

BTS MÉTIERS DE L'ESTHÉTIQUE COSMÉTIQUE - PARFUMERIE

Option C – COSMÉTOLOGIE

CONSEIL ET EXPERTISE SCIENTIFIQUES ET TECHNIQUES – U5

SESSION 2022

**Durée : 4h00
Coefficient : 4**

Matériel autorisé.

L'usage de la calculatrice avec mode examen actif est autorisé.
L'usage de la calculatrice sans mémoire, « type collègue » est autorisé.
Tout autre matériel est interdit.

Tout autre matériel est interdit.

Le sujet inclut un dossier technique.

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

Le sujet comporte 22 pages, numérotées de 1/22 à 22/22.

Le dossier technique comporte 18 pages, numérotées de 5/22 à 22/22.

BTS MÉTIERS DE L'ESTHÉTIQUE - COSMÉTIQUE - PARFUMERIE		Session 2022
U5-C – Conseil et Expertise Scientifiques et Technologiques	Code : 22ME5CEXP	Page : 1/22

FORMULATION D'UN PRODUIT AÉROSOL DE PROTECTION SOLAIRE

Vous êtes technicien(ne) dans le laboratoire R&D de l'entreprise Miracle International Cosmetic (MIC). Cette entreprise fabrique à façon des produits de protection solaire pour de grandes marques de cosmétiques.

L'entreprise MIC s'est récemment équipée d'un compresseur permettant la mise en aérosol de produits cosmétiques.

Le laboratoire doit concevoir un aérosol solaire à partir d'une formule de son portefeuille, s'assurer de sa substantivité¹ et vérifier son efficacité.

1. Formulation du produit

La formule de départ est la formule 06A, c'est une crème solaire déjà commercialisée par l'entreprise.

La formule 06A doit être adaptée pour qu'elle soit commercialisée sous forme aérosol et qu'elle soit de très haute protection solaire.

Dans une première étape, vous formulez un produit utilisable avec une pompe : le produit 06E.

1.1. Vérifier que les modifications apportées à la formule 06A, conduisant à la formule 06E, respectent le cahier des charges du nouveau produit.

Dans une seconde étape, le produit doit devenir sprayable par addition de propulseur. L'ajout de propulseur liquide peut provoquer une déstabilisation de l'émulsion. De plus, certaines particules peuvent sédimenter car la viscosité du produit va diminuer fortement. L'indice d'écoulement n de l'émulsion 06E a été calculé, il est de 0,8539.

1.2. Déduire de ce résultat la propriété rhéologique attendue pour l'aérosol de protection solaire 06E et la conséquence sur l'utilisation du produit par les consommateurs.

Le propulseur liquéfié le plus utilisé est le LPG (mélange de butane, propane et isobutane). Plusieurs concentrations de LPG ont été testées afin de voir leur comportement vis-à-vis des émulsions.

1.3. Analyser les résultats de la mise en aérosol et en déduire la concentration du propulseur retenu.

2. Évaluation du potentiel de pénétration des filtres solaires

La présence en grande quantité de filtres solaires dans les formulations peut poser un problème en termes d'accumulation dans la peau ou de pénétration cutanée. De plus, il est nécessaire que les produits solaires restent à la surface de la peau, au niveau de l'épiderme, afin de maintenir leur effet protecteur contre les UV. Il est donc important d'étudier leur substantivité pour garantir leur efficacité et leur sécurité vis-à-vis de la santé humaine.

¹ Substantivité = terme technique désignant la propriété d'une molécule à se fixer à la kératine (couche cornée) ce qui limite le passage transépidermique.

Deux méthodes ont été utilisées pour l'évaluation du potentiel de pénétration cutanée des filtres solaires contenus dans les produits solaires.

Dans un premier temps, une étude *ex vivo* a été conduite avec les cellules de diffusion de Franz.

Dans un second temps, une étude *in vivo* sur des volontaires humains sains a été réalisée pour compléter les résultats obtenus lors de la première évaluation.

Étude *ex vivo* des filtres UV

L'analyse de la pénétration cutanée a été réalisée sur l'émulsion 06E.

Parmi les filtres contenus dans l'émulsion 06E, l'Ethylhexyl Méthoxycinnamate (EMC) et le 2-Ethylhexyl Diméthyl PABA (ED-PABA) sont testés.

2.1. Expliquer pourquoi l'évaluateur de la sécurité a choisi de tester la pénétration cutanée de l'EMC et de l'ED-PABA, à partir de leurs caractéristiques physico-chimiques.

2.2. Analyser les résultats *ex vivo* de l'évaluation de la pénétration cutanée de l'EMC et de l'ED-PABA.

Évaluation *in vivo* de la pénétration cutanée de la formulation solaire 06E.

Cette étude *in vivo* permet de poursuivre l'investigation réalisée lors de l'étude *ex vivo* et de confirmer (ou d'infirmer) les résultats obtenus avec celle-ci. Il s'agit ici d'une méthode de « Stripping ».

La mise en place d'étude clinique doit se conformer à des critères éthiques.

2.3. Donner des critères d'inclusion et d'exclusion nécessaires à la constitution du panel.

2.4. Analyser les résultats de cette évaluation.

3. Encapsulation de l'EMC

Le service de veille concurrentielle vous propose, afin de suivre les nouveautés des concurrents, d'encapsuler l'EMC dans une NLC (nanostructured lipid carriers) ou matrice lipidique.

Deux études ont été réalisées sur l'EMC pur et l'EMC encapsulé (NLC1, NLC2, NLC3) :

- une évaluation de la capacité de pénétration cutanée de l'EMC ;
- une étude de spectrophotométrie.

3.1. Argumenter les intérêts de l'encapsulation de l'EMC.

3.2. Conclure quant au choix de la NLC.

4. Analyse sensorielle du produit

L'encapsulation de l'EMC peut diminuer le collant du produit fini.

Afin de vérifier si cette encapsulation n'affecte pas l'aspect sensoriel du produit, une évaluation sensorielle est mise en place pour comparer l'émulsion contenant de l'EMC pur avec celle contenant l'EMC encapsulé.

4.1. Proposer une procédure opératoire pour réaliser un test triangulaire. Cette procédure comprendra :

- les objectifs du test ;
- les conditions opératoires (préparation des échantillons, présentation rapide des conditions dans lesquelles est effectué le test, questionnaire pour le paneliste et procédure pour le panel).

