

# FORMULATION

L'A2PL : AUTOMATE DE FORMULATION  
PREMIER AUTOMATE DE CHIMIE

OCTOBRE 1990

## EDITORIAL

Nous croyons à l'efficacité, à celle des mots comme à celle des faits. Pour les mots, nous avons choisi de nous adresser à vous à travers ces quelques pages; vous verrez les faits sont aussi là.

Assurer un transfert de technologie, c'est un challenge pour une PME, c'est aussi un enrichissement pour l'UNIVERSITE. Ainsi le congrès FORMULA II sera celui de l'émergence d'une ambition avec la présentation de l'A2PL - AUTOMATE DE FORMULATION - 1<sup>er</sup> AUTOMATE DE CHIMIE.

Cet automate mérite votre attention. Conçu à partir d'un principe issu du Centre de Recherches Paul Pascal du Professeur BOTHOREL à Bordeaux - p. 1 -, il a été développé par la société ISMP comme un outil de réflexion et dégage le formulateur des charges routinières - p. 2 et p. 3 -. Nous aurons beaucoup à dire sur cet appareil, aussi la société ISMP - p. 4 - est-elle désireuse d'établir avec vous une communication active. FORMULATION en sera le support. Lisez bien les informations de ce premier numéro, de nouvelles informations vont suivre prochainement, notamment sur la collaboration d'ISMP et du laboratoire des Interactions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique du Professeur LATTES à Toulouse.

Régis SOULES  
Responsable projet.



Pour une nouvelle méthodologie dans la formulation!  
Un entretien du Pr. P. BOTHOREL :

L'A2PL remplit principalement deux fonctions : la construction automatique de diagrammes de phases liquides et le contrôle de la stabilité des émulsions.

Les agents tensio-actifs, grâce à leur caractéristique amphiphile, sont utilisés pour cosolubiliser des phases naturellement insolubles, comme l'eau et un hydrocarbure. Les mélanges chimiques ainsi cosolubilisés ont des applications industrielles variées, et des systèmes de plus en plus complexes sont régulièrement mis au point depuis quelques années. Ce que souhaite généralement le formulateur est d'obtenir un mélange homogène. Or l'augmentation du nombre de composés chimiques présents dans les formulations rend de plus en plus difficile l'obtention d'un système monophase.

sique. Les conditions de concentrations des différents composés deviennent très strictes, sinon le système est polyphasique ou n'a pas les propriétés rhéologiques, optiques... souhaitées. L'analyse du comportement de nombreux mélanges de concentrations variées s'impose, et un appareil automatique est le seul moyen d'éviter un travail fastidieux

Suite page 4 ▶

## SOMMAIRE

Entretien du Pr. P. BOTHOREL  
Page 1  
L'A2PL :  
AUTOMATE DE FORMULATION  
PREMIER AUTOMATE DE CHIMIE  
Pages 2 et 3  
ISMP :  
La technologie industrielle  
et scientifique  
Page 4

## PRODUIT (suite page 3)

Ses perspectives d'évolution vers un automate intelligent en font un outil performant.

## 5 - Les opérations opérateurs de l'A2PL

L'utilisation de l'automate A2PL laisse à la charge de l'opérateur avant chaque manipulation, le chargement des plateaux de tubes, le remplissage des réservoirs de produits à injecter et la programmation sur la console informatique de l'expérience qu'il veut réaliser. Il lui est facile d'intervenir directement en cours d'expérience à partir du clavier dédié. A l'écran, il peut contrôler le déroulement de l'expérience et avoir accès à la consultation des résultats partiels. En fin d'expériences, l'opérateur dispose de plusieurs fonctions logicielles pour optimiser l'exploitation de ses résultats.

## CONCLUSION

Cet automate se veut le parfait outil d'aide à la réflexion pour le formulateur dans les applications des détergents, des fluides de coupe, des phytosanitaires, de la pharmacie-cosmétique, ... car :

- il donne plus de temps au chercheur pour sa réflexion en lui soustrayant le travail long et fastidieux
- il apporte des informations en quantité
- il les donne de qualité.

