UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

ETUDES CRITIQUES DES METHODES UTILISEES AU LABORATOIRE AZBANE

Présentée par :

- **EL-ATTAR Lamyae**

Encadrée par :

- **M^me^ OUAZAHROU Samira (AZBANE)**
- **M^me^ SABIR Safia (FST)**

Soutenu Le 11 Juin 2014 devant le jury composé de:

- **Pr : Mr K. MISBAHI**
- **Pr : M^me^ S. SABIR**
- **Pr : M^me^ A. KANDRI**

Stage effectué à Casablanca au sein des laboratoires AZBANE

Année Universitaire 2013 / 2014

Dédicaces

A mes chers parents *:* Aucun mot, aucune dédicace ne peut compenser les sacrifices que vous avez fournis pour notre bien-être et notre confort.

A mes sœurs et frères : trouvez dans ce rapport tous les sentiments de fraternité qu'on porte pour vous.

A toute ma grande famille à Fès et Casablanca.

A tous les professeurs et les étudiants de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès.

A tous ceux ou celles qu'on a rencontrés, et qui nous ont marqué par leur conduite et leur savoir-vivre.

A tous ceux ou celles que j'ai oublié, qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde reconnaissance.

Remercîment

Avant d'entamer ce rapport, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué par leur aide, leur soutien et leurs conseils à la réalisation de ce rapport.

C'est ainsi que je remercie tout particulièrement mon encadrante professeur **Madame SABIR** pour l'attention particulière dont elle a fait preuve à mon égard. C'est grâce à ses remarques, suggestions et conseils, mais également grâce à sa disponibilité, que j'ai pu mener à bien ce travail.

Je tiens à exprime particulièrement mes meilleurs respects à **Monsieur SAID AZBANE et Madame khalida AZBANE,** Directeur de la direction d'exploitation d'eau et assainissement.

Je remercie **Madame Samira OUAZAHROU** chef de service de m'avoir soutenu tout au long de mon stage, m'avoir facilité l'intégration dans sa section.

Je remercie également, **Mr Mustapha, Mr Hamid, Mr Saïd** et **M^{elle} Khadija Ghuatbi** ainsi que tout le personnel de service des rejets industriels pour leur sympathie, leur soutien et leurs conseils durant toute la période de stage.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, tant au niveau de l'orientation, qu'au niveau de la documentation, ou de la mise en forme.

Que cet ultime travail soit le témoignage de ma profonde reconnaissance et respect.

Sommaire

Introduction :……1

Chapitre I : présentation de l'entreprise AZBANE :……2

I. Présentation et fiche d'identité de l'entreprise :……..…..3

II. Historique :……..…...4

III. Activité :……....5

Chapitre II : les méthodes utilisées dans **LES LABORATOIRES AZBANE S.A :……..…6**

I. Contrôle de qualité :……7

II. Détermination de la teneur en eau :…….7

III. La mise en quarantaine :…….….8

IV. Procédure d'échantillonnage :……..…8

V. Contrôle des matières premières :…….....9

VI. Contrôle de l'emballage :……9

VII. Contrôle de produits finis :……...10
VIII. Procédure de conservation des échantillons de production :……..…11
IX. Indice de réfraction :……..…13

Chapitre III : Etudes critiques des méthodes utilisés :…….....14
I. Etude de la criticité pour le pH-mètre :……...…15
1. Détermination du pH:……15
II. Etude de la criticité pour la viscosité :……...….16
1. Détermination de la viscosité:……..……16
III. Etude de la criticité pour la masse volumique :…..……17
1. Détermination de la masse volumique:……....17
2. Conclusion :……..…25
IV. Contrôle microbiologique :……..…25
V. Proposition des améliorations :……...…28
Conclusion générale :……..…29

Bibliographie :……..…….….30

Introduction

A l'heure actuelle, le choix des matières premières cosmétiques s'oriente de plus en plus vers des produits d'origine naturelle biodégradables et de sources renouvelables. En effet, ceux-ci sont sans danger pour la santé.

L'industrie des tensioactifs est donc constamment à la recherche de nouvelles molécules possédant des caractéristiques fonctionnelles bien précises, à la fois économiques (matières premières et procédés de fabrication) et respectueuses de l'environnement.

Les végétaux constituent une source inépuisable et diversifiée de matériaux de base, les chercheurs et les consommateurs pensent qu'il est important de savoir en tirer profit, ainsi les commandes reçues par l'entreprise spécifient l'utilisation de produits « bio », comme pour les produits AMALIA sous traités par *AZBANE* et d'autres sociétés.

Ce projet est subdivisé en trois chapitres :

- Le premier chapitre fait l'objet d'une présentation globale de la société.
- Le deuxième chapitre est consacré aux méthodes utilisées dans les laboratoires *AZBANE*.
- Le troisième chapitre concerne l'étude critique des méthodes d'analyses utilisées.

Chapitre I :
Présentation de l'entreprise ***AZBANE***

I. Présentation et fiche d'identité de l'entreprise :

LES LABORATOIRES AZBANE S.A., dont la filiale basée à Paris, créés depuis une trentaine d'années, est une industrie fabriquant les produits suivants :

- **Produits Cosmétiques et parfums** : Rouge à lèvres, Vernis à ongles, Mascara, Eye Liner, Poudres compactes , Fond de teint, Fards à joues, Fards à paupières, gels pour cheveux, crayons pour les lèvres , crayons pour les yeux , dissolvant , eau de toilette.

- **Produits d'hygiène Corporelle** : Savons de toilette, crème traitante, talc, lait corporel, crème de jour, crème de nuit.
- **Produits d'accueil hôtellerie** : Shampoing, gels douche, conditionneur, lait corporel, sel de bain, eau de toilette et accessoires

En plus de la compétence de son personnel ainsi que son parc machine, sophistiqué et moderne, LES LABORATOIRES AZBANE S.A. s'impose une fabrication de produits répondant à un standing international avec des prix très compétitifs.

Logo :	
Raison social :	Société Anonyme
Date de Création :	1970
Siège social :	Casablanca (Maroc)
Capital Social :	5 500 000 €
Activités :	produits cosmétique
Surface de l'unité de production :	20.000 m^2
Surface de stockage :	10.000 m^2
Ressources Humaines :	300 personnes

I

1

1

1 n 8,

F

1 port

C ène

corporelle à l'international.

1992 : société **WIN DISTRIBUTION INTERNATIONALE SARL** : Commercialisation et distribution des produits cosmétiques, parfums et produits d'hygiène corporelle sur le marché Marocain.

1995 : société **CYNAPSE COMMUNICATION SARL** : Communication, Conception, Réalisation et Diffusion de tous Supports et produits de communication.

