



Application d'un plan d'expériences mixte à l'étude de l'optimisation de la formulation d'une poudre de détergent

F. Hellal

Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, BP 676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie

(Reçu le 15 Octobre 2002, accepté le 30 Septembre 2003)

RESUME

Cet article illustre l'intérêt d'utiliser des plans d'expériences à travers un exemple de formulation d'une poudre de détergent. L'étude de l'influence de la température et de trois composants (perborate, métasilicate et oxyde de titane) sur les performances de nettoyage et sur le coût d'un détergent a été menée en réalisant un plan d'expériences mixte. Les "modèles produits" obtenus ont permis d'évaluer l'efficacité du détergent vis-à-vis de différents types de salissures.

Mots clés : formulation, plan d'expériences, détergent, matrice d'expériences combinée, surfaces de réponse.

ABSTRACT

This article illustrates the interest of the use of experimental design across an example of detergent powder formulation. The study of the influence of the temperature and three components (sodium perborate, sodium silicate and titanium dioxide) on the cleaning performances and on the cost of detergent were carried out by the realization of combined experimental design.

The obtained models allowed the evaluation of the detergent efficiency for different types of smudges.

Keywords: formulation, experimental plan, detergent, combined experimental design, response surfaces.

INTRODUCTION

Dans le but d'optimiser les performances d'une poudre de détergent, on propose dans ce travail, de trouver une formulation à base de métasilicate, d'oxyde de titane et de perborate qui présente le meilleur rapport qualité/prix.

Le terme de formulation, couramment utilisé, est caractéristique des problèmes de mélanges. Il recouvre l'étude de l'influence des quantités relatives de plusieurs constituants (appelés proportions) sur les manifestations d'un phénomène physico-chimique (appelées réponses). Souvent, on cherche à améliorer les réponses ou à diminuer le coût de revient en gardant les mêmes qualités du produit dans un domaine expérimental donné. Dans cet article on a choisi deux réponses : *l'efficacité* de nettoyage et *le prix* du détergent.



METHODOLOGIE

A- Domaine expérimental

Les problèmes de mélange [1, 2] se distinguent des problèmes généraux essentiellement par deux aspects :

- les facteurs sont les proportions des constituants, leur somme est égale à l'unité. Ils ne sont donc pas indépendants ;
- les valeurs des proportions sont des nombres sans dimension, parfaitement comparables.

Les trois composants, à savoir l'oxyde de titane (X_1), le métasilicate de sodium (X_2) et le perborate de sodium (X_3) forment le mélange A qui se trouve généralement avec un pourcentage égal à 15 % dans la poudre de détergent. Les 85 % restants sont constitués d'un mélange B [3-7] composé de 20% de dodécyl-benzène-sulfonate de sodium, 5 % de savon, 20 % de tripolyphosphate de sodium, 1,9 % de carboxyméthyl cellulose, 18 % de sulfate de sodium, 35 % de carbonate de sodium et 0,1 % d'azurant optique (acide 4,4'-bis (triazinylamino) stilbène-2,2'-disulfonique). La démarche consiste à laisser tous les constituants du mélange B constants et à faire varier uniquement la composition du mélange A.

$$X_1 + X_2 + X_3 = 1 \quad (1)$$

Les composants X_1 , X_2 et X_3 jouent un rôle très important dans l'efficacité de nettoyage [3, 4, 8, 9]. L'oxyde de titane (TiO_2) est un pigment minéral qui participe à l'éclat du linge. Les métasilicates sont à la fois neutralisants et saponifiants, mouillants et dispersants, défloculants et antiredéposants, stabilisants des peroxydes. De plus, ils ménagent les fibres textiles et sont aussi d'excellents inhibiteurs de corrosion des métaux ferreux et certains alliages.

Finalement, le perborate de sodium ($[Na_2(B_2(O_2)_2(OH)_4], 6H_2O)$) agit comme stockeur d'eau oxygénée. En solution, il se décompose sous l'effet de la chaleur, les réactions mises en jeu sont complexes, en particulier on a :



Le domaine de variation choisi pour chaque composant et pour la température est donné par le tableau I :

Tableau I : Domaine expérimental mixte

Facteur	Valeur minimale	Valeur moyenne	Valeur maximale
X_1 : oxyde de titane	0	0,5	1
X_2 : Métasilicate de sodium	0	0,5	1
X_3 : Perborate de sodium	0	0,5	1
T : Température	20°C	50°C	80°C

Pour pouvoir prédire l'efficacité de nettoyage dans tout le domaine expérimental, la réponse en fonction des facteurs a été mise en équation.

B- Modèle choisi

D'une façon générale, le modèle mathématique d'un phénomène n'est pas connu. Aussi, faute de pouvoir étudier le modèle théorique qui exige la connaissance de toutes les dépendances entre les variables, on se contente de postuler un modèle empirique. Le choix du modèle repose sur deux hypothèses qui sont souvent vérifiées [1] :

- le phénomène ne présente pas de discontinuité dans le domaine étudié ;
- la surface de réponse ne présente pas de nombreux maxima locaux.

Pour tenir compte des interactions entre les différents constituants, on postule le modèle suivant :

$$Y_1 = b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} (X_1 \cdot X_2) + b_{13} (X_1 \cdot X_3) + b_{23} (X_2 \cdot X_3) + b_{123} (X_1 \cdot X_2 \cdot X_3) \quad (2)$$

où Y_1 est l'efficacité de poudre de détergent ; b_1 , b_2 , b_3 traduisent les effets des composants ; b_{12} , b_{13} , b_{23} sont caractéristiques des interactions entre les composants pris deux à deux ; b_{123} caractérise l'interaction entre les trois composants.



L'efficacité d'une poudre de détergent dépend aussi de la température (T). Pour tenir compte de l'effet de ce facteur, on postule un deuxième modèle :

$$Y_1 = a_0 + a_1 Z_1 + a_{11} (Z_1 \cdot Z_1) \quad (3)$$

où Z_1 est la variable codée, sans dimension, correspondant à la température qui varie entre 20 et 80°C. La relation de passage entre la variable codée et la variable naturelle s'écrit :

$$Z_1 = (T - 50) / 30$$

La réponse Y_1 sera ainsi le produit des équations (2) et (3) :

$$Y_1 = [b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} (X_1 \cdot X_2) + b_{13} (X_1 \cdot X_3) + b_{23} (X_2 \cdot X_3) + b_{123} (X_1 \cdot X_2 \cdot X_3)] \times [a_0 + a_1 Z_1 + a_{11} (Z_1 \cdot Z_1)]$$

