



Ce document a été mis en ligne par l'organisme [FormaV®](#)

Toute reproduction, représentation ou diffusion, même partielle, sans autorisation préalable, est strictement interdite.

Pour en savoir plus sur nos formations disponibles, veuillez visiter :

[www.formav.co/explorer](http://www.formav.co/explorer)

# BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR MÉTIER DE LA CHIMIE

## E4 PHYSIQUE-CHIMIE

### SOUS-ÉPREUVE U42

## ÉTUDE DE CAS PROFESSIONNELS EN FORMULATION ET ANALYSE

SESSION 2019

Durée : 4 heures

Coefficient : 4

L'usage de tout modèle de calculatrice, avec ou sans mode examen, est autorisé.

Tout autre matériel est interdit.

**Le sujet est constitué :**

- d'un énoncé de 10 pages, (les questions sont numérotées de 1 à 42)
- de documents regroupés dans une annexe (4 pages)
- de documents réponses à rendre avec la copie (4 pages)

Aucun autre document n'est autorisé.

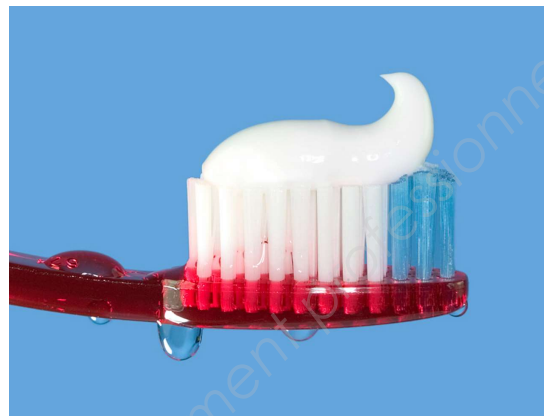
Dès que le sujet vous est remis, assurez-vous qu'il est complet.

BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR MÉTIERS DE LA CHIMIE	Code sujet : 19-MH42ECA-P	Session 2019
U42 ÉTUDE DE CAS PROFESSIONNELS EN FORMULATION ET ANALYSE		Page de garde

# ETUDE D'UN DENTIFRICE

Mencare est une société qui s'est spécialisée dans la formulation de produits cosmétiques et de soins pour hommes. Si dans les années 90 le marché des cosmétiques pour homme était confidentiel (avec environ 4 % de clients), ils sont aujourd'hui 50 % à utiliser régulièrement des produits qui leur sont dédiés.

Avec une croissance trois fois supérieure au marché des cosmétiques féminins, et un chiffre d'affaires évalué à plus d'1 milliard d'euros pour la France en 2014 (Euromonitor), le marché du « grooming : art de prendre soin de soi » a véritablement explosé.



Entre 2012 et 2014, la vente de produits de beauté masculins dans le monde a augmenté de près de 70 % (Mintel – 2014) et le marché mondial des cosmétiques masculins devrait atteindre 166 milliards de dollars d'ici 2022 (Allied Market Research – 2016)

*D'après : <https://www.mencorner.com/conseil-beaute-homme/soins-quotidiens/les-hommes-et-la-cosmetique-un-secteur-qui-ne-connaît-pas-la-crise-16-115.html>*

En tant que fabricant de dentifrice, votre société dispose de plusieurs laboratoires :

- un laboratoire de recherche et développement
- un laboratoire de contrôle des matières premières, des produits finis et du packaging.

Le produit sera étudié de sa formulation jusqu'à son packaging, en abordant différents aspects relatifs au contrôle-qualité.

Cette étude comporte quatre parties :

- partie 1 : formulation d'un dentifrice ;
- partie 2 : contrôle de matières premières ;
- partie 3 : contrôle de la pâte de dentifrice formulée ;
- partie 4 : contrôle du tube souple de dentifrice par colorimétrie.

## Partie 1 : Formulation d'un dentifrice

Vous êtes technicien de formulation dans le laboratoire de recherche et développement chez Mencare et vous participez régulièrement aux réunions entre les ingénieurs et les clients lors de l'écriture des cahiers des charges.

L'ingénieur du laboratoire de recherche et développement vous confie la rédaction du cahier des charges à la suite de l'entretien avec le futur client de la société. Ses notes sont les suivantes :

« - formulation d'un dentifrice cosmétique blanc pour homme sportif voyageant souvent pour le travail ou les loisirs, anti-caries, anti-tartre, anti-plaque dentaire, rend l'haleine fraîche et les dents blanches, brillantes sans les rayer, mousse onctueuse lors du brossage, ne doit pas s'écouler sous une contrainte inférieure ou égale à 235 Pa, stable sur 30 mois, indice d'abrasivité RDA entre 110 et 120, pH entre 5,5 et 10, sans triclosan, pas d'amertume en bouche, extrait sec entre 81,5 % et 81,7 %, coût des matières premières inférieur à 29 euros par kilogramme »

### 1. Rédiger le cahier des charges en remplissant le document réponse 1.

En 1977, l'American Dental Association donne la définition suivante du dentifrice : « substance utilisée avec une brosse à dents dans le but de nettoyer les surfaces accessibles des dents »

Il est composé principalement de :

- 20 à 30 % d'abrasif
- 1 à 2 % de tensioactif
- 10 à 30 % d'humectant
- 1 à 5 % d'épaississant
- 20 à 30 % d'eau
- 1 à 5 % d'excipient aromatisé
- conservateurs, substances tampons, édulcorants, colorants et de principes actifs (anti-caries, anti-plaque dentaire, anti-tartre, agent de blanchiment...)