## BULLETIN D'INFORMATION

### Sommaire du prochain numéro :

- Résultats obtenus d'applications industrielles.  
Ex. : fluide de coupe, formulation de tensio-actifs,...
- Témoignages du Pr. A. LATTES, Directeur du Laboratoire IMRCP du CNRS de Toulouse.
- ISMP Technologie.

Si vous souhaitez recevoir gratuitement les prochains numéros de FORMULATION, veuillez compléter ci-dessous et nous renvoyer le coupon à ISMP, BP 213, 31328 LABÈGE INNOPOLE.

NOM \_\_\_\_\_  
Société \_\_\_\_\_  
Fonction \_\_\_\_\_  
Adresse \_\_\_\_\_  
Tél. \_\_\_\_\_

## Suite de la page 1

et coûteux en temps de travail des techniciens de laboratoire.

Les protocoles d'étude de la déstabilisation d'une émulsion sont importants dans l'industrie, mais restent encore très artisanaux. Se limiter par exemple à l'apparition d'une certaine proportion de phase "claire" ne donne qu'une information très superficielle sur l'évolution de l'émulsion au cours du temps ou quand elle est soumise à une simulation de vieillissement (chocs thermiques, ajouts de sel...).

La turbidité d'une émulsion est directement et fortement liée à la

taille des gouttelettes de phase dispersées, à leur concentration, à leurs interactions stabilisantes ou déstabilisantes. En enregistrant automatiquement le profil de turbidité d'une émulsion, spatialement et au cours du temps, ou encore après une simulation de vieillissement, l'A2PL fournit une information beaucoup plus riche qui, avec des programmes de traitement du signal appropriés, peut conduire au mécanisme d'évolution microscopique (simple sédimentation ou crémage, floculation ou/et coalescence).

Pr. P. BOTHOREL

## ISMP

### La technologie industrielle et scientifique

ISMP est une société réunissant des compétences dans le domaine de l'automatisme, de l'informatique, de l'électronique, de la chimie et de la biologie pour concevoir, réaliser et intégrer des systèmes clé en main. L'intégration de compétences tel que le design industriel ou l'apport d'une méthodologie telle que l'analyse de la valeur nous permet d'assurer le management de divers projets avec pour objectif la qualité.

Cette synergie appliquée au domaine de la chimie et de la biologie nous permet d'effectuer du développement de produits dans le secteur de l'appareillage scientifique.

Créé en 1987 sous forme de SARL avec un capital de 50 kF et un salarié, ISMP emploie aujourd'hui une vingtaine de personnes (docteurs, ingénieurs, techniciens). La transformation de la société en SA a permis de porter son capital à 1 MF par incorporation des réserves, l'ouverture du capital aux principaux cadres, la collecte d'une épargne de proximité.

La pénétration de la société dans le tissu industriel régional est un acquis indiscutable puisque plusieurs projets ont été réalisés pour l'AEROSPATIALE, SANOFI,...

10% du CA annuel sont réalisés à l'export.

Installé sur la technopôle de Labège, ISMP a su créer des liens de partenariat avec des laboratoires de recherche publics (CNRS et Université) ainsi que divers laboratoires industriels.

L'autofinancement de la R & D représente plus de 25% du CA d'ISMP; l'ANVAR et la REGION MIDI-PYRÉNÉES apportant par ailleurs leur soutien.

ISMP Technologie est la structure qui gèrera désormais l'activité scientifique du groupe.

## PRODUIT

### 1 - La démarche en formulation :

Le formulateur utilise au départ un certain nombre de produits naturels ou synthétiques pour arriver en fin à un mélange homogène et stable qui possède des performances. Ces performances sont déterminées par le type d'applications qu'il en est fait : fluide de coupe, phytosanitaires,...

Pour ce faire, la procédure du chimiste s'établit en 2 stades (figure 1).