$$Y_1 = c_{01} X_1 + c_{02} X_2 + c_{03} X_3 + c_{012} (X_1 \cdot X_2) + c_{013} (X_1 \cdot X_3) + c_{023} (X_2 \cdot X_3) + c_{0123} (X_1 \cdot X_2 \cdot X_3) + c_{11} (X_1 \cdot Z_1) + c_{12} (X_2 \cdot Z_1) + c_{13} (X_3 \cdot Z_1) + c_{112} (X_1 \cdot X_2 \cdot Z_1) + c_{113} (X_1 \cdot X_3 \cdot Z_1) + c_{123} (X_2 \cdot X_3 \cdot Z_1) + c_{1123} (X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \cdot Z_1) + c_{111} (X_1 \cdot Z_1 \cdot Z_1) + c_{112} (X_2 \cdot Z_1 \cdot Z_1) + c_{113} (X_3 \cdot Z_1 \cdot Z_1) + c_{1112} (X_1 \cdot X_2 \cdot Z_1 \cdot Z_1) + c_{1113} (X_1 \cdot X_3 \cdot Z_1 \cdot Z_1) + c_{1123} (X_2 \cdot X_3 \cdot Z_1 \cdot Z_1) + c_{11123} (X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \cdot Z_1 \cdot Z_1) \quad (4)$$

Pour estimer les coefficients de ce modèle, on utilise l'équation issue de la méthode des moindres carrés :

$$B = (X'X)^{-1} X' Y \quad (5)$$

où B est le vecteur des estimations des coefficients, X la matrice du modèle, X' la matrice transposée de X, (X'X) la matrice d'information, (X'X)⁻¹ la matrice de dispersion et Y le vecteur des résultats expérimentaux.

C- Matrice d'expériences mixte.

On va utiliser une matrice d'expériences combinée (tableau II). Cette matrice permet de prendre en compte la variable température et les proportions des mélanges [2, 10-13].

Tableau II : Matrice d'expériences mixte

N° d'expérience	Z ₁	X ₁	X ₂	X ₃
1	-1	1	0	0
2	-1	0	1	0
3	-1	0	0	1
4	-1	0,5	0,5	0
5	-1	0,5	0	0,5
6	-1	0	0,5	0,5
7	-1	0,3333	0,3333	0,3333
8	0	1	0	0
9	0	0	1	0
10	0	0	0	1
11	0	0,5	0,5	0
12	0	0,5	0	0,5
13	0	0	0,5	0,5
14	0	0,3333	0,3333	0,3333
15	1	1	0	0
16	1	0	1	0
17	1	0	0	1
18	1	0,5	0,5	0
19	1	0,5	0	0,5
20	1	0	0,5	0,5
21	1	0,3333	0,3333	0,3333

La répartition de ces expériences dans le domaine expérimental est représentée par la figure 1 :

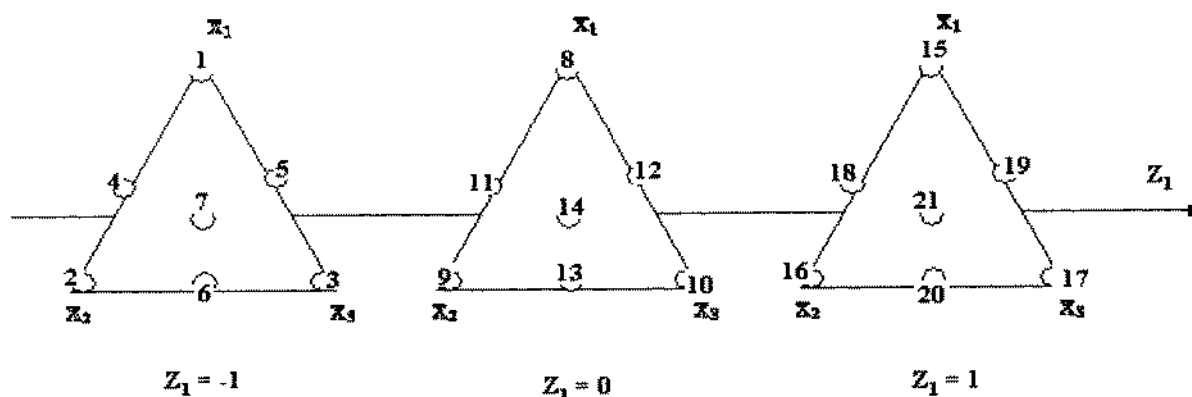


Figure 1 : Répartition des expériences dans le domaine expérimental

A partir de la matrice d'expérience du tableau II, on peut établir le plan d'expérimentation en attribuant aux niveaux de Z_1 et à ceux des X_i les valeurs suivantes :

Z_1	-1	0	1
T (°C)	20	50	80

X_i	0	0,3333	0,5	1
Masse du produit i (g)	0	0,5	0,75	1,5

Une fois les 21 expériences réalisées, on pourra utiliser l'équation (5) pour calculer les coefficients du modèle de l'équation (4).

D- Partie Expérimentale

D-1 Produits utilisés

- Métasilicate de soude, pentahydraté, de granulométrie moyenne (Rhodia, France)
- Perborate de soude, tétrahydraté à 10 % d'oxygène actif (Ausimont, Italie)
- Oxyde de titane, AT-1 (Mellennium, France)

D-2 Mode opératoire

Pour la comparaison des lessives dans un lave-linge, des bandes témoins normalisées formées de carrés de tissus comportant chacun une tache réglementée sont généralement utilisées. Ces bandes sont onéreuses. Cette raison nous a conduit à utiliser un protocole d'évaluation de l'efficacité de nettoyage moins coûteux et facile à réaliser, inspiré des travaux de Steyaert [6].

Dans 21 bêchers numérotés, contenant 8,5 g du mélange B, on ajoute les quantités de métasilicate de sodium, perborate de sodium et oxyde de titane suivant l'ordre de numéros des expériences du tableau II, après remplacement des variables codées par des variables naturelles. On ajoute ensuite 150 ml d'eau et on amène les valeurs de la température à celles indiquées dans le tableau II. On plonge enfin un morceau de tissu de coton/polyester (70/30 %) sale et on agite pendant 30 mn.

La préparation des tissus sales est effectuée comme suit : on pose sur la première extrémité d'un morceau de tissu propre de 10 cm², une tache d'huile usée de voiture, sur la deuxième extrémité une tache de café, sur la troisième extrémité une tache de "sauce tomate" et finalement sur la quatrième extrémité une tache de boue.

Pour chaque expérience du tableau II, on mesure deux réponses : Y_1 qui traduit l'efficacité de nettoyage de la poudre de détergent et Y_2 qui traduit le prix du mélange. On cherchera à maximiser Y_1 et à minimiser Y_2 .

Pour mesurer Y_1 , on met les tissus après lavage, rinçage et séchage, sous une lampe U.V et on les compare avec deux tissus témoins :

- tissu témoin n°1 : c'est un tissu propre qui ne porte pas les quatre taches ;
- tissu témoin n°2 : c'est un tissu qui porte les quatre taches mais qui n'a pas été lavé.



