

La formulation aujourd'hui : une introduction

Alain Durand

Résumé

La formulation est un domaine scientifique dont l'objet est la conception, la caractérisation et la fabrication de « produits » suivant un cahier des charges qui vise à répondre aux attentes de l'utilisateur, aux réglementations en vigueur, aux contraintes techniques de fabrication... Ces « produits » sont très souvent des mélanges multiconstituants et polyphasiques dont les propriétés physico-chimiques dépendent notamment du choix des constituants (nature et quantité), de la façon dont ils sont mélangés (morphologie, granulométrie...) et du procédé de fabrication utilisé. Comme la formulation se retrouve dans des secteurs industriels très différents, extraire des concepts et une méthodologie communs constitue un défi tant scientifique que pédagogique.

Mots-clés

Formulation, concepts, méthodologie, génie des produits, JIREC 2015.

Abstract

Introduction to formulation principles

Formulation is a scientific discipline whose objectives are design, characterization and manufacturing of products meeting specifications for end-user, regulations, technical process requirements... Formulated products are often polyphasic mixtures of numerous ingredients and their physico-chemical properties rely, among other, on the selected composition (nature and amount of various compounds), on the way they are mixed (morphology, shape and size distribution of particles of disperse phase...) and on the manufacturing process. Since formulation can be found in very diverse industrial domains, defining common concepts and methodology represents a real challenge for both research and education.

Keywords

Formulation, concepts, methodology, product engineering, JIREC 2015.

Comment définir la formulation ?

Malgré le caractère toujours schématique voire caricatural d'une définition sensée tracer le périmètre rigoureux d'une discipline couvrant autant de domaines industriels que la formulation, nous adopterons l'énoncé donné par J.-M. Aubry et G. Schorsch : « *La formulation peut être définie comme l'ensemble des connaissances et des opérations mises en œuvre lors du mélange, de l'association ou de la mise en forme d'ingrédients d'origine naturelle ou synthétique, souvent incompatibles entre eux, de façon à obtenir un produit commercial caractérisé par sa fonction d'usage (laver du linge, soigner un malade, maquiller la peau, etc.) et son aptitude à satisfaire un cahier des charges préétabli* » [1]. Cette définition, au travers du terme « produit commercial », fait ressortir plusieurs caractéristiques importantes d'un produit formulé. Tout d'abord, il est conçu et fabriqué dans le but de répondre aux attentes d'utilisateurs (qui peuvent être des personnes privées ou des professionnels). Ensuite, il doit pouvoir être fabriqué de façon fiable par un procédé industriel, et ce, avec des coûts acceptables. Enfin, le produit doit respecter les normes réglementaires en vigueur (sanitaires, environnementales...), que ce soit pour sa fabrication, lors de son utilisation et après son usage.

Deux autres concepts sont très directement associés à la notion de formulation dans la définition précédente : ceux de « fonction d'usage » et de « cahier des charges ». La fonction d'usage est attendue par l'utilisateur et constitue donc intrinsèquement la valeur du produit formulé. La fonction d'usage couvre toutes les étapes d'utilisation du produit et se décline en une liste de propriétés souhaitées exprimées à

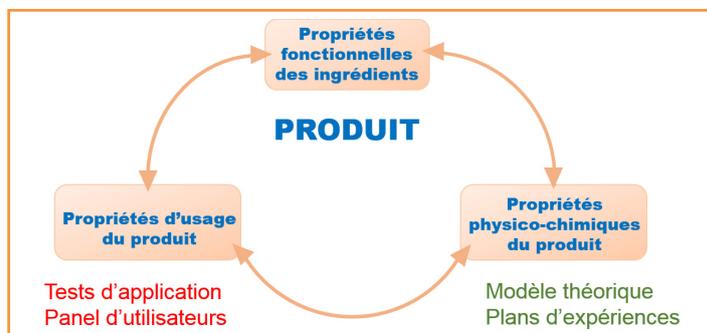


Figure 1 - Interrelations entre propriétés des ingrédients, propriétés physico-chimiques et propriétés d'usage. [1].

l'aide des termes de l'utilisateur (qui ne sont pas ceux du technicien) et peut s'évaluer à l'aide de critères maîtrisés par l'utilisateur. Dans la pratique, les entreprises font appel à des tests d'application définis en interne et aussi à des panels d'utilisateurs pour évaluer les propriétés d'usage de produits. Le cahier des charges regroupe toutes les caractéristiques requises du produit formulé en lien avec la fonction d'usage, le cadre réglementaire, le procédé de fabrication, les fonctions secondaires (conservation, stabilité...) et les aspects économiques. Ce cahier des charges s'exprime en termes techniques, réglementaires et économiques. Un des défis scientifiques de la formulation consiste à faire le lien entre les constituants, les propriétés d'usage (définies par l'utilisateur) et les propriétés physico-chimiques (maîtrisées par le technicien ou l'ingénieur) du produit (figure 1).