Elle consiste à déterminer au stade 1 si le mélange est obtenu homogène et stable et ensuite au stade 2 si ce mélange possède après analyses les caractéristiques fixées par le cahier des charges.

On recommence l'étude d'autant de mélanges que nécessaire pour répondre au cahier des charges, sachant que dans cette recherche aucune modélisation intangible ne peut être viable. Il est donc nécessaire de procéder à une expérimentation intensive.

Sont analysés uniquement les mélanges qui ont pu être sélectionnés au stade 1. C'est là qu'intervient une recherche importante de combinaisons.

Ce travail long et fastidieux souffre de quelques points faibles car il ne peut être systématisé de façon absolue ; c'est aussi dire que sa répétabilité est aléatoire.

En effet tout préparateur se trouve confronté à une double logique, celle de son art qui voudrait qu'il dispose de tout son temps pour effectuer des dosages dans des conditions idéales, et celle du temps qui rapproche toute activité humaine de son coût et qui exige de chacun une solution plus performante que celle de ses concurrents.

Certes, les formulateurs sont des gens de l'art, leur intuition et leur savoir-faire les guident ; les impasses auxquelles ils sont confrontés sont compensées par leur réflexion.

Il n'empêche qu'en l'absence d'informations déterminantes, ceci les oblige à consacrer plus de temps à de fausses solutions qu'à des résultats corrects.

La question que nous nous sommes alors posée est celle-ci :

Peut-il exister aujourd'hui un outil suffisamment systématique, suffisamment méthodique pour apporter en un temps suffisamment bref un nombre et une qualité d'information telle que la réflexion du formulateur puisse se consacrer entièrement à l'approche de solutions justes ?

### 2 - Les actions en formulation

La problématique du formulateur est identifiable ; c'est l'étude de l'homogénéité et de la stabilité des formulations dites émulsions et microémulsions.

De là deux cycles de traitement différents se présentent mais se superposent dans leur fonction.

L'étude de l'homogénéité des mélanges est considérée comme une étude en *point final*, c'est-à-dire qu'il est nécessaire d'atteindre le point d'équilibre.

Comme on peut le voir sur la figure 2a, deux actions consécutives permettent son étude : la première est une étape de *préparation* des échantillons et la seconde une étape de *sélection* des mélanges.

La préparation en formulation se concrétise essentiellement par une *injection* de plusieurs produits dans un tube puis par leur *agitation* pour réaliser le mélange.

La sélection fait intervenir une étape de *lecture* faite à l'œil nu par l'opérateur suivie de l'*interprétation* (phase homogène, trouble, limpide, ...). Cette interprétation effectuée sur un nombre de points importants conduit à l'*établissement du diagramme de phases* qui est l'étape ultime et le but de l'étude de l'homogénéité.

L'étude de la stabilité des mélanges est une étude en *cinétique* comme on peut le voir en figure 2b, c'est-à-dire que l'on se soucie de l'évolution du mélange dans le temps.

Ici l'étape de préparation n'est pas prépondérante et la sélection fait surtout intervenir les moyens de lecture et d'interprétation de façon à rendre compte de la *cinétique de vieillissement* des formulations.

Dans les études d'homogénéité et de stabilité, quatre opérations manuelles interviennent systématiquement et peuvent être effectuées par une machine.

C'est la réponse produit qu'apporte l'automate A2PL et qui assure ces quatre grandes fonctions fastidieuses et longues pour l'opérateur :

- l'injection
- l'agitation
- la lecture
- l'interprétation.

### 3 - L'automate A2PL : une réponse produit

L'automate gère les fonctions primaires physiques d'*injection*, d'*agitation* et de

Figure 1.