4.2. Analyser les résultats du test triangulaire au risque $\alpha=5\%$ et conclure.

BAREME

Partie 1. 6 points

Partie 2. 7 points

Partie 3. 3.5 points

Partie 4. 3.5 points

DOSSIER TECHNIQUE

Document 1 - Recommandations relatives aux produits de protection solaire d'après l'AFSSAPS	6
Document 2 - Essais de formulation	7
Document 3 - Données cosmétiques des ingrédients	8
Document 4 - Spectre d'absorbance des filtres solaires	9
Document 5 - Rhéologie	10
Document 6 - Mise en aérosol	11
Document 7 - Données techniques des filtres solaires	13
Document 8 - Évaluation <i>ex vivo</i> de la pénétration de deux filtres solaires	14
Document 9 - Évaluation <i>in vivo</i> de la pénétration cutanée	15
Document 10 - Formulaire de consentement éclairé du patient (confidentiel)	18
Document 11 - Encapsulation	19
Document 12 - Évaluation sensorielle : test triangulaire	20
Document 13 - Résultats du test triangulaire et table statistique	22

Document 1 - Recommandation relatives aux produits de protections solaires d'après l'AFSSAPS

Quelles sont les mentions spécifiques à un produit de protection solaire ?

De par sa fonction et sa finalité, l'étiquetage d'un produit de protection solaire doit comporter, **sur la base de la recommandation européenne**, les mentions suivantes :

1. La catégorie de protection solaire

Chaque catégorie de protection solaire est définie par :

a) un facteur de protection solaire (SPF : Sun Protection Factor) au minimum de 6.

Le facteur de protection solaire ou SPF (Sun Protection Factor) **indique le niveau de protection du produit contre les dommages induits par les UVB, principalement contre le coup de soleil.**

Ce facteur est exprimé sous forme d'un indice numérique (ex : 10, 20, 30, 50+, ...).

Le SPF ne garantit pas une protection contre les autres effets néfastes des UV.


b) une protection minimale contre les UVA dont le coefficient correspond au moins au 1/3 du SPF indiqué sur l'étiquetage.

Parallèlement, un test spécifique est mis en œuvre afin de vérifier que la longueur d'onde critique est au moins égale à 370 nm. Ceci permet de garantir que **la protection anti-UVA s'étend aux UVA longs.**

Cette protection minimale est indiquée par l'industrie cosmétique au niveau de l'étiquetage par le logo :

la catégorie de protection du produit de protection solaire doit être indiquée sur l'étiquetage au moins aussi visiblement que le SPF.



CATÉGORIE DE PROTECTION INDIQUÉE SUR L'ÉTIQUETTE	FACTEUR DE PROTECTION SOLAIRE (SPF)	FACTEUR DE PROTECTION SOLAIRE MESURÉ	FACTEUR DE PROTECTION UVA MINIMAL RECOMMANDÉ	LONGUEUR D'ONDE CRITIQUE MINIMALE RECOMMANDÉE
FAIBLE PROTECTION	6	6-9.9	Correspondant au 1/3 du SPF indiqué sur l'étiquetage 	370 nm
PROTECTION MOYENNE	10	10-14.9		
	15	15-19.9		
	20	20-24.9		
HAUTE PROTECTION	25	25-29.9		
	30	30-49.9		
TRÈS HAUTE PROTECTION	50	50-59.9		
	50+	≥60		

Le 1^{er} mai 2012, l'AFSSAPS a changé de nom et est devenue l'Ansm



<https://www.anism.sante.fr> (consulté le 15/09/2020)

Document 2 - Essais de formulation

Cahier des charges du nouveau produit

Type d'émulsion	E/H
Viscosité à 25°C avant l'ajout du propulseur	Entre 5000 et 7000 mPa.s
Protection solaire	Très haute protection UVB
	Protection UVA

Formulation du produit en % massique

Phases	Ingrédients	06A	06E
1	Eau	QSP100	QSP100
	Rhodicare®	1.00	0.20
2	Propylène glycol	3.00	3.00
	Paratrexine®	0.50	0.50
	EDTA dissodique	0.05	0.05
	MgSO4 Sulfate de magnésium	0.70	0.70
	Ronacare® bisabolol	0.50	0.50
	Vanirea	1.00	1.00
3	Tinosorb™ M	/	10
	Solaveil CT 10 W®	/	7.50
4	Arlacel®	2.00	2.00
5	Arlamol HD®	15.00	15.00
	Huile d'arachide	19.00	/
	Paratrexine®	0.50	0.50
	Crodamol®	5.00	5.00
	Nexbase 2004®	15.0	15.00
	Tinsorb™ S	/	1.00
6	Vitamine E acetate	0.05	0.05
	Uvinul A+B®	/	10.00
	Esalol 557®	3.5	3.50
	Escalol 507®	4	4.00
	Z cote max®	/	1