2001: représentation **DES LABORATOIRES *AZBANE* S .A** en Espagne.

2002 : représentation **DES LABORATOIRES *AZBANE* S .A** en Afrique de l'Ouest.

2003 : représentation **DES LABORATOIRES *AZBANE* S .A** en Tunisie.

2004 : obtention de la certification de qualité **ISO** 9001 Version **2000.**

2005 : Extension de l'unité production **AZBANE.**

2007 : création ***AZBANE* USA**, Inc. San Diego Californie.

2008 : Doublement de la capacité de production ***AZBANE***.

2009 : mise en place d'un système d'information intégré.

2010 : obtention de la certification de qualité **ISO** 9001 Version 2008 et **ICMAD** Version 2010/2011.

III. Activité :

Le domaine d'activité **des laboratoires *AZBANE*** repose sur la formulation, la conception, la production et le conditionnement de leur propre gamme cosmétique et parfum, ainsi que la sous-traitance de produit cosmétiques d'hygiène corporelle, des parfums et des produits d'accueil pour l'hôtellerie.

En effet, **la société *AZBANE*** affiche une volonté d'orienter ses recherches vers l'utilisation d'ingrédients et d'aditifs d'origine naturelle afin de lancer une nouvelle gamme **BIO**.

Le projet est encore à ses débuts, la recherche et le tri des matières premières **BIO** ne fait que commencer.

- ✓ Ces laboratoires sont performants pour :
    - La recherche et le développement : la conception
    - L'analyse microbiologique
    - L'analyse physico-chimique

Le laboratoire de contrôle intervient à chaque étape importante (prélèvement, contrôles physico-chimiques et bactériologiques), afin de valider la libération du produit.

Chapitre II :
les méthodes utilisées dans LES LABORATOIRES *AZBANE* S.A

I. Contrôle de qualité :

Nous avons effectuée divers contrôles (selon des procédures internes) sur chaque matière première placée préalablement en quarantaine, afin qu'elle soit libérée (ou refusée) et ensuite stockée et utilisée lors des formulations. A leur tour les produits semi finis et les produits finis passent par le laboratoire du contrôle qualité.

II. Détermination de la teneur en eau :

Le principe de la détermination de la teneur en eau se compose de deux méthodes :

La méthode A : par étuvage qui permet de doser l'eau et les substances volatiles éliminées par chauffage à une température T= (103 ± 2) °C.

La teneur en eau en matières volatiles est donnée en pourcentages en masse par la formule :

$$\textbf{Teneur en eau} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} * 100$$

$\mathbf{m_0}$: est la masse en grammes de la prise d'essai.

$\mathbf{m_1}$: est la masse en grammes du savon sec.

La méthode B : par entrainement azéotropique, permet de déterminer la teneur en eau ainsi que la teneur en matières volatiles solubles dans l'eau et insolubles dans le xylène ou le toluène, mais les résultats ne peuvent pas être obtenus avec une précision supérieure à ±0.3% il convient de n'adapter cette seconde méthode que pour les savons contenant une quantité appréciable de matières volatiles dans l'eau. Il est également recommandé d'utiliser cette seconde méthode dans le cas des savons préparés avec de l'huile de lin ou d'autres huiles siccatives de certain savon contenant par exemple du silicate de sodium.

La teneur en eau est donnée par la formule : $\frac{V}{m_0} * 100$

$\mathbf{m_0}$: est la masse en grammes de la prise d'essai.

V : est le volume en millilitres de la phase aqueuse.

Reproductibilité : La différence entre les résultats obtenus dans le bulletin d'analyse sur le même échantillon dans deux laboratoires différents (le laboratoire AZBANE et le laboratoire du fournisseur) ne doit pas dépasser 0.25% de la valeur moyenne trouvée du pourcentage en masse d'eau et de matière volatiles.

III. Mise en quarantaine :

La mise en quarantaine permet de s'assurer que chaque matière première, produit semi-fini, produit fini, emballages et étiquettes ne sont utilisés qu'après avoir été contrôlés par le laboratoire et libérés par celui-ci.

A la réception des matières premières, des emballages et des étiquettes. Une étiquette comportant une **bande rouge** sur la quelle est inscrit « **EN QUARANTAINE** » est colée sur le produit, ceci signifie que le produit doit passer par le laboratoire pour être analysé et libéré (retour si le produit est non conforme). Pour la fabrication et le conditionnement, une autre étiquette verte comportant le jour de l'analyse remplace l'ancienne étiquette.

Au cours de la fabrication, trois échantillons sont systématiquement prélevés par le laboratoire :

- Un échantillon est placé à l'étuve à 40°C pour un essai accéléré à courte durée.
- Un échantillon est utilisé pour les tests microbiologiques et physico-chimiques.
- Un échantillon est conservé en tant que témoin pour un éventuel contrôle du service de la répression des fraudes.

IV. Procédure d'échantillonnage :

Cette procédure a pour objet de définir la méthode à suivre pour prélever les échantillons de façon aseptique afin de limiter la possibilité d'une contamination supplémentaire du produit et pour avoir des résultats représentatifs.

Méthodologie :

Pour prélever les matières solides, les poudres, et les produits pâteux, on utilise des spatules inoxydables, et pour les matières liquides ou semi liquides on utilise des pipettes volumiques.

N.B : Pour le contrôle microbiologique, on utilise le matériel pour les échantillons stériles (seringues, spatules).

V. Contrôle des matières premières :

Ce sont les premiers contrôles effectués : il est nécessaire de s'assurer de l'identité et de la qualité de chacune des matières premières entrant dans la composition du produit.

L'identification est d'abord basée sur l'examen des caractères organoleptiques, à savoir : odeur, couleur et toucher. Des méthodes physiques (mesures de la densité, de la viscosité, de l'indice de réfraction,..) et chimiques (réactions colorées, indice d'acidité..) complètent l'identification et permettent de détecter les impuretés éventuelles et les produits de décomposition.

Les matières premières doivent répondre à certaines normes définies par leur fabricant ou imposées par l'acheteur, qui sont décrites dans un « cahier de charge » qui rassemble les obligations du fabricant vis-à-vis de son client.

VI. Contrôle de l'emballage :

1. Objet :

La présente instruction a pour but de définir la méthode du contrôle de l'emballage.