Les abrasifs à votre disposition font partie de la famille des silices (Nom INCI<sup>1</sup> : silica, formule chimique :  $\text{SiO}_2$ ). Ce sont de bons agents nettoyants, très abrasifs. On dispose de plusieurs types de silices : Tixosil 63, Tixosil 73 et la Tixosil Soft Clean. Les valeurs des taux d'abrasivité RDA (relative dentin abrasivity) pour trois pourcentages massiques en silice sont fournis ci-dessous :

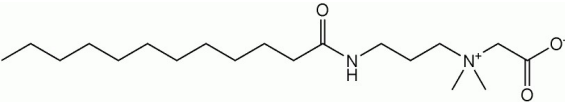
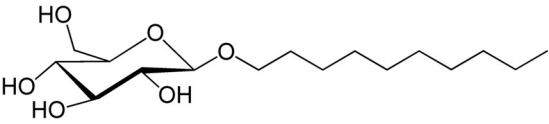
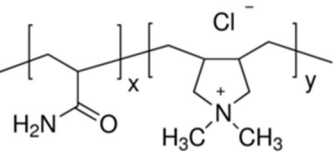
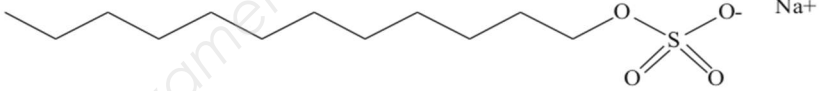


### 2. Sélectionner l'abrasif répondant aux spécificités du cahier des charges. Justifier ce choix.

<sup>1</sup> INCI : International Nomenclature of Cosmetic Ingredients

La nature du tensioactif présent dans la pâte dentifrice dépend du type de composé fluoré utilisé comme anti-carie. On utilise des tensioactifs anioniques avec des fluorures inorganiques (fluorure de sodium, monofluorophosphate de sodium ou encore fluorure d'étain) car ils améliorent la biodisponibilité en ions fluorure lors du brossage.

3. Choisir, parmi les tensioactifs donnés dans le tableau ci-dessous, celui qui est adapté à l'utilisation de fluorures inorganiques. Le recopier et expliquer son caractère amphiphile.

Nom INCI	Formule semi-développée
Cocamidopropyl betaïne	
Decyl glucoside	
Polyquaternium-7	
Sodium lauryl sulfate	

4. Définir le pouvoir mouillant. Indiquer l'évolution du pouvoir mouillant de la pâte dentifrice en présence de ce tensioactif.

On désire formuler un dentifrice à partir de la formule du **document réponse 2 à rendre avec la copie**. On utilise l'abrasif et le tensioactif vus précédemment. On dispose aussi des matières premières en nomenclature INCI utilisées dans cette formule: aqua, xanthan gum, sodium benzoate, sorbitol, propylène glycol, sodium saccharin, menthol, titanium dioxide ou CI77891, sodium phosphate, sodium fluoride et zinc citrate.

5. Compléter la colonne des matières premières dans **le document réponse 2**.
6. Déterminer la masse de chaque ingrédient nécessaire pour la fabrication de 150 g de pâte de dentifrice et compléter la colonne correspondante dans **le document réponse 2**.
7. On remplace, en conservant les proportions, l'abrasif choisi précédemment par un nouveau produit expérimental qu'un de vos fournisseurs vous recommande. Le prix de ce produit est de 3,85 euros le kilogramme. Calculer la différence de prix pour la formulation d'un lot de 3 tonnes de dentifrice entre la formule avec l'ancien abrasif et le nouveau produit expérimental proposé.

## Partie 2 : Contrôle de matières premières

Lors de la dernière réunion hebdomadaire, les responsables de la qualité ont fixé les missions suivantes à l'équipe de techniciens :

- mission 1 : vérification des spécifications d'une matière première d'un nouveau fournisseur
- mission 2 : essai inter-laboratoires d'aptitude pour l'analyse du benzoate de sodium en poudre

### Mission 1 : vérification des spécifications de la matière première du nouveau fournisseur.

La matière première de ce nouveau fournisseur correspond à un mélange de 3 composés : le lauryl sulfate de sodium (sodium lauryl sulfate en nomenclature INCI), le sulfate de sodium et le chlorure de sodium.

Il vous appartient de vérifier que le titre massique cumulé en chlorure de sodium et en sulfate de sodium de la matière première ne dépasse pas 8 % (Pharmacopée Européenne).

Le mode opératoire de l'analyse du chlorure de sodium est fourni en annexe.

8. Expliquer, en quelques lignes ou à l'aide de schémas, au technicien chargé de l'analyse pourquoi la couleur observée va changer à l'équivalence du dosage.

Le repérage de l'équivalence s'effectue à un volume versé de 17,40 mL pour une masse pesée de 4,925 g de matière première.

9. En déduire la valeur du pourcentage massique en chlorure de sodium.

Une première analyse a permis de déterminer un pourcentage en sulfate de sodium égal à :

$$2,421 \pm 0,049 \%$$

10. Conclure sur la conformité de la matière première proposée par ce nouveau fournisseur par rapport à la réglementation.

### Mission 2 : essai inter-laboratoires d'aptitude pour l'analyse du benzoate de sodium en poudre.

L'analyse du benzoate de sodium en poudre (sodium benzoate en nomenclature INCI) s'effectue par suivi colorimétrique en utilisant une réaction acide-base comme support de titrage.

Dans le cadre d'un essai d'aptitude entre les différents laboratoires de contrôle-qualité de la société, le Z-score obtenu par le laboratoire est de - 2,57 après l'analyse du 27 avril.

Comme cette valeur n'est pas satisfaisante, une recherche des causes de ce résultat est effectuée par l'équipe.

Le mode opératoire de l'analyse d'une poudre de benzoate de sodium et le critère du Z-score sont fournis en annexe.

Dans un premier temps, le mode opératoire réalisé par le technicien est analysé par l'équipe.