Pour chaque tache i , on évalue Y_{1i} ; on attribue à Y_{1i} la valeur 0 quand la tache i dans le tissu lavé est semblable à la tache i dans le tissu témoin n°2 et la valeur 5 quand la tache i dans le tissu lavé est semblable à celle du tissu témoin n°1.

Pour éviter l'évaluation subjective de l'efficacité de la poudre, les expériences du tableau II sont menées en double-aveugle [14]. Elles ont été exécutées par des étudiants qui n'ont pas suivi des cours sur les plans d'expériences et qui ignorent la composition du mélange.

Les valeurs de Y_2 sont calculées à partir des prix des produits qui se trouvent sur le marché tunisien (tableau III).

Tableau III : Prix des produits sur le marché tunisien (année 2002)

Produit	Prix du kilogramme en dinars
Oxyde de titane	4,500
Métasilicate de soude	0,750
Perborate de soude	1,100

RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau IV : Résultats obtenus

N° d'expériences	Y_{111} Tâche d'huile usée de voiture	Y_{1C} Tâche de café	Y_{1T} Tâche de "sauce tomate"	Y_{1B} Tâche de boue	Y_2 10^3 Dinars
1	0	1	1	0	6,750
2	1	5	2	1	1,125
3	2	5	4	1	1,650
4	0	1	4	2	3,938
5	2	5	3	2	4,200
6	0	4	5	1	1,388
7	0	2	2	3	3,175
8	2	2	2	2	6,750
9	2	4	4	3	1,125
10	1	5	3	2	1,650
11	2	5	4	4	3,938
12	3	5	1	5	4,200
13	3	5	5	5	1,388
14	3	3	4	5	3,175
15	4	5	4	5	6,750
16	1	4	1	2	1,125
17	5	4	2	3	1,650
18	3	4	1	5	3,938
19	4	4	4	4	4,200
20	4	4	4	4	1,388
21	4	4	5	4	3,175

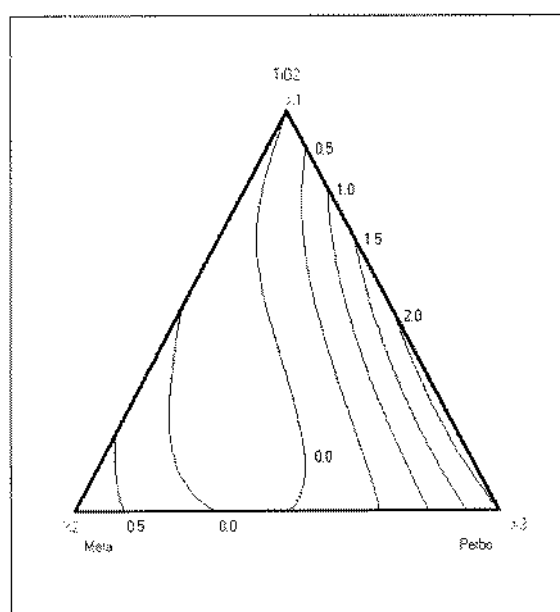
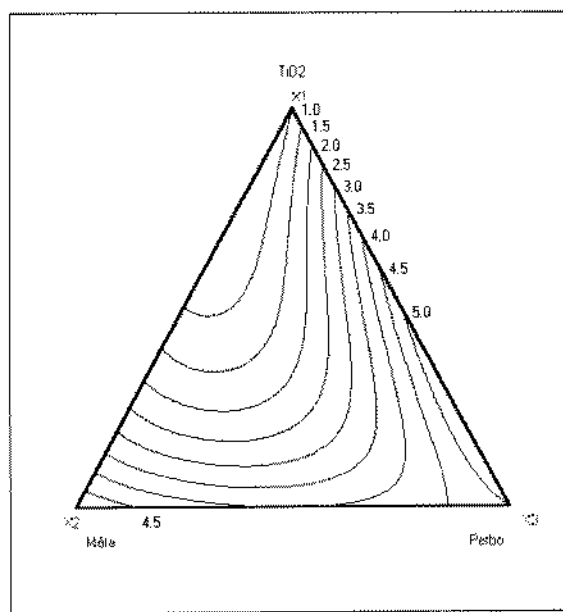
Pour chaque réponse, on a calculé les valeurs des coefficients de l'équation (4) (tableau V) à l'aide du logiciel NemrodW [15].

