

CONTRÔLE NON DESTRUCTIF DU FOIE GRAS

NONDESTRUCTIVE TESTING OF FOIE GRAS

G. CORNELOUP, C. GUEUDRE, I. LILLAMAND
LCND, Laboratoire de Caractérisation Non Destructive,
Université de la Méditerranée, IUT Aix-en-Provence

F. FINE

CTCPA, Centre Technique de la Conservation des Produits Alimentaires, Avignon

Résumé

Le Centre Technique de la Conservation des Produits Alimentaires (CTCPA) mène depuis plusieurs années des recherches sur la fabrication de blocs de foie gras avec morceaux et émulsion. Pour garantir la qualité des produits, un procédé de contrôle non destructif du taux de morceaux de foie présents dans les blocs est nécessaire. Une étude a été menée par le LCND pour vérifier les potentialités de l'ensemble des méthodes non destructives. Différentes méthodes ont été testées : thermographie infrarouge, radiographie et tomographie X, micro-ondes, ultrasons. Cet article présente les résultats de l'étude et ouvre des perspectives de travail intéressantes.

Abstract

The Technical Centre of Food Products Conservation (CTCPA) performs researches for several years on the manufacture of blocks of foie gras with pieces and emulsion. To guarantee the quality of products, a technique of nondestructive testing of the rate of liver pieces present in blocks is necessary. A study was led by LCND to check the potentialities of the whole nondestructive methods. Different methods were tested: infrared thermography, X radiography and tomography, microwaves, ultrasounds. This article introduces the results of the study and opens interesting working prospects.

Contexte de l'étude

Les blocs de foie gras avec morceaux sont composés d'un mélange d'émulsion (foie récupéré, ou frais, et eau) et de morceaux calibrés de foie gras entier. Le décret N° 93-999-1993 précise que la masse totale des morceaux doit représenter au moins 30 % du produit fini. La taille initiale des morceaux (minimum 10g) dépend du procédé de fabrication et des contraintes mécaniques associées.

La teneur exigée en morceaux dans le produit fini dépend de paramètres comme la texture des morceaux, et le taux de fonte (exsudation lipidique) pendant le traitement thermique final. Une étude a montré qu'on pouvait avoir jusqu'à 60 % des produits prélevés à la production qui soient non conformes. Dans ces conditions, le suivi de la qualité des produits présente un enjeu important pour les fabricants. Il peut être effectué à trois niveaux :

- contrôle en ligne sur chaîne de production. Le produit contrôlé est cru et il convient de maîtriser la suite des opérations pour garantir la qualité du produit fini (produit cuit).
- contrôle en sortie d'autoclave. C'est ce qui est fait actuellement de manière destructive. Un échantillon de sept boîtes de 1 kg est prélevé sur chaque lot et analysé par un opérateur qualifié en séparant et pesant les morceaux. Ce contrôle est long, fastidieux et occasionne de nombreuses pertes (même si elles peuvent être réinjectées dans la

fabrication de l'émulsion). Et d'un opérateur à l'autre, vu la difficulté de la tâche, les résultats peuvent diverger (problème de fiabilité).

- contrôle du produit fini. Les conditionnements plus petits doivent également être contrôlés car un bloc de 1 kg conforme peut très bien donner, après découpe, des produits de type « blister » ou « duo » non conformes.

L'étude menée par le LCND a consisté à rechercher une méthode non destructive permettant de savoir sans ambiguïté si le taux de morceaux, dans une tranche ou un bloc de foie gras, est conforme à la valeur de référence utilisée lors de leur fabrication. Différentes techniques ont été testées (thermographie infrarouge, radiographie X, tomographie X, micro-ondes, ultrasons) et la tomographie X a montré un certain potentiel.

Caractéristiques physiques et acoustiques du foie gras

Les foies gras de qualité ne présentent pas de lésions macroscopiques. Ils ne possèdent ni hémorragies, ni zones de nécroses, ni tâches verdâtres. La trame conjonctive est distendue à l'extrême mais la capsule de Glisson, qui entoure le foie, reste intacte. Elle n'est détruite que lors de la préparation du foie (traitement thermique). L'hypothèse d'un tissu homogène peut donc être prise en compte.

La fonte lipidique résulte de l'exsudation extra-hépatique des lipides sous l'effet de la chaleur, lors du traitement thermique : les membranes plasmiques se rompent à ce moment. Les lipides s'échappent et se solidifient autour du foie gras, formant alors une couche jaune ou blanche. Cette graisse peut changer d'un état liquide à un état granuleux pour des températures proches de 20°C, et ceci a un effet important sur la propagation des ondes.

Woodard et White [1] ont réalisé une synthèse des densités et pourcentage massique de 56 tissus humains, prélevés, en bonne santé. Le foie possède une densité proche des autres tissus (1060 kg/m³). La graisse se distingue par sa faible densité (950 kg/m³). Les compositions chimiques du foie humain et du canard sains sont très proches.

Concernant la vitesse des ondes de compression, de nombreuses données ont été obtenues sur l'homme et sur différents mammifères [2], avec des valeurs moyennes pour le foie de 1575 m/s, et pour la graisse de 1466 m/s. Les ordres de grandeur de l'atténuation ainsi que sa dépendance fréquentielle sont les mêmes pour la graisse et le foie sain, et augmentent pour un foie cirrhotique (les tissus se figent et deviennent plus élastiques). Cette courbe peut être un indicateur de la propriété d'un tissu [3].