2. Défauts à contrôler :

Types d'emballage	Défauts critiques	Défauts majeurs	Défauts mineurs
Flacon en verre/ en plastique	-Conformité de l'article/échantillon proposé au fournisseur -Corps étranger à l'intérieur (poussière, particules de verre…) -Epaisseur du verre trop faible	-Profondeur intérieure -Diamètre du fond de filet -Hauteur totale -Texte et décors -Instabilité sur surface plane	-Salissure -Mauvaise planéité des lèvres du col
Tube	-Textes illisibles -Tubes percés -Souillures intérieures importantes de nature à altérer le produit contenu -Absence du joint d'étanchéité et du vernis de protection -Contenance faible	-Absence du bouchon -Bouchon à travers -Manque partiel d'impression -Joint d'étanchéité insuffisante ou rompu - Défaut d'aspect - Tâches -Teintes en dehors des limites -Dimensions hors tolérances	- Tâches -Salissures -Déformation -Impression -Plis
Etui «carton »	-Etuis déchirés. -Qualité de carton non conforme. -Textes inexistants en totalité ou	-Découpe non conforme -Difficultés de mise en forme -Etuis collés entre	

	partiellement. -Dimension rendant la fermeture ou son maintien impossible.	eux -Déchirures - Tâches -Rayures -Couleur hors limite -Manque partiel d'impression.	

VII. Contrôle de produits finis :

L'objectif est de définir la méthode de contrôle de poids du produit fini, et de s'assurer de son conformité.

Méthodologie :

- ✓ A la tête de chaque heure de production, des échantillons représentatifs des produits finis doivent être prélevés et soumis à des contrôles.
- ✓ Prélever 10 échantillons de chaque produit fini.
- ✓ Contrôler l'aspect, la couleur, l'intégrité du produit dans son emballage.
- ✓ Vérifier le poids des échantillons prélevés :
  a. Mesurer le poids de chaque échantillon.
  b. Calculer la moyenne des poids mesurés
  c. Renseigner la moyenne des poids sur la fiche de contrôle (ER.CQ.03 pour le Département de conditionnement, et ER.CQ.16 pour le département de Savonnerie)

Dans chaque fiche de contrôle, le poids nominal et le poids limite sont indiqués dans leurs cases respectives.

Acceptation :

Le produit fini est dit conforme si les échantillons prélevés sont jugés conformes.
Les poids acceptés doivent être supérieurs ou égales au poids limite contenu dans le cahier de charge.

VIII. Procédure de conservation des échantillons de production :

Les échantillons prélevés sur chaque lot de production, sont conservés au laboratoire pour les consulter en cas de réclamations.

➢ **Méthodologie :**

Chaque produit fabriqué et livré doit avoir un échantillon témoin identifié :

- Nom.
- Date de fabrication.
- Date de conditionnement.

	Désignation	durée	Commentaire
Cosmétique	Emulsion Blanche	3ans	Durée de conservation est entre 1 an et 3 ans suivant l'aspect du produit fini est les conditions de Stockage.
	Eye Liner	3ans	
	Mascara	3ans	
	Gel capillaire	3ans	
	Dentifrice	3ans	
	Eau de toilette	3ans	
	Vernis à ongles	1ans	
	Rouge à lèvres	1ans	
	Beurre de cacao	1ans	
	Poudre compacte	1ans	
Hôtellerie	Shampoing	3ans	
	Bain Gel	3ans	
	Conditionner	3ans	
	Body lotion	3ans	
	Lait démaquillant	3ans	

Ces échantillons sont conservés au laboratoire selon la durée indiquée dans le tableau ci-dessous, et dans des conditions de stockage respectant l'intégrité des produits (Zone propre à l'abri de l'humidité et de la lumière).

La durée de la conservation est déterminée par la nature du produit et par son historique.

IX. Indice de réfraction :

Le principe de cet essai est de mesurer l'indice de réfraction d'une matière première (MP) ou produit fini (PF) à l'aide d'un refractomètre convenable, c'est à dire d'un échantillon liquide ou gel non opaque à une température constante, T=20°C, et faire la comparaison au témoin.

- **Réactifs** : Solvant pour nettoyage de la surface du prisme du réfractomètre.
- **Sécurité :** Il faut éviter de strier le prisme lors de nettoyage, et éviter le jet d'eau sur le réfractomètre.
- **Essai :**

D'abord, il faut contrôler la température de l'échantillon à T= 20°C avant l'essai, puis fermer la partie mobile du prisme, et essuyer la surface avec un chiffon humide doux ou un coton imbiber d'eau distillée.

Par la suite, on effectue les mesurages conformément aux instructions opératoires de l'appareil utilisé, en faisant tomber une ou deux gouttes de l'échantillon sur toute la surface du prisme et en fermant doucement la plaque d'éclairage.

Sur le refractomètre, on choisit l'échelle 1, 2 ou 3, dans le cas échant, ou on passe de l'échelle 1 à 2 puis à 3 pour déterminer celle qui donne le compartiment claire et sombre, correspondant à la valeur mesurée en se basant sur la valeur témoin.

N.B : le réfractomètre présente trois échelles :

- Echelle 1 : $[1{,}333; 1{,}404]$
- Echelle 2 : $[\ 1{,}404; 1{,}468]$
- Echelle 3 : $[1{,}468; 1{,}520]$

On oriente la pointe vers la lumière et on règle l'échelle par le viseur en tournant le sélecteur d'échelle, puis on ajuste la vision claire et visible en tournant le viseur « EYE PIECE ».

A la fin, on règle la ligne séparant le compartiment clair et sombre jusqu'à l'obtention de l'un en haut et l'autre en bas dans le champ de vision, en se servant du viseur éliminant la couleur, à fin de lire l'échelle à l'endroit d'interception avec la frontière bleue. Ensuite on retire l'échantillon en essuyant la surface du prisme.

Chapitre III :
Etudes critiques des méthodes d'analyse utilisées

I. Etude de criticité pour le pH-mètre :

1. Détermination du pH :

Le but de cet essai est de mesurer le pH de l'échantillon et faire la comparaison au témoin.

- **Réactifs**

Deux solutions tampons de référence ; dont la valeur du pH dépend de celle du pH à mesurer ; entre 7 et 9 pour un échantillon basique ; et entre 4 et 7 pour un échantillon acide. Eau déminéralisée, solution de chlorure de potassium 3M pour y plonger l'électrode combinée après les mesures.

- **Matériel de mesure :**

pH mètre numérique muni d'une électrode de pH combinée, sonde de température et agitateur magnétique.

- **Essai :**

On commence par le rinçage de l'ensemble des verreries avec de l'eau distillée, l'électrode combinée est branchée au pH-mètre (face droite du pH mètre) après l'avoir ajusté si nécessaire.

Il faut que l'échantillon séjourne à 20°C, au réfrigérateur, pendant 15h. Dans le cas du produit en poudre, on prépare une solution de 1% dans l'eau distillée, la porter à 20°C et l'agiter pendant 2 mn à l'aide de l'agitateur magnétique.

