drevillon@univ-ubs.fr

Dans une démarche de développement durable, la société Algothal, en partenariat avec le laboratoire IRDL, a travaillé sur la reformulation de produits d'entretien par rapport aux détergents classiques. Les objectifs étaient de repenser à la fois la composition produit et le système de distribution. Les produits ainsi formulés contiennent des ingrédients d'origine naturelle dont des algues marines riches en polysaccharides. Les taux de biodégradabilité, étudiée par respirométrie manométrique, sont de 95 à 100 %. L'efficacité d'action des produits a également été démontrée par un protocole mis au point au laboratoire. La gamme de produits Algolys est aujourd'hui certifiée par Ecocert® et commercialisée en vrac.

Mots-clés : Écodétergents, algues, biodégradabilité, respirométrie, certification



Substitution of conventional extraction solvents by natural deep eutectic solvents (NaDES): impact on formulation of cosmetic products

Iron Mike Ardeza ^{a,b}, Leslie Boudesocque-Delaye^a, Laura Wils^a, Xavier Perse^b, Céleste de Graef^b, Linda Fournier^b, Alexandra Després^c, Pauline Chalut^c, Emilie Munnier^{b,*}

^a SIMBA EA 7502 Synthèse et isolement de molécules bioactives, Université de Tours, Faculté de Pharmacie, 31 avenue Monge 37200 Tours, France

^b NMNS EA 6295 Nanomédicaments et Nanosondes, Université de Tours, Faculté de Pharmacie, 31 avenue Monge 37200 Tours, France

^c RCP Design Global, Avenue Marcel Dassault, 37000 Tours

*E-mail address: emilie.munnier@univ-tours.fr

NaDES as novel non-volatile green solvents have gained a positive momentum for cosmetic ingredients preparation from biomasses and are candidates to replace conventional solvents [1]. Betaine/glycerol (BG) and glucose/glycerol (GG) have displayed a great potential for extraction and stabilization of compounds of cosmetic interest [1-2]. This study aims to evaluate the impact of the admixture of BG and GG in gels and creams based on natural ingredients. In accelerated aging conditions, the admixture of BG and GG can have positive or negative impact on the stability, pH, viscosity or sensory properties of the product. These results highlight how important it is to understand each NaDES compatibility with the other ingredients and with the production process if a substitution is considered.

Keywords: Natural deep eutectic solvents, cosmetics, stability, sensory properties

[1] Fanali, C.; Della Posta, S.; Vilmercati, A.; Dugo, L.; Russo, M.; Petitti, T.; Mondello, L.; De Gara, L. *Extraction, Analysis, and Antioxidant Activity Evaluation of Phenolic Compounds in Different Italian Extra-Virgin Olive Oils. Molecules* 2018, 23, 3249.

[2] Jeong, K.M.; Ko, J.; Zhao, J.; Jin, Y.; Yoo, D.E.; Han, S.Y.; Lee, J. *Multi-functioning deep eutectic solvents as extraction and storage media for bioactive natural products that are readily applicable to cosmetic products. J. Clean. Prod.* 2017, 151, 87–95.



Biochars as catalysts for the removal of tars from syngas: characterization of biochars

Wadii ARAYEDH^{a,*}, Elias DAOUK^a, Laurent VAN DE STEENE^b, Khashayar SALEH^a

^a *University of Technology of Compiègne, ESCOM, TIMR (Integrated Transformations of Renewable Matter), Research center Royallieu - CS 60 319, 60 203 Compiègne Cedex, France*

^b *BioWooEB, University of Montpellier, CIRAD, Montpellier, France*

*E-mail address: wadii.arayedh@utc.fr

Biochar is a solid co-product residue of thermochemical conversion processes. It can be valorized according to their physicochemical properties. For instance, biochars can be used as catalysts for the removal of tars from syngas. A study of characterization of three biochar samples; biochar produced in the laboratory by pyrolysis of maritime pine forestry chips, the same biochar after its use in a catalytic tar cracking reactor and a biochar produced via gasification process of wood waste A in an industrial scale; was undertaken. This study aimed to determine the physicochemical and textural properties of biochars in order to identify the relationship between these properties and their catalytic performance for tars removal.

