

Caractérisation d'émulsions et de suspensions par analyse d'images vidéo

Bruno Novales¹, Patrice Papineau¹, Alain Sire¹, Monique Axelos¹

Résumé : *L'objectif de cet article est de présenter un système de suivi de la stabilité des émulsions et des suspensions par analyse d'image, développé au laboratoire BIA du centre Inra de Nantes. Émulsions et suspensions sont des systèmes instables dont la déstabilisation est associée à deux types de mécanismes : la séparation de phases sous l'effet de la gravité (crémage ou sédimentation) et la modification de la taille des particules (coalescence, mûrissement, floculation). Ces phénomènes peuvent conduire à des altérations significatives des produits finaux et il est donc important de les détecter rapidement. Le système de suivi présenté ici comporte un dispositif d'acquisition couplé à une chaîne de traitements d'images. Trois échantillons peuvent être analysés simultanément. Il permet une analyse rapide et non-invasive des produits. Les volumes des différentes phases constitutives des émulsions (ou des suspensions) peuvent être obtenues et il est ainsi possible de déterminer les cinétiques de crémage et de coalescence.*

Mots clefs : stabilité, émulsions, suspensions, crémage, coalescence

Introduction

Les émulsions forment la base d'une large gamme de produits manufacturés aussi bien dans le domaine alimentaire (lait, crème, mayonnaise, beurre etc.) qu'en pharmacie, en agrochimie ou encore en cosmétologie. Elles sont constituées d'au moins deux liquides non-miscibles, l'un étant dispersé dans l'autre sous forme de gouttelettes. Dans le cas le plus simple les deux liquides sont de l'huile et de l'eau. Le liquide qui n'est pas dispersé est alors appelé phase continue.

Les émulsions sont par définition des systèmes instables qui peuvent se déstabiliser suivant plusieurs mécanismes réversibles ou non. Parmi ces mécanismes, les deux principaux sont le crémage (ou la sédimentation suivant les densités relatives des deux liquides) et la coalescence. Le crémage correspond à la migration des gouttelettes vers le haut sous l'effet de la gravité ce qui est dû aux différences de densités des deux phases, dispersée et continue. La sédimentation correspond au même phénomène mais dans ce cas, les gouttelettes migrent vers le bas. La coalescence correspond à la fusion de deux gouttelettes pour en former une plus grosse.

Les différents phénomènes de déstabilisation se traduisent par des modifications à la fois de la taille et du nombre de gouttelettes présentes dans l'émulsion et par des modifications de l'aspect macroscopique des émulsions. On peut ainsi observer des états allant d'une dispersion parfaitement uniforme à une complète séparation des deux phases. Ces phénomènes induisent des modifications de la structure physique des émulsions. Ces modifications peuvent affecter les propriétés de l'émulsion.

L'étude de la stabilité des émulsions est donc primordiale pour comprendre les paramètres permettant d'obtenir des systèmes répondant à des critères de stabilité définis *a priori*.

¹ INRA UR1268 Biopolymères, Interactions Assemblages (URBIA) – F-44316 Nantes
☎ 02 40 67 51 98 ✉ bruno.novales@nantes.inra.fr

Différentes méthodes ont été proposées pour suivre la déstabilisation d'émulsions incluant des mesures de conductivités (Guéguen *et al.*, 1996), de turbidité (Al-Malah *et al.*, 2000) ou encore des techniques ultrasonores (Dickinson *et al.*, 1997).

Au laboratoire BIA, nous avons développé un système de suivi de la stabilité des émulsions par vision artificielle. Cette méthode présente l'avantage d'être non-invasive et non-destructive. Le système comprend un équipement ultrasonore pour préparer les émulsions *in situ* et une caméra CCD pour l'acquisition d'images couleurs. Trois échantillons peuvent être étudiés simultanément dans un bain contrôlé en température de 5 à 70 °C. Nous avons développé au laboratoire un logiciel qui permet l'acquisition rapide d'images et leur traitement. En acquérant des séquences d'images au cours de la déstabilisation des émulsions, il est possible d'obtenir les cinétiques de crémage et de coalescence des émulsions.