On étalonne l'appareil avec les solutions tampons indiqués ci-dessus.

- **Exécution de l'essai :**

On fait Sortir l'échantillon du réfrigérateur à 20°C, on mesure le pH directement dans le cas de produit pâteux ou fluide, et en solution aqueuse dans les cas des produits en poudres.

On place l'électrode dans la solution saturée de KCL 3M.

II. Etude de criticité pour la viscosité :

1. Détermination de la viscosité :

Le but de cet essai est de mesurer la viscosité de l'échantillon à 20°C et faire la comparaison au témoin.

- **Matériel de mesure** :

Flacons de 250 ml, chronomètre, viscosimètre, aiguille.

- **Essai :**

Le début de l'essai commence par le rinçage de l'ensemble de la verrerie avec de l'eau distillée, puis on Fixe l'aiguille à l'appareil de mesure, on ajuste l'indicateur du cardan à la position « 0 », on règle la stabilité de l'appareil en ajustant la bulle de niveau.

Par la suite on introduit l'aiguille bien centrée dans le flacon, le niveau de produit doit être à la hauteur de l'encoche de l'aiguille, puis on met en marche simultanément le viscosimètre et le chronomètre.

Après un temps t=2 mn et à la vitesse adéquate au produit on arrête le viscosimètre et on lit la valeur indiquée, le résultat est multiplié par le coefficient correspondant à l'aiguille et à la vitesse utilisée.

- ✓ **Choix des paramètres par :**

- ➢ **Produits pâteux :**
  - Fixer l'aiguille TC,
  - Régler la vitesse sur 10 tours/mn,
  - Allumer,
  - Faire la lecture après 2mn,
  - Coefficient multiplié est 1000,
  - Le résultat final est la lecture multipliée au coefficient 1000.

- ➢ **Produits fluides :**
  - Fixer l'aiguille numéro 5,
  - Régler la vitesse V= 20tr/m,
  - Allumer,
  - Faire la lecture après 2mn,
  - Coefficient multiplié est 200,
  - Le résultat final est la lecture multipliée au coefficient 200,
  - Rincer est essuyer l'aiguille, la remettre dans le coefficient destiné au classement.

III. Etude de criticité pour la masse volumique :

1. Détermination de la masse volumique :

Le but de cet essai est la détermination de la masse volumique des produits chimiques solides et liquides.

- **Méthodologie :**

Le principe de cet essai est de mesurer la masse, à une température spécifiée, d'un volume de produit contenu dans un pycnomètre et déterminer le volume de ce dernier par mesurage de la masse d'un égal volume d'eau à la même température.

- **Matériel de mesure :**

Pycnomètre en verre, Bain d'eau thermo régulier à la température de la détermination à 0.1°C pompe à vide Manomètre à mercure.

- **Essai :**

Masse volumique des produits chimiques liquides :

On commence par le lavage et le et séchage du pycnomètre, on le pèse avec son bouchon et puis on le remplit avec de l'échantillon.

Ensuite, on détermine la masse apparente de son contenu préalablement porté à la température précisée. Enfin, on vide, on lave et on sèche le pycnomètre.

La masse volumique du liquide en essai en gramme par millilitre est donnée par :

$$\frac{(m_1 + A)}{(m_2 + A)} * m_v$$

- m_1 : est la masse apparente en gramme du liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre à la température de la détermination.
- m_2 : est la masse apparente en gramme apparente d'eau nécessaire pour remplir le pycnomètre à la température de la détermination.
- m_v : la masse volumique de l'eau en gramme par millilitre à la température de la détermination.
- **A** : est la correction en gramme due à la poussée d'air.

Au cours de mon stage au sein de la société *AZBANE*, on a analysé certains produits cosmétiques pendant une durée d'un mois.

Notre analyse s'est basée sur la détermination du pH, de la viscosité et de la masse volumique de différentes natures des shampoings, des laits et des bains gels.

Les résultats d'analyses sont respectivement rassemblés dans les tableaux **1, 2** et **3** :

Le produit	N° batch	pH	Viscosité (en poiseuille)	Masse volumique (en g/ml)
SHP 1	111614	6,07	3200	1,025
SHP 2	111914	5,92	2750	1,024
SHP 3	111914	5,98	2950	1,023
SHP 4	112014	6,00	3250	1,024
SHP 5	112014	6,32	3300	1,023
SHP 6	112014	5,77	3450	1,022
SHP 7	112014	5,65	3250	1,024
SHP 8	112014	6,05	3200	1,022
SHP 9	112214	5,35	3250	1,023
SHP 10	112514	5,29	2900	1,021
SHP 11	112614	5,27	2750	1,021
SHP 12	112614	5,57	3200	1,023
SHP 13	112614	5,56	3275	1,021
SHP 14	112714	5,75	2850	1,020
SHP 15	112714	5,54	2525	1,021
SHP 16	112714	5,54	2550	1,023
SHP 17	112714	5,43	2675	1,021
SHP 18	112714	5,59	3125	1,023
SHP 19	112714	5,46	3225	1,023
SHP 20	112814	5,46	2675	1,022
SHP 21	112814	5,45	2937,5	1,022
SHP 22	112814	5,33	2575	1,021
SHP 23	112814	5,15	2800	1,023
SHP 24	212814	5,15	2225	1,021
SHP 25	312814	5,35	2425	1,024
SHP 26	412814	5,41	2875	1,023
SHP 27	512814	5,38	2625	1,020
SHP 28	112914	5,37	2587,5	1,021
SHP29	112914	5,43	2962,5	1,019
SHP 30	212914	5,51	2475	1,020
SHP 31	312914	5,46	2325	1,021
SHP 32	412914	5,51	2350	1,022
SHP 33	512914	5,38	2675	1,023
SHP 34	113214	5,54	2387,5	1,020
SHP 35	113214	5,42	2800	1,019
SHP 36	213214	5,37	2137,5	1,021
SHP 37	313214	5,33	2725	1,021
SHP 38	413214	5,65	2450	1,020

SHP39	113214	5,47	3050	1,021
SHP 40	113314	5,36	2725	1,020
SHP 41	113314	5,22	3075	1,022
SHP 42	113314	5,46	2937,5	1,019

Tableau 1 : les résultats physico-chimiques obtenus pour les shampoings :