X-ray diffraction (XRD) is used to determine the crystal structures of the mineral particles present in the biochars and the amorphous non-aromatic carbon phase. The amorphous carbon structure and defects in the graphene-like sheets boost biochar reactivity [1]. The Fourier Transform InfraRed method (FTIR) allows to detect the presence of functional groups on the surface of the biochars. In particular, the oxygenated groups promote the cracking reactions of the tars by improving their adsorption on the surface of the biochars. Scanning Electron Microscopy (SEM) allows to observe the surface, the microstructure and the texture of materials. Coupled with Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) microanalysis system, local information on the distribution of mineral species on the surface of the tanks can be obtained. These mineral species, notably metals (Fe, Al...), alkalis (Na, K...) and alkaline earths (Mg, Ca...), are known for their significant catalytic activity on tar cracking [2]. Nitrogen adsorption and desorption isotherms at 77K allow the measurement of specific surface area by the BET method, and of microporous and mesoporous volumes of biochars. The size and the type of the pores developed by the biochars are important parameters for its catalytic activity. Indeed, a high specific surface area of the biochar ensures a dispersion of numerous active sites on its surface.

The results of this study showed that the biochar forms a catalytic potential thanks to its physicochemical and textural properties.

Keywords: Biochar, tars, catalytic cracking

[1] S. Krerkkaiwan, S. Mueangta, P. Thammarat, L. Jaisat, et P. Kuchonthara, « Catalytic Biomass-Derived Tar Decomposition Using Char from the Co-pyrolysis of Coal and Giant Leucaena Wood Biomass », *Energy Fuels*, vol. 29, no 5, p. 3119-3126, mai 2015.

[2] N. B. Klinghoffer, M. J. Castaldi, et A. Nzihou, « Catalyst Properties and Catalytic Performance of Char from Biomass Gasification », *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 51, no 40, p. 13113-13122, oct. 2012.



Nouveau procédé d'extraction de la séricine de soie assisté par micro-ondes

Rémi BASCOU^{a*}, Julie HARDOUIN^b, Alla NESTERENKO^a, Erwann GUENIN^a

^aTIMR/UTC, Université de Technologie Compiègne, 60200 Compiègne, France

^bPlateforme PISSARO, 76130 Mont-Saint-Aignan, France

*E-mail address: remi.bascou@utc.fr

Les cocons de soie sont composés en majorité de fibroïne (70 à 80 %) et en minorité de séricine (20 à 30 %) pour les cocons de *Bombyx mori* [1] [2]. Les fibres de fibroïnes sont liées grâce à la séricine qui a le rôle d'une « gomme collante ». Pour être utilisées dans l'industrie textile, la fibroïne est séparée de la séricine. Rejetée dans les eaux usées, la séricine est responsable d'une contamination de l'environnement à hauteur de 50 000 tonnes de déchets par an à échelle mondiale. Valoriser cette protéine pourrait représenter un sérieux défi économique et environnemental. Le procédé classique de dégomme est l'utilisation de carbonate de sodium et de savon de Marseille [2]. La séparation du savon avec la séricine rend difficile la récupération d'une séricine pure.

L'objectif de cette étude est de trouver une méthode d'extraction qui permet de récupérer facilement la séricine de la soie, c'est-à-dire en évitant la présence de composés alcalins ou de savons pour s'affranchir des étapes de traitement. De plus, il est envisagé d'avoir une méthode qui possède au minimum des rendements d'extraction similaires ou supérieurs à la méthode traditionnelle.