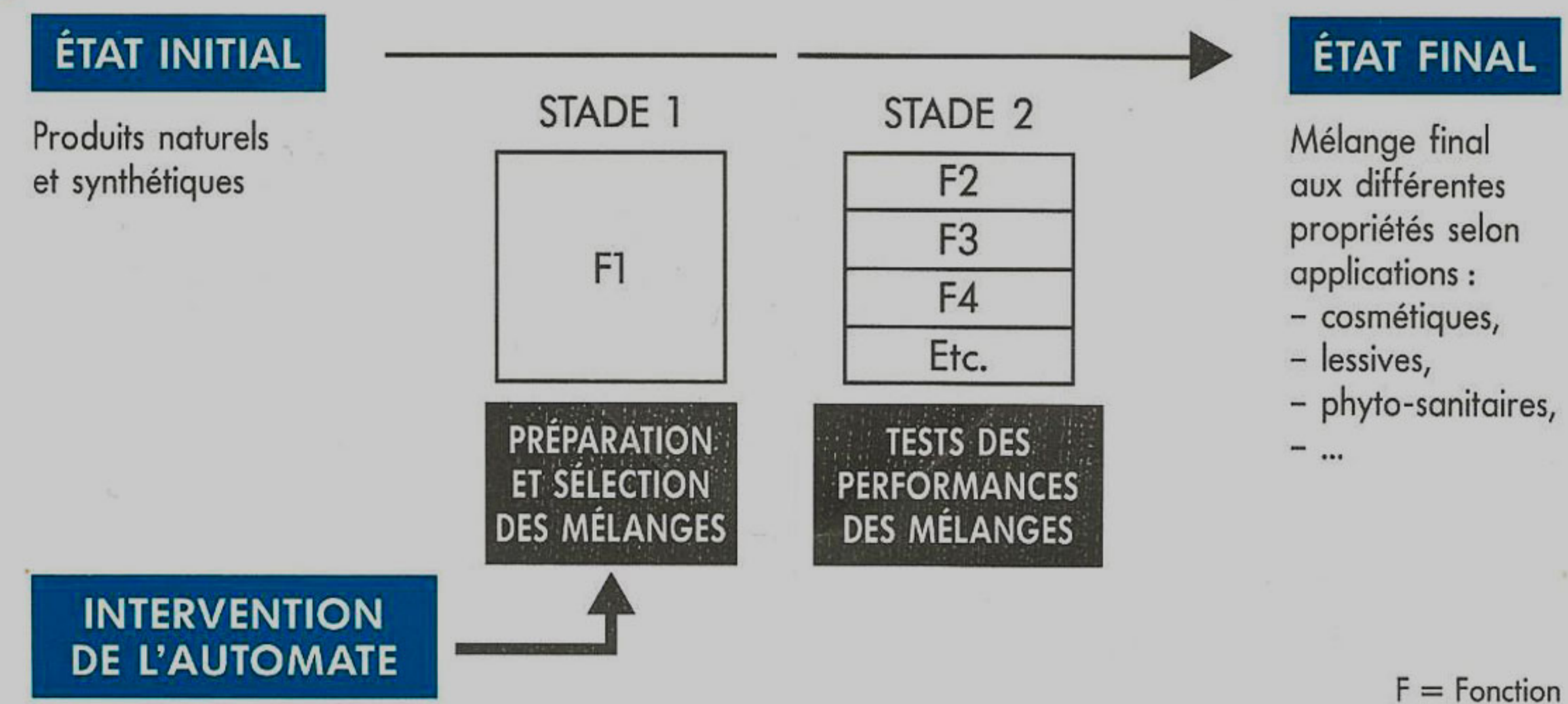


Figure 2.

