

# Les Congrès mondiaux de l'émulsion : une initiative et une expérience françaises intéressantes

*Bordeaux, 23-26 septembre 1997*

Gilbert Schorsch

## Objectif :

- **Provoquer le dialogue entre scientifiques et praticiens pour combler progressivement le fossé qui les sépare**

L'organisation en France des deux 1er Congrès mondiaux de l'émulsion (CME : Paris en 1993 et Bordeaux en 1997) est due à l'initiative prise par la Société Colas, leader mondial des revêtements routiers, après le Colloque organisé par le CNRS à Bordeaux en 1991 sur les systèmes moléculaires organisés.

Établir un dialogue, confiant et constructif, entre les scientifiques des émulsions et les industries productrices et utilisatrices de ces systèmes complexes, tel est et reste l'objectif des CME. Ce dialogue implique de présenter et de **confronter plus rigoureusement connaissances acquises et besoins industriels, et d'échanger plus librement idées et expériences disponibles dans les divers secteurs**

allant de l'agro-alimentaire et de la cosmétique aux peintures et vernis ou aux traitements phytosanitaires en passant par la galénique dans l'industrie pharmaceutique.

La communauté scientifique française pouvait, à juste titre, et par expérience, revendiquer une initiative aussi ambitieuse. N'avait-elle pas déjà pratiqué un dialogue fructueux, dans les années 1975-1985, lorsque la DGRST avait soutenu l'action « Récupération assistée du pétrole » après le premier choc pétrolier ? Les collaborations instaurées à cette occasion avaient permis la mise en place d'équipes (Bordeaux, Paris, Montpellier, Strasbourg...), dont les compétences et les moyens sont reconnus et enviés par la communauté scientifique internationale.

## Contraintes

- **Préparer rigoureusement la manifestation pour répondre aux aspirations des deux communautés**

Mais une telle confrontation ne se fait pas spontanément. Il faut la préparer longuement et soigneusement. Dès l'origine, le comité scientifique, mis en place pour chacun des colloques (Paris en 93 et Bordeaux en 97), avait une double originalité.

Il rassemblait **des scientifiques et des industriels** (ce qui est souvent le cas) **qui se réunissaient fréquemment** (ce qui est déjà plus rare) pour élaborer thèmes et appels à communications, et sélectionner conférenciers et animateurs des tables rondes (ce qui est habituel). Mais, il est aussi demandé aux membres du conseil scientifique et aux animateurs des tables rondes de **discu-**

**ter du contenu de chacune des conférences et de sélectionner et de discuter les présentations** (ce qui ne se fait presque jamais et qui est encore mal accepté car contraignant). Cette double contrainte pour le comité scientifique au sens large (qui ne ménage pas son temps) et pour les présentateurs (qui doivent adapter leur présentation) devait permettre de répondre plus directement aux attentes des deux communautés.

La première édition avait plus particulièrement mis l'accent sur les émulsions de bitume et leurs applications routières, et avait rassemblé à Paris (19-23 octobre 1993), autour de l'en-

• **Participation :**  
**plus de 1 000 participants,**  
**42 pays représentés,**  
**330 présentations,**  
**30 exposants**

semble de la profession mondiale de l'émulsion de bitume, les autres industries utilisatrices d'émulsion.

La deuxième édition, qui s'est tenue à Bordeaux (23-26 septembre 1997), sous la présidence du professeur P. Bothorel du CRPP de Bordeaux, s'est efforcée d'élargir la participation aux autres industries intéressées (alimentaire, cosmétique, pharmaceutique...)

pour l'équilibre de la manifestation. Des sociétés comme Unilever et L'Oréal, avaient accepté cette fois de rejoindre celles qui avaient contribué aux manifestations dès l'origine (Colas bien sûr, mais également Shell, Elf Atochem, très actives dans les émulsions de produits pétroliers, ainsi que Rhône-Poulenc).