Plusieurs méthodes d'extraction connues de la littérature ont été comparées avec la méthode traditionnelle : à l'eau bouillante, à l'autoclave, aux micro-ondes ou bien aux alcalins. Une nouvelle méthode de dégomme a été utilisée pour récupérer la séricine : le traitement par des micro-ondes. C'est un excellent candidat pour la récupération de la séricine. En effet, les micro-ondes rendent la séricine plus soluble dans l'eau et facilite sa récupération car la fibroïne est hydrophobe. Il a été démontré que le procédé aux micro-ondes possède le meilleur rendement d'extraction (30 %), ce qui correspond à l'intégralité de la séricine du cocon. Les propriétés de la séricine obtenue par différentes méthodes d'extraction ont été analysées par spectroscopie UV et IR et SDS-PAGE. Les résultats montrent que la composition est similaire quel que soit la méthode utilisée et elle est semblable à une séricine commerciale. Dans la suite du projet, différentes voies de valorisation de la séricine seront développées. Notamment, l'utilisation des peptides issus de la séricine pour la production des molécules amphiphiles de type lipopeptides.

Mots-clés : séricine, extraction, micro-ondes

[1] P. Aramwit, T. Siritientong, T. Srichana, 2012, 30, 217-224.

[2] L. Lamboni, M. Gauthier, G. Yang, Q. Wang, *Biotechnol Adv* 2015, 33, 1855-1867.



Mise en forme de bio nano-composites et maîtrise des propriétés d'usage

Mekro Permana PINEM, Endarto Yudo WARDHNO, Danièle CLAUSSE, Khashaya SALEH, Erwann GUENIN

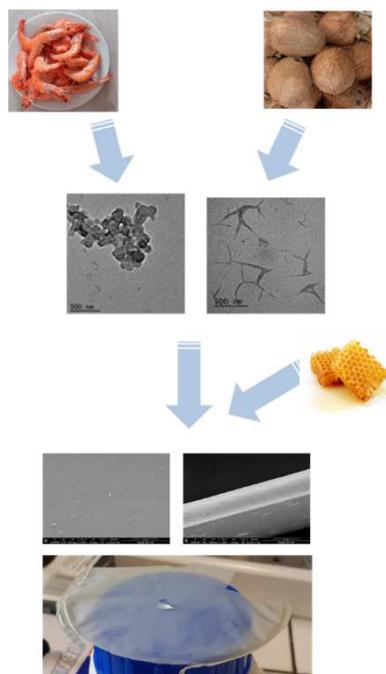
Université de Technologie de Compiègne, UTC-ESCOM, Unité de recherche TIMR, Compiègne, France

University of Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon 42435, Banten, Indonesia

*E-mail address: erwann.guenin@utc.fr

Les « bionanocomposites » préparés à partir de polymères naturels (protéines, polysaccharides, ...) sont des matériaux qui suscitent un intérêt croissant dans de nombreuses applications, et en particulier dans le domaine biomédical. Ils conjuguent à la fois les propriétés des biopolymères (biodégradabilité, biocompatibilité et propriétés mécaniques dans certains cas) et les propriétés supplémentaires apportés par l'utilisation de certains de ces polymères à l'échelle nanométrique.

Nous présenterons ici l'utilisation de nanoparticules de biopolymères pour la préparation de films bioplastiques à partir de dérivés de la biomasse. Ici il s'agit de préparer des bionanocomposites à partir de cellulose bactérienne obtenu du lait de coco et de chitine provenant de carapaces de crustacés. Un procédé de préparation de nanocellulose à partir de la cellulose bactérienne mettant en jeu des conditions plus éco-compatibles a été développé. La préparation de films plastiques à partir de ces produits a été évaluée. L'influence de l'utilisation de la cellulose et du chitosan sous forme nanoparticulaire (ou non) a été évaluée à la fois sur la structure des films ainsi que sur leurs propriétés. Enfin l'adjonction de cire d'abeille à la formulation a permis l'obtention de film ayant une résistance à l'eau accrue.