Le produit	N° Batch	pH	Viscosité (en poiseuille)	Masse volumique (en g/ml)
Lait 1	111914	5,08	24750	0,970
Lait 2	211914	5,11	27500	0,969
Lait 3	311914	5,08	28500	0,971
Lait 4	411914	5,15	30000	0,972
Lait 5	112014	5,53	22750	0,969
Lait 6	212014	5,53	25500	0,963
Lait 7	312014	5,61	28750	0,965
Lait 8	412014	5,53	30000	0,967
Lait 9	112014	5,18	26000	0,964
Lait 10	212014	5,05	28000	0,969
Lait 11	112014	5,18	27500	0,969
Lait 12	112214	5,49	29500	0,972
Lait 13	212214	5,17	27750	0,972
Lait 14	112314	5,62	22750	0,980
Lait 15	212314	5,58	23500	0,976
Lait 16	312314	5,48	26750	0,973
Lait 17	412314	5,65	23000	0,978
Lait 18	112514	4,96	30000	0,975
Lait 19	212514	5,30	28250	0,978
Lait 20	312514	5,01	25750	0,983
Lait 21	412514	5,13	30000	0,976
Lait 22	112714	5,23	25750	0,977
Lait 23	212714	5,18	29250	0,979
Lait 24	312714	5,17	28500	0,968
Lait 25	412714	5,27	30000	0,972
Lait 26	112714	5,11	24250	0,977
Lait 27	212714	5,13	27750	0,974
Lait 28	312714	5,10	28000	0,980
Lait 29	112814	5,12	28250	0,978
Lait 30	212814	5,14	29000	0,979
Lait 31	312814	5,33	29750	0,980
Lait 32	412814	5,26	30000	0,982

Lait 33	112914	5,41	27500	0,983
Lait 34	212914	5,26	23250	0,979
Lait 35	312914	5,14	26000	0,984
Lait 36	412914	5,31	27000	0,982

Tableau 2 : les résultats physico-chimiques obtenus pour le lait :

Le produit	N° Batch	pH	Viscosité (en poiseuille)	Masse volumique (en g/ml)
Bain Gel 1	111914	5,53	3150	1,023
Bain Gel 2	112614	5,72	2900	1,023
Bain Gel 3	112614	5,55	3425	1,021
Bain Gel 4	112714	6,07	3100	1,023
Bain Gel 5	112714	5,53	2895	1,022
Bain Gel 6	112714	5,35	3000	1,02
Bain Gel 7	112714	5,57	3550	1,022
Bain Gel 8	112714	5,46	3250	1,021
Bain Gel 9	112714	6,13	3500	1,022
Bain Gel 10	112814	5,34	2975	1,019
Bain Gel 11	112814	5,52	2975	1,02
Bain Gel 12	112914	5,56	3075,00	1,018
Bain Gel 13	112914	5,13	2900	1,021
Bain Gel 14	113214	5,56	3245	1,019
Bain Gel 15	113314	5,46	3475	1,019
Bain Gel 16	113314	5,54	2975	1,021
Bain Gel 17	113314	5,57	3087,00	1,023

Tableau 3 : **les résultats physico-chimiques obtenus pour le Bain Gel :**

Les graphes suivants présentent la variation du pH des différents shampoings, des laits et des bains gels.

- **Pour les shampoings** :

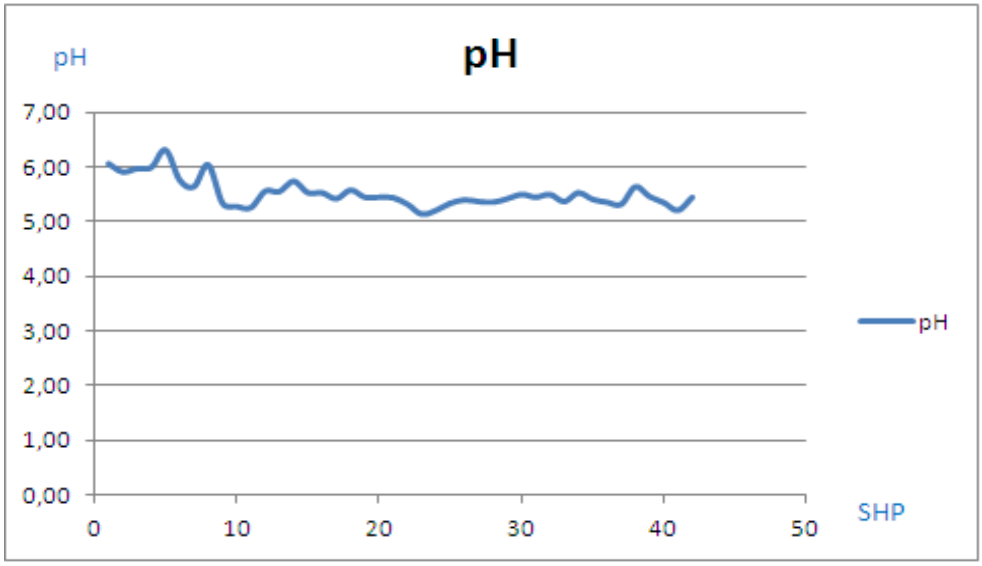

Fig1 : présentation graphique de la variation du pH en fonction du produit shampoing