## Compte rendu

Les organisateurs, en maintenant la trame des thèmes du 1er Congrès, n'avaient pas voulu bouleverser l'approche traditionnelle de la science des émulsions. Nous la résumons dans le tableau suivant :

Thème	Animateurs	Ateliers
<b>Formulation et préparation des émulsions</b>	W. Agterhof (Unilever, NL) D. Langevin CRPP Bordeaux, F)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Choix d'émulsifiants et des matières premières</li> <li>• Processus d'émulsification, choix du matériel</li> <li>• Polymérisation en émulsion</li> </ul>
<b>Caractérisation, stabilité à long terme rhéologie</b>	T. Tadros (Zeneca, GB) J.F. Tranchant (C. Dior, F)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Granulométrie des émulsions et mesures de la stabilité à long terme</li> <li>• Phénomènes d'interface et rhéologie</li> <li>• Crémage, sédimentation, floculation, mûrissement d'Oswald et coalescence</li> <li>• Caractéristiques d'écoulement, rhéologie</li> </ul>
<b>Comportement à l'utilisation</b>	A. Gerritsen (Shell, NL) D. Roux (CRPP Bordeaux, F)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Comportement rhéologique par rapport à l'application</li> <li>• Rupture des émulsion</li> <li>• Réactions avec le support (mouillage, étalement, adhésivité...)</li> </ul>
<b>Applications, développements nouveaux</b>	J.C. Daniel (Rhône-Poulenc, F) G. Vahlerberghe (L'Oréal, F)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Les émulsions de bitume pour la route, (enrobage, répandage, coulis, standardisation)</li> <li>• Pharmacie, cosmétique et alimentaire</li> <li>• Lubrifiants, détergents, adhésifs, encres et vernis</li> <li>• Spécialités chimiques et autres applications</li> </ul>

Par le choix des présentateurs et les discussions de ceux-ci avec les membres du comité scientifique, les contenus de l'ensemble des **conférences plénières** ont été d'un **très bon niveau scientifique et d'une bonne qualité pédagogique**. Il est vrai que des uni-

versitaires\* dont la renommée n'est plus à faire étaient présents à Bordeaux en même temps que les spécialistes des principales sociétés\*\* Cette réunion de compétences a permis de dresser un panorama complet et précis de l'état de la science et de la technologie des

émulsions. Le recueil qui sera établi et publié prochainement garnira certainement le bureau ou l'écran de tous les techniciens des émulsions. Tout au plus peut-on regretter que chaque intervenant reste encore trop concentré sur son approche personnelle, son modèle ou sa technique. Combien serait bienvenue une synthèse et une vision globale, discutée et élaborée conjointement par cet aréopage de spécialistes pour guider le praticien et l'aider à régler les problèmes journaliers qui se posent à lui.

\* Pour ne citer que les plus éminents, par ordre d'apparition, tels que les professeurs Stig Friberg, (Clarkson University, États-Unis), qui s'est permis de nous faire découvrir, dans

sa conférence plénière, les possibilités du multi-média par une animation du comportement des émulsions, Peter Walstra (Wageningen Agricultural University, NL), Eric Dickinson (University of Leeds, GB), B. Cabane (équipe mixte CEA/RP, F), Ivan Ivanov (université de Sofia, Bul.), Reinhard Müller (Max Plank, A), J. Bibette (CRPP, Bordeaux, F), Françoise Brochard-Huyar (Institut Curie, F), Jean Riess (université de Nice), F. Helmar Schubert (université de Karlsruhe, A),

\*\* tels que Lloyd Lobo (Eastmann Kodak, États-Unis), Michael Aronson (Unilever, GB), Henry Princen (Mobil, États-Unis), Maurice Bourrel (Elf Atochem, F), et enfin Vence Bergeron et Gilles Guérin de Rhône-Poulenc, pour ne citer que les plus connus.

\*

A quelques exceptions près, et à l'inverse, le travail dans les ateliers n'a répondu qu'imparfaitement aux attentes des organisateurs. Des raisons de motivation et d'organisation se sont conjuguées pour expliquer ce demi-succès. D'abord, l'absence remarquée de certains spécialistes dont la participation aurait été la bienvenue. Les industries pharmaceutiques et phytosanitaires, probablement pas entièrement convaincues de l'intérêt de la manifestation, n'avaient pas encore délégué de représentants. Par ailleurs, les spécialistes des revêtements et du génie des procédés, dont les expériences auraient été les bienvenues, participaient à leurs congrès traditionnels respectifs qui se tenaient concurremment aux mêmes dates (Eurocoat à Lyon et réunion du Groupe Français du Génie des Procédés dans la région parisienne). Cette dernière observation pose clairement le problème du nombre encore trop grand et du manque de coordination de manifestations scientifiques qui conduisent ainsi à l'éparpillement. A ces défections, volontaires ou justifiées, s'ajoutent probablement une expérience encore insuffisante, quoiqu'en amélioration, du contact de scientifiques (ceux

