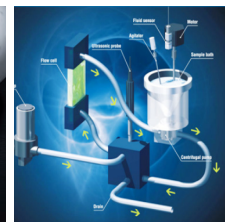


Suivi de réduction de taille par homogénéisation et optimisation de formulation par granulométrie



Nicolas Buton, HORIBA Scientific, 16 rue du Canal, 91160 Longjumeau, France

Résumé :

Cette note d'application décrit le suivi de la réduction de taille d'une émulsion composée de 30% de matière grasse lors d'un procédé d'homogénéisation par analyse granulométrique.

Introduction

Certains produits alimentaires liquides se trouvent sous forme d'émulsion, définie comme un milieu hétérogène constitué par la dispersion, sous forme de fins globules, d'un liquide dans un autre liquide en phase continue. La taille des particules ainsi que leur répartition granulométrique ont un impact direct sur la stabilité des formulations. Une émulsion est composée d'une ou de plusieurs phases dispersées, matière grasses ou globules, au sein d'une phase dispersante. Le procédé d'homogénéisation permet de stabiliser la dispersion des différentes phases en diminuant les phénomènes de séparation, coalescence ou crémage et en augmentant par conséquent la stabilité. Cette dernière sera d'autant plus élevée que la taille des particules de la phase discontinue ou phase dispersée est faible.

Le principe de l'homogénéisation consiste à accélérer le mélange à travers un orifice très étroit et réglable. Le produit est ensuite envoyé sous haute pression, variable, dans un espace laissé adéquat entre un clapet et son siège. La répartition granulométrique de la phase dispersée est affectée par le choix des différentes configurations géométriques et les paramètres procédés (dont la pression de service). Pour assurer la qualité de l'homogénéisation, il est important de contrôler la granulométrie de cette phase lors du procédé.

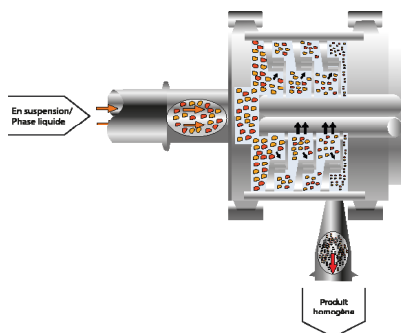


Figure 1 : Schéma de principe d'un homogénéisateur haute pression.

Méthodes, techniques, et matériaux utilisés

L'échantillon de départ se présente sous la forme d'une suspension (ou émulsion). Le produit peut être directement introduit dans la cuve du granulomètre contenant la phase dispersante (ou continue). L'échantillon subit une dilution et une dispersion dans cette cuve.

Le granulomètre utilisé est le HORIBA LA-960. Il permet notamment l'analyse d'échantillons en voie liquide. Pour cela, l'échantillon est directement introduit dans la cuve et la mesure s'effectue très simplement par la sélection d'un protocole intégré. Le protocole de mesure inclut les paramètres essentiels au déroulement d'une analyse, soit :

- L'indice de réfraction du matériau analysé : phase dispersée correspondant à la matière grasse, $n = 1.458$
- L'indice de réfraction de la phase continue : eau, $n = 1,333$
- La vitesse de pompe variable sur 15 niveaux : 5
- La vitesse de l'agitation variable sur 15 niveaux : 5
- La durée de la mesure (acquisitions) pour les deux longueurs d'ondes : 5 secondes
- La plage de concentration optimale



Figure 2 : LA-960 et logiciel avec protocole intégré.

La conception et le design du module de dispersion liquide permettent la mise en suspension de la phase dispersée tout en respectant son intégrité car les taux de cisaillement sont très faibles.

Résultats et discussions

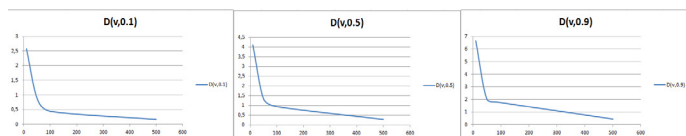


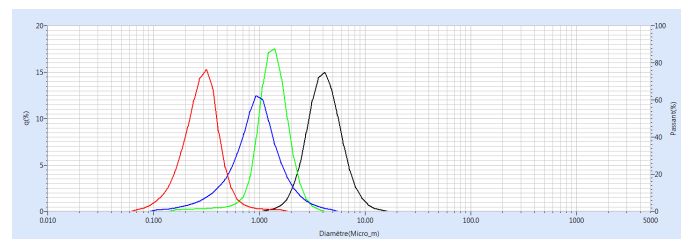
Figure 3 : Evolution des passants cumulés en fonction de la pression d'homogénéisation.