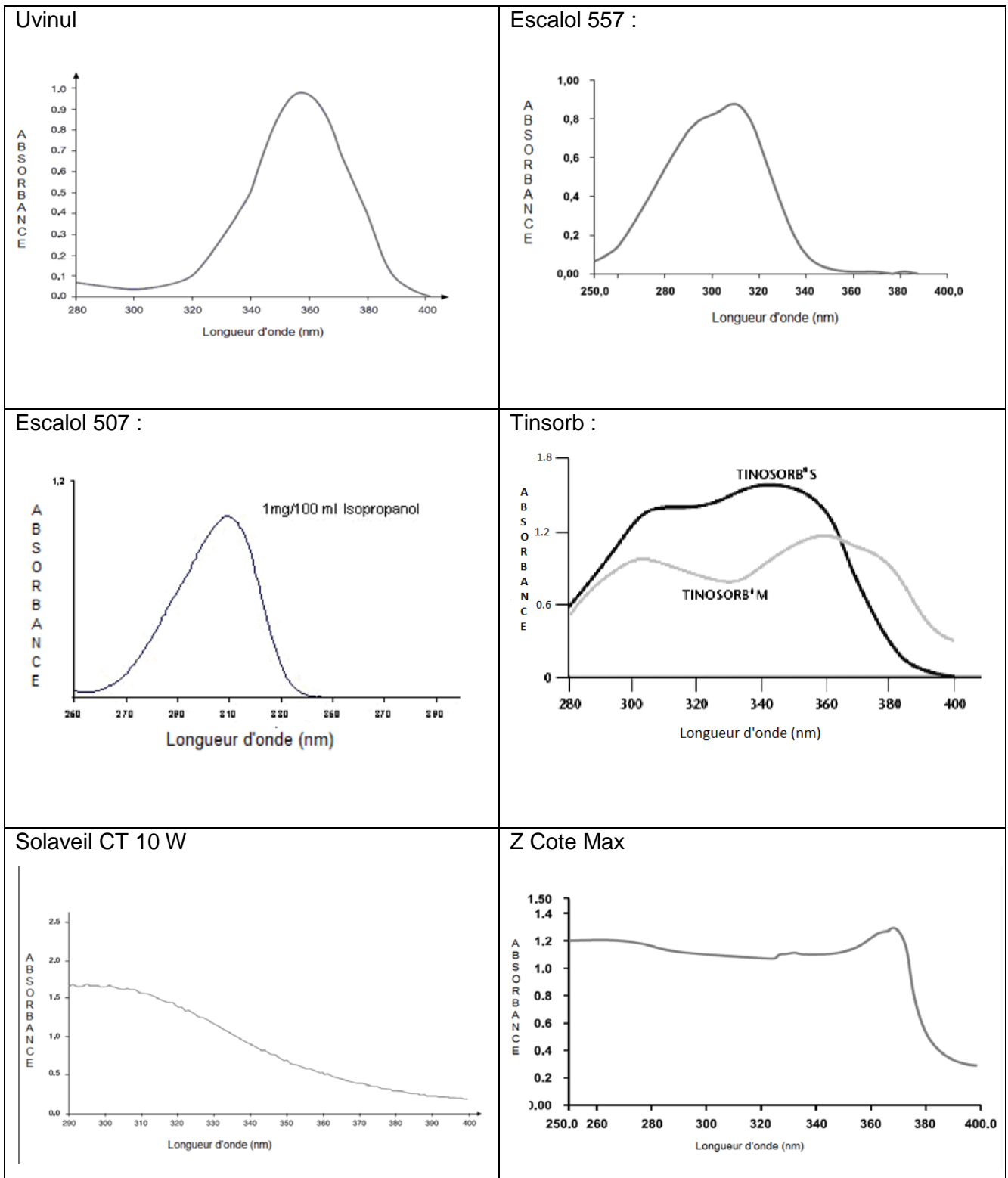
Contrôles effectués sur les formules

	06A	06E
Viscosité mPa.s	9958	6887
Sprayabilité	Non	Oui : jet
Stabilité étuve 40°	stable	stable
Stabilité étuve cycle	stable	stable
FPS estimé par le calcul	18.9	64.5
Longueur d'onde critique	/	>370 nm

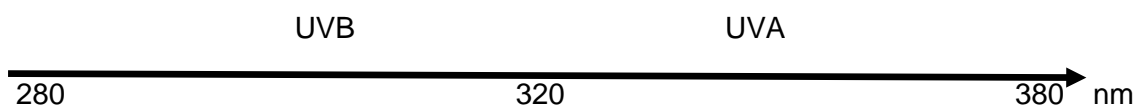
Document 3 - Données cosmétiques des ingrédients

Nom Commercial	INCI EU	Fabricant	N° CAS	FONCTION
Arlacel®	PEG-30 Dipolyhydroxystearate	Croda International Plc (Goole, RU)	-	Emulsifiant HLB 5.5
Arlamol HD®	Isohexadecane	Croda International Plc (Goole, RU)	4390-04-9	Emollient/ Phase grasse externe
Nexbase® 2004 et 2006 FG	Hydrogenated Polydecene	Neste Oil N.V (Keilaranta, Finlande)	25189-70-2	Emollient/ Phase grasse externe
Crodamol AB®	C12-15 Alkylbenzoate	Croda International Plc (Goole, RU)	68411-27-8	Phase grasse externe/Booster FPS
Huile arachide	Arachis Hypogaea Oil	Bertin (France)	8002-03-7	Phase grasse externe- Emollient
Sulfate de magnesium	Magnesium Sulfate	Certa (Braine l'Alleud, Belgique)	7487-88-9	Electrolyte
Uvinul®A+B	Ethylhexyl Methoxycinnamate, Di ethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate	BASF (Ludwigshafen, Allemagne)	5466-77-3 302776-68-7	Filtre organique
Escalol®557	Ethylhexyl Methoxycinnamate	ISP (Wayne, Etats- Unis)	5466-77-3	Filtre organique
Escalol®507	2-Ethylhexyl Dimethyl PABA	ISP (Wayne, Etats- Unis)	21245-02-3	Filtre organique
Tinosorb™M	Methylene Bis- benzotriazolyl Tetramethylbutylphen ol	Ciba Specialties Chemicals (Bale, Suisse)	103587-45-1	Filtre organique
Tinosorb™S	Bis- Ethylhexyloxyphenol Methoxyphenyl Triazine	Ciba Specialties Chemicals (Bale, Suisse)	187393-00-6	Filtre organique
Solaveil®CT-10 W	Aqua, Titanium Dioxide, Isodeceth-6, Oleth-10 Alumina, Aluminium Stearate, Simethicone, Diazolodi nyl Urea, Propylene Glycol, Methylparaben, Propylparaben	Croda International Plc (Goole, RU)	13463-67-7/9004-99- 2/ 1344-28-1/7047-84- 9/80 50-81-5/78491-02- 8/57-55-6/ 99-76-3/94-13-3	Filtre inorganique
Z Cote®Max	Zinc Oxide, Diphenyl Capryl Methicone	BASF (Ludwigshafen, Allemagne)	1312-13-2/827036500	Filtre inorganique
Rhodicare®T	Xanthan Gum	Rhodia Food (Aubervilliers, France)	11138-66-2	Viscosifiant
EDTA dissodique	Dissodium EDTA	Merck (Darmstadt, Allemagne)	139-33-3	Chélatant
Propylene Glycol	Propylene Glycol	Certa (Braine l'Alleud, Belgique)	57-55-6	Humectant
Paratrexine®	Phenoxyethanol, Methylparaben, Ethylparaben, Butylparaben, Isobutylparaben, Propylparaben	MGS Micropure (Newport, RU)	122-9-6/99-76-3/ 120-47-8/94-26-8	Conservateur
Vanirea®	Propylene Glycol, Aqua, Vanilla tahitensis Extract	Cep-Solabia groupe (Pantin, France)	57-55-6 94167-14-3	Ingrédient actif/ Protecteur solaire
Vitamine E Acetate	Tocopheryl Acetate	BASF (Ludwigshafen, Allemagne)	7695-91-2	Ingrédient actif/Antioxydant
Ronacare®bisabolol	Bisabolol	Merck (Darmstadt, Allemagne)	515-69-5	Ingrédient actif/Hydratant Apaisant

Document 4 - Spectre d'absorbance des filtres solaires



Rappel des longueurs d'ondes des UVA et UVB :



Document 5 - Rhéologie

Le modèle de CROSS est un modèle mathématique permettant de prévoir le comportement rhéologique d'une émulsion pour des valeurs de cisaillement infini (η_∞) ou nul (η_0) et de déterminer l'indice d'écoulement n .

