



Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement

En ce qui concerne les produits pharmaceutiques et cosmétiques, il est principalement question d'émulsions telles que, par exemple, des crèmes et des lotions, ainsi que des gels et des solutions qui contiennent des agents tensioactifs possédant souvent des propriétés rhéologiques compliquées. C'est la raison pour laquelle la détermination, l'optimisation, la gestion et le contrôle des propriétés rhéologiques jouent un rôle décisif lors du développement de nouveaux produits. De plus, il est important de prendre en considération et d'évaluer les caractéristiques rhéologiques les plus importantes, qui sont les suivantes :

- ⇒ détermination, optimisation et contrôle de la limite élastique, plus particulièrement des crèmes, en relation avec les conditions de préemballage, d'utilisation et de stockage,
- ⇒ évaluation, optimisation et contrôle des propriétés rhéologiques correspondant à des contraintes de cisaillement très différentes lors du cycle complet de production, de la production et du traitement (mélange, sédimentation, dispersion, homogénéisation, pompage) jusqu'à la production finale (préemballage, extrusion, coloration), en passant par le transport et le stockage jusqu'à l'utilisation par le consommateur final (pression sur le tube, écrasement),
- ⇒ évaluation, optimisation et contrôle des propriétés rhéologiques à dépendance chronologique (thixotropie),
- ⇒ évaluation, optimisation et contrôle des changements de structure au sein du produit (propriétés viscoélastiques).

Les taux de cisaillement possibles au cours du cycle complet de production sont les suivants :

Stockage :		0 s ⁻¹ ;
Ecoulement, sédimentation :	0.001 ...	1 s ⁻¹ ;
Pompage, mélange :	1 ...	1000 s ⁻¹ ;
Dispersion, extrusion, application au rouleau, coloration :	1,000 ...	100000 s ⁻¹ ;
Ecrasement :	10, 000 ...	100000 s ⁻¹ ;
Homogénéisation à haute pression :	10, 000 ...	1000000 s ⁻¹

Tout d'abord, il est indispensable de prêter attention à la stabilité du produit pendant le stockage et le transport. Les processus de sédimentation et de mélange doivent être évités. Pour cela, la définition optimale de la limite élastique et de la viscosité adéquate à l'état de repos joue un rôle décisif. La limite élastique et la viscosité optimale à l'état de repos constituent également un critère important au cours de l'utilisation du produit (pressage et écrasement).

Evaluation de la production et contrôle qualité

Tout d'abord, le contrôle qualité sert à acquérir les données reproductibles et correctes sur le plan métrologique concernant les propriétés rhéologiques. Déterminées à l'aide d'un rhéomètre, les caractéristiques d'écoulement doivent avoir une bonne comparabilité au sein de la gamme de production d'un fabricant, et être significatives sur le plan métrologique pour les fournisseurs et pour les organismes de contrôle qualité.

Pour interpréter les propriétés rhéologiques des produits pharmaceutiques et cosmétiques, il est nécessaire d'étudier les courbes d'écoulement d'une large plage de taux de cisaillement déterminée et de mesurer **la limite élastique du produit final**. *Une détermination approximative de la limite élastique à l'aide de mesures de déformation et de mesures de rotation suivies d'une extrapolation peut provoquer d'importantes distorsions et des défauts en termes de qualité, et ne doit donc être recommandée que dans des cas exceptionnels.* De plus, la **longueur de la structure (thixotropie) et les propriétés viscoélastiques** doivent être mesurées.

Les paramètres importants en termes d'interprétation d'un produit sont la limite élastique, le degré de changement de viscosité, le degré et la vitesse de la destruction ou de la formation de structure, et la durée de la récupération et du module élastique. Des méthodes de mesure standard doivent être mises en oeuvre afin de garantir une bonne reproductibilité et une bonne comparabilité. Ces méthodes doivent également prendre en considération la préparation thermique et mécanique des échantillons (préhistoire) et les algorithmes spéciaux d'évaluation des produits donnés.