- **Pour les laits :**

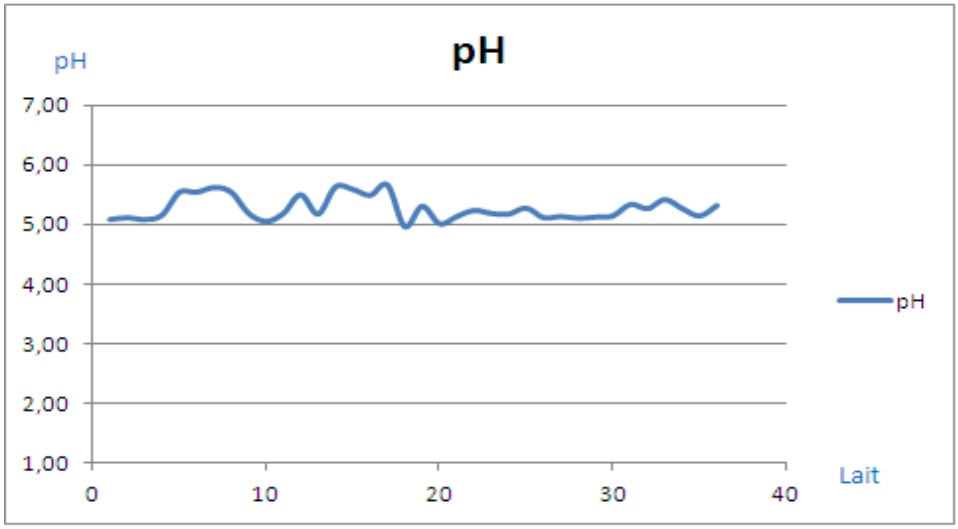

Fig2 : présentation graphique de la variation du pH en fonction du produit lait

- **Pour les Bains Gels :**

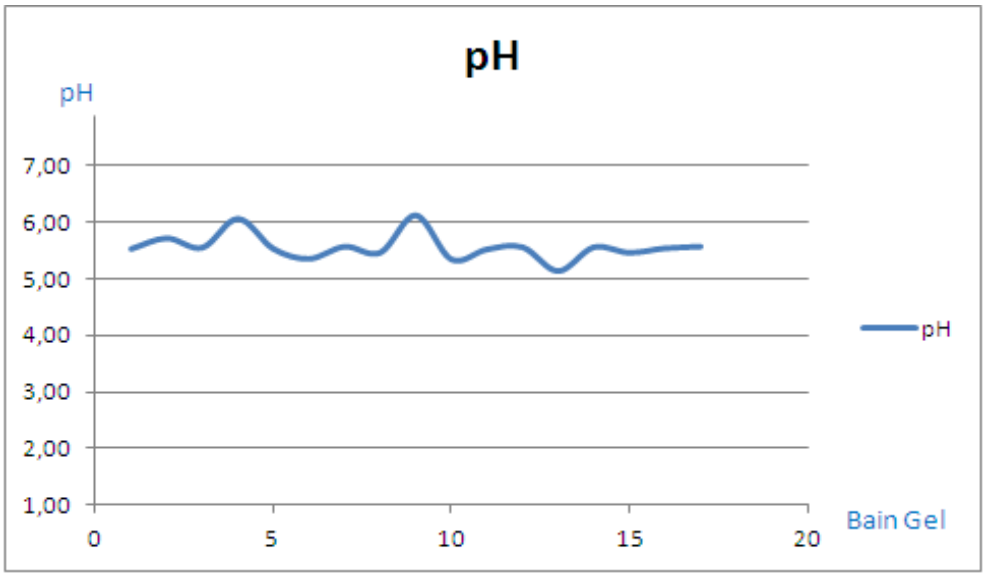

Fig3 : présentation graphique de la variation du pH en fonction du produit bain gel

⇨ D'après les graphes précédents, on remarque qu'il n y a pas de grande dispersion au niveau de l'acidité des produits traités, ce qui signifie que cet instrument à bien fonctionné et c'est grâce à l'étalonnage.

On a aussi présenté graphiquement ces produits selon la variation de la viscosité.

- **Pour les shampoings :**

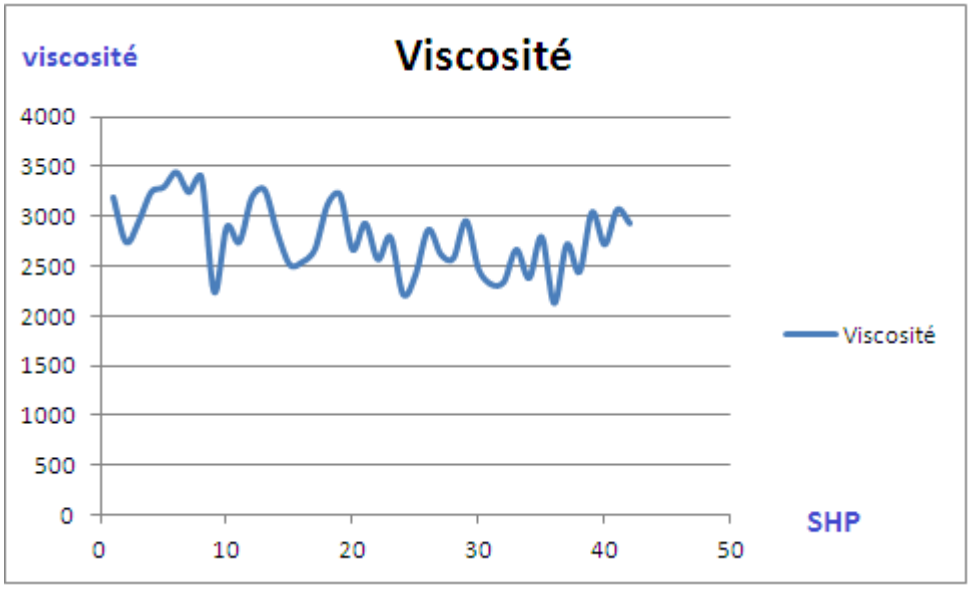

Fig4 : présentation graphique de la variation de la viscosité en fonction du produit shampoing

- **Pour les Laits :**

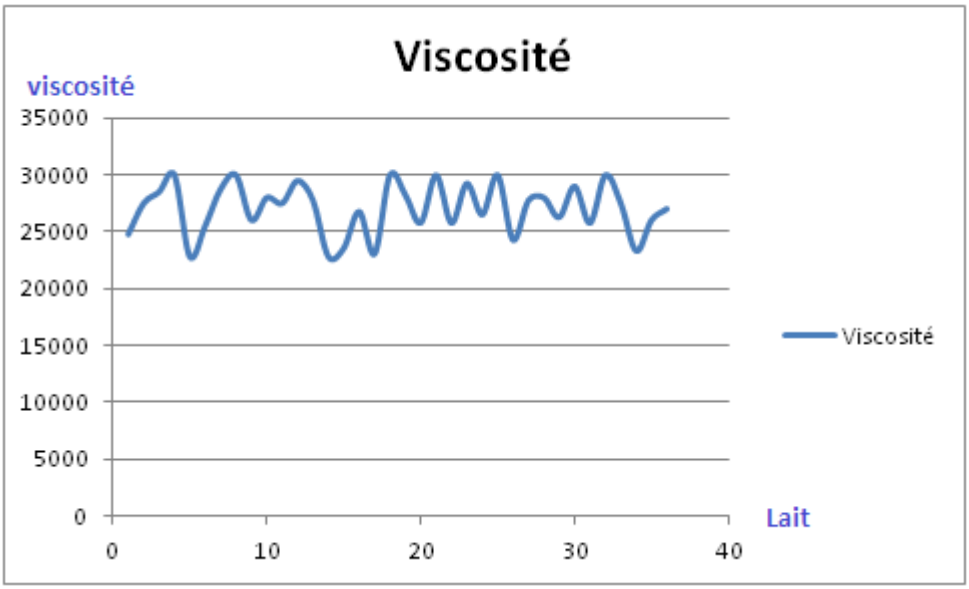

Fig5 : présentation graphique de la variation de la viscosité en fonction du produit lait