Dans ce modèle, les viscosités et l'indice d'écoulement sont liés par la relation :

$$\frac{\eta_0 - \eta}{\eta - \eta_\infty} = 372691,7^n$$

Avec :	η la viscosité de l'émulsion
n l'indice d'écoulement	η_0 la viscosité à cisaillement nul
	η_∞ la viscosité à cisaillement infini

Comportement rhéologique en fonction de l'indice d'écoulement

Valeur de l'indice d'écoulement	Comportement du fluide
$n < 1$	Rhéofluidifiant
$n = 1$	Newtonien
$n > 1$	Rhéoépaississant

L'actualité chimique, 2008, n°323,324, p 89-98

Document 6 - Mise en aérosol

La mesure de la taille des gouttelettes dispersées par la buse est un paramètre non négligeable pour le développement des formulations. Cette détermination est aussi utile pour le contrôle de la qualité des produits.

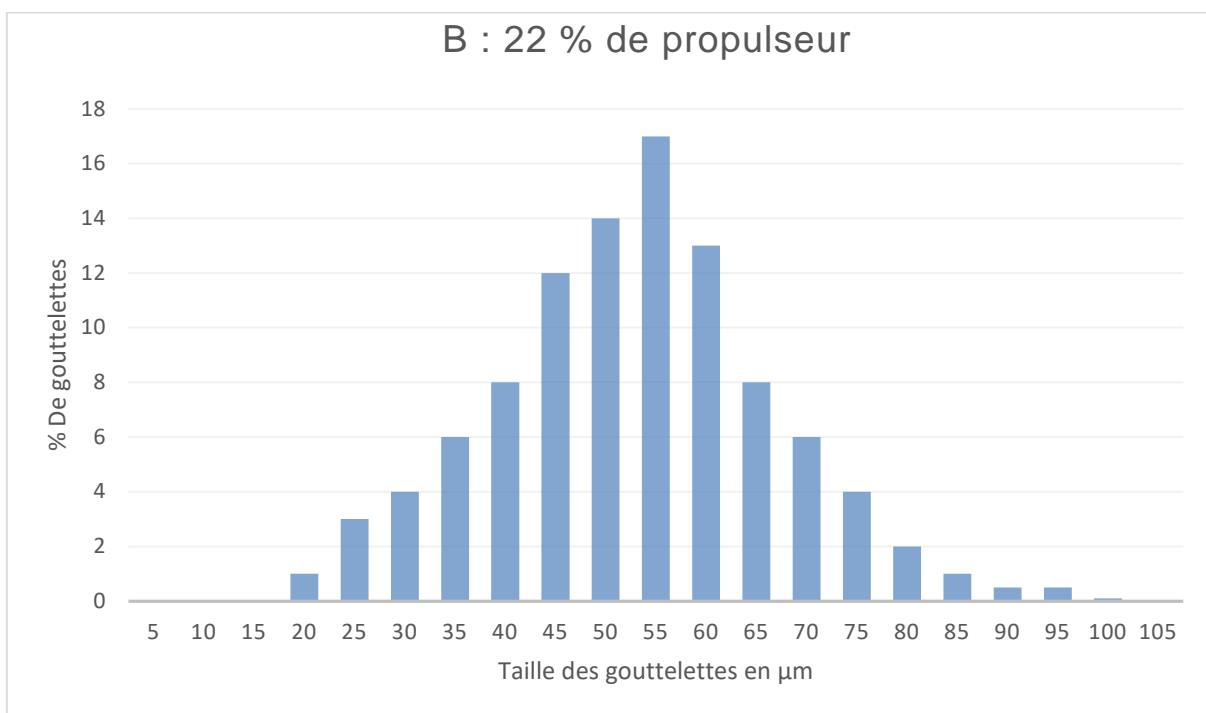
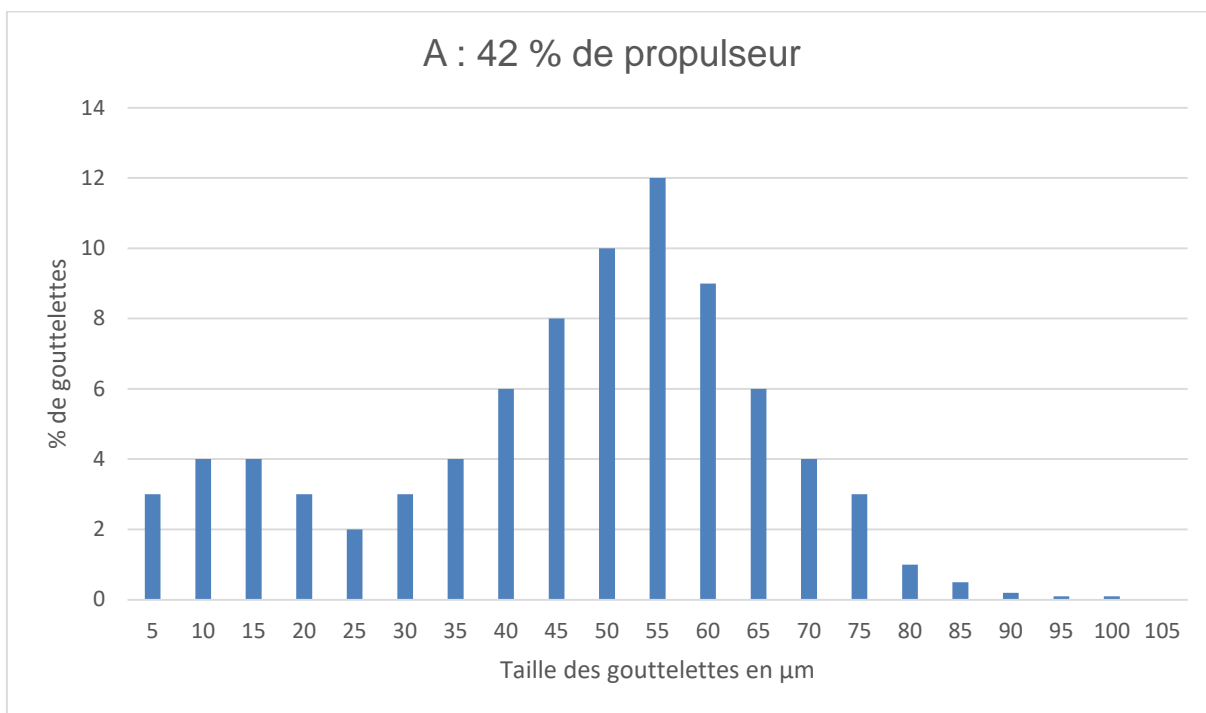
De plus, elle permet de vérifier que les gouttelettes ne puissent pas se déposer au niveau du tractus respiratoire. En effet, certaines matières huileuses ont démontré une toxicité aiguë au niveau des alvéoles pulmonaires. Les particules qui ont des tailles comprises entre 0.5 µm et 30 µm sont largement déposées dans la région nasopharyngée. Elles peuvent passer la barrière nasopharyngée pour aller se déposer dans la région trachéo-bronchiale et pénétrer les alvéoles pulmonaires. Afin d'obtenir une sécurité totale, il convient donc de considérer que les gouttelettes doivent avoir une taille d'au moins 30 µm de diamètre et pas plus de 1 % des gouttelettes ne peuvent avoir un diamètre inférieur ou égal à 10 µm.