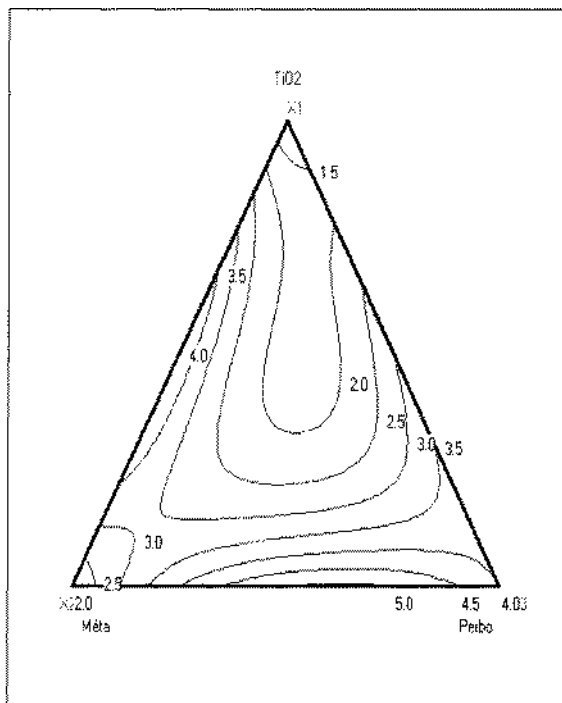
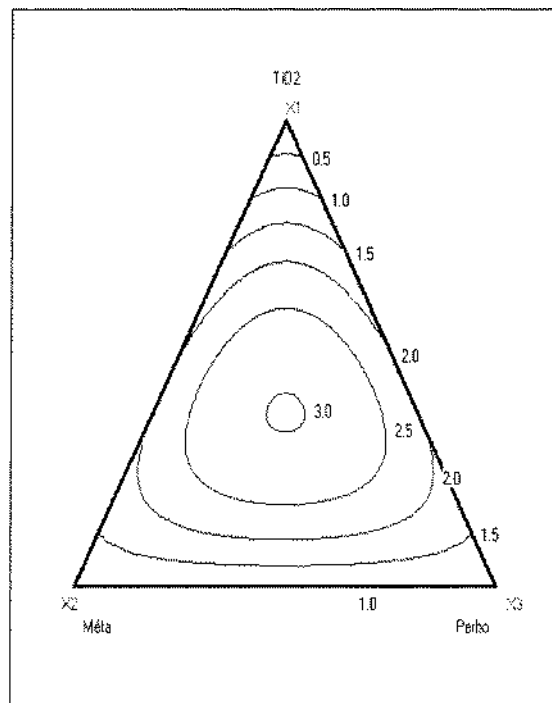
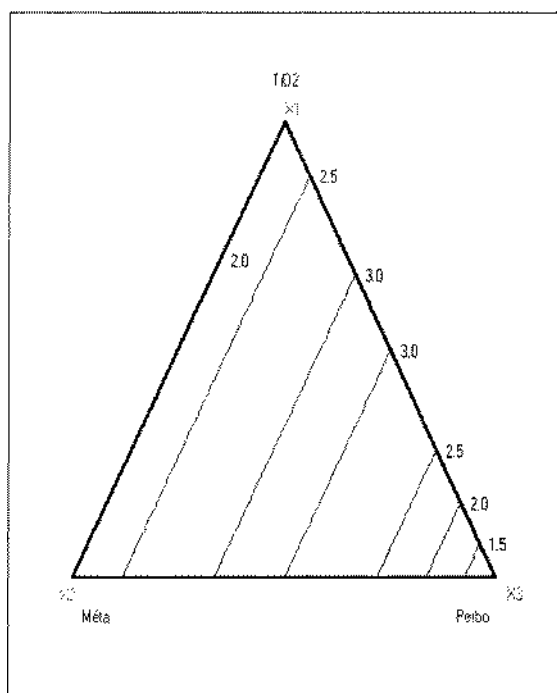
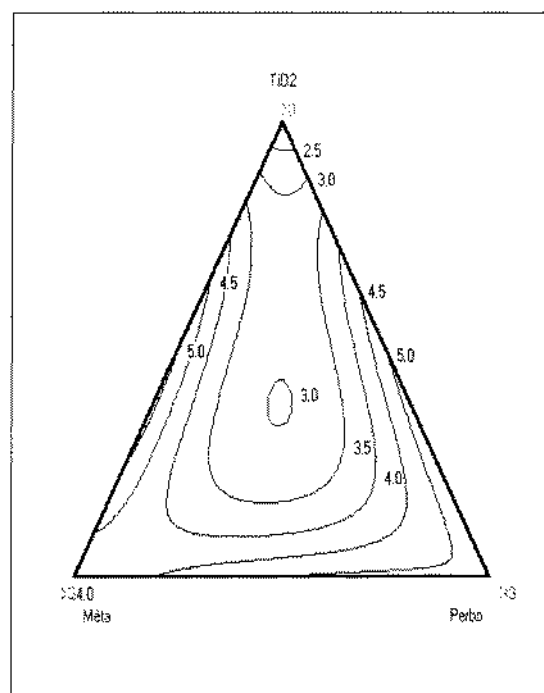


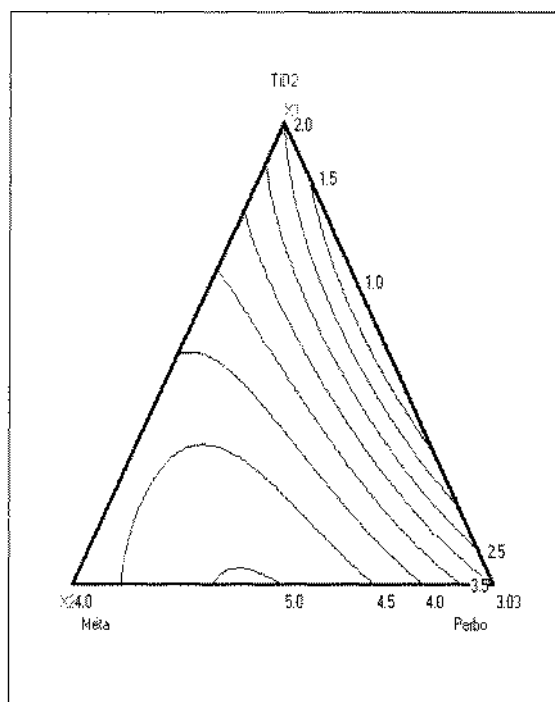
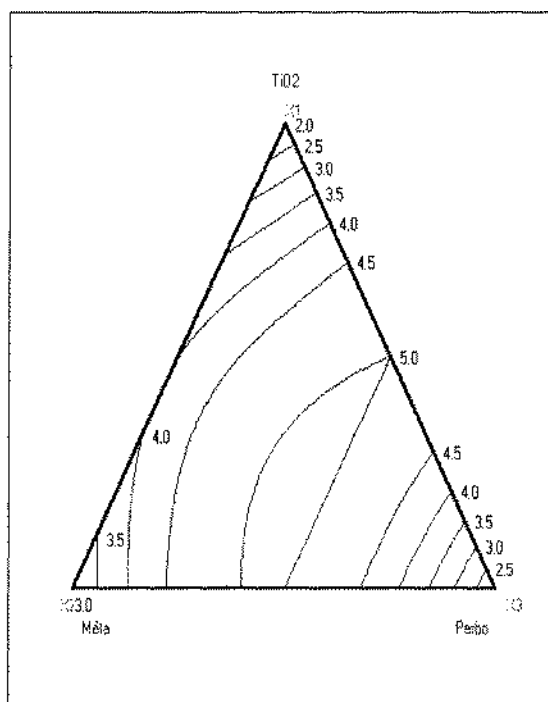
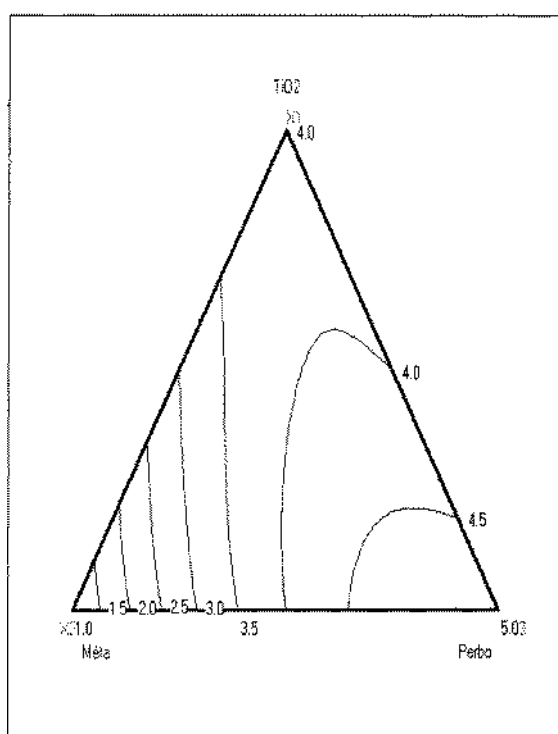
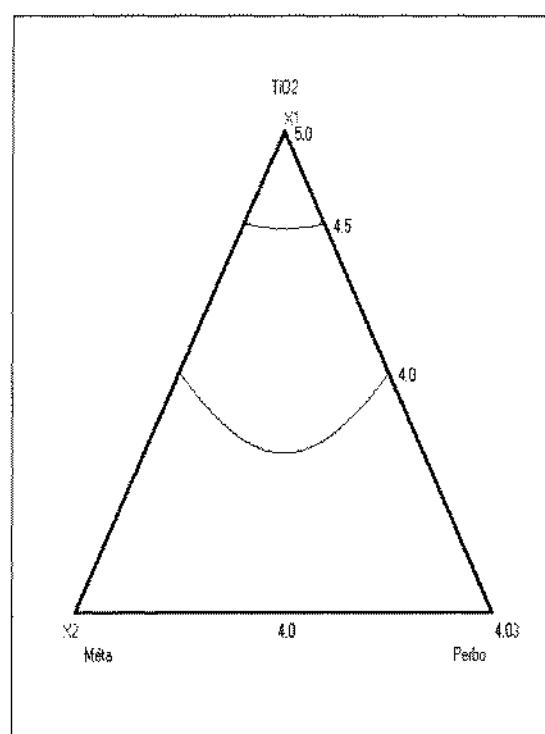
Tableau V : Récapitulation de la valeur des coefficients pour les cinq réponses