11. Expliquer le changement de couleur à l'équivalence.
12. Indiquer le rôle de l'éther diéthylique dans le titrage.

Dans un deuxième temps, les calculs réalisés sont vérifiés. Le volume versé lors du repérage de l'équivalence observé est de 19,25 mL pour une masse pesée de 1,512 g de benzoate de sodium.

13. Vérifier que la pureté du benzoate de sodium analysé est de 91,7 %.

14. Retrouver la valeur du Z-score du laboratoire.

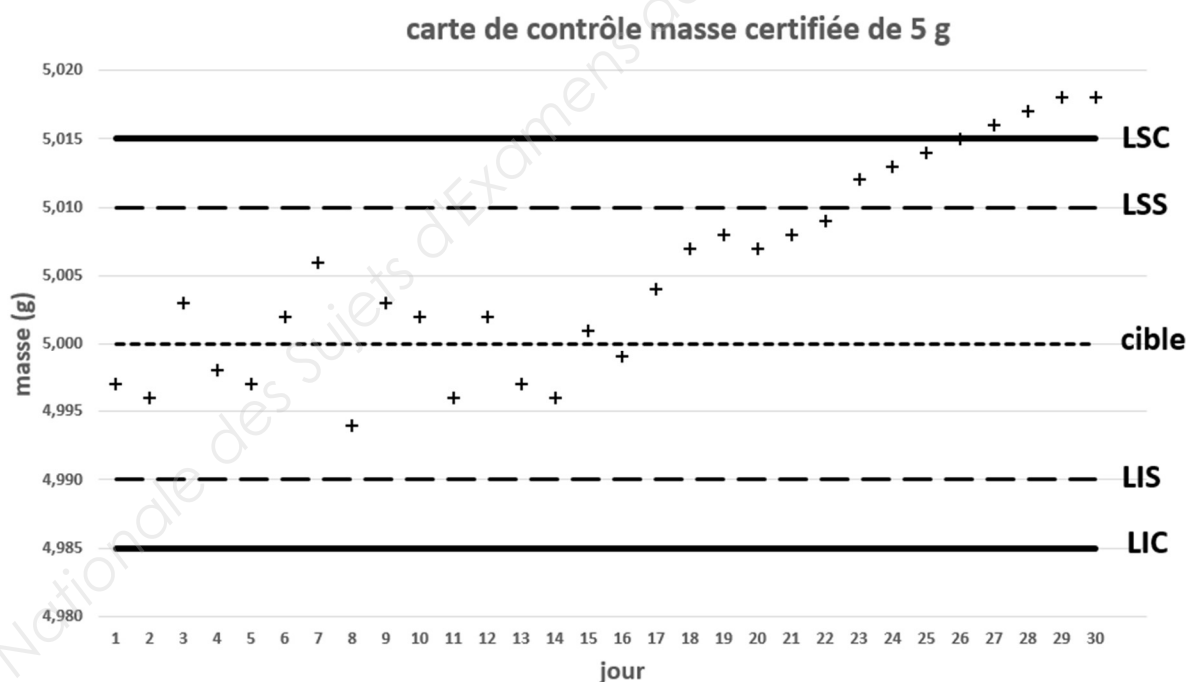
Tableau des résultats de Z-score :

Laboratoire	Labo 1	Labo 2	Labo 3	Labo 4 Mencare	Labo 5	Labo 6	Labo 7	Labo 8	Labo 9
Pureté (%)	94,5	95,2	94,6	91,7	94,9	95,1	94,7	94,8	95,4
Z <sub>i</sub>	-0,04	0,59	0,05	-2,57	0,32	0,50	0,14	0,23	0,77

Dans un troisième temps, les causes possibles d'erreur sont recherchées.

15. Un autre technicien expérimenté effectue une détermination de pureté. Il trouve une valeur de 91,9 %. Conclure sur la qualité de l'analyse effectuée par le premier technicien.

La carte de contrôle de la balance du mois d'avril est réalisée avec une masse étalon certifiée de 5 g. Les limites de contrôle (inférieure LIC et supérieure LSC) et les limites de surveillance (inférieure LIS et supérieure LSS) figurent sur cette carte.



16. Interpréter la carte de contrôle suivante et indiquer les éventuelles actions à entreprendre.

17. Indiquer deux autres causes possibles d'erreurs dans l'analyse du benzoate de sodium.

### Partie 3 : Contrôle de la pâte de dentifrice formulée

Le laboratoire de contrôle des produits finis effectue des analyses pour vérifier la conformité aux exigences sanitaires et aux exigences du client. Il examine notamment les trois critères suivants : titre massique en plomb, extrait sec et seuil d'écoulement.

Le plomb est un élément particulièrement toxique pour les organismes vivants, même à des niveaux de concentration très faibles. Les exigences au niveau sanitaire pour les dentifrices nécessitent de mesurer la présence de plomb à l'état de traces, c'est-à-dire à des titres massiques inférieurs à 20 ppm. L'analyse du plomb est effectuée par spectroscopie d'absorption atomique.