1. Description du système d'acquisition et de traitement d'images

La **figure 1** montre le système d'acquisition développé au laboratoire. Un bain thermostaté (Huber) permet de contrôler la température de 5 à 65° C. L'équipement ultrasonore pour préparer les émulsions est incorporé dans le système afin de préparer les émulsions *in situ*. Dans sa configuration actuelle, ce système permet le suivi de 3 émulsions simultanément. On prépare les émulsions dans des tubes en verre de 2,2 cm diamètre interne. Les images sont automatiquement enregistrées sur un PC. Le système de vision artificielle pour le suivi de la stabilité des émulsions développé au laboratoire comprend une caméra 3CCD (Hamamatsu Photonics France) équipée d'un zoom 16 mm (Cosmicar) permettant d'acquérir des images en couleur. Les images sont digitalisées en 512 x 512 pixels avec des intensités de niveaux de gris allant de 0 (pour le noir) à 255 (pour le blanc) pour chaque canal (Rouge, Vert et Bleu).

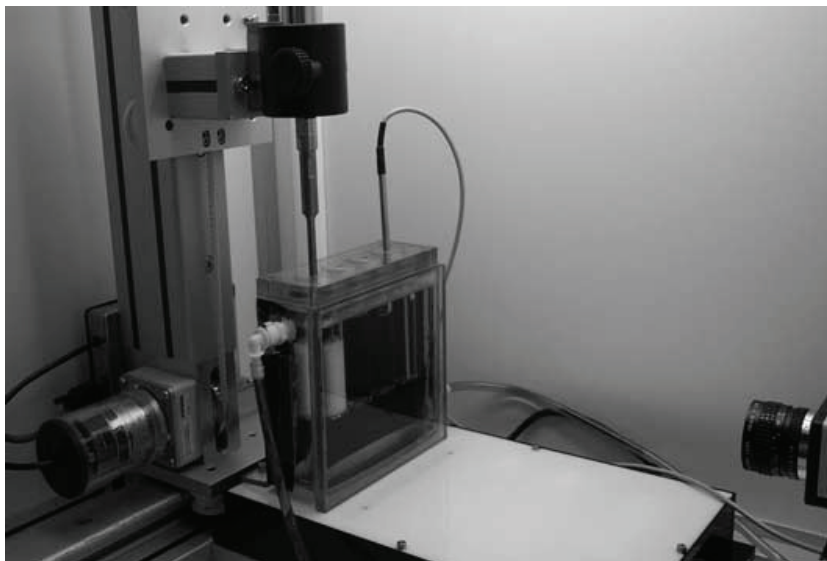


Figure 1 : *dispositif expérimental montrant :*
- la sonde ultrasonore pour la préparation *in situ* des émulsions,
- les trois tubes-échantillons dans le bain contrôlé en température,
- la caméra CCD pour l'acquisition des images.

L'algorithme d'analyse d'images est basé sur les variations de niveaux de gris observés dans les images qui sont des indicateurs des phénomènes de déstabilisation se produisant dans les émulsions. En effet, comme nous disposons d'un fond noir pour acquérir nos images, une phase claire dans l'émulsion se traduit par des niveaux de gris plus faibles. Inversement, une phase concentrée (les émulsions ayant un aspect laiteux) se traduira par de plus grandes

intensités de niveaux de gris. Pour des émulsions H/E, le crémage conduit à la formation d'une phase aqueuse claire voire transparente au fond du tube et la coalescence à l'apparition d'une couche huileuse transparente à la surface de l'émulsion. Ces deux phases correspondront donc à des niveaux de gris faibles alors qu'une émulsion homogène présentera des niveaux de gris élevés. Avant cette séparation de phases, les variations de niveaux de gris d'un point particulier dans l'émulsion seront des indicateurs de la migration des gouttelettes dans l'émulsion.