La limite exacte de la formulation n'est pas toujours évidente à situer tant en termes disciplinaires qu'en termes d'objet. Ainsi, des produits formulés sont employés comme précurseurs de matériaux : le béton, les résines pour les matrices polymères des composites, les suspensions pour le moulage des céramiques... [2]. Dans tous ces exemples, les concepts de la formulation permettent de concevoir les mélanges précurseurs alors que le résultat final est un matériau qui est utilisé et caractérisé comme tel. Dans un autre ordre d'idée, séparer le produit formulé et l'emballage associé n'est pas toujours pertinent. Le domaine des cosmétiques où le lien produit-emballage est historique n'est pas le seul exemple. Ainsi, l'emballage est parfois directement impliqué dans la fonction d'usage, par exemple pour contrôler le mélange ou l'association de plusieurs constituants lors de l'action de l'utilisateur : mélange des constituants d'un adhésif, formation des rayures sur le dentifrice... La conception de l'emballage peut aussi conditionner la composition du produit formulé lui-même. Ainsi certains emballages cosmétiques sont conçus de façon à limiter l'usage d'agents conservateurs [3].

Les principales caractéristiques physico-chimiques d'un produit formulé

Un produit formulé est conçu en vue de remplir une fonction d'usage et, à ce titre, il doit contenir l'ensemble des constituants requis. Les propriétés chimiques et physico-chimiques couvertes par la fonction d'usage visée étant souvent nombreuses, le nombre de constituants augmente lui aussi de façon importante, et avec lui la probabilité d'incompatibilités entre certains d'entre eux [2]. Ceci conduit à des produits multiconstituants et le plus souvent polyphasiques. De fait, ces produits seront fréquemment des systèmes hors équilibre et les interfaces auront un rôle très important sur leurs propriétés : stabilité physico-chimique, texture, comportement mécanique... Le rôle essentiel des interfaces ne s'arrête pas aux produits eux-mêmes mais concerne également les fonctions d'usage, comme l'effet moussant des shampooings (tableau I).

Une autre caractéristique essentielle des produits formulés, souvent mais pas exclusivement liée à leur caractère polyphasique, est la notion de « structure », c'est-à-dire l'organisation de la matière à une échelle allant de quelques nanomètres à quelques millimètres. Cette structure est un élément clé du contrôle des propriétés d'usage et va de

Tableau I - Exemples d'interfaces intervenant en formulation (dans la préparation des produits formulés ou lors de leur application).

Interfaces	Système dispersé	Produits formulés concernés
Gaz/Liquide	Mousse, aérosol	Shampooing, lessive à main, liquide vaisselle, désodorisants, émulsions foisonnées...
Liquide/Liquide	Émulsion	Crèmes cosmétiques, mayonnaise...
Solide/Liquide	Suspension	Peintures, encres, écrans solaires...
Solide/Gaz	Poudre, solide expansé	Café lyophilisé, lait en poudre, lessive en poudre, mousses polyuréthane, polystyrène expansé...
Solide/Solide	Dispersion solides	Comprimés, rouge à lèvres, chocolat...

l'auto-assemblage de molécules (micelles de tensioactifs, édifices supramoléculaires...) aux particules de phase dispersée (gouttes d'une émulsion, bulles d'une mousse...) jusqu'à l'agencement des particules d'un milieu granulaire (béton, bitume...). Être capable de caractériser quantitativement cette structure et de relier ces caractéristiques aux propriétés macroscopiques du produit est toujours un enjeu tant scientifique qu'industriel. En se basant sur cette notion de structure, une typologie physico-chimique des produits a été proposée sous forme de quatre grands groupes, qui correspondent à des usages et des procédés de fabrication nettement distincts (tableau II) [4].

Quels liens avec le génie des procédés ?

Ainsi que l'indiquait la définition de départ, la formulation ne peut pas s'arrêter à une connaissance chimique et physico-chimique des ingrédients et des produits. En effet, il est indispensable de savoir concevoir et dimensionner les opérations industrielles permettant de fabriquer ces produits, c'est-à-dire d'obtenir les propriétés d'usage souhaitées. J. Villermaux exprimait en 1996 que « les ingénieurs et les chercheurs en génie des procédés doivent résolument se tourner vers la synthèse de propriétés d'usage » [5]. En effet, en formulation, c'est bien une usine à fabriquer des propriétés d'usage qu'il faut envisager puisque ce sont ces dernières qui constituent le résultat attendu (figure 2). Dans cette vision, à l'aide du paradigme du génie des procédés qui est la notion d'opération unitaire, la dernière opération unitaire est l'utilisation, c'est-à-dire l'action exercée par l'utilisateur sur ou avec le produit.

La démarche de l'ingénieur consiste à décrire cette utilisation en faisant appel aux concepts de transfert de matière (libération d'une molécule active, mise en contact de réactifs...), de chaleur (changement de température,

Tableau II - Typologie des produits formulés (d'après [4]).