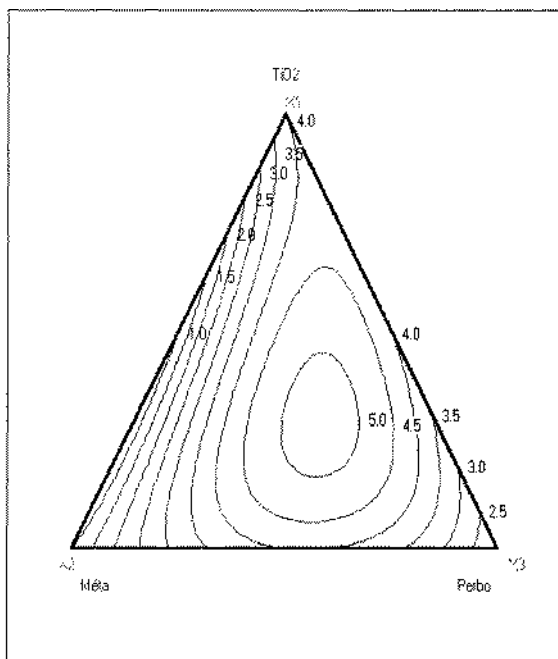
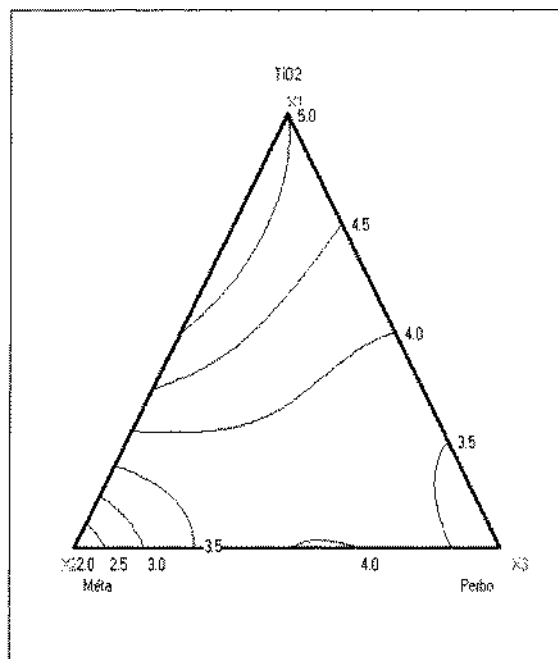
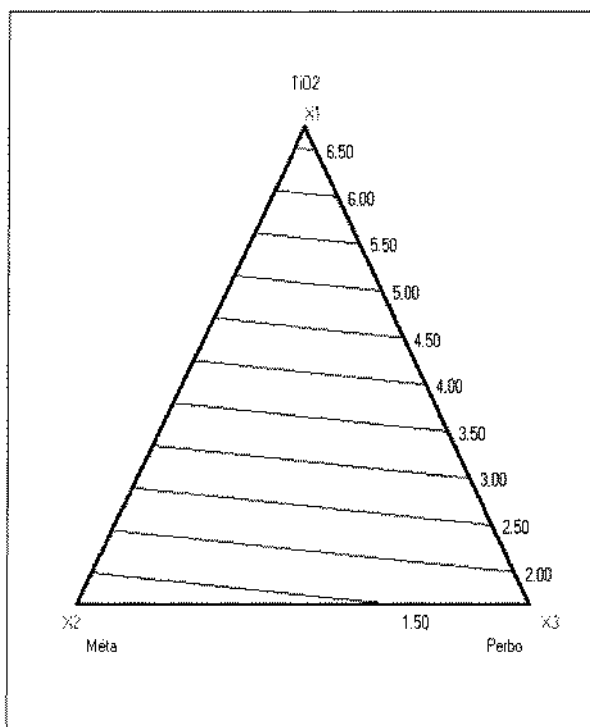
Nom	Y_{IH}	Y_{IC}	Y_{IT}	Y_{IB}	Y_2
c_{01}	2,00	2,00	2,00	2,00	6,750
c_{02}	2,00	4,00	4,00	3,00	1,125
c_{03}	1,00	5,00	3,00	2,00	1,650
c_{012}	0,00	8,00	4,00	6,00	0
c_{013}	6,00	6,00	-6,00	12,00	0
c_{023}	6,00	2,00	6,00	10,00	0
c_{0123}	0,00	-66,00	15,00	-12,00	0
c_{11}	2,00	2,00	1,50	2,50	0
c_{12}	0,00	-0,50	-0,50	0,50	0
c_{13}	1,50	-0,50	-1,00	1,00	0
c_{112}	2,00	3,00	-8,00	-0,00	0
c_{113}	-3,00	-5,00	1,00	-3,00	0
c_{123}	5,00	2,00	1,00	3,00	0
c_{1123}	10,50	18,00	58,50	-22,50	0
c_{111}	0,00	1,00	0,50	0,50	0
c_{112}	-1,00	0,50	-2,50	-1,50	0
c_{113}	2,50	-0,50	0,00	0,00	0
c_{1112}	0,00	-13,00	-2,00	0,00	0
c_{1113}	-5,00	-3,00	9,00	-9,00	0
c_{1123}	-7,00	-4,00	3,00	-7,00	0
c_{11123}	-4,50	51,00	-25,50	16,50	0

Les modèles obtenus permettent de tracer les courbes d'isorréponses pour toutes les températures comprises entre 20 et 80°C. Pour les températures 20, 50 et 80°C, on obtient les figures suivantes :

Figure 1a : Courbes d'isorréponses de Y_{IH} à $T=20^\circ\text{C}$ Figure 1b : Courbes d'isorréponses de Y_{IC} à $T=20^\circ\text{C}$