Additive manufacturing, flow chemistry and multiphysics simulation applied to the development and optimization of microreactors

Franco Otaola ^a, Denis Luart ^b, Mikel Leturia ^{a*}

^a *Université de Technologie de Compiègne (UTC), TIMR*

^b *ESCOM, UTC, TIMR, France*

*E-mail address: mikel.leturia@utc.fr

Most common continuous catalytic reactors, such as packed-bed and slurry reactors, can present some disadvantages as channeling [1], heat transfer limitations [2], relatively high pressure-drop/catalytic-surface ratios and reduced catalyst life caused by attrition of the particles or hotspots [3]. Process intensification can be accomplished by the reduction of the characteristic length in order to improve the mass and heat transfer properties (by reduction of the diffusion path lengths) [4].

Structured reactors with meso and micro geometrical characteristic lengths represent a promising replacement for packed bed [1]. Two main types of structured reactors for heterogeneous catalysis can be distinguished: monoliths and foams. Structured reactors generally have a high empty fraction, giving the advantage of lower pressure drops. Monoliths present the lowest pressure drops which can be up to two orders of magnitude lower than packed bed reactors. As the diffusion lengths are reduced, they can outperform packed beds for mass transfer limited reactions. The main disadvantage of monoliths is the non-existing radial mixing, making them highly sensitive to inlet maldistributions [2]. Foams (or open cell structures) have interconnected channels and present the advantage of good radial mixing, compared to monoliths. Nevertheless, the random nature of their structure can generate channeling and hotspots [3].

Additive manufacturing (AM), or 3D printing, has gained interest in many engineering fields, including chemical engineering. The geometrical freedom of AM is particularly attractive for structured reactors as it is possible to manufacture regular foams. Regular foams, more commonly named Periodic Open Cell Structures (POCS), present the advantages of monoliths and foams together: the regularity of monolith and the interconnection (radial mixing) of foams [3, 4].

With an increasing palette of available materials and precision in additive manufacturing techniques, 3D printed structured reactors present many advantages over common reactors and could represent the next generation of reactors. Additionally, the development of 3D printed structured reactors can be also combined with multiphysics simulations, such as Computational Fluid Dynamics for a better understanding and further optimization of the geometry.

Keywords: Additive Manufacturing, 3D printing, Structured reactors, Catalysis

[1] M.N. Kashid, A. Renken, L. Kiwi-Minsker, *Microstructured devices for chemical processing*, John Wiley & Sons, 2014.

[2] A. Cybulski, J.A. Moulijn, *Structured catalysts and reactors*, CRC press, 2005.

[3] C. Busse, H. Freund, W. Schwieger, *Intensification of heat transfer in catalytic reactors by additively manufactured periodic open cellular structures (POCS)*, *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification* 124 (2018) 199-214.

[4] V. Papetti, P. Dimopoulos Eggenschwiler, A. Della Torre, F. Lucci, A. Ortona, G. Montenegro, *Additive Manufactured open cell polyhedral structures as substrates for automotive catalysts*, *International Journal of Heat and Mass Transfer* 126 (2018) 1035-1047.



Enjeux formulatoires autour des lignines, ingrédients biosourcés multifonctionnels

Caroline Hadjiefstathiou^{a,b,c,*}, Florian Pion^a, Paul-Henri Ducrot^a, Audrey Manière^b,
Michel Grisel^c, Ecaterina Gore^c

^a*Institut Jean-Pierre Bourgin UMR 1318 INRAE-AgroParisTech, INRAE
Versailles Grignon*

^b*IFF – Lucas Meyer Cosmetics*

^c*URCOM EA 3221 INC3M-CNRS-FR 3038, Université Le Havre Normandie*

*E-mail address: caroline.hadjiefstathiou@etu.univ-lehavre.fr

Substituer des ingrédients synthétiques par de nouveaux ingrédients naturels multifonctionnels est un réel défi pour l'industrie cosmétique. Les lignines, polymères polyphénoliques, la plus abondante source de biopolymères non saccharidiques de la biomasse végétale, sont reconnues pour leurs propriétés antioxydantes [1], anti-UV [2,3] et antimicrobiennes. Du fait de leur structure, haute masse moléculaire et polydispersité, la solubilité de ces composés reste limitée dans les solvants cosmétiques usuels. Ainsi, notre projet inclut tout d'abord le fractionnement des lignines, puis l'étude de leurs caractéristiques physico-chimiques. La solubilité dans différents solvants et milieux est étudiée, mettant en évidence la nécessité de moduler ces lignines pour envisager leur formulation.