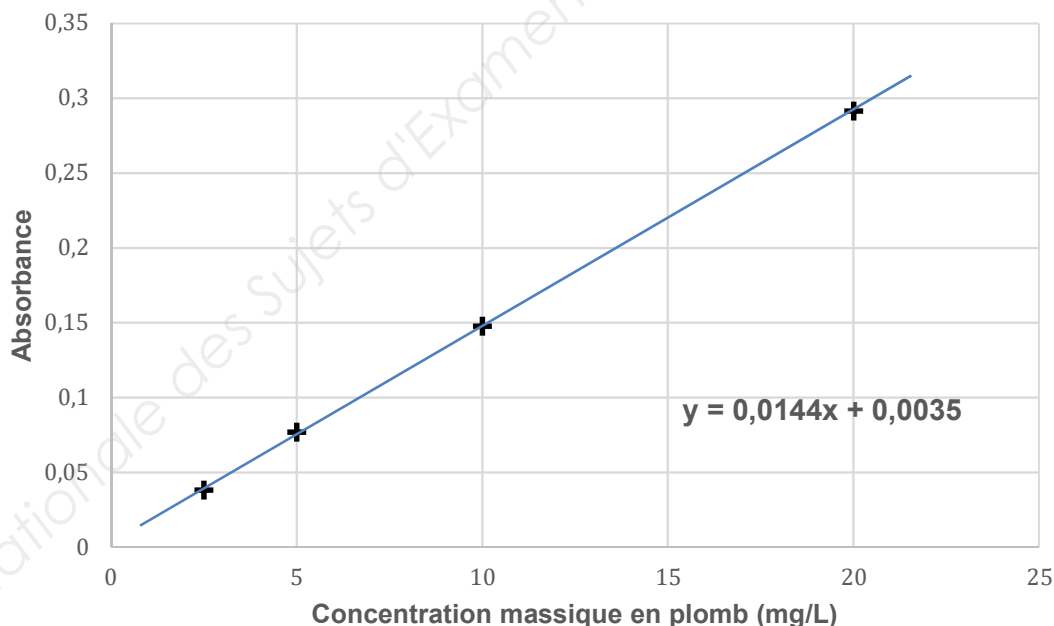
On rappelle qu'1 ppm (partie par million) pour un élément X correspond à 1 mg de X pour 1 kg de substance solide analysée.

Le mode opératoire de l'analyse du plomb par spectroscopie atomique contenant notamment la préparation de la solution étalon primaire est fourni en annexe.

La préparation des solutions étalons est réalisée à partir de la solution étalon primaire. Le volume de chaque solution étalon préparée est de 50 mL. Le tableau ci-après présente les résultats obtenus pour la gamme d'étalonnage.

Concentration massique en plomb (mg.L <sup>-1</sup> )	2,5	5,0	10,0	20,0
Absorbance	0,0382	0,0770	0,1479	0,2915

La courbe d'étalonnage et sa modélisation sont données ci-après.



18. Indiquer une méthode de préparation pour la solution étalon de 5,0 mg.L<sup>-1</sup> en précisant le matériel de prélèvement utilisé.

Un matériau de référence certifié sous la forme d'une solution contenant des ions plomb  $\text{Pb}^{2+}$  a été acheté afin de pouvoir contrôler la méthode d'analyse. Il est livré avec l'indication suivante sur le certificat :

$$10,12 \pm 0,21 \text{ mg.L}^{-1}$$

19. L'analyse du matériau de référence donne une valeur d'absorbance de 0,1511. Montrer que cette valeur conduit à un résultat en accord avec le certificat, validant ainsi la méthode.

Les analyses sur le matériau de référence permettent également d'établir que :

- la méthode est applicable de 0 à  $20 \text{ mg.L}^{-1}$
- la limite de détection est de  $0,22 \text{ mg.L}^{-1}$
- la limite de quantification est de  $0,73 \text{ mg.L}^{-1}$
- l'incertitude élargie relative de la méthode (préparation de l'échantillon et analyse) sur le titre massique en plomb dans le dentifrice : 3,5 %

La méthode est alors appliquée à deux dentifrices sont analysés provenant de deux lots notés LT1 et LT2.

Les masses de dentifrices pesées et les absorbances mesurées sont :

	lot LT1	lot LT2
<b>masse pesée de dentifrice (g)</b>	2,135	1,943
<b>absorbance de la solution</b>	0,0143	0,0051
<b>concentration massique (<math>\text{mg.L}^{-1}</math>)</b>	à déterminer	0,11

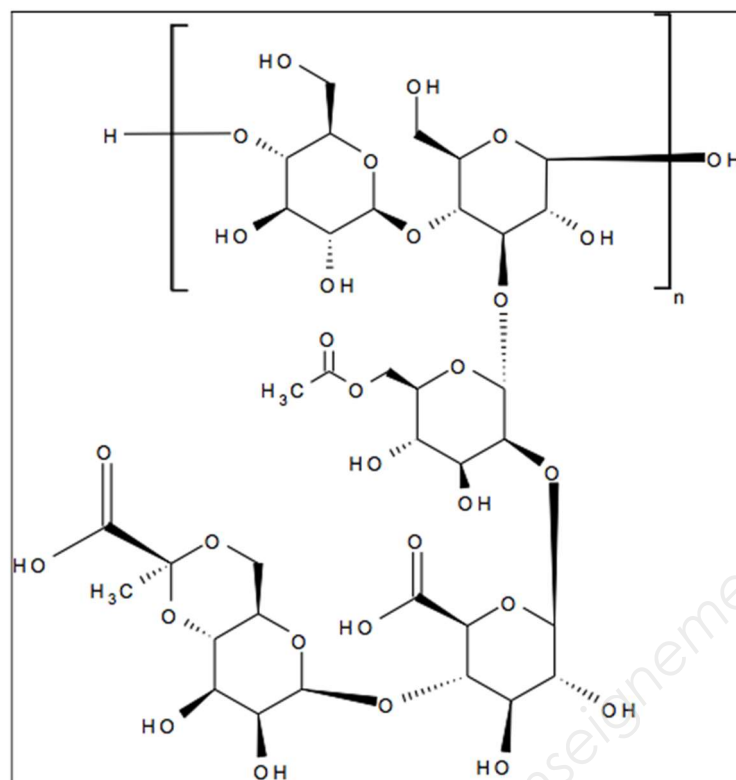
20. Déterminer la valeur de la concentration massique de la solution analysée pour le lot LT1.
21. En déduire le titre massique en plomb (exprimé en ppm) du dentifrice du lot LT1.
22. Indiquer si le résultat obtenu pour le lot LT1 est conforme aux exigences sanitaires.
23. Interpréter le résultat obtenu pour le lot LT2.