Figure 1c : Courbes d'isoréponses de Y_{1T} à $T=20^{\circ}\text{C}$ Figure 1d : Courbes d'isoréponses de Y_{1B} à $T=20^{\circ}\text{C}$ Figure 2a : Courbes d'isoréponses de Y_{1H} à $T=50^{\circ}\text{C}$ Figure 2b : Courbes d'isoréponses de Y_{1C} à $T=50^{\circ}\text{C}$

Figure 2c : Courbes d'isothermes de Y_{1T} à $T=50^{\circ}\text{C}$ Figure 2d : Courbes d'isothermes de Y_{1B} à $T=50^{\circ}\text{C}$ Figure 3a : Courbes d'isothermes de Y_{1H} à $T=80^{\circ}\text{C}$ Figure 3b : Courbes d'isothermes de Y_{1C} à $T=80^{\circ}\text{C}$

Figure 3c : Courbes d'isorréponses de Y_{17} à $T=80^{\circ}\text{C}$ Figure 3d : Courbes d'isorréponses de Y_{18} à $T=80^{\circ}\text{C}$ Figure 4 : Courbes d'isorréponses de Y_2

Ces différentes figures permettent de suivre l'évolution de l'efficacité de la poudre pour chaque type de tache en fonction de la composition du mélange A aux trois températures fixées.

A- Etude de la tache d'huile usée de voiture

A-1 Etude de la réponse - efficacité (Y_{1H})

D'après la figure 1a, à $T=20^{\circ}\text{C}$, l'efficacité de la poudre à enlever la tache d'huile usée de voiture pour n'importe quelle formulation est médiocre ($Y_{1H} < 2,5$ dans tout le domaine).



La figure 2a montre que pour $T=50^{\circ}\text{C}$, on peut avoir une efficacité moyenne ($Y_{IH} \approx 3$) avec un mélange A contenant 50 % de perborate de sodium. Les pourcentages d'oxyde de titane et de métasilicate de sodium n'ont pas d'influence.

L'efficacité de la poudre à enlever cette tache d'huile usée de voiture devient importante à 80°C avec un mélange A constitué essentiellement de perborate de sodium (figure 3a). Pour ce mélange ($X_1 = 0$, $X_2 = 0$ et $X_3 = 1$), l'équation (4) après remplacement des valeurs des coefficients par celles du tableau V se réduit à :

$$Y_{IH} = 1,00 + 1,50 (Z_1) + 2,50 (Z_1.Z_1)$$

Ainsi, il est possible de représenter l'évolution de l'efficacité de ce mélange en fonction de la température par la courbe suivante :

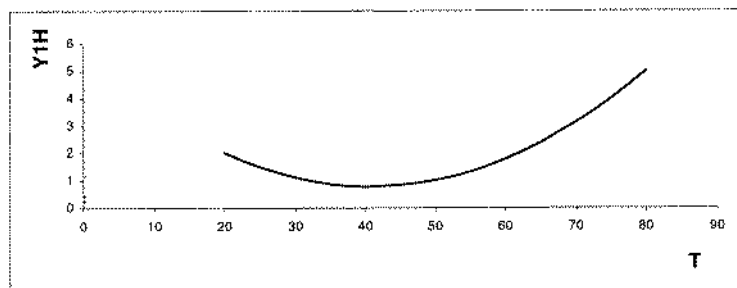


Figure 5 : Courbe de variation de l'efficacité (Y_{IH}) en fonction de la température pour un mélange A constitué de perborate de sodium

D'après cette courbe, l'efficacité du mélange est optimale uniquement à une température proche de 80°C .

A-2- Etude de la réponse - coût

Dans la conquête du coût minimal, on considèrera que l'efficacité de nettoyage est bonne à partir d'une valeur de $Y_1 \geq 4,5$.

D'après la figure 4, on constate que le coût de la formulation diminue avec la diminution du pourcentage d'oxyde de titane et l'augmentation du pourcentage de métasilicate. La superposition de la figure 4 avec les figures 1a, 2a et 3a montre que la formulation la plus économique qui permet d'avoir $Y_{IH} \geq 4,5$ est celle qui contient 65 % de perborate et 35 % de métasilicate à une température de lavage égale à 80°C .

B- Etude de la tache de café

B- 1 Etude de la réponse - efficacité (Y_{IC})

Les figures 1b et 2b montrent qu'on obtient une bonne efficacité de nettoyage de la tache de café ($Y_{IC} \approx 5$) avec un mélange A constitué essentiellement de perborate de sodium. Pour ce mélange ($X_1 = 0$, $X_2 = 0$ et $X_3 = 1$), l'évolution de l'efficacité en fonction de la température d'après l'équation (4) et le tableau V peut être représentée par la courbe suivante :

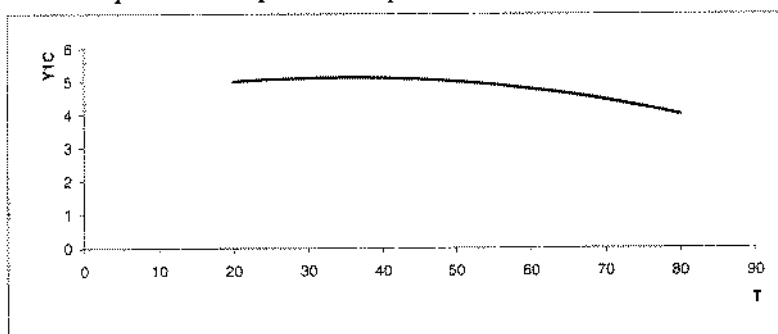


Figure 6 : Courbe de variation de l'efficacité (Y_{IC}) en fonction de la température pour un mélange A constitué de perborate de sodium

On constate d'après la figure 6 que l'efficacité de ce mélange est totale ($Y_{IC} \approx 5$) dans un intervalle de température compris entre 20 et 50 °C. La figure 3b montre que la seule formulation qui permet un nettoyage total de la tache de café à 80°C est celle qui contient un pourcentage d'oxyde de titane proche de 100 %.

B- 2 Etude de la réponse - coût

La superposition des figures 1b et 2b avec la figure 4 montre :

- qu'à $T = 20^\circ\text{C}$, le mélange le plus économique qui permet d'avoir $Y_{IC} \geq 4,5$ est celui qui contient 100 % de métasilicate de sodium ;
- qu'à $T = 50^\circ\text{C}$, le mélange le plus économique qui permet d'avoir $Y_{IC} \geq 4,5$ est celui qui contient 20 % de perborate de sodium et 80 % de métasilicate de sodium.