Mots-clés : lignine, ingrédient biosourcé, antioxydant, anti-UV, fractionnement, formulation

[1] M.P. Vinardell, V. Ugartondo, M. Mitjans, 2008, *Industrial Crops and Products*, 27, 220-223.

[2] Xueqing Qiu, Shiping Zhu, 2015, *Green Chemistry*, 17, 320-324.

[3] Xueqing Qiu, Shiping Zhu, 2016, *ACS Sustainable Chem. Eng.*, 4, 4029-4035.



New challenges in cosmetic formulations Innovative, environmentally friendly and non-toxic microparticles

Adeline DELAPORTE^a, Marie-Carole KOUASSI^a, Michel GRISEL^a, Ecaterina GORE^{a*}

^aURCOM EA 3221 INC3M-CNRS-FR 3038, Université Le Havre Normandie

*E-mail address: ecaterina.gore@univ-lehavre.fr

Cosmetic skin-care products are used daily to clean, protect and give a younger appearance to the skin. There is a growing demand for effective products that are able to address specific skin problems of consumers. To this end, a variety of active ingredients (vitamins, polyphenols, essential oils) [1], are introduced due to their wide range of properties (antioxidant, anti-aging, photo-protective). However, the use of these actives is very often limited because of their: a) low solubility, b) low ability to cross the dermal barrier and above all c) chemical instability to environment [2–4]. An effective delivery system must meet several conditions: long-term protection of the biological properties of the active, its controlled release, long-term stability, safety and sensoriality.

Keywords: delivery systems, cosmetic actives, microparticles, encapsulation, cosmetic formulations

[1] Michalak, M. et al. *Nutrients*, 2021, 13, 203.

[2] Ferguson, T.I. et al. *e-SPEN Journal* 2014, 9, e49–e53.

[3] Boon, C.S. et al. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 2010, 50, 515–532.

[4] Esparza, I. et al. *Antioxidants* 2020, 9, 720.



Biobased polymers for cosmetic formulation: an alternative to silicones

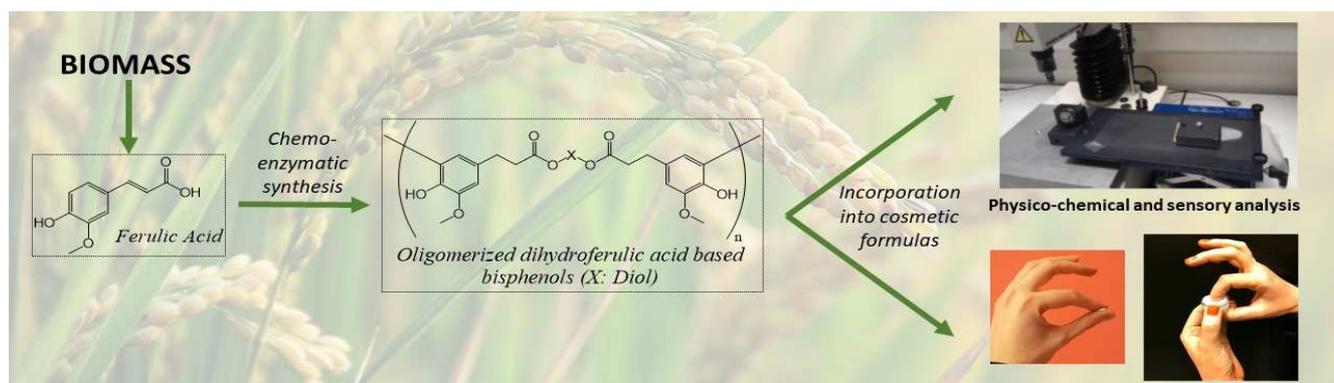
Floriane Rischard^{a,b*}, Ecaterina Gore^a, Amandine Flourat^b, Géraldine Savary^a