Les résultats des pesées nécessaires pour déterminer l'extrait sec sont repertoriées dans le tableau ci-dessous :

N° essai	$m_0$ (g)	$m_1$ (g)	$m_2$ (g)
Essai N°1	1,452	2,704	2,483
Essai N°2	1,412	2,193	2,044

24. Calculer la valeur de l'extrait sec de ce dentifrice et préciser si ce dentifrice répond aux exigences du client.
25. Justifier que la pâte dentifrice est une suspension. Identifier la phase dispersée et la phase dispersante.
26. Indiquer, en vous appuyant sur la modélisation de la sédimentation, deux moyens d'éviter la sédimentation.

27. Décrire le mode d'action de la gomme de xanthane dont la formule est donnée ci-dessous :



28. Proposer un mode opératoire pour obtenir la courbe d'écoulement du dentifrice fournie dans le **document réponse 3**.
29. En s'appuyant sur le **document réponse 3**, identifier le comportement rhéologique du dentifrice. Justifier la réponse.
30. Sur le **document réponse 3**, estimer graphiquement la valeur du seuil d'écoulement.
31. La modélisation de la courbe d'écoulement obtenue est la suivante :

$$\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + (\eta \times D)^{1/2} = 230^{1/2} + (0,728 \times D)^{1/2}$$

Comparer la valeur du seuil d'écoulement donnée par le modèle et celle obtenue graphiquement.

32. Conclure quant à la conformité du dentifrice avec la demande du client.

#### Partie 4 : contrôle du tube souple de dentifrice par colorimétrie

Un client de Mencare désire modifier la teinte et la brillance du tube de son nouveau dentifrice. Il souhaite une teinte « bleu fraîcheur » très brillante. Cette teinte sera reconduite sur l'emballage carton et le bouchon du tube. Le client impose les exigences suivantes :

- écart colorimétrique  $\Delta E$  inférieur à 1 ;
- brillance supérieure à 60 ub.

Les derniers essais de teinte sur l'encre dans le système CIELAB ont donné, avec l'illuminant D65, les résultats suivants :

Grandeurs	Teinte « bleu fraîcheur » du client	Essai teinte échantillon
L*	52,5	54,3
a*	-15,0	-22,8
b*	-31,2	-31,0
C*	34,6	
h	244,3	

33. Expliquer le principe de fonctionnement d'un colorimètre portatif à l'aide d'un schéma légendé.
34. Calculer l'écart colorimétrique  $\Delta E$  entre la teinte du client et la teinte de l'échantillon. Conclure quant à la conformité par rapport aux exigences du client.

Dans les questions 36 à 38, on assimile la luminance de l'échantillon à celle imposée par le client.

35. Placer le point correspondant à la teinte du client et celui correspondant à l'échantillon sur **le document réponse 4**.
36. Donner la signification des grandeurs C\* et h et les déterminer pour l'échantillon.
37. Proposer une modification de la formule pour obtenir un écart colorimétrique acceptable.
38. Le tube souple à contretyper est verni alors que l'échantillon d'essai ne l'est pas. Justifier le mode de mesure du colorimètre (spéculaire inclus ou spéculaire exclu).

On étudie la répétabilité de la mesure de brillance. Pour cela on réalise 5 essais dont les résultats sont donnés ci-dessous.

Brillance (ub) à 20°	61,6	61,2	60,5	60,2	60,7
Brillance (ub) à 60°	86,5	86,7	86,2	86,2	85,3
Brillance (ub) à 85°	59,8	61,4	60,7	61,5	61,6

Il est fréquent d'utiliser l'angle de 60° pour la quasi-totalité des applications. Pour mieux caractériser les surfaces très brillantes ou, au contraire, faiblement brillantes, la norme ISO 2813 conseille d'utiliser les géométries suivantes :

- 20° pour les surfaces hautement brillantes sur lesquelles un brillancemètre utilisé à 60° indique généralement des valeurs supérieures à 70 ub ;
- 85° pour les surfaces faiblement brillantes sur lesquelles un brillancemètre utilisé à 60° indique généralement des valeurs inférieures à 10 ub.

**39.** Sélectionner les résultats correspondant à l'angle correct de mesure de la brillance de l'échantillon.

**40.** Déterminer, pour cet angle, l'incertitude de répétabilité pour une valeur de brillance obtenue par le calcul de la moyenne d'une série de n mesures.

On rappelle que l'incertitude de répétabilité se calcule à partir de la relation :

$$u_{rep} = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

dans laquelle s correspond à l'écart-type estimé à partir de la série des n mesures.

**41.** En considérant uniquement cette cause d'incertitude, calculer l'incertitude élargie avec un facteur d'élargissement  $k = 2,78$  (pour un niveau de confiance de 95 %).

**42.** Exprimer le résultat de la mesure de brillance obtenue à partir de la série de valeurs sélectionnées à la question 40. Indiquer si l'emballage répond à l'exigence du client.

## ANNEXE

<b>ANNEXE 1 : analyse du chlorure de sodium .....</b>	<b>2</b>
<b>ANNEXE 2 : analyse d'une poudre de benzoate de sodium .....</b>	<b>2</b>
<b>ANNEXE 3 : essais d'aptitude et critère du Z-score .....</b>	<b>3</b>
<b>ANNEXE 4 : analyse du plomb par spectroscopie d'absorption atomique .....</b>	<b>3</b>
<b>ANNEXE 5 : norme de mesure d'un extrait sec .....</b>	<b>4</b>
<b>ANNEXE 6 : modélisation de la sédimentation d'une suspension .....</b>	<b>4</b>

## ANNEXE 1 : analyse du chlorure de sodium

D'après «*Pharmacopée Européenne 8.0 p1604*»

Dissoudre une masse approximative de 5 g (à noter précisément) de matière première dans 50 mL d'eau déminéralisée. Ajouter goutte à goutte de l'acide nitrique dilué jusqu'à ce que la solution soit neutre au papier pH. Ajouter 2 mL de solution de chromate de potassium et titrer par une solution de nitrate d'argent à 0,100 mol.L<sup>-1</sup>. L'équivalence est repérée à l'apparition d'une légère coloration orange.