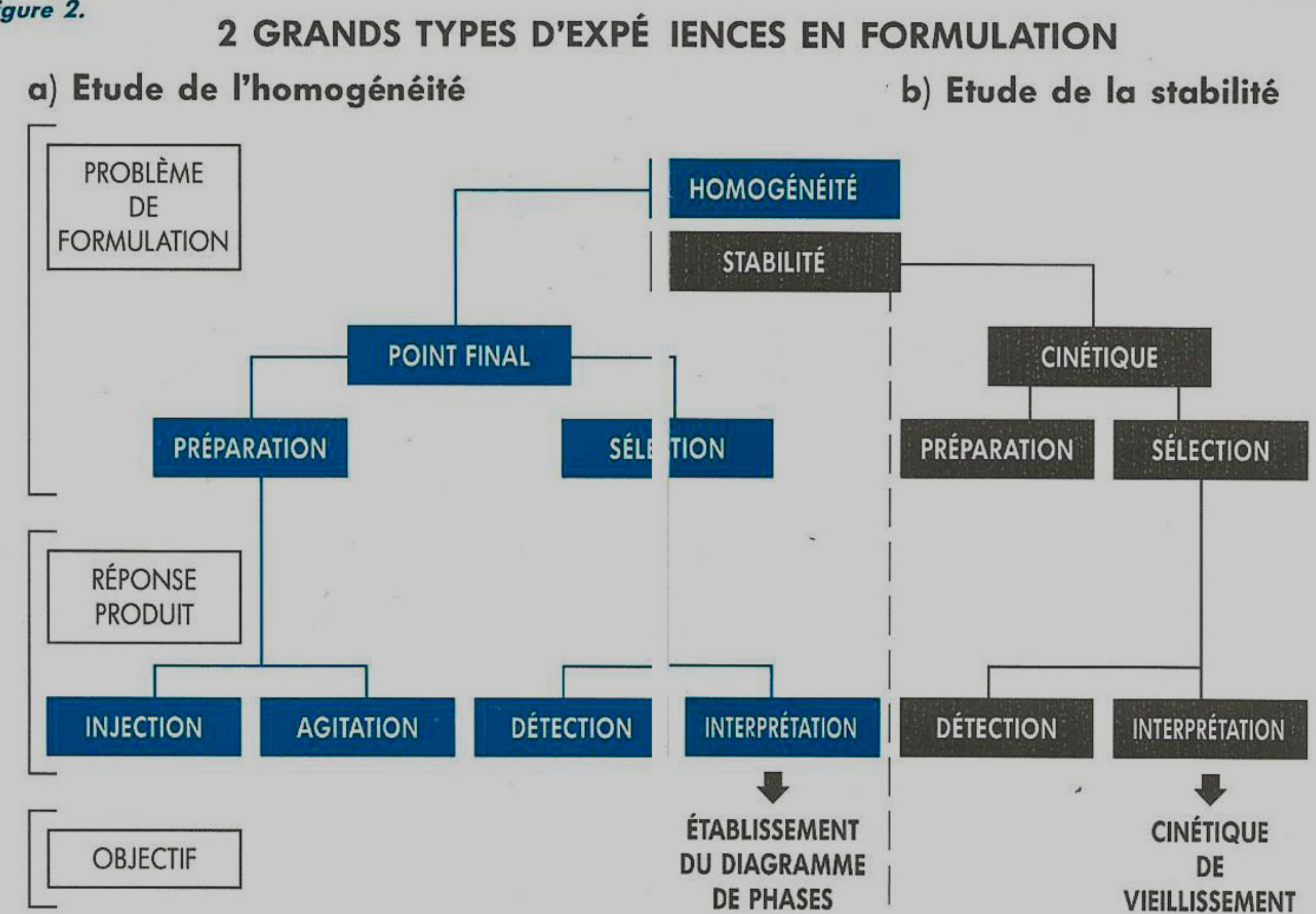