- **Pour le Bain Gel :**

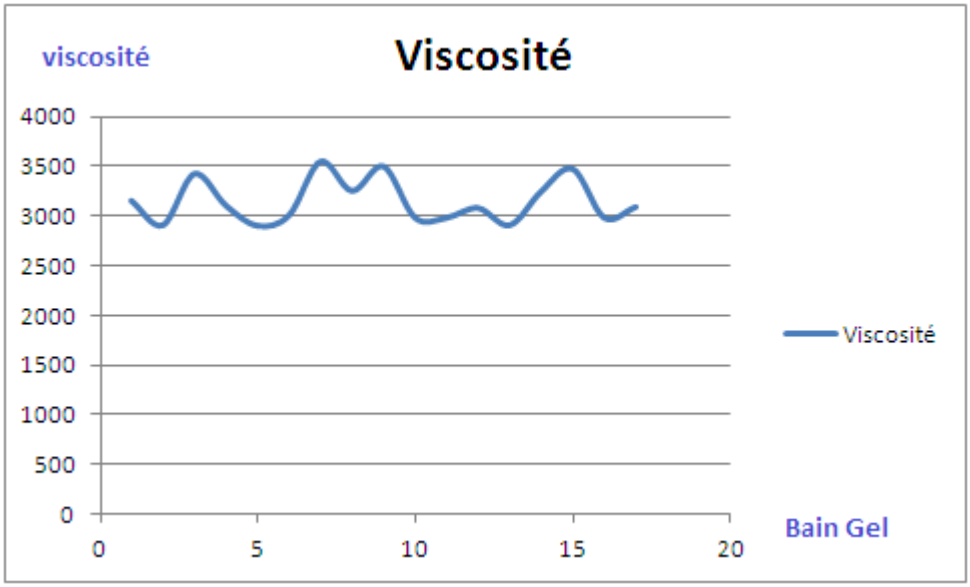

Fig6 : présentation graphique de la variation de la viscosité en fonction du produit bain gel

⇨ Via les graphes, les résultats obtenus montrent qu'il ya un grand écart entre la valeur min et la valeur max, ce qui impose un étalonnage du viscosimètre.

De même pour la masse volumique on a présenté graphiquement les résultats obtenus dans les tableaux précédents.

- **Pour les shampoings :**

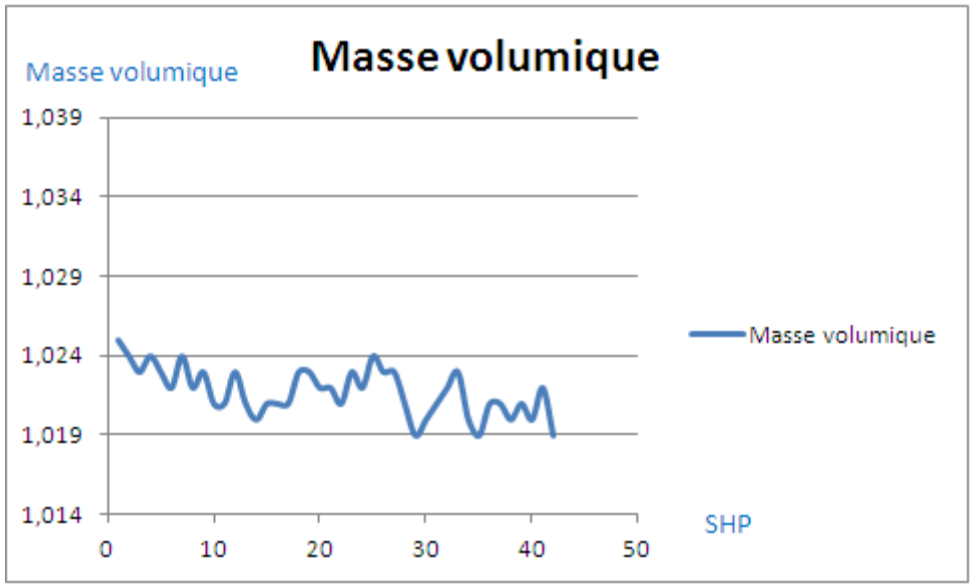

Fig7 : présentation graphique de la variation de la masse volumique en fonction du produit shampoing

- **Pour les Laits :**

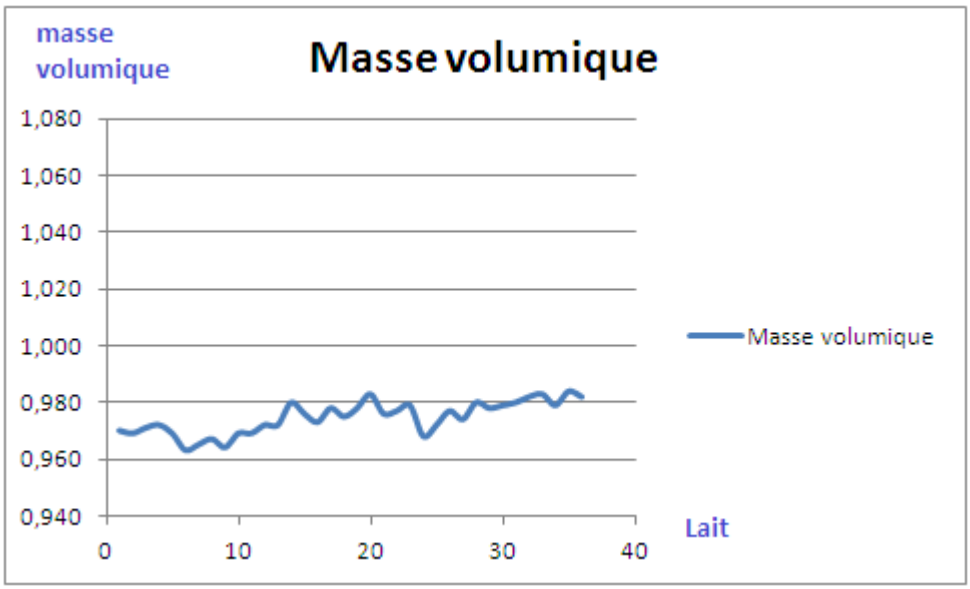

Fig8 : présentation graphique de la variation de la masse volumique en fonction du produit lait