Procédure de mesure permettant de déterminer la viscosité dépendant du taux de cisaillement

Tests à taux imposé (CR-tests)

- ⇒ Courbe d'écoulement d'équilibre dans la plage de taux de cisaillement située entre 0,04 et 20000 s⁻¹ en vue d'une étude des propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement
Exemple : voir figure 1
- ⇒ Rampes linéaires à taux de cisaillement imposé vers l'avant et vers l'arrière permettant d'étudier les propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement et les propriétés rhéologiques à dépendance chronologique (thixotropie).
Exemple : voir figure 2

Procédure de mesure permettant de déterminer la cinétique des processus de destruction ou de formation de structure

Tests à taux imposé (CR-tests)

- ⇒ Tests à changement de stades et à taux de cisaillement imposé permettant de déterminer la destruction ou la formation de structure
Exemple : voir figure 3

Tests à cisaillement contrôlé (CS-tests)

- ⇒ Tests à changement de stades et à contrainte de cisaillement imposée permettant de déterminer la destruction ou la formation de structure
Exemple : voir figure 4

Procédure de mesure visant à déterminer la limite élastique et la viscosité-zéro

Tests à cisaillement contrôlé (CS-tests)

- ⇒ Rampes linéaires à contrainte de cisaillement imposée visant à mesurer la limite élastique ou la viscosité-zéro
Exemple : voir figure 5

Procédure de mesure permettant de déterminer les propriétés viscoélastiques

Tests à cisaillement contrôlé (CS-tests)

- ⇒ Tests de fluage et tests de récupération au fluage à contrainte de cisaillement imposée permettant de déterminer les propriétés viscoélastiques d'un matériau
Exemple : voir figure 6

Mesure :

Etude des propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement et des propriétés rhéologiques à dépendance chronologique.

Détermination de l'influence des composants reçus, des conditions de production et du vieillissement sur le changement de viscosité en fonction du taux de cisaillement (courbes d'équilibre) et de la durée de charge (thixotropie).

Les données d'équilibre des courbes d'écoulement ou de la viscosité possèdent une signification particulière au cours du traitement (pompage, mélange). Elles ont également un lien avec la perception du consommateur (sensation secondaire sur la peau).

Les données d'équilibre obtenues à partir des rampes linéaires possédant un taux de cisaillement imposé vers l'avant et vers l'arrière sont particulièrement intéressantes en ce qui concerne l'interprétation de la structure interne et de la stabilité des émulsions et des gels.