La formule 06E a été mise en aérosol avec du LPG à différentes concentrations. Voici les résultats de ces différents essais :

Résultats des mises en aérosol préliminaires :

	LPG		
	à 8 %	à 22 %	à 42 %
Miscibilité	Bonne	Bonne	Bonne
Sédimentation	Après 2 jours	Après 2 jours	Après 1 jour
Remise en suspension	Facile, par simple agitation	Facile, par simple agitation	Facile, par simple agitation
Remarque	Pas assez de pression pour permettre de faire un beau jet	Pression suffisante	Pression suffisante

Répartition en % des gouttelettes selon leur taille en fonction de la concentration du propulseur LPG :



Document 7 - Données techniques des filtres solaires

L'analyse de la pénétration cutanée a été réalisée sur l'émulsion E/H 06E contenant des filtres organiques et inorganiques.

Noms INCI (Noms commerciaux) <u>(Abréviations)</u>	Log $P_{o/w}$	Solubilité dans l'eau (mg.L ⁻¹)	Poids moléculaire (g.mol ⁻¹)
Methylene Bis Benzotriazolyl Tetramethylbutylphenol (Tinosorb™ M) <u>(MBBT)</u>	12,7	0,007	659
BisEthylhexyloxyphenol Methoxyphenyl Triazine (Tinosorb™ S) <u>(BEMT)</u>	5,4	0,014	628
Diethylamino Hydroxybenzoyl Hexyl Benzoate (Uvinul® A) <u>(DHHB)</u>	6,0	0,004	397
Ethylhexyl Methoxycinnamate (Escalol ® 557) <u>(EMC)</u>	5,8	0,2	290
2-Ethylhexyl Dimethyl PABA (Escalol ® 507) <u>(ED-PABA)</u>	8,0	0,2	277
Titanium Dioxide (Solaveil ® CT 10W)	/	insoluble	80
Zinc oxide (Z cote® max)	/	insoluble	81

$$P_{o/w} = \text{Coefficient de partage octanol/eau} = \frac{\text{Concentration dans l'octanol}}{\text{Concentration dans l'eau}}$$

Pour une bonne pénétration cutanée, le log $P_{o/w}$ doit être compris entre 2,0 et 5,0.

Document 8 - Évaluation *ex vivo* de la pénétration de deux filtres solaires

La cellule de diffusion de Franz consiste en un compartiment donneur supérieur, dans lequel est placée l'émulsion ou la suspension à tester, et un compartiment inférieur contenant le fluide récepteur. Ces deux compartiments sont séparés par une membrane (de peau excisée ou membrane artificielle). La chambre réceptrice contient une solution constituée d'albumine de sérum de bovin (BSA) dans une solution de tampon phosphate salin (PBS), à pH 7,4, à 37°C, dans le but de mimer les conditions physiologiques humaines.

Préparation de la peau humaine

Cette étude a été réalisée à l'aide de peau humaine excisée provenant de chirurgie plastique.

Mode opératoire

Une quantité précise de produit solaire (2,0 mg/cm²) est appliquée sur la peau. Chaque cellule de Franz est recouverte de papier Parafilm® pour éviter le dessèchement de la peau, et tout le système est recouvert de papier opaque pour protéger les produits de la lumière du soleil. À la fin de l'expérience, les échantillons de peau sont récupérés et rincés jusqu'à ce qu'il ne reste plus de produit sur la peau.

Chaque solution est ensuite analysée par HPLC.

Résultats de la pénétration cutanée pour les filtres à partir de l'émulsion 06E :

	Distribution des filtres dans les différents échantillons analysés		
	Fluide récepteur	Dans la peau	Sur la peau
EMC	7 %	30 %	63 %
ED-PABA	0 %	26 %	74 %



Schéma d'une cellule de Franz

Document 9 - Évaluation *in vivo* de la pénétration cutanée



Cette étude a été réalisée en utilisant la méthode du « Stripping » qui consiste à prélever le stratum corneum à l'aide de Dsquam[®] (ou patch) aux endroits du corps où les produits ont été préalablement appliqués. Le patch est ensuite retiré d'un coup sec. (Un patch permet d'enlever une couche de cellules). Cette opération est répétée plusieurs fois afin de retirer un maximum de couches cellulaires du stratum corneum. Cette méthode interventionnelle non invasive est couramment employée pour étudier les capacités de pénétration cutanée de diverses molécules.

Les filtres UV sont ensuite extraits du matériel de prélèvement et dosés par les mêmes techniques et les mêmes méthodes que celles utilisées pour l'étude de pénétration cutanée *ex vivo*.

Cette étude a obtenu l'approbation du comité d'éthique (CPP, comité de protection des personnes) et chaque volontaire a signé un formulaire de consentement éclairé avant de se soumettre à l'expérience.

Les sujets admis pour cette étude sont des volontaires humains sains, consentants, âgés de 20 à 40 ans, de type caucasien. Le produit est testé chez 9 volontaires.

Procédure

1 - Préparation de la peau	Peau nettoyée	
2 - Application des produits sur la peau		t0 = application du produit sur les 5 zones de l'avant-bras
3 - Prélèvement des échantillons de produits à analyser		Prélèvement des échantillons à : <ul style="list-style-type: none">- t=0h → t0- t=2h → t2- t=4h → t4- t=6h → t6- t=8h → t8

1 - Préparation de la peau : celle-ci est préalablement nettoyée à l'aide d'un savon puis soigneusement rincée et séchée. La peau ne doit pas être irritée et ne doit pas présenter de blessure éventuelle.