A partir des images, on extrait les intensités de niveaux de gris moyennes observées pour chaque ligne dans l'émulsion (depuis le fond du tube jusqu'au sommet de l'émulsion) pour obtenir des profils d'intensités. En examinant les variations de ces profils au cours du temps, il est possible de calculer les volumes des phases présentes dans l'émulsion (phase aqueuse, phase crémée et phase huileuse relarguée). L'algorithme est basé sur les changements de pente dans les profils d'intensité. La moyenne de la pente de la courbe d'intensité est calculée sur plusieurs points. La séparation entre deux phases est considérée comme correspondant au point de plus forte pente dans le profil.

2. Suivi de la stabilité d'une émulsion

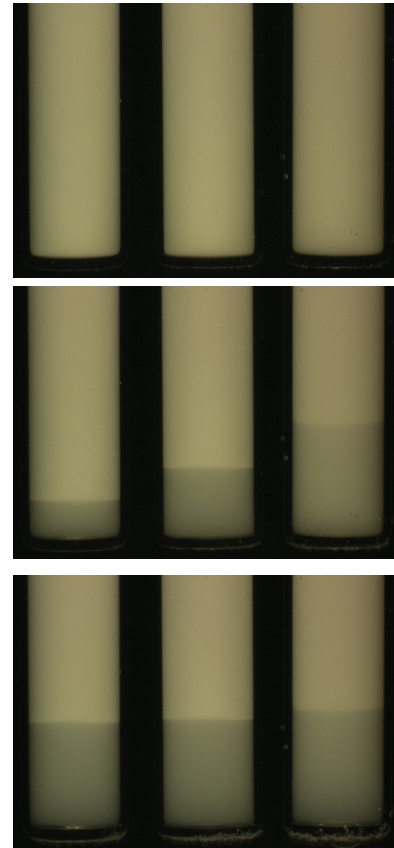


Figure 2 : images d'émulsions en cours de déstabilisation

Les tubes de la gauche vers la droite correspondent à des concentrations en émulsifiants de 0,75 g/l, 0,50 g/l et 0,25 g/l.

Les images ont été enregistrées :

- juste après émulsification (haut),
- 1 heure après (milieu),
- 16 heures après (bas).

Nous avons préparé les émulsions présentées à partir de solutions de méthylcellulose à différentes concentrations et d'hexadécane pour l'huile. La **figure 2** montre un exemple d'images obtenues avec notre système. Ces émulsions ont été préparées avec 3 concentrations différentes en émulsifiants (0,75 g/l, 0,50 g/l et 0,25 g/l de la gauche vers la droite). L'image du haut a été enregistrée juste après la fabrication de l'émulsion. Les trois émulsions sont visuellement uniformes. L'image du centre a été acquise 1 heure après la fabrication de l'émulsion. Pour les trois émulsions, on observe du crémage qui entraîne une séparation de phases avec la phase crémée riche en gouttelettes en haut de l'émulsion et la phase aqueuse relarguée au fond du tube. Le crémage est d'autant plus rapide que la concentration diminue. Au bout de 16 heures (image du bas), les trois émulsions présentent approximativement les mêmes volumes de phase crémée et aqueuse.

La **figure 3** montre les profils de niveaux de gris observés pour l'émulsion la plus concentrée à différents temps. La partie gauche de la figure correspond au fond du tube, celle de droite correspondant au haut du tube.