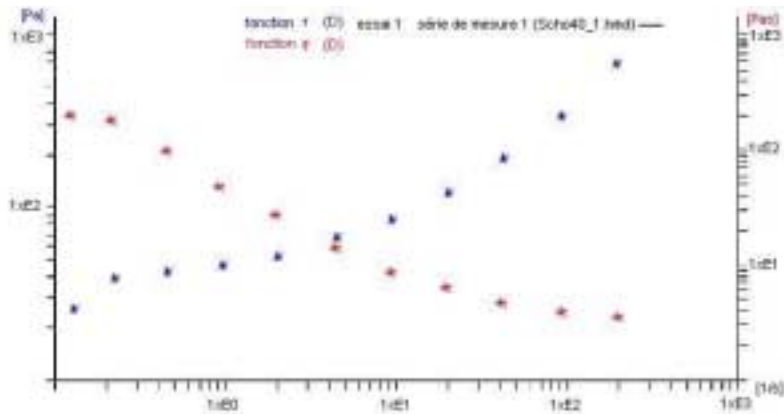


Figure 1 : Courbes d'écoulement d'équilibre

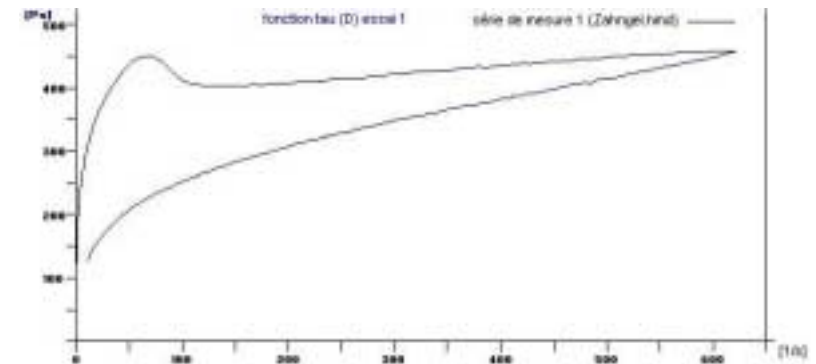


Figure 2 : Rampes linéaires à taux imposé vers l'avant et vers l'arrière (zone d'hystérésis)

Remarques :

Une constance à température élevée est nécessaire pour déterminer la viscosité comme une fonction du taux de cisaillement. De plus, la durée des mesures possède une signification décisive. Il est indispensable de définir un équilibre pour chaque taux de cisaillement entre ce dernier et la force résultante. Cela signifie qu'une durée de mesure plus longue est nécessaire pour les taux de cisaillement peu importants, et qu'une durée de mesure plus courte est nécessaire aux gradients plus élevés. La durée des mesures et les effets liés au taux de cisaillement sont enregistrés à l'aide de courbes d'hystérésis en définissant des rampes à taux de cisaillement imposé vers l'avant et vers l'arrière.

Mesure :

Détermination de l'influence des composants reçus, des conditions de production et du vieillissement sur la destruction de la structure (réduction de la viscosité) sous l'effet d'une charge (application) ou sur la formation de structure dans des conditions de repos ou à de faibles charges (stockage) à l'aide de tests à changements de stades et à taux imposé (CR-tests) et à l'aide de tests à changements de stades et à cisaillement contrôlé (CS-tests). Il est possible d'obtenir une idée de l'état des émulsions et des gels à l'aide des mesures décrites. Il est ainsi possible de connaître l'influence sur la résistance et la modification de la structure.

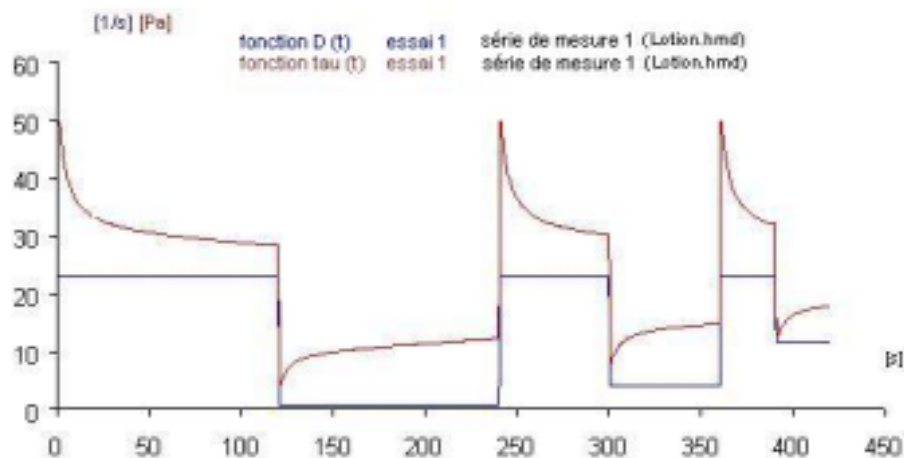


Figure 3 : Mesures à changements de stades et à taux imposé (CR-tests à changements de stades)