^aNormandie Univ., UNIHAVRE, FR 3038 CNRS, URCOM, 76063 Le Havre, France

^bURD Agro-Biotechnologies (ABI), CEBB, AgroParisTech, 51110, Pomacle, FRANCE

*E-mail address: floriane.rischard@univ-lehavre.fr

Silicones have been incorporated in cosmetics formulas since the 1950s [1], for their unique properties: silkiness and shine enhancer, non-greasy feeling on skin, chemical stability, etc. [2]. However, these ingredients cause many problems regarding their impact on the environment [3] and on the human health [4]. The aim of this research project is to synthesize biobased alternatives to silicones and to introduce them into cosmetic formulations. Renewable ferulic acid-based bisphenols will be oligomerized [5] through an enzymatic-catalysis reaction, in order to obtain macromolecules with antioxidant/antimicrobial activities [6]. Different linkers (X) will be used to procure silicone-like properties to the oligomers, that will be assessed by physico-chemical and sensory analysis [7].



Keywords: Cosmetics, Formulation, Silicone alternative, Biobased polymers, Ferulic acid

[1] M. Andriot et al., « Silicones in Industrial Applications », in *Inorganic Polymers*, De Jaeger, R., Gleria, M., Eds., Nova Science: Hauppauge, NY, USA, 2007, p. 61-161.

[2] R. P. Gawade et al « Polymers in cosmetics », in *Polymer Science and Innovative Applications*, Elsevier, 2020, p. 545-565. doi: 10.1016/B978-0-12-816808-0.00017-2.

[3] M. Pedrouzo et al « Analytical methods for personal-care products in environmental waters », *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, vol. 30, no 5, p. 749-760, 2011, doi: 10.1016/j.trac.2011.01.009.

[4] M. C. Montiel et al « Biocatalytic solutions to cyclomethicones problem in cosmetics », *Engineering in Life Sciences*, vol. 19, no 5, p. 370-388, 2019, doi: 10.1002/elsc.201800194.

[5] F. Allais et al « Polymère phénolique à liaisons biaryles 5-5, procédé pour sa préparation et utilisations », WO2015055936A1, 2015

[6] A. F. Reano et al « Chemo-enzymatic preparation and characterization of renewable oligomers with bisguaiacol moieties: promising sustainable antiradical/antioxidant additives », *Green Chem.*, vol. 18, no 11, p. 3334-3345, 2016, doi: 10.1039/C6GC00117C.

[7] L. Gilbert et al « Rheological and textural characterization of cosmetic emulsions containing natural and synthetic polymers: relationships between both data », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 421, p. 150-163, 2013, doi: 10.1016/j.colsurfa.2013.01.003.



Optimize and evaluate formulations performances by identifying the true rheological behavior using microfluidic rheometer

Thanina Amiar, Giovanni Brambilla, Gérard Meunier

Formulation, 3-5 Rue Paule Raymondis, 31200 Toulouse, France

*E-mail address: Thanina.amiar@formulation.com

The identification of the right raw materials relies on a variety of tests and physicochemical analysis performed, amount them the viscosity characterization. And to optimize a formulation, the true viscosity profile of a formulation under real process conditions in terms of shear rates and temperature, provides the formulator information about the performances or processability of a formulation for a better optimization. A novel microfluidic rheometer provides the formulator the rheological behavior of formulations in real application conditions of shear from $100 - 180\,000\text{ s}^{-1}$ and in less than 3 min. This technology is calibration free and viscosity is monitored in real-time by visual flow acquisition methods, allowing for high throughput screening in a fraction of time of normal methods.

Keywords: Microfluidic, calibration free technology , high shear rates, viscosity



