# CORRIGÉ

**CONTRÔLE DU FLUOR DANS UNE PÂTE DENTIFRICE**

**1 - Formulation et production (19 points)**

**1.1 - Composition et législation du dentifrice (documents n° 1 et n° 2)**

**4 + 3**

**Q1 -**

**-**Teneur en fluor du dentifrice est de 1380 ppm soit 1380/106 = 0,138 %. Fluorures : 1385 ppm = 0,1385 % < au 0,15 % de la réglementation cosmétique.

**-**Absence d’AMM, période d’utilisation après ouverture.

**Q2 -**1 : Nom commercial ; 6 : nom et adresse du fabricant ; 7 et 8 : date de durabilité ou DLU et numéro de lot ; (code-barre).

**2**

Utilisation pour retrouver le fabricant, l’historique du procédé (matières premières, lignes de fabrication, contrôles effectués…), avertir les consommateurs et permettre le retrait des produits.

**1.2 - Fabrication du dentifrice (documents n° 3 et n° 4)**

**Q3 -**Tensioactif : molécule amphiphile (partie polaire, partie apolaire). Action détergente (et moussante) pour le rôle nettoyant du dentifrice : interaction de la partie polaire avec l’eau et de la partie apolaire avec les graisses.

**1**

**Q4 -**Mélangeur homogénéisateur.

**2**

A : Moteur

B : Trompe à vide : (introduction de produits sous vide

C : Couvercle

D : Cuve

E : Pâle pour le mélange

F : Double enveloppe (régulation de la température)

G : Pâle racleuse ou racleur (récupération du produit)

H : Homogénéisateur

**Q5 -**La température : les ingrédients doivent être à la même température ou il faut également faire fondre certains ingrédients pour diminuer leur viscosité.

**4**

La vitesse d’agitation qui peut être modifiée lors de l’ajout des ingrédients.

La pression importante pour l’ajout sous vide de certains ingrédients.

**Q6 -**L’eau du réseau est d’abord adoucie pour éliminer le calcium et le magnésium présent en quantité importante dans l’eau du réseau. L’osmose inverse est un système membranaire permettant d’éliminer les particules, les composés organiques et les petits ions. Restent les gaz dissous (CO2 et O2) éliminés lors du dégazage. Le traitement de finition permet d’éliminer les ions résiduels non éliminés par l’osmoseur. Une contamination microbienne étant possible dans le réseau de distribution, une désinfection est nécessaire par un gaz neutre: l’ozone.

**3**

**2 - Étude de l’origine d’une teneur trop élevée en fluorures dans un lot de dentifrice (19 points)**

**2.1 - Vérification d’un paramètre de la méthode du dosage du fluor (document n° 5)**

**Q7 -**On réalise une courbe d’étalonnage à partir des étalons conservés au réfrigérateur, on trace la courbe de régression pour obtenir l’équation. La mesure sur le dentifrice nous donne un potentiel. On place l’inverse du potentiel dans l’équation pour obtenir la teneur en fluor mesurée et ensuite on multiplie par un facteur pour tenir compte de la dilution et rapporter le résultat par gramme de produit.

**4**

Teneur en fluor mesurée = 2,79 à partir de l’équation de la droite.

Dilution 1/100ème dans la fiole jaugée rapporté à 1 g de dentifrice (1/0,2 = 5).

2,79 \* 500 = 1395 ppm.

**Q8 -**Le coefficient de corrélation est proche de 1 (0,998) : on a donc une relation linéaire (On obtient une droite) entre l’inverse du potentiel et la teneur en fluor.

**1**

***2.* *2 - Contrôle de l’homogénéité du lot (document n° 6)***

**Q9 -**Rappel cible 1380 ppm.

**4**

Min10 1380\*95 % = 1311 max10 :1380\*105 % = 1449.

Min20 1380\*90 % = 1242 max20 : 1380\*110 % = 1518.

Sur les 10 premiers tubes prélevés, 1 tube (1458) est supérieur à la limite de 105 % mais pas au-delà des 110 %, on a donc prélevé 20 tubes supplémentaires. Parmi ces 20 tubes aucun n’est hors limite 90-110 % et seul 1 tube est hors limite 95-105 % donc le lot est conforme.

**2.3 - Utilisation de la norme ISO pour assurer la qualité des pesées de matières premières (document n° 7)**

**Q10 -**Les BPF permettent d’assurer aux clients que le produit cosmétique a été fabriqué dans des conditions optimales de qualité et constituent une présomption de **qualité**. L’ISO est un organisme **international** de normalisation donc la qualité de production est reconnue par un grand nombre de pays ce qui **facilite les échanges et la diffusion du produit**.

**1**

**Q11 -**Instruction de pesée et formule du produit en salle de pesée, ticket de pesée (ou enregistrement informatique) consigné dans le dossier de lot, certificat d’étalonnage et enregistrement des résultats d’étalonnage et certificats de maintenance des instruments de pesée.

**1**

**2.4 -** **Étude des cartes de contrôle sur la ligne de production d’eau purifiée (document n° 8)**

**Q12 -**Les contrôles sont reportés quotidiennement, les valeurs de conductivités mesurées sont comparées à une cible (valeur attendue du contrôle) et à une limite de contrôle supérieure, valeur à ne pas dépasser (généralement la cible + 2 ou 3 écarts types) car indique une trop forte concentration en ions. Il n’y a pas de limite inférieure, une eau trop déminéralisée n’affecte ni la production ni le laboratoire.

**4**

**Q13 -**Le procédé d’osmose inverse est sous contrôle, les points sont de part et d’autre de la valeur cible. (*La conductivité en sortie d’échange d’ion est plus faible, le traitement de finition permet bien d’éliminer les ions résiduels car la conductivité diminue)*.

**2**

Le procédé d’échange d’ions est sous contrôle au début du mois, par contre on constate une dérive supérieure à partir du 18 mai. (*Dans la boucle de distribution, il y a une légère reminéralisation (dû à une recarbonatation en général).*

Le procédé d’ozonisation de la boucle est sous contrôle en début de mois, mais comme en sortie d’échange d’ion, il y a une tendance supérieure à partir du 18 se traduisant par un point hors limite le 25.

**2.5 -** **Conclusion**

**Q14 -**Il y avait 4 origines possibles à cette valeur de fluor élevée :

**1**

* Pas de problème lié au dosage car méthode validée.
* Pas de manque d’homogénéité du lot car lot conforme.
* À priori pas d’erreur lors de la pesée des matières premières.
* Apport exogène de fluor par l’eau de production car problème de conductivité identifiée au niveau de l’échange d’ion qui ne fait plus son travail et ne retient plus les fluorures.

**Q15 -**Soit la résine n’a pas été régénérée, soit elle commence à se dégrader. Il faut donc soit refaire une régénération soit remplacer la résine.

**1**