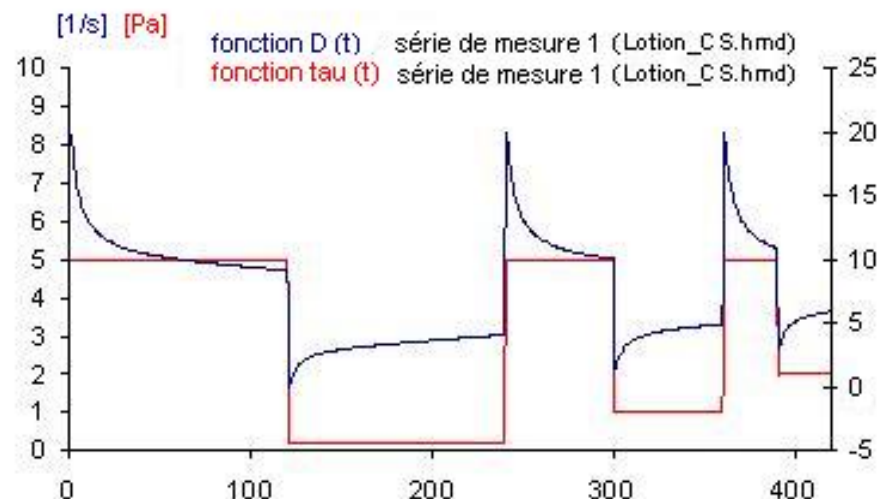


Figure 4 : Mesures à changements de stades et à cisaillement contrôlé (CS-tests à changements de stades)

Remarques :

La destruction de la structure par cisaillement forcé (CR) fournit des informations concernant la réduction de viscosité souhaitée pendant le transport, le traitement et l'emballage des produits semi-finis et des produits finaux.

La formation de structure à l'état de repos et à faible taux de cisaillement est essentielle à la stabilité **pendant le stockage**. La destruction de la structure sous l'effet d'une charge et à une contrainte de cisaillement définie fournit des informations concernant **la stabilité du produit au cours du transport, du traitement et de l'emballage** des produits semi-finis et des produits finaux. Lors de la mesure avec un cisaillement contrôlé (CS), la stabilité du produit (par rapport aux mesures avec un taux imposé) a un lien direct avec la contrainte de cisaillement. La formation de structure à l'état de repos et à faible taux de cisaillement est essentielle à la stabilité **pendant le stockage**. Par rapport aux mesures avec un taux imposé, l'influence sur la limite élastique est mesurée directement.

Mesure :

Détermination de l'influence des composants reçus, des conditions de production et du vieillissement sur la limite élastique. Pour cela, les limites de la contrainte de cisaillement définie par rapport au temps sont augmentées de manière continue et les taux de cisaillement résultants sont mesurés dans des intervalles de temps discrets. Après cela, la viscosité est calculée à l'aide de ces éléments.

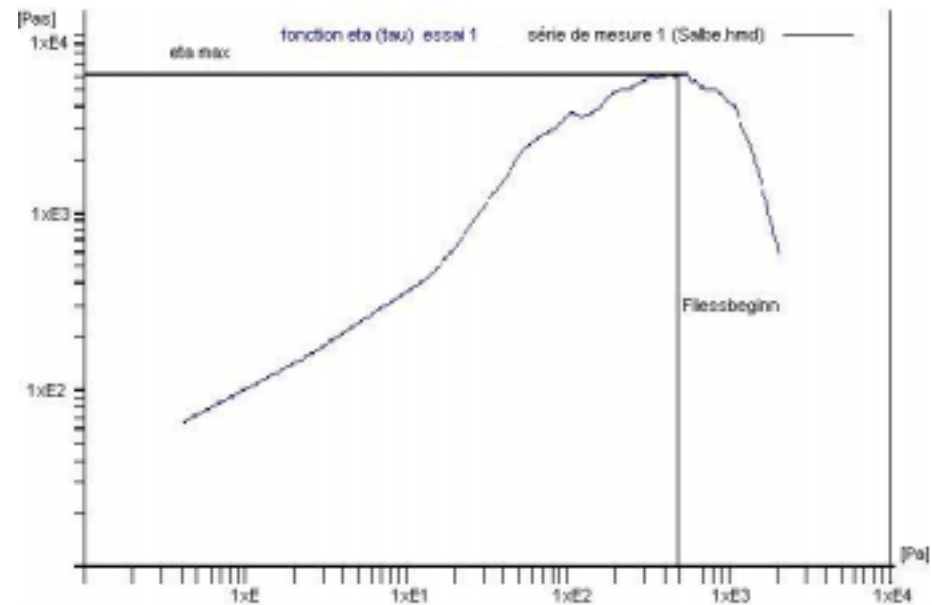


Figure 5 Contrôle de la limite élastique d'un produit final

Remarques :