2 - Application des produits sur la peau : l'émulsion est appliquée sur l'avant-bras des volontaires en quantité de 2 mg/cm² sur une surface bien définie de peau correspondant au diamètre des disques. Cinq surfaces sont délimitées sur l'avant-bras, chacune correspondant à un temps donné d'application.

L'application commence à t0.

3 - Prélèvement des échantillons de produits à analyser : des patchs tests sont ensuite effectués selon le site d'application à différents temps : t0, t2 (2h), t4 (4h), t6 (6h), t8 (8h)

La durée du test est de 8h (temps d'exposition au soleil maximal estimé sur une journée).

La couche cornée est formée de 10 à 25 couches de cellules superposées dans un ciment intercornéocytaire. Ces chiffres peuvent varier d'une personne à l'autre avec une moyenne de 20 couches cellulaires pour le *stratum corneum*. Lors de cette étude *in vivo*, nous avons utilisé 30 disques adhésifs pour effectuer un prélèvement de *stratum corneum* à chaque temps prédéterminé. Nous pouvons considérer que le premier disque adhésif permet de récupérer la quantité de filtre qui se situe dans la première couche du *stratum corneum* de l'épiderme.

Les disques ainsi récoltés sont répartis en six groupes distincts :

Groupe 0	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3	Groupe 4	Groupe 5
Disque Papier non adhérant aux cellules	Disque adhésif 1	Disques adhésifs 2 à 5	Disques adhésifs 6 à 10	Disques adhésifs 11 à 15	Disques adhésifs 16 à 30

Résultats de l'étude *in vivo* :

Figure 1 - Répartition en pourcentage de l'EMC dans les différents groupes de prélèvement.

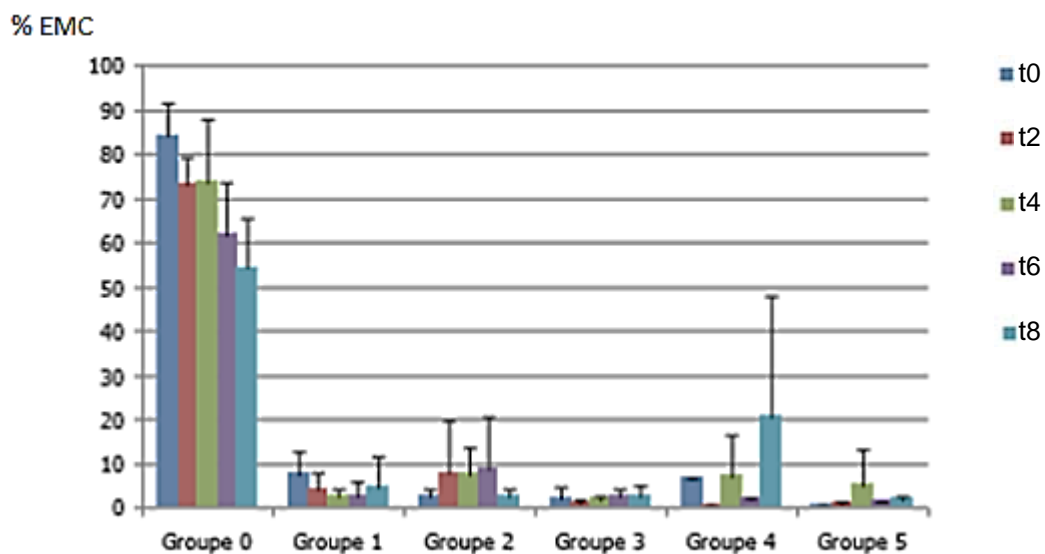
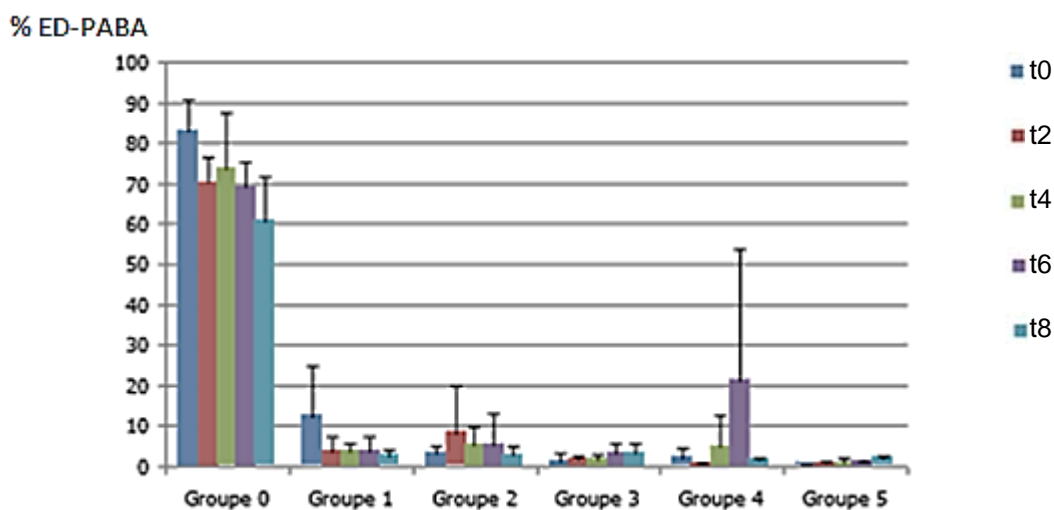


Figure 2 - Répartition en pourcentage de l'ED PABA dans les différents groupes de prélèvement.



Document 10 - Formulaire de consentement éclairé du patient (confidentiel)

Intitulé de l'étude

Évaluation *in vivo* de la pénétration cutanée de filtres UV contenus dans des produits de protection solaire.

Responsable de l'étude

Amisun Karine
Laboratoire de Pharmacie Galénique et de Biopharmacie (niveau 6).
Campus de la Plaine-CP207 , Institut Pasteur, Lille.

Fiche signalétique du patient

Nom et Prénom :

Sexe :

Age :

Coordonnées complètes :

Durée de l'étude

L'étude se déroulera sur une période de **8h** durant laquelle le volontaire s'engage à être disponible de **8h à 17h30**.

Lieu de l'étude

Institut Pasteur, Lille.

Questions (Biffer les mentions inutiles)

1. Avez-vous récemment souffert d'une affection dermatologique quelconque ?
(Exemples : allergie cutanée, brûlure (coup de soleil ou autre), eczéma, ...)