C- Etude de la tache de "sauce tomate"

C- 1 Etude de la réponse - efficacité (Y_{IT})

La figure 1c montre qu'à une température de 20°C, l'efficacité de la poudre à enlever la tache de "sauce tomate" est maximale ($Y_{IT} \approx 5$) autour d'une composition de mélange de 37 % de métasilicate et 63 % de perborate. D'après la figure 2c, l'efficacité de la poudre à enlever la tache de "sauce tomate" devient maximale ($Y_{IT} \approx 5$) autour d'une composition de mélange de 59 % de métasilicate et 41 % de perborate. Quant à la figure 3c, elle montre que l'efficacité de la poudre est maximale autour d'une composition de mélange de 29 % d'oxyde de titane, 27 % de métasilicate et 44 % de perborate.

C- 2 Etude de la réponse - coût

La superposition de la figure 4 avec les figures 1c, 2c et 3c permet de trouver la formulation la plus économique ($Y_{IT} \geq 4,5$), elle est de :

- 65 % de métasilicate et 35 % de perborate à $T = 20^\circ\text{C}$;
- 88 % de métasilicate et 12 % de perborate à $T = 50^\circ\text{C}$;
- 6,3 % d'oxyde de titane, 42,5 % de métasilicate et 51,2 % de perborate à $T = 80^\circ\text{C}$.

La formulation la plus économique des trois est celle qui contient 88 % de métasilicate et 12 % de perborate. Pour ce mélange ($X_1 = 0$, $X_2 = 0,88$ et $X_3 = 0,12$), l'évolution de l'efficacité en fonction de la température d'après l'équation (4) et le tableau V peut être représentée par la courbe suivante :

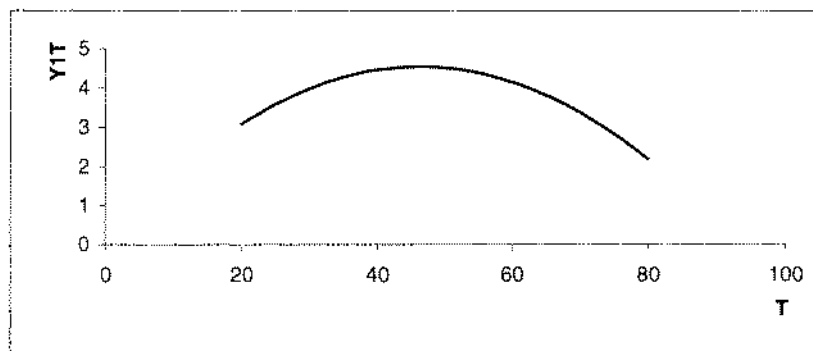


Figure 7 : Courbe de variation de l'efficacité (Y_{IT}) en fonction de la température pour un mélange A constitué de 88 % de métasilicate et 12 % de perborate

Il en découle de cette figure que l'efficacité reste optimale ($Y_{IC} \geq 4,5$) entre $T = 42^\circ\text{C}$ et $T = 50^\circ\text{C}$.



D- Etude de la tache de boue

D- 1 Etude de la réponse - efficacité (Y_{1B})

D'après la figure 1d, à une température de 20°C, il est impossible d'atteindre une valeur d'efficacité proche de 5 dans le domaine expérimental choisi. La figure 2d montre que l'efficacité de la poudre est maximale ($Y_{1B} \approx 5$) autour d'une composition de mélange de 22 % d'oxyde de titane, 37 % de métasilicate et 41 % de perborate. Quant à la figure 3d, elle montre que l'efficacité de la poudre est maximale autour d'une composition de mélange de 78 % d'oxyde de titane, 22 % de métasilicate.

D- 2 Etude de la réponse - coût

Les figures 1d, 2d et 3d montrent que la formulation la plus économique qui permet d'avoir un nettoyage acceptable de la tache de boue ($Y_{1B} \geq 4,5$) est celle qui contient 77 % de métasilicate et 23 % de perborate à une température de lavage égale à 50°C. Pour ce mélange ($X_1 = 0$, $X_2 = 0,77$ et $X_3 = 0,23$), l'évolution de l'efficacité en fonction de la température d'après l'équation (4) et le tableau V peut être représentée par la courbe suivante :

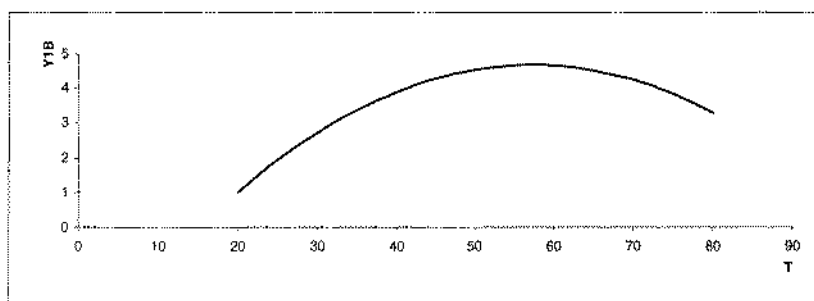


Figure 8 : Courbe de variation de l'efficacité (Y_{1B}) en fonction de la température pour un mélange A constitué de 77% de métasilicate 23% de perborate .

D'après cette figure, l'efficacité est optimale ($Y_{1B} \geq 4,5$) entre $T = 49^\circ\text{C}$ et $T = 65^\circ\text{C}$.

E- Recherche d'une formulation optimale

Les résultats de cette étude montrent :

- qu'on peut avoir un nettoyage acceptable des quatre taches à une température de lavage égale à 50°C ;
- que les facteurs du mélange les plus influents sont le pourcentage de perborate et le pourcentage de métasilicate.

La représentation des efficacités de lavage pour les quatre taches à une température égale à 50°C et pour un mélange constitué uniquement de perborate et de métasilicate peut être faite d'après l'équation (4) et le tableau V par les courbes suivantes :

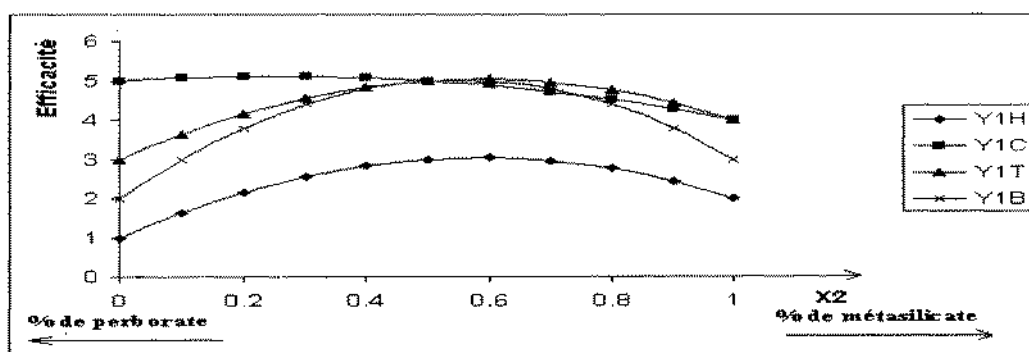


Figure 9 : Courbes de variation des efficacités en fonction du pourcentage de métasilicate (% de perborate = 100 - % de métasilicate) à $T = 50^\circ\text{C}$ et $X_3 = 0$.