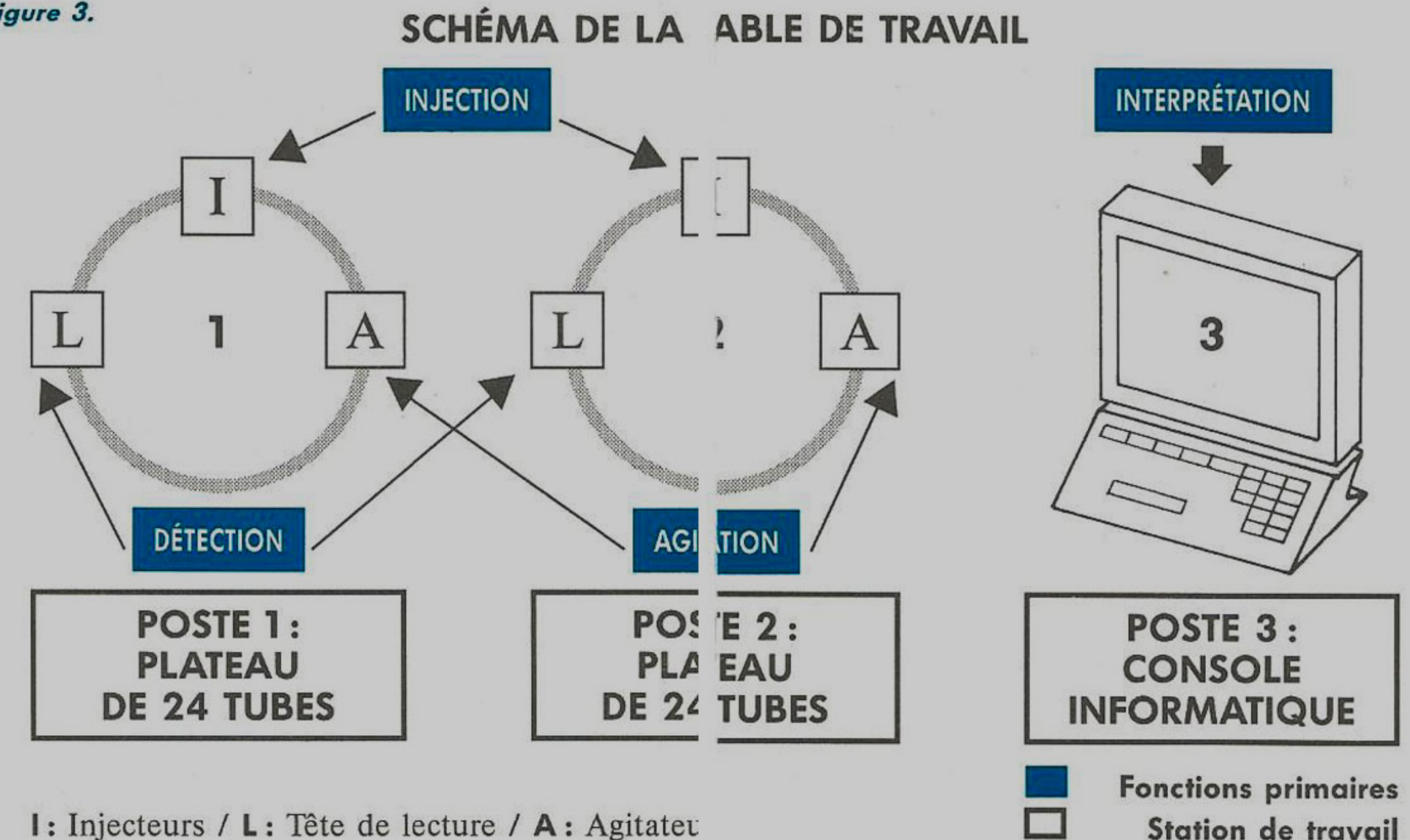