- **Pour les Bains Gels :**

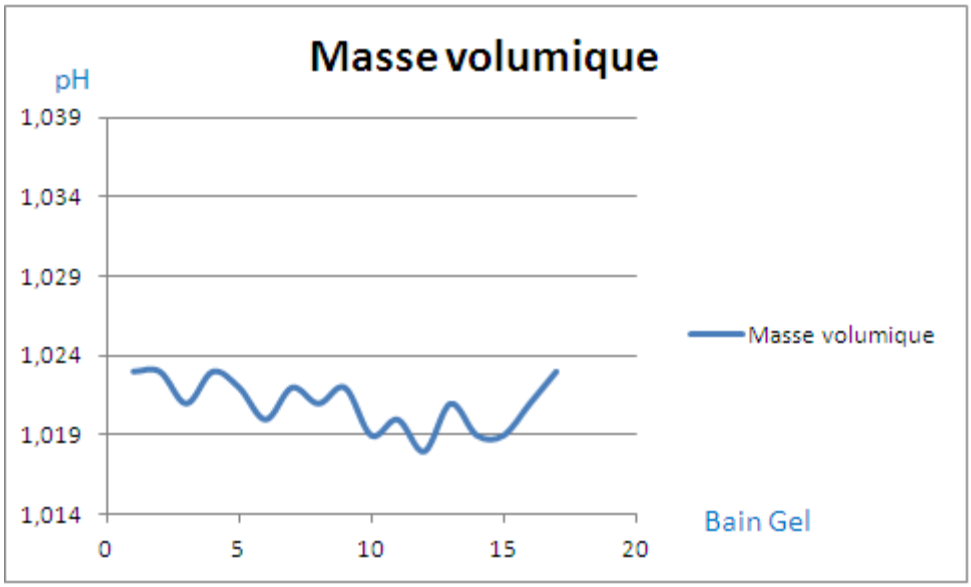

Fig9 : présentation graphique de la variation de la masse volumique en fonction du produit bain gel.

- ⇨ D'après les graphes précédents, on remarque que la masse volumique de chaque produit est conforme suivant le cahier de charge, on constate aussi qu'il n ya pas de différence entre les différents produits au niveau du même graphe.
- ⇨ Les résultats obtenus montre que :
  - Le fabricateur prend des quantités exactes des ingrédients lors de la fabrication.
  - L'instrument utilisé (le pycnomètre) est bien étalonnée.

2. Conclusion :

Suite aux tests réalisés via l'instrument de mesure (le viscosimètre), nous avons constaté que les valeurs prélevées au niveau de ce dernier présente de grand écart entres les valeurs maximales et les valeurs minimales. On déduit que cet instrument de mesure présentent des défaillances de fonctionnement vu la différence des résultats révélés, pour solutionner ceci nous proposons un étalonnage de cet instrument afin que nous puissions avoir des résultats plus précis et plus proches. Par contre, les valeurs prélevées du pH et de la masse volumique respectent les normes du cahier de charge.

IV. Contrôle microbiologique :

Le contrôle microbiologique a pour but d'assurer la qualité d'hygiène des produits cosmétiques dès leur arrivée en tant que matières premières, durant leur fabrication et conditionnement.

Les échantillons de produits semi finis, au niveau de la fabrication, sont prélevés 24h après, en particulier les produits qui présentent un haut risque de contamination notamment les émulsions, les produits pour les yeux et les produits pour bébé. Leur prélèvement se fait dans les parfaites conditions d'asepsie et avec un matériel stérilisé et ou a usage unique. Les résultats ne sont délivrés qu'après cinq jours d'incubation par le service du contrôle microbiologique, attestant ainsi la conformité du produit semi fini pour le conditionnement.

Un contrôle périodique se fait tous les 3 mois sur le produit fini pendent 3 ans.

- **Méthodologie :**
  - **1ère Etape**

Désinfection des paillasses et du plan de travail du manipulateur qui est le plus souvent une hotte stérilisante a flux laminaires (Désinfectant=alcool à70°).

Stérilisation du matériel (stérilisation sèche par étuve stérilisante à 170° C pendant une heure, et stérilisation humide par autoclave à 120°C pendant 20 mn.

  - **2èmeEtape**

Echantillonnage ou prélèvement des produits à analyser.

  - **3ème Etape**

Préparation des milieux de cultures.

Le TSA : Trypsine Soy Agar, milieu qui favorise la croissance des germes aérobie mésophiles totaux.

Le sabouraud : milieu qui favorise la croissance des moisissures et des levures.

  - **4ème Etape :**

On prépare une dilution décimale d'échantillon prélevé en utilisant l'eau pep-tonnée comme diluant, puis on laisse reposer 30 à 60 mn maximum.

On transfère dans 4 boites de pétri, le surnageant avec une pipette à raison de 1ml par boite (2 boites avec TSA/ 2 boites avec sabauraud).

On laisse la gélose se solidifier sur une surface fraiche et horizontale. Puis on laisse les boites préparées, fermées couvercles dessous pendant 3jours à 30°C pour le TSA et 5jours à 30°C pour le milieu sabauraud.

La lecture des résultats se fait par le comptage du nombre de colonies des 2 boites, on fait la moyenne et on multiplie le résultat par le facteur de dilution.

Remarque :

- Il faut avoir moins de 1000 germes par gramme de produit et pas de germes pathogènes pour l'homme.
- Pour certains produits sensibles appliqués sur des zones sensibles tel que : les yeux (Moins de 100 germes/gramme et zéro levures et moisissures).

V. Proposition des améliorations :

- ✓ Etalonner les instruments de mesure.
- ✓ Faire des rectifications au niveau du pH par :
  - L'ajout de l'acide si le pH dépasse les normes maximales.
  - L'ajout de la soude (NaOH) si le pH est inférieur aux normes minimales.
- ✓ Faire un chauffage à 80°C si le produit est contaminé par les germes Aérobies totaux.
- ✓ Par contre si le produit est contaminé par des germes pathogènes : le produit est jetable.
- ✓ Faire un étalonnage périodique dans des laboratoires certifiés.
- ✓ Renouveler certains instruments.

Conclusion générale :

Mon expérience au sein de la société *AZBANE* m'a permis de découvrir en pratique les différentes étapes de conception des produits bio.

Me vouant surtout aux services contrôle qualité et de formulation, ce stage m'a néanmoins permes d'avoir une vision générale du fonctionnement d'une société de cosmétique, et de mesurer l'importance de chaque étape.

Les responsables de service ont été patients et compréhensifs et ont su, par leur motivation répondre à toutes mes questions et me monter une nouvelle facette de ce métier.

Les expériences réalisés nous permet de constater que les valeurs prélevés au niveau du viscosimètre présentent un écart entre la valeur max et la valeur min ce qui impose un étalonnage de l'appareil. Pour le pH-mètre et la masse volumique les résultats respectent les normes précisées dans le cahier de charge.

La société *AZBANE* ne cesse de se développer, s'ouvrir au machine international en offrant des gammes pour femme, homme et enfants.

La société demeure à l'écoute des clients, et s'adapte aux avancées du secteur et à la demande des consommateurs en tentant de concevoir une gamme de produits BIO, produits phare de la société actuelle.

Bibliographie

- Livre : cosmétiques science and technologie.
- Livre : actifs et additifs en cosmétologie.
- Livre : société Française de cosmétologie.
- http://ma.viadeo.com/fr/company/laboratoires-azbane