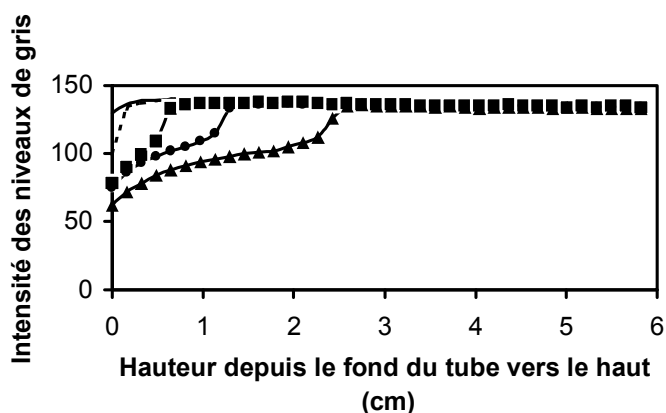


Figure 3 : évolution des profils de niveaux de gris pour une émulsion à 0,75 g/l d'émulsifiant pour $t=0$ (—), $t=15$ min (---), $t=1$ h (■), $t=2$ h (●) et $t=16$ h (▲).

Juste après avoir été émulsifiées, les émulsions sont homogènes et les intensités observées le long du tube sont constantes. Avec le temps, on observe une décroissance des niveaux de gris dans le fond du tube. Les gouttelettes d'émulsions remontent sous l'effet du crémage et une phase aqueuse de plus en plus claire apparaît au fond du tube. L'intérêt de la méthode est que la détection de la décroissance des niveaux de gris se produit bien avant que l'effet du crémage soit visible au niveau macroscopique. Le volume de cette phase aqueuse augmente avec le temps ce qui au niveau des profils se traduit par un décalage vers la droite des valeurs décroissantes et une pente de plus en plus raide des profils. Il est ainsi très facile de déterminer les volumes de phase aqueuse et crémée à tout moment.

On obtient alors les cinétiques de crémage comme sur la **figure 4**.

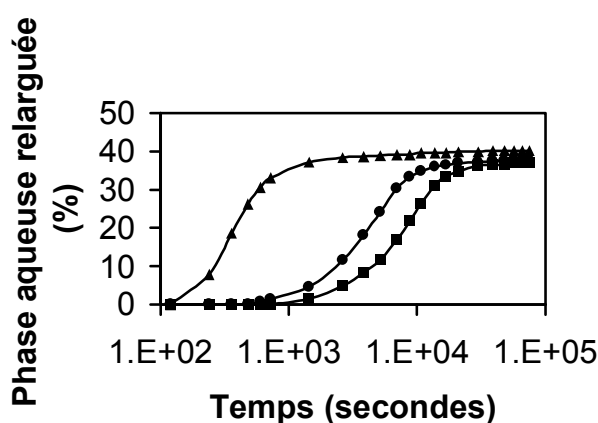


Figure 4 : cinétique de crémage pour des émulsions à 0,25 (▲), 0,50 (●) et 0,75 g/L (■) d'émulsifiant

On peut obtenir de la même manière la cinétique de coalescence. Dans ce cas là, on observe l'apparition d'une phase claire au sommet de l'émulsion correspondant à la formation d'une couche d'huile.

3. Sédimentation de particules en suspension

Pour la préparation des suspensions, du carbonate de calcium a été dispersé dans de l'eau pure par ultrasons. La **figure 5** montre des images prises au cours de la cinétique de sédimentation ainsi que les profils d'intensités correspondant à ces images. Au temps $t=0$, la dispersion apparaît parfaitement uniforme ce qui donne sur le profil de niveaux de gris une ligne horizontale de niveaux constants comme le montre l'image de gauche et son profil. La sédimentation des particules se produit après un temps relativement court et conduit à la formation d'une couche d'eau en haut du tube et une phase sédimentée au fond. Comme la phase aqueuse relarguée est parfaitement claire, les profils correspondants sont très pentus et la séparation de phase est facile à identifier. On considère alors le front de sédimentation comme correspondant au point de plus forte pente de la courbe. La cinétique de sédimentation est alors facilement déterminable.