Chromate de potassium : K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>

Nitrate d'argent : AgNO<sub>3</sub>

AgCl : précipité blanc photosensible

Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> : précipité rouge brique

CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> : teinte jaune

Masse molaire du chlorure de sodium :  $M_{\text{NaCl}} = 58,44 \text{ g.mol}^{-1}$

L'incertitude élargie (k = 2) de l'analyse est de 1,2 % sur le titre massique.

## ANNEXE 2 : analyse d'une poudre de benzoate de sodium

D'après « *Japanese Pharmacopoeia 2016 p1566* »

Weigh accurately about 1,5 g of sodium benzoate and transfer to a 300-mL glass-flask. Dissolve in 25 mL of water, add 75 mL of diethyl ether and 10 drops of bromophenol blue and titrate with 0,500 mol/L hydrochloric acid (HCl) while mixing the aqueous and diethyl ether layers by vigorous shaking, until a persistent, light green color is produced in the aqueous layer.

Benzoate de sodium :

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COONa

Masse molaire :  $M_{\text{benzoate de sodium}} = 144,11 \text{ g.mol}^{-1}$

Solubilité : 630 g.L<sup>-1</sup> dans l'eau à 20 °C, pratiquement insoluble dans l'éther diéthylique.

Acide benzoïque :

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOH

solubilité 2,9 g.L<sup>-1</sup> dans l'eau à 20 °C, bonne solubilité dans l'éther diéthylique.

L'acide benzoïque se comporte comme un acide faible dans ce milieu.

Bleu de bromophénol : zone de virage de pH 3,0 à 4,6

Forme "acide" jaune / zone de virage verte / forme "basique" bleue

L'incertitude élargie (k = 2) de l'analyse est de 1,2 % sur la pureté.

### ANNEXE 3 : essais d'aptitude et critère du Z-score

Le critère du "Z-score" permet d'évaluer la qualité des résultats obtenus par un laboratoire : il sert donc de comparaison. Des échantillons réputés identiques sont envoyés à tous les laboratoires et testés dans le cadre d'un essai d'aptitude inter-laboratoires. Un technicien effectue **une seule mesure**.

Le Z-score  $Z_i$  d'un laboratoire  $i$  est calculé avec la relation suivante :

$$Z_i = \frac{x_i - \bar{x}}{s_{labo}}$$

$x_i$	mesure obtenue par le laboratoire $i$
$\bar{x}$	moyenne des mesures $x_i$
$s_{labo}$	écart-type des mesures $x_i$

Les critères d'interprétation du Z-score d'un laboratoire sont les suivants :

- $|Z_i| < 2$  score satisfaisant, les résultats d'analyse sont corrects
- $2 \leq |Z_i| < 3$  score discutable nécessitant une surveillance ou une action préventive
- $|Z_i| \geq 3$  score insatisfaisant nécessitant une action corrective : les résultats d'analyse ne sont pas acceptables.

### ANNEXE 4 : analyse du plomb par spectroscopie d'absorption atomique

#### Préparation de l'échantillon analysé

D'après « *Determination of heavy metals in toothpastes, R. and T. Nageswara Rao, Indian Journal of Chemical Technology, Vol 21, July 2014 pp 228-243* »

Une masse d'approximativement 2 g de dentifrice est pesée (relever la valeur exacte) dans un creuset en silice. L'échantillon est traité de la manière suivante :

- ajout de 2 mL d'acide chlorhydrique concentré et 6 mL d'acide nitrique concentré, chauffage à 140 °C puis refroidissement de la solution à température ambiante ;
- ajout de 2 mL d'acide fluorhydrique, chauffage à 140 °C jusqu'à obtention d'un résidu solide ;
- ajout de 2 mL d'acide sulfurique concentré, chauffage à 140 °C ;
- ajout de 10 mL d'acide nitrique, chauffage jusqu'à obtention d'une solution limpide.
- transfert dans une fiole jaugée de 25 mL, ajustage avec de l'eau déminéralisée.

La solution obtenue est alors analysée.

#### Préparation de la solution étalon primaire

Pesée de 1,000 g de plomb métal, chauffage dans 30 mL de solution d'acide nitrique à 50 % jusqu'à transformation du métal puis transfert quantitatif dans une fiole de 1 L avant ajustage avec de l'eau déminéralisée.

## ANNEXE 5 : norme de mesure d'un extrait sec

Il s'agit de l'extrait sec pour un dentifrice déterminé d'après une norme adaptée de la norme ISO 3251 par passage dans une étuve dont la température est de 105 °C et pendant 1 heure.

### Mode opératoire :

- effectuer deux essais ;
- dégraisser et nettoyer une capsule ;
- sécher la capsule dans l'étuve à la température spécifiée et la conserver dans le dessiccateur jusqu'à utilisation ;
- déterminer la masse de la capsule propre et sèche ( $m_0$ ) à 1 mg près ;
- ajouter, à 1 mg près, une prise d'essai de 1 g dans la capsule en la répartissant uniformément ; peser l'ensemble ( $m_1$ ) ;
- placer ensuite la capsule dans l'étuve, après l'avoir portée à la température spécifiée ;
- laisser la capsule dans l'étuve pendant la durée de chauffage spécifiée ;
- au terme de la durée de chauffage, transférer la capsule dans le dessiccateur et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante ;
- peser la capsule contenant le résidu ( $m_2$ ), à 1 mg près ;
- si les deux essais de l'extrait sec diffèrent de plus de 2 % par rapport à la moyenne, effectuer une troisième mesure ;
- calculer la moyenne des deux essais compatibles et consigner le résultat dans le rapport.