- OUI - NON

2. Suivez-vous une quelconque médication actuellement ?

- OUI - NON

3. Avez-vous subi une quelconque intervention chirurgicale au niveau cutané sur les avant-bras ?

- OUI - NON

Si la réponse à l'une de ces questions est positive, le volontaire ne participera pas à l'étude.

Connaissance du formulaire information au patient

Le patient volontaire sain déclare avoir pris connaissance du document « information au patient », d'en avoir compris le sens et y avoir mûrement réfléchi, en foi de quoi, il consent à rejoindre l'étude dont l'intitulé est : « Evaluation *in vivo* de la pénétration cutanée de filtres UV contenus dans des produits de protection solaire ». Je soussignée, Amisun Karine, confirme avoir fourni oralement les informations nécessaires sur l'étude, avoir remis un exemplaire du formulaire d'information et de consentement signé par les diverses parties, être prêt à répondre à toutes les questions supplémentaires, le cas échéant et n'avoir exercé aucune pression pour que le patient participe à l'étude.

Lille le :

Nom et Prénom du volontaire :

Signature du volontaire précédée de la mention « lu et approuvé » :

Document 11 - Encapsulation

L'EMC est l'un des filtres solaires UVB le plus couramment utilisé dans les formulations de protection solaire. Cependant, lorsque ce filtre est exposé à la lumière, il s'isomérisse. Cette isomérisation est irréversible et provoque une diminution importante de l'efficacité du filtre à absorber les rayons UVB. L'EMC est liquide à température ambiante.

Un mélange de lipides solides et liquides va créer des nanoparticules appelées « nanostructured lipid carriers » (NLC). Lorsque les lipides choisis sont adéquats (bonne capacité d'encapsulation du produit, bonne tolérance cutanée, état solide à température ambiante), les NLC sont connues pour montrer une bonne tolérance lors des applications sur la peau.

Les mélanges formés de 14 % d'EMC et de différents lipides ont été évalués dans le but d'étudier leurs propriétés.

Tableau 1 - Composition des nanosuspensions et caractéristiques des lipides utilisés

Formulation	Lipides (6 %)	Tensioactifs
NLC 1	Béhénate de glycérol	Poloxamer 188 (1 %)
NLC 2	Ozokerite	Span 60 (1,35 %) Tween 60 (0,65 %)
NLC 3	Cire de tégument de riz	Sodium cocamphoacetate (2,5 %)

Figure 1 - Distribution de l'EMC (encapsulé ou non) lors de l'étude *ex vivo* de la pénétration à travers une membrane de peau humaine (estimée à l'aide des cellules de diffusion de Franz)

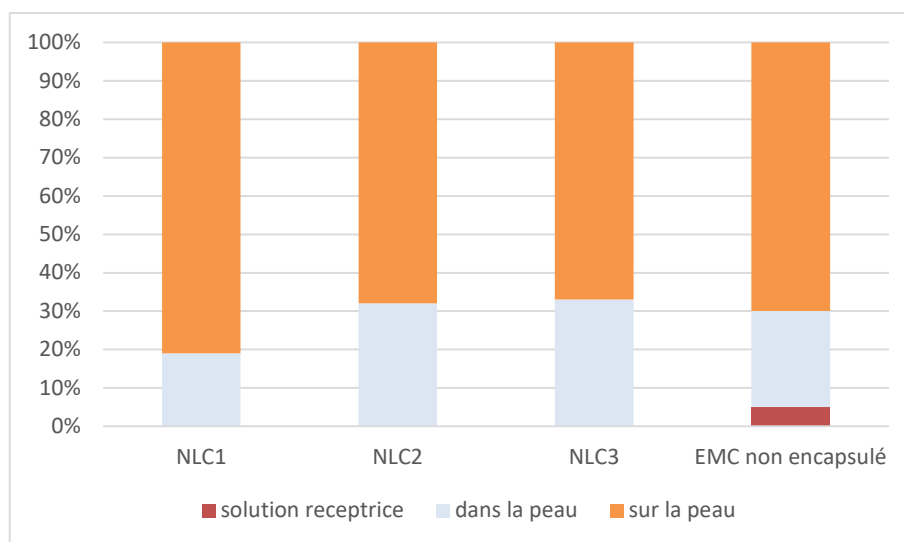
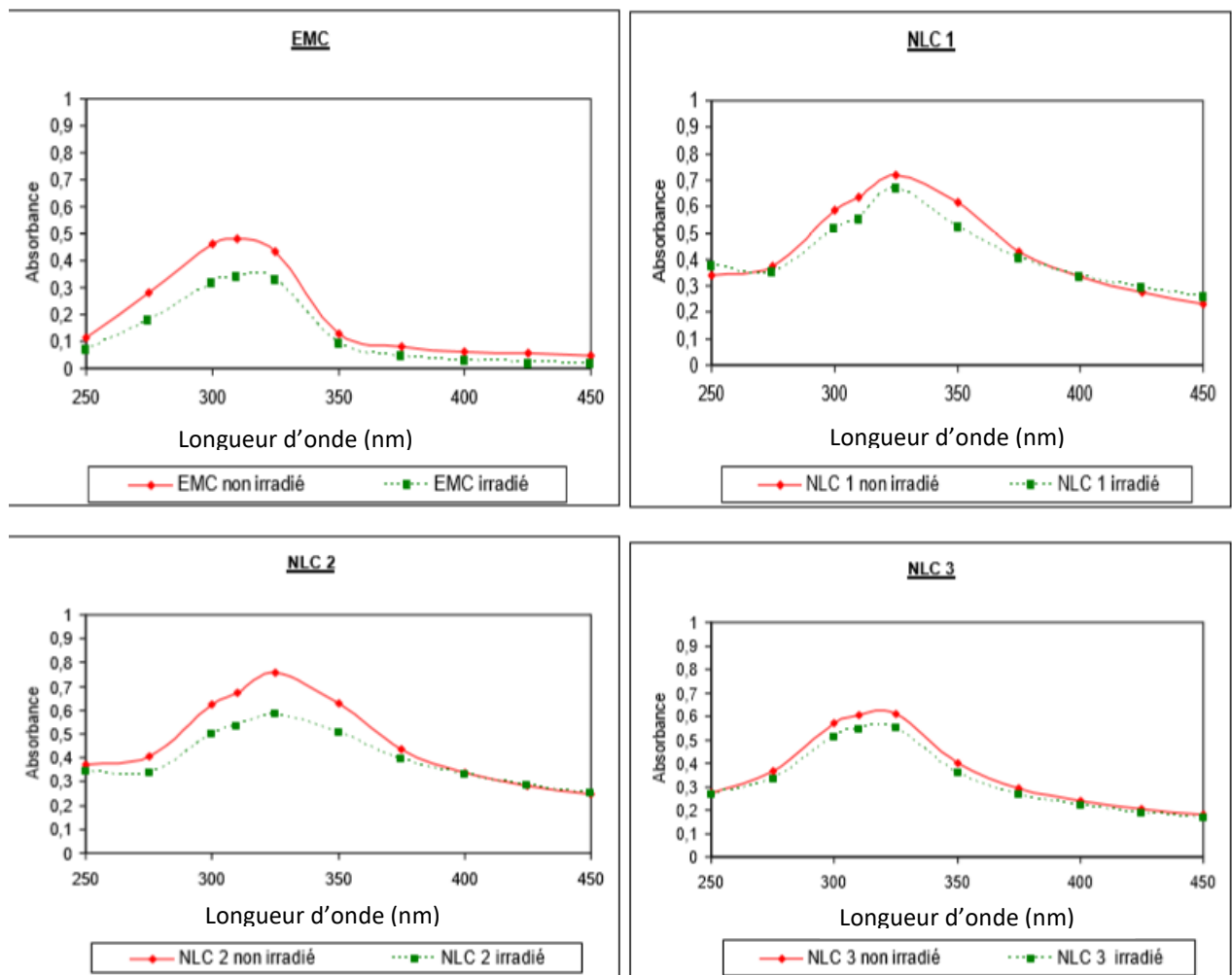