Sachant que l'objectif est de maximiser l'efficacité et de minimiser le coût et sachant que le coût diminue avec l'augmentation du pourcentage de métasilicate, la formulation optimale d'après la figure 9 est celle qui contient 77 % de métasilicate et 23 % de perborate. Ainsi, la formulation du détergent qui permet d'avoir un nettoyage total des taches de café ($Y_{1C} \geq 4,5$), de boue ($Y_{1B} \geq 4,5$) et de "sauce tomate" ($Y_{1T} \geq 4,5$) et un nettoyage acceptable de la tache d'huile ($Y_{1H} \approx 3$) à une température de lavage $T = 50^\circ\text{C}$ est celle qui contient :

- 11,55 % de métasilicate de sodium ;
- 3,45 % de perborate de sodium ;
- 17 % de dodécyl-benzène-sulfonate de sodium ;
- 4,25 % de savon ;
- 17 % de tripolyphosphate de sodium ;
- 1,615 % de carboxyméthyl cellulose ;
- 15,3 % de sulfate de sodium ;
- 29,75 % de carbonate de sodium ;
- 0,085 % d'azurant optique (acide 4,4'-bis (triazinylamino) stilbène-2,2'-disulfonique).

Pour ce mélange optimal ($X_1 = 0$, $X_2 = 0,77$ et $X_3 = 0,23$), l'évolution de l'efficacité de nettoyage de la tache d'huile Y_{1H} , de la tache de café Y_{1C} , de la tache de "sauce tomate" Y_{1T} et de la tache de boue Y_{1B} en fonction de la température peut être représentée par la figure 10 qui se base sur l'équation (4) et les résultats du tableau V.

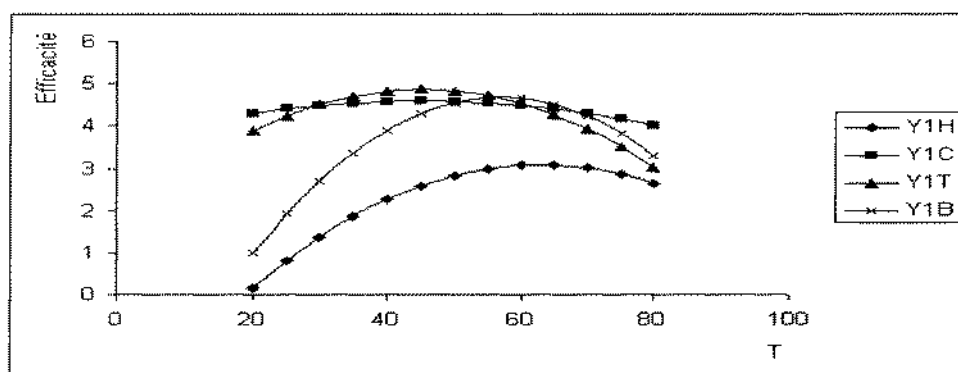


Figure 10 : Courbes de variation des efficacités de la poudre optimale en fonction de la température

Cette figure montre que l'efficacité de nettoyage de ce mélange optimal reste bonne (pour les taches de café, de boue et de "sauce tomate") entre une température de lavage $T = 49^\circ\text{C}$ et 59°C .

CONCLUSION

Il découle de cette étude que l'efficacité de nettoyage dépend fortement du pourcentage de perborate et de métasilicate. L'utilisation de dioxyde de titane s'avère non utile dans la formulation puisqu'on peut atteindre une efficacité de nettoyage appréciable avec un mélange contenant 77 % de métasilicate et 23% de perborate à une température de lavage proche de 50°C . Dans le cas de la tache d'huile, il est utile d'augmenter le pourcentage de perborate vers 100 % et de travailler à une température de lavage proche de 80°C pour atteindre une efficacité $Y_{1H} \approx 5$.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] J. A. Cornell, *Experiments with mixtures, Design, Models and the analysis of Mixtures Data*, Wiley, New York, 1990.
- [2] J. Goupy, *Plans d'expériences: les mélanges*, Dunod, Paris, 2000.



- [3] Ullmann's encyclopidia of industrial chemistry, VCH, Verlagsgesellschaft mbH (Federal Republic of Germany) Vol. A8, **1985**, p. 315-448 .
- [4] R. Perrin et J. P. Scharff, Chimie industrielle, Masson, Paris, **1997**.
- [5] J. M. Angeli, formulations et procédés de nettoyage et d'entretien à faible incidence sur l'environnement, Thèse de Doctorat, Université d'Aix - Marseille III, **1993**.
- [6] J. Steyaert, chimie appliquée (lessives, antiseptiques et désinfectants), C.R.D.P. de Grenoble, **1989**.
- [7] A. Davidsohn, B. M. Milwidsky, synthetic detergents, 6th edition, John Wiley& sons, New York, **1978**.
- [8] ULL Mann's encyclopidia of industrial chemistry, VCH, Verlagsgesellschaft mbH (Federal Republic of Germany) Vol. A1, **1985**, p. 576
- [9] Handbook of extractive metallurgy, VCH, Verlagsgesellschaft mbH (Federal Republic of Germany) Vol. II, **1997**, p.1154-1155.
- [10] B. Campisi, D. Vojnovic, D. Chicco, R. Phan-Tan-Luu, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems., **1999**, 48, 59-70.
- [11] G. A. Lewis, D. Mathieu, R. Phan-Tan-Luu, Pharmaceutical Experimental Design, Marcel Dekker, New York, **1998**.
- [12] J. Chardon, J. Mony. M. Sergent, D. Mathieu, R. Phan-Tan-Luu, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems., **1989**, 6, 313-321.
- [13] E. P. Box, W.G. Hunter, J.S. Hunter, Statistics for experimenters, An introduction to Design, Data Analysis and Model Building, Wiley, New York, **1978**.
- [14] T. H. Wannacott, R. J. Wannacott, Statistique, Economica, Paris, **1991**.
- [15] D. Mathieu, J. Nony, R. Phan-tan-Luu, New Efficient Methodology for Research using Optimal Design (NEMROD) Software-L.P.R.A.I, Marseille, **1998**.

Remerciements : Les données de cet article ont été traitées par le logiciel NEMRODW, fourni par le Professeur Roger Phan-Tan-Luu de l'Université d'Aix-Marseille III que je tiens à remercier vivement. Je remercie aussi les étudiants, en troisième année chimie industrielle, W. Ben Abbes et A. Sassi qui ont bien voulu exécuter l'ensemble des expériences et satisfaire ainsi la condition de double aveugle.