## ANNEXE 6 : modélisation de la sédimentation d'une suspension

La loi de Stokes, ci-dessous, permet de modéliser la vitesse des particules dans les dispersions et d'appréhender les phénomènes de sédimentation d'une dispersion :

$$v = \frac{2gR^2(\rho_2 - \rho_1)}{9\eta}$$

Dans laquelle :

- $v$  est la vitesse des particules solides dans la dispersion, en  $\text{m.s}^{-1}$
- $g$  est l'accélération de la pesanteur,  $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$
- $R$  est le rayon de la particule solide, en  $\text{m}$
- $\rho_1$  et  $\rho_2$  sont respectivement les masses volumiques des milieux dispersés et dispersants, en  $\text{kg.m}^{-3}$
- $\eta$  est la viscosité du milieu dispersé, en  $\text{Pa.s}$

**Document réponse 1 (à rendre avec la copie)**

<b>Performances techniques</b>
<b>Contraintes clients ou réglementaires</b>
<b>Contraintes économiques</b>

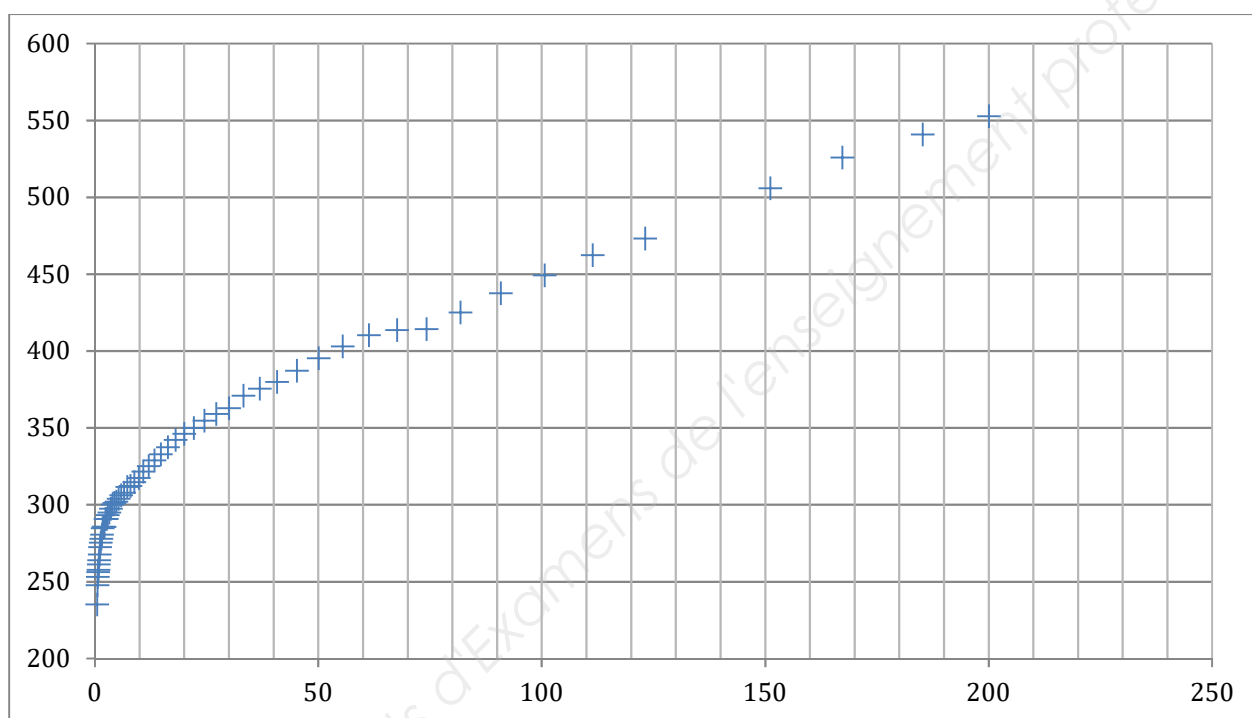
**Document réponse 2 (à rendre avec la copie)**

<b>Matières premières (nom INCI)</b>	<b>Rôle</b>	<b>% en masse</b>	<b>Prix en euros au kg</b>	<b>Formule pour 150 g</b>
	Abrasif	22,00	3,65	
Sorbitol	Humidifiant	30,00	8,00	
	Epaississant	5,00	2,80	
Propylene glycol	Structure et solubilise les parfums et tensioactifs	2,50	2,70	
	Conservateur	0,30	4,50	
	Tensioactif	2,00	3,50	
Sodium saccharin	Adoucissant, améliore le goût du dentifrice	1,10	4,85	
	Agent opacifiant	0,50	4,00	
Menthol	Arôme	5,00	16,00	
Sodium phosphate	Empêche le dépôt de tartre	1,10	1,80	
Zinc citrate	Anti plaque dentaire et antibactérien  Tampon (stabilise le pH et l'amène à la neutralité)	0,30	8,85	
Sodium fluoride	Anti-caries et renforce l'émail	0,20	6,80	
	Milieu de dispersion	30,00	4,00	