Figure 2 - Spectres d'absorption de l'EMC pur (solubilisé dans l'éthanol, concentration en EMC = 0,2 mg.mL⁻¹) et de chaque nanosuspension (NLC 1; NLC 2 et NLC 3; concentration en EMC = 0,028 mg.mL⁻¹) déterminés, à l'aide du simulateur de lumière et du spectrophotomètre UV-Visible HP 8453.



Document 12 - Évaluation sensorielle : test triangulaire

Conditions d'un test

Les méthodes sensorielles sont mises en place dans un lieu dédié avec un panel spécifique pour un ensemble de produits cosmétiques.

Lieu : les études sensorielles sont généralement réalisées dans un environnement contrôlé et dédié à cette pratique lorsqu'il s'agit de tests avec des panélistes experts ou entraînés. Dans le cadre d'un environnement contrôlé, il est demandé aux panélistes de réaliser les tests dans une **cabine sensorielle**, qui permet une isolation partielle ou totale de l'individu afin qu'il puisse se concentrer. De façon générale pour étudier les produits cosmétiques, ces cabines sont pourvues d'une lumière blanche, identique dans chaque cabine et de miroirs. Il est possible, s'il s'agit de produits rincés, que la cabine contienne un évier fournissant une eau dont la dureté, la température et le débit doivent être identiques pour chaque panéliste. Elles sont équipées d'un terminal informatique qui permet de saisir directement les résultats au moyen de logiciels dédiés (Fizz® ou Taste®). Ces cabines sont elles-mêmes placées dans une salle climatisée qui permet de garantir un effet séance le plus faible possible.

Panel : il est constitué d'un groupe de sujets qui va réaliser l'étude pour laquelle il a été choisi. Qu'il soit panel expert ou consommateur, les individus sélectionnés doivent présenter un intérêt pour les produits. Ils doivent être capables de ressentir le stimulus et de le verbaliser. De plus pour les produits cosmétiques, ils ne doivent pas présenter de problème dermatologique.

Produits : ceux étudiés en évaluation sensorielle sont soit des produits du marché, soit des produits en cours de développement. Pour ces derniers, les produits doivent faire l'objet d'une attestation de sécurité du produit pour le test envisagé. Ils sont dans la mesure du possible placés dans des emballages anonymes lors de l'étude et codés avec des codes à trois chiffres.

Essais : dans le cadre de tests de produits capillaires, les essais sensoriels peuvent être réalisés sur des têtes quadrants, qui sont des têtes implantées subdivisées en quatre parties identiques sur lesquelles des produits différents peuvent être appliqués.

Méthodes discriminatives

Il existe de nombreux cas où il est intéressant de disposer d'un test qui prouve que deux produits sont équivalents ou différents après un changement de fournisseur ou une substitution d'un ingrédient.

Les tests discriminants peuvent répondre à de tels objectifs car ce sont des méthodes souvent faciles et rapides à mettre en œuvre avec des panels peu entraînés ou avec des consommateurs. Parmi ces tests, il est classique de distinguer :

- ceux qui permettent juste d'indiquer si les produits sont différents ou similaires (triangulaire, duo-trio, deux sur cinq) ;
- ceux qui permettent d'indiquer la nature et le sens de variation d'une différence (test par paire, classement).

Test discriminant simple : test triangulaire

Cette technique est souvent utilisée pour identifier si la substitution d'un ingrédient entraîne une différence sensorielle perceptuelle. Elle peut aussi permettre d'identifier des seuils de perception sensorielle pour un ingrédient cosmétique.

Le test triangulaire (NF ISO-4120) permet de présenter simultanément trois échantillons aux panélistes. Pour chaque présentation une formule est présentée deux fois et l'autre formule une seule fois. L'ordre de présentation des échantillons se fait de façon aléatoire afin de ne pas influencer l'évaluateur. Il peut prendre 6 configurations ABB-ABA-AAB-BAA-BAB-BBA.

Le panéliste dans ce test indique quel échantillon lui semble différent parmi les trois proposés. La réponse est notée correcte quand le panéliste a identifié le bon échantillon. La différence est attestée lorsque le nombre de réponses correctes est supérieur au nombre préconisé par les normes.

Adapté de : Évaluation sensorielle et produits cosmétiques. Science de l'ingénieur, février 2016.

Document 13 - Résultats du test triangulaire et table statistique

Le test triangulaire comparant l'émulsion contenant de l'EMC pur avec celle contenant l'EMC encapsulé a été réalisé sur un panel de 30 personnes. Sur les 30 panélistes, 12 ont obtenu une réponse correcte.

Nombre de réponses exprimées	Nb de réponses correctes nécessaire pour conclure à une différence significative au risque $\alpha = \dots\%$		
	5%	1%	0.1%
7	5	6	7
8	6	7	8
9	6	7	8
10	7	8	9
11	7	8	9
12	8	9	10
13	8	9	10
14	9	10	11
15	9	10	12
16	10	11	12
17	10	11	13
18	10	12	13
19	11	12	14
20	11	13	14
25	13	15	17
30	16	17	19
40	20	22	24
50	24	26	28
75	34	36	39
100	43	46	49