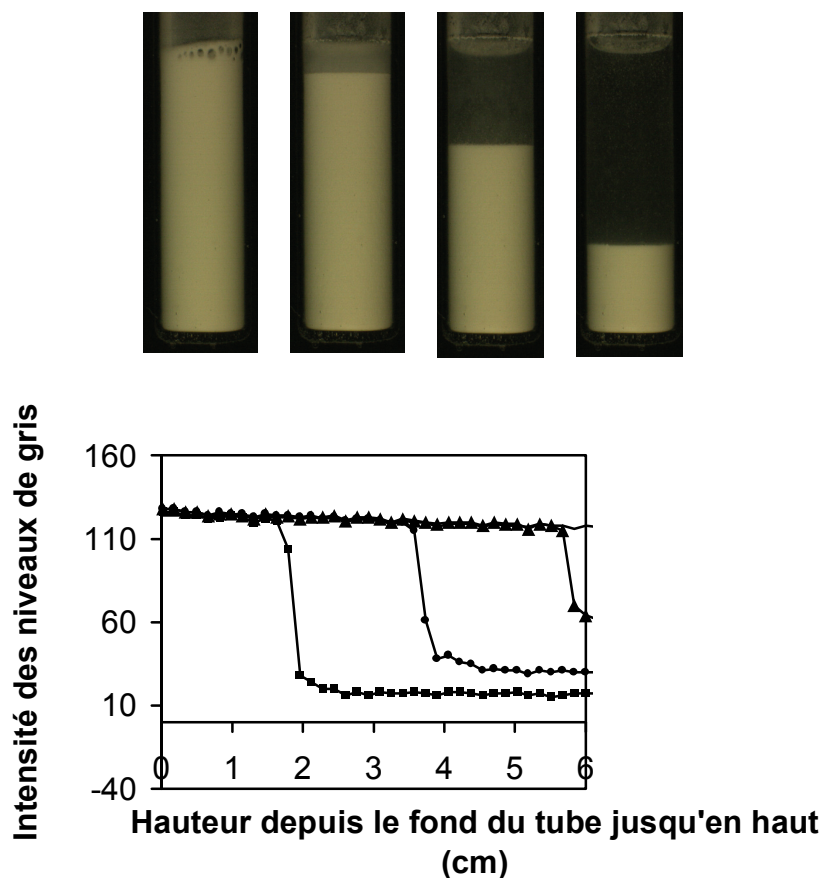


Figure 5 : Images d'une suspension en cours de sédimentation et profils de niveaux de gris associés $t=0$ (—), $t=30$ sec (\blacktriangle), $t=2$ min (\bullet) et $t=10$ min (\blacksquare)

Conclusion

Ce système de vision artificielle pour le suivi de la stabilité des émulsions et des suspensions permet une analyse rapide et non-invasive. Un des principaux avantages de cette méthode est qu'elle ne nécessite aucune connaissance *a priori* sur l'émulsion (ou la suspension) ou sur ses constituants pour obtenir les cinétiques de déstabilisation. Le système est maintenant utilisé en routine au laboratoire pour l'étude de la stabilité d'émulsions tant directes qu'inverses et de suspensions et il a fait l'objet d'une publication (Navales *et al.*, 2003).

Bibliographie

- Al-Malah K.I., Azzam M.O.J., Omari R.M. (2000) Emulsifying properties of BSA in different vegetable oil emulsions using conductivity technique. *Food Hydrocolloids*, 14: 485-490
- Dickinson E., Golding M., Povey M.J.W. (1997) Creaming and flocculation of oil-in-water emulsions containing sodium caseinate. *J. Colloid Interface Sci.* 185: 515-529
- Gueguen J., Popineau Y., Anisimova I.N., Fido R.J., Shewry P.R., Tatham A.S., J. Agric. (1996) Functionality of the 2S albumin Seed Storage Proteins from Sunflower (*Helianthus annuus* L.). *Food Chem.* 44: 1184-1189
- Hibberd D., Robinson B.H., Robins M.M. (1999) Ultrasonic characterization of colloidal dispersions: detection of flocculation and adsorbed layers. *Colloids Surfaces B: Biointerfaces* 12: 359-371
- Novalés B., Papineau P., Sire A., Axelos M.A.V. (2003) Characterization of emulsions and suspensions by video image analysis, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 221: 81-89