$D(v,0.9)$: représente la fraction cumulée à 90% en volume. Un $D(v,0.9) = 5\mu m$ signifie que 90% du volume total des particules présente une taille inférieure à $5\mu m$. Cette indicateur permet de suivre le taux de grosse particules.

$D(v,0.5)$: représente la fraction cumulée à 50% en volume. Il correspond également à la taille médiane. Un $D(v,0.5) = 3\mu m$ signifie que 50% du volume total des particules présente une taille inférieure à $3\mu m$.

$D(v,0.1)$: représente la fraction cumulée à 10% en volume. Un $D(v,0.1) = 2\mu m$ signifie que 10% du volume total des particules présente une taille inférieure à $2\mu m$. Cette indicateur permet de suivre le taux de fines particules.

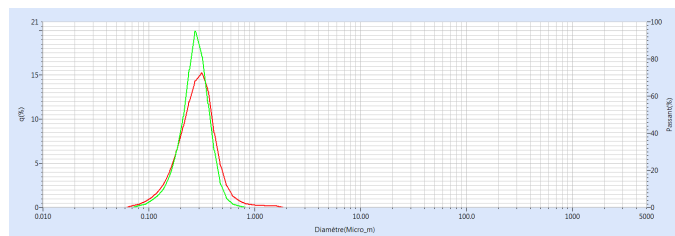
Sur la figure 3, l'analyse de ces passants à 10%, 50 et 90% montre une diminution de la taille en fonction de la pression d'homogénéisation. La diminution est très prononcée entre 10 bars et 100 bars puis se stabilise à des pressions supérieures à 100 bars.



Nom des données	Type de graphe	$D(v,0.1)$	$D(v,0.5)$	$D(v,0.9)$
10 bars	—	2.58262Microns	4.09320Microns	6.63618Microns
50 bars	—	0.89310Microns	1.34728Microns	2.01927Microns
100 bars	—	0.44587Microns	0.94503Microns	1.75424Microns
500 bars	—	0.16721Microns	0.28937Microns	0.45048Microns

Figure 4 : Evolution la répartition granulométrique en fonction de la pression d'homogénéisation.

Sur la figure 4, il est observé que la taille médiane $D(v,0.5)$ passe de $4,09\mu m$ (10 bars) à $0,289\mu m$ (500 bars). La fraction volumique à 90%, appelée $D(v,0.9)$ diminue également. Les distributions granulométriques se resserrent car l'écart relatif entre le $D(v,0.9)$ et le $D(v,0.1)$ diminue. La distribution granulométrique obtenue à 500 bars montre une légère traîne centrée sur $1\mu m$ et représentant moins de 2% du volume total de l'échantillon.



Nom des données	Type de graphe	$D(v,0.1)$	$D(v,0.5)$	$D(v,0.9)$
500 bars	—	0.16721Microns	0.28937Microns	0.45048Microns
500bars additif	—	0.17751Microns	0.27634Microns	0.39392Microns

Figure 5 : Comparaison de deux formulations à pression d'homogénéisation identique.

Un test complémentaire a été réalisé avec la même pression d'homogénéisation mais en utilisant une formulation comportant un additif (Figure 5). La distribution obtenue avec l'échantillon contenant un additif présente une taille médiane quasi identique (0.28 et 0.29) mais une absence de traîne comparativement à la formulation réalisée sans additif. Cette formulation avec additif aura une stabilité accrue par rapport à celle réalisée sans additif.

Conclusion

Le granulomètre LA-960 permet de contrôler de façon rapide et simple un procédé d'homogénéisation. Sa précision et sa limite de détection permettent de différencier deux formulations différentes. Il se révèle donc être un outil indispensable pour du contrôle qualité, du suivi d'un procédé, ou des mises au point de formulation lors d'une utilisation R&D.