Type de produit formulé	Systèmes homogènes	Solides divisés	Solides déformables	Systèmes fluides
Phase continue	---	Air	Solide	Liquide
Phase dispersée	---	Solide	Liquide, solide, gaz	
Descripteurs de la structure	---	Granulométrie, forme des particules, cristallinité, fraction volumique de phase dispersée...		Forme des particules ou des auto-assemblages de (macro)molécules, granulométrie, fraction volumique de phase dispersée...
Exemples	Lubrifiants, carburants, parfums	Comprimés, granulaires, poudres	Pâtes, crèmes, matière grasses	Émulsions, suspensions, solutions micellaires, mousses

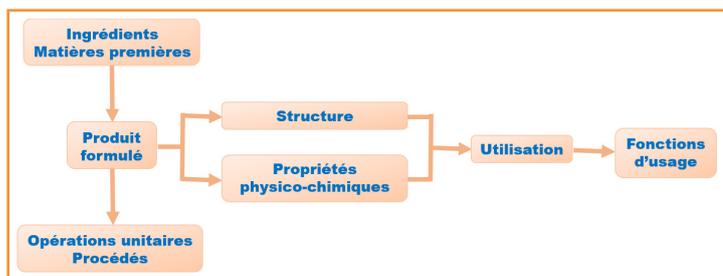


Figure 2 - Représentation schématique des principaux concepts du génie des procédés pour les produits.

changement d'état, séchage...) et de quantité de mouvement (action mécanique, écoulement...), et en définissant les étapes limitantes et les phénomènes dominants. Toute cette modélisation physique et physico-chimique de la fonction d'usage permet, dans les conditions les plus favorables, de définir un cahier des charges plus quantitatif sur la base de l'expression des besoins de l'utilisateur. Le formulateur peut ensuite, sur cette base, définir les constituants qui vont conduire aux propriétés souhaitées. Il va sans dire que cette démarche est loin d'être encore aboutie et elle fait l'objet de recherches tant universitaires qu'industrielles car elle est l'une des clés de l'innovation.

Bien sûr, l'autre lien entre le formulateur et l'ingénieur en génie des procédés réside dans la conception et la mise en œuvre de la fabrication d'un produit répondant à un cahier des charges. Ceci nécessite une prise en compte des propriétés physico-chimiques des produits et de la structure recherchées, ce qui représente une évolution par rapport au génie chimique classique : on parle de « génie des procédés pour les produits » [4]. Cette évolution avait été suggérée dès 1988 dans le rapport coordonné par N. Amundson [6]. Les principales opérations unitaires de fabrication rencontrées en formulation sont des opérations mécaniques de mélange, d'agitation, de dissolution, de broyage, de dispersion, d'atomisation..., et aussi des étapes de séchage qui sont très fréquentes [4].

Cette brève introduction à la formulation n'a certainement pas la prétention d'être exhaustive. Toutefois, son objectif était de souligner le caractère pluridisciplinaire de la formulation et aussi son approche scientifique et technique (bien qu'elle a parfois tendance à être considérée comme essentiellement empirique). De plus, la formulation, alors qu'elle est en prise directe avec des questions applicatives, est à l'origine de défis scientifiques tant pour les industriels que pour les universitaires. Enfin, c'est aussi un formidable sujet de réflexion en matière de pédagogie car il faut trouver le bon équilibre entre l'examen détaillé des différentes disciplines (chimie organique, chimie inorganique, chimie physique, chimie analytique, colloïdes, chimie et physico-chimie des polymères...) et une approche générale permettant d'aborder des types de produits et d'applications très variés.

Références

- [1] Aubry J.-M., Schorsch G., Formulation - Présentation générale, *Techniques de l'Ingénieur*, 1999, réf. j2110.
- [2] Schorsch G., La formulation : de l'art à la science du compromis. L'histoire et l'actualité de la formulation, *L'Act. Chim.*, 2000, 241, p. 20.
- [3] Marchin L. (Pylote), Utilisation de matériaux incorporant des microparticules pour éviter la prolifération de contaminants, WO 2015/197992 A1, 2015.
- [4] Favre E., Bousquet J., Le génie pour les produits. Un génie des procédés pour l'élaboration de meilleurs produits : perspectives et enjeux, *L'Act. Chim.*, 2004, 276, p. 28.
- [5] Villermaux J., in *Génie des procédés*, G. Grevillot, A. Storck (coord.), Tec & Doc/Lavoisier, 1993.
- [6] *Frontiers in chemical engineering: research needs and opportunities*, The National Academies Press, 1988.



Alain Durand

est professeur à l'Université de Lorraine, directeur du Laboratoire de Chimie-Physique Macromoléculaire (LCPM)* et président du groupe Formulation de la Société Chimique de France.

* LCPM, UMR 7375 Université de Lorraine/CNRS, ENSIC, 1 rue Grandville, BP 20451, F-54001 Nancy Cedex.
Courriel : alain.durand@univ-lorraine.fr

26 au 28 octobre 2016
DIJON

64e Congrès
Union des Professeurs
de Physique et de Chimie

Faculté des sciences et des techniques
Université de Bourgogne