**Document réponse 3 (à rendre avec la copie)**

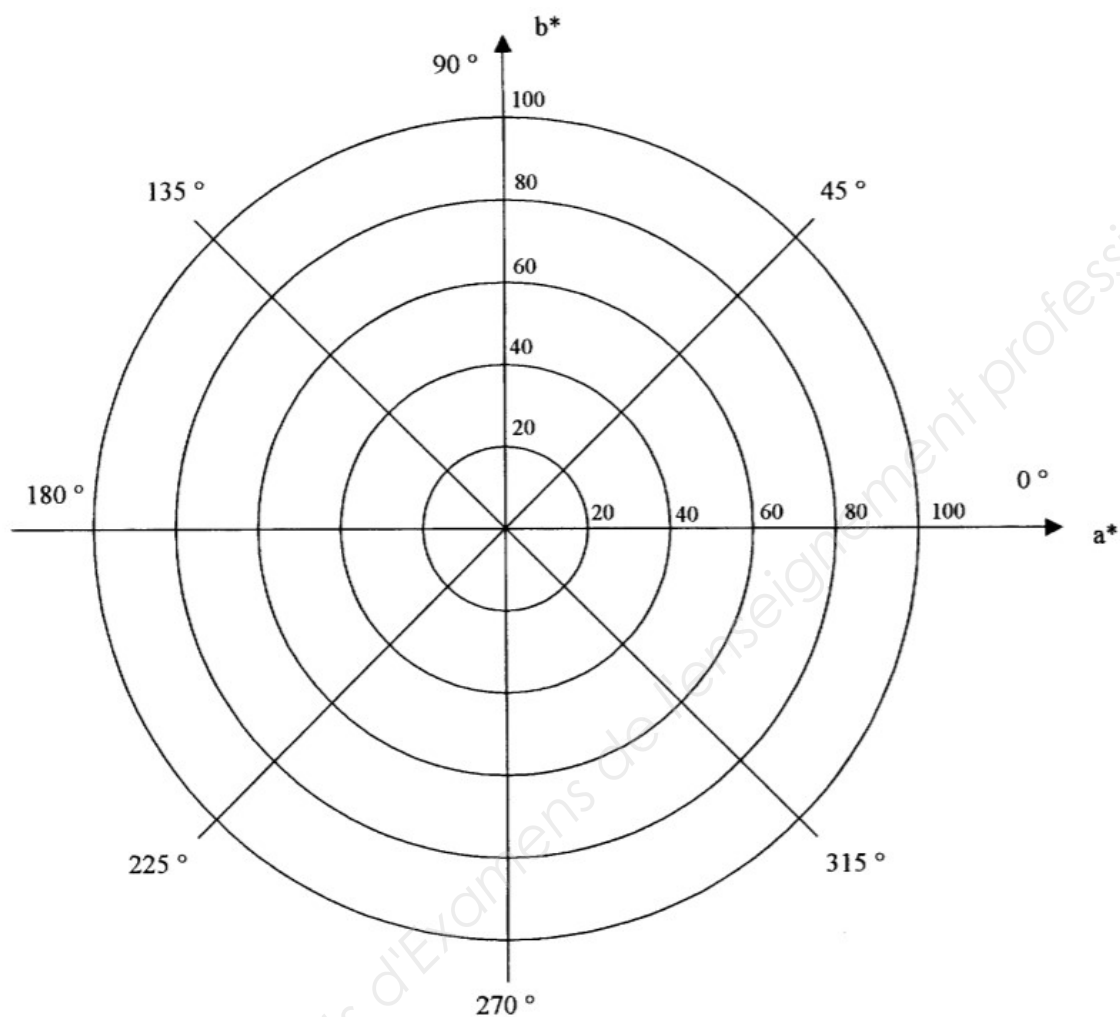
**Courbe d'écoulement du dentifrice**

Contrainte de cisaillement,  $\tau$ , en Pa



Gradient de vitesse,  $D$ , en  $s^{-1}$

**Document réponse 4 (à rendre avec la copie)**



Copyright © 2026 FormaV. Tous droits réservés.

Ce document a été élaboré par FormaV® avec le plus grand soin afin d'accompagner chaque apprenant vers la réussite de ses examens. Son contenu (textes, graphiques, méthodologies, tableaux, exercices, concepts, mises en forme) constitue une œuvre protégée par le droit d'auteur.

Toute copie, partage, reproduction, diffusion ou mise à disposition, même partielle, gratuite ou payante, est strictement interdite sans accord préalable et écrit de FormaV®, conformément aux articles L.111-1 et suivants du Code de la propriété intellectuelle. Dans une logique anti-plagiat, FormaV® se réserve le droit de vérifier toute utilisation illicite, y compris sur les plateformes en ligne ou sites tiers.

En utilisant ce document, vous vous engagez à respecter ces règles et à préserver l'intégrité du travail fourni. La consultation de ce document est strictement personnelle.

Merci de respecter le travail accompli afin de permettre la création continue de ressources pédagogiques fiables et accessibles.

Copyright © 2026 FormaV. Tous droits réservés.

Ce document a été élaboré par FormaV® avec le plus grand soin afin d'accompagner chaque apprenant vers la réussite de ses examens. Son contenu (textes, graphiques, méthodologies, tableaux, exercices, concepts, mises en forme) constitue une œuvre protégée par le droit d'auteur.

Toute copie, partage, reproduction, diffusion ou mise à disposition, même partielle, gratuite ou payante, est strictement interdite sans accord préalable et écrit de FormaV®, conformément aux articles L.111-1 et suivants du Code de la propriété intellectuelle. Dans une logique anti-plagiat, FormaV® se réserve le droit de vérifier toute utilisation illicite, y compris sur les plateformes en ligne ou sites tiers.

En utilisant ce document, vous vous engagez à respecter ces règles et à préserver l'intégrité du travail fourni. La consultation de ce document est strictement personnelle.

Merci de respecter le travail accompli afin de permettre la création continue de ressources pédagogiques fiables et accessibles.