Figure 3.



I: Injecteurs / L: Tête de lecture / A: Agitateur

lecture qui interviennent directement sur chacun des plateaux de travail ; le logiciel au travers de sa fonction *interprétation* traite les résultats et les archive.

#### 3.1. fonction injection

Chaque plateau peut disposer de huit injecteurs pour distribuer jusqu'à huit constituants différents dans les tubes de 5 ml.

Les injecteurs sont équipés de pompes volumétriques avec circuits dédiés pour éviter toute pollution. Ils permettent l'injection de liquides très visqueux ( $\leq 90\ 000$  cp) avec une précision de l'ordre de 1% sur les volumes injectés.

Chaque plateau possède 24 tubes soit une disponibilité de 48 tubes par machine.

#### 3.2. fonction agitation

Chaque tube est équipé d'un barreau aimanté entraîné magnétiquement qui permet une agitation forte des mélanges ( $\leq 3\ 000$  tr/mn) d'une viscosité pouvant atteindre 90 000 cp.

La géométrie et la puissance du barreau aimanté permettent d'atteindre le cisaillement dans le cas des émulsions.

Ce moyen d'agitation permet par ailleurs d'éliminer tout risque de pollution.

#### 3.3. fonction détection

La lecture des mélanges se fait à la lumière infra-rouge (860 nm). On détecte ainsi la présence de phases limpides, turbides ou opaques sur toute la longueur du tube par transmission, réflexion et diffusion de la lumière.

La limite de détection inférieure au mm en hauteur de phases permet de déceler les phénomènes de crémage ou de sédimentation naissant dans le cas des émulsions ou de l'apparition d'une séparation de phase dans le cas d'un mélange.

#### 3.4. fonction interprétation

Le logiciel permet de restituer et d'archiver le profil d'un tube qui est caractérisé par le nombre de phases, leur hauteur et leur nature.

Le diagramme de phases peut être établi avec une précision, dans l'incrément, de l'ordre de 0,1%. Dans le cas du vieillissement, l'évolution du profil en fonction du temps peut être restitué.

#### 3.5. autres fonctions

L'automate A2PL est équipé d'un système de thermostatisation qui permet d'aller de  $-20^\circ\text{C}$  à  $+80^\circ\text{C}$  en ambiance sèche. Le contrôle de température est aussi intéressant pour l'étude de

la stabilité que pour l'établissement du diagramme de phases.

A ce stade, 12 heures se sont écoulées depuis le lancement de l'étude, 3 200 manipulations ont été effectuées, 800 résultats sont à la disposition du formulateur.

Pour faciliter sa réflexion, celui-ci peut demander l'établissement instantané du diagramme de phases.

Ce même opérateur aurait pu établir un dialogue permanent avec l'automate et corriger éventuellement les données de base de l'expérience en cours. Ainsi, l'opérateur dégagé de toute contrainte physique peut au vu des résultats partiels et grâce aux qualités de répétabilité de l'appareil réitérer un cycle en modifiant soit un taux d'incrément soit la nature du produit à injecter.

### 4 - Concept général de l'automate (figure 3)

Les caractéristiques de la machine, outre les performances développées sur les fonctions primaires, respectent un certain nombre de paramètres qui font parties de la démarche du formulateur. L'A2PL est avant tout une machine de production d'analyses. On a pu ainsi définir une autonomie maximum de 12 heures pour réaliser des travaux de nuit.

C'est aussi une machine qui tient compte des contraintes de laboratoire où coexistent plusieurs formulateurs. Ainsi la puissance de la machine leur permet d'intervenir à plusieurs puisqu'il existe trois postes de travail.

La souplesse de cette machine est particulièrement importante pour l'opérateur qui peut programmer dans le temps plusieurs expériences de différentes capacités jusqu'à pouvoir réaliser une manipulation ponctuelle sur un tube. Dans ce cas, le travail lui est facilité par l'intermédiaire du clavier dédié ou en direct aux fonctions primaires de l'automate.

La cadence de travail de l'automate permet à l'opérateur de disposer dans des temps convenables de quantités d'informations conséquentes. Le niveau de fiabilité de ces analyses est apporté par la technologie mise en œuvre.

C'est aussi une machine économique à la vue des quantités de produits utilisées.

Son utilisation est aisée grâce à l'ergonomie qui a été développée : alarmes, contrôle process... Sa conception modulaire et flexible en fait une machine qui s'adapte à la configuration de l'utilisateur.

Son ouverture vers les réseaux informatiques lui permettront un échange rapide des informations.