en provenance de la Russie et de l'Europe de l'Est) et d'industriels (ceux du revêtement routier). Dernière raison, le découpage des ateliers est certainement le point qui a posé problème et conduit à la dispersion. Celui-ci s'est avéré trop conventionnel pour provoquer un vrai dialogue. A titre d'exemple, pourquoi discuter séparément la rhéologie en tant que technique de caractérisation et le comportement rhéologique de l'émulsion lors de l'application ? Pourquoi différencier le comportement des émulsions à l'application et les applications des émulsions ? Pourquoi mettre ensemble les techniciens par marchés et non par problèmes scientifiques ? La réflexion à l'avenir ne doit-elle pas porter sur ce découpage ? Les experts du revêtement routier, des matériaux de construction, des peintures et des encres sont tous concernés par le même système ternaire : une surface solide, minérale dans la plupart des cas, en présence d'une émulsion de polymères et d'une solution d'électrolytes. Pourquoi pas les rassembler autour du séchage de ce système ternaire ! Et les propriétés du film obtenu ?

## • L'efficacité des ateliers reste encore à améliorer

### Des acquis et des besoins

Préparée en collaboration avec les responsables des tables rondes et présentée par les responsables des thèmes lors de la dernière matinée du Congrès, la

synthèse des présentations et des discussions des journées précédentes sera publiée ultérieurement. Nous en retiendrons les faits saillants essentiels.

• **Des acquis dans la compréhension de la dynamique des émulsions grâce à de nouvelles observations globales et locales, aux interfaces**

Grâce à l'utilisation et au développement de techniques analytiques complémentaires, des avancées ont été faites dans la description de la **dynamique des émulsions**. Les techniques traditionnelles utilisées pour une description instantanée de l'émulsion, bien souvent après dilution de celle-ci (taille et distribution de taille...), ont été complétées par des techniques locales et globales pour rendre compte des phénomènes cinétiques qui interviennent lors de la préparation d'une émulsion et en conditionnent la stabilité. La vitesse de création des interfaces doit être adaptée à la vitesse de diffusion des émulsionnants de la solution vers les interfaces. Leur adsorption aux interfaces règle les forces d'interaction qui déterminent le comportement des gouttelettes (stabilité, floculation ou coalescence), qui lui-même conditionne l'évolution macroscopique de l'émulsion (séparation de phase par crémage ou sédimentation...). Le caractère réversible et dynamique de l'ensemble de ces phénomènes est maintenant bien établi.

Les techniques de **diffusion multiple** renseignent directement sur la position, la trajectoire et le déplacement moyen des gouttelettes, dans des

émulsions concentrées. Les techniques de **spectrométrie acoustique**, les **mesures rhéo-optiques** ainsi que les **mesures rhéologiques et diélectriques** permettent une description globale de l'émulsion. Le Congrès a donné l'occasion aux conférenciers de revenir sur les bases physiques de chacune de ces techniques et d'en rappeler l'intérêt ainsi que les limites.

Les mesures de **rhéologie interfaciale**, les techniques de **fluorescence** et de **microscopie** (confocale et cryo-MET) conduisent à des observations plus locales.

Mais, en dépit de ces progrès, il n'est toujours **pas possible de relier les descripteurs physico-chimiques d'une émulsion** (fraction volumique, taille des gouttes, tension-interfaciale...) **à son comportement rhéologique, statique ou dynamique** et, d'une manière plus générale, à ses propriétés d'usage — (stabilité, filmification, gélification). De même, sur le plan moléculaire, les interactions spécifiques entre tensio-actifs et polymères, presque toujours associés, ainsi que les phénomènes physiques à l'origine de la coalescence (fluctuation d'épaisseur des films membranaires ?) restent à décrire avec plus de précision.