Il est devenu courant de représenter "la viscosité comme une fonction de la contrainte de cisaillement" lors de l'évaluation des données. La contrainte de cisaillement correspondant à la viscosité maximale est désignée comme une contrainte de cisaillement critique qui est nécessaire à l'écoulement du système. La contrainte de cisaillement critique est liée à la première sensation sur la peau, qui se rapporte à la perception sensorielle lors de la première application de l'émulsion cosmétique. De plus, la limite élastique mesurée fournit une preuve importante de la stabilité au cours du stockage et de la probabilité de lamination.

Mesure :

Détermination des constituants visqueux et élastiques de la déformation totale et des valeurs critiques telles que le temps de récupération nécessaires pour obtenir des résultats reproductibles. Les éléments nécessaires à cette mesure de récupération au fluage sont tout d'abord les propriétés de déformation à un taux de déformation constant et la déformation possible d'un échantillon complet.

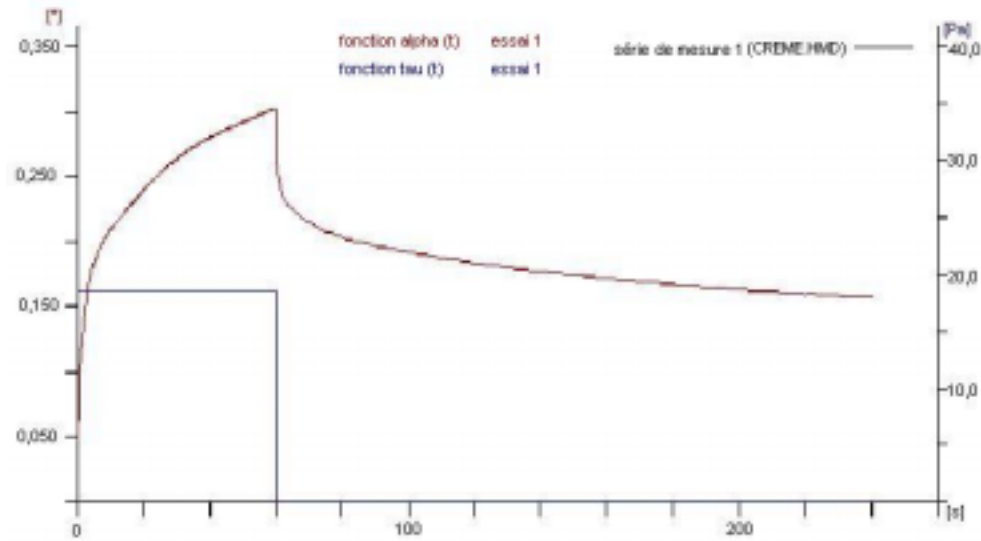


Figure 6 Test de récupération au fluage

Remarques :

Une structure supplémentaire est intégrée aux émulsions en raison des interactions intermoléculaires qui peuvent être détruites en tout ou partie lors du remplissage du récipient (qui correspond au cisaillement préliminaire). Cette destruction de la structure est généralement réversible. C'est la raison pour laquelle il est nécessaire de prendre en considération la récupération de l'échantillon. Les relations entre la déformation élastique et visqueuse et le temps de récupération reflètent des caractéristiques de consommation importantes. Des propriétés élastiques prononcées et un temps de récupération court sont liés, par exemple, à de bonnes propriétés lors de l'application.