\*

• **Développement de nouveaux émulsionnants à base de polymères naturels...**

Un recours, de plus en plus fréquent, à des produits d'origine naturelle comme émulsifiants, a été enregistré au cours de ces journées. Des produits d'origine végétale (protéines natives de graines de plantes, amidons modifiés, ou nouveaux polysaccharides, à partir de gomme d'acacia...), animale (caséines et gélatines éventuellement modifiées, lactoglobu-

lines...) ou microbienne (lipopeptides par *Bacillus subtilis*) ont été signalés. Mais, à notre connaissance, il ne s'agit encore que de produits en développement, **dont la pureté, la structure chimique et les propriétés physico-chimiques intrinsèques ne sont pas encore clairement établies.**

\*

• **Une technologie qui nous vient du Japon : les membranes**

Dans le domaine des technologies d'émulsification, le Congrès a souffert de l'absence des spécialistes du génie des procédés (*cf.* plus haut). Néanmoins, le potentiel que l'on peut attendre de **l'utilisation de membranes**, très utilisées au Japon, a été évoqué. Et il faut signaler simultanément des tentatives de recours aux phénomènes physico-chimiques d'auto-organisation moléculaire : **l'émulsification spontanée et l'inversion de phase** sont étudiées pour faciliter la

fabrication, et contrôler la reproductibilité des émulsions préparées.

Mais il ne faut pas se laisser griser par ces avancées intéressantes et mentionner que, si les aspects physico-chimiques et hydrodynamiques intervenant lors des procédés plus classiques d'émulsification sont à présent bien décrits séparément, leur influence réciproque doit encore être établie pour épauler efficacement les tentatives de modélisation et d'extrapolation des pro-

cedés qui sont tentées de plus en plus systématiquement. Celles-ci visent, en général, la préparation d'émulsions H/E mais restent encore inopérantes dans les cas plus difficiles que constituent la

fabrication des **émulsions multiples**, utilisées en agro-alimentaire ou les **suspo-émulsions** qui concernent les formulations agro-chimiques.

\*

• **Mais l'interaction entre physico-chimie et hydrodynamique de l'émulsion reste à décrire**

Il faut retenir la variété des contributions qui se situaient dans les applications des émulsions, allant des revêtements routiers (où il s'agit de gérer minutieusement la stabilité et la rupture des émulsions), à la cosmétique ou à la pharmacie en passant par les applications industrielles (industrie pétrolière, traitement des eaux, industrie textile...). Citons à titre d'exemple, pour rendre compte de la variété des apports, les deux présentations qui se sont vu attribuer le prix des meilleurs posters du thème IV. Il s'agit d'abord de la mise au point d'une **émulsion inverse eau dans fluoro-carbone**, en évaluation clinique pour le traitement du syndrome de détresse respiratoire par ventilation liquide (équipe CNRS-université de Nice), et ensuite d'un **nouveau matériau d'étanchéité** utilisable dans la consolidation de barrages et de tunnels à base d'une émulsion de bitume, de ciment, de bentonite et de billes de polyéthylène (équipe de l'université

d'Hokkaido). A côté de ces deux applications, retenons aussi la mise au point d'émulsions pour la **décontamination des sols par les hydrocarbures aromatiques polycycliques** (équipe du Centre de Recherche de Julich) ou la fabrication de **nanoparticules de lipides utilisables comme transporteurs de matières actives** en cosmétique ou en pharmacie (équipe de l'université libre de Berlin).

Les besoins exprimés par les industriels dans les applications se situent à plusieurs niveaux. Manque de connaissance dans le domaine des **émulsions concentrées** ou, plus précisément, sur le comportement des émulsions lors de leur concentration à l'application. Nécessité d'étudier les interactions d'une émulsion avec une surface, c'est-à-dire l'**hétérocoagulation**, pour laquelle les industries de la route ont commencé à faire des avancées significatives.

\*

• **Une utilisation des émulsions de plus en plus diversifiée...**

La longueur de ce résumé témoigne de l'intérêt d'une telle manifestation qui permet de croiser des expériences diverses mais complémentaires. Une brèche intéressante a été ouverte. Il faudra l'étayer et la canaliser avec d'autres initiatives nationales ou internationales.

Une méthode de travail en commun a été progressivement mise en place. Des ponts et des contacts ont été établis. Une écoute et une réflexion réciproques ont

permis de faire modestement le bilan des connaissances et du manque de connaissances, pour le meilleur profit des deux communautés en présence. Peut-être cette entreprise s'est-elle montrée trop ambitieuse, en se voulant d'emblée mondiale ? Ne faudrait-il pas la ramener au niveau européen, la doter de moyens qui permettraient de poursuivre et d'approfondir cette réflexion commune ?

• **Une expérience à poursuivre ?**