Les graisses sont formées de molécules qui peuvent se recombinaison, se cristalliser ou se polymériser, donnant des caractéristiques macroscopiques très différentes (teinte, texture, viscosité). Des sollicitations en cisaillement, à des fréquences de l'ordre du kHz, modifient aussi la structure des graisses. La célérité des ondes de compression peut alors chuter brutalement de 50 m/s quand le milieu passe d'une phase émulsifiée à une phase fluide [4]. En conséquence, la qualité des mesures requiert une bonne maîtrise de la température.

Caractérisation par ultrasons

Un montage (figure 1) en transmission au contact (1 MHz) a d'abord été réalisé pour obtenir la vitesse et l'atténuation des ondes longitudinales, le foie gras jouant lui-même le rôle de couplant. L'épaisseur de foie gras traversée a été maîtrisée par un empilement de cales étalons. Le produit était issu d'un bloc de 1kg conditionné en boîte métallique. Toutes les mesures (3 campagnes d'essai A, B, C) ont été effectuées après la sortie de chambre froide à 10°C.



Figure 1 : montage

Les premiers essais (A) ont montré un écart significatif obtenu entre émulsion et morceaux, en vitesse et en atténuation. Pour les essais B et C, l'écart obtenu entre l'émulsion et les morceaux en vitesse et en atténuation n'est pas exploitable. La quantité de graisse présente à l'extrémité des boites et au milieu des pains de 1 kg est en effet différente entre les 3 campagnes: absence de fonte lipidique sur les essais A, observation d'une forte fonte lipidique sur les essais B et C.

La présence d'une quantité croissante de graisse atténue le signal acoustique, réduit la précision, masque les différences de vitesse de propagation et d'atténuation entre l'émulsion et les morceaux. Les écart-types obtenus représentent alors près de 50% des valeurs obtenues entre les produits de référence, limitant fortement la faisabilité de l'application (tableau 1).

		Vitesse OL (m/s) moyenne / écart-type	Atténuation OL (dB/cm) moyenne / écart-type
Foie gras cuit A	Emulsion A	1564 / 27	2.2 / 1.3
	Morceaux A	1616 / 29	8.9 / 0.9
Foie gras cuit B	Emulsion B	1554 / 11	2 / 1.7
	Morceaux B	1548 / 25	2.3 / 1.1
Foie gras cuit C	Emulsion C	1600 / 10	4.2 / 2.3
	Morceaux C	1627 / 10	5.1 / 1

Tableau 1 : résultats des mesures ultrasonores (essais A, B, C)

Le produit a ensuite été contrôlé directement dans le conteneur métallique. Les essais sont réalisés en immersion assurant un couplage plus facile compte tenu de la géométrie cylindrique de la boite. Le montage effectué (figure 2) met en œuvre deux transducteurs en ondes longitudinales de 5Mhz et 0.5" positionnés comme le montre la figure ci-contre. Une acquisition dans l'eau permet d'obtenir la vitesse et l'atténuation relatives des OL (figure 3)

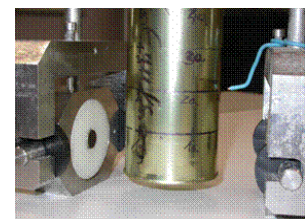


Figure 2 : montage

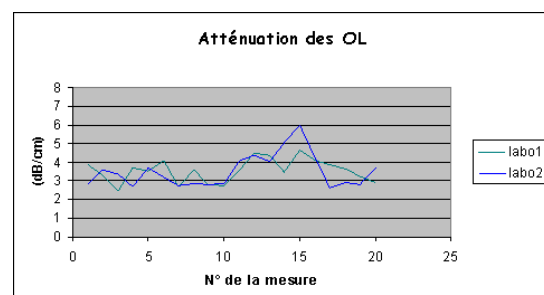
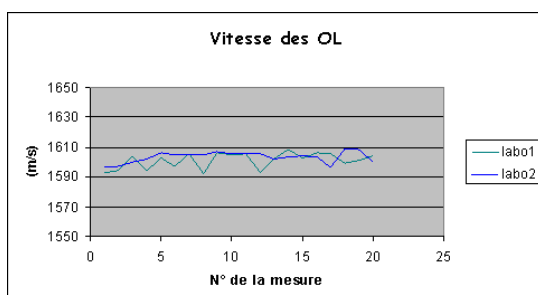


Figure 3 : résultats en vitesse et atténuation

Le potentiel des ultrasons avait semblé intéressant pour le contrôle du foie gras cru, avec des différences nettes, pour les deux indicateurs (vitesse et atténuation) entre morceaux et émulsion. Malheureusement, après cuisson, on note une forte influence de la graisse sur les mesures, qui est d'autant problématique que la fonte lipidique est variable. Les méthodes échographiques ont donc été écartées pour le problème posé.

Caractérisation par thermographie infrarouge

Les essais de thermographie infrarouge ont été réalisés en collaboration avec le Département de Recherche sur la Fusion contrôlée du CEA Cadarache. Ils ont été principalement menés sur des blocs de foie gras sortis de leur emballage métallique. Un bloc de foie gras (figure 4.1) sorti du réfrigérateur se réchauffe jusqu'à température ambiante. On a extrait une image infrarouge (figure 4.2), puis celle-ci a été recadrée en niveaux de gris afin d'en augmenter le contraste. Les différences de niveaux de gris observées (figure 4.3) expriment une différence de température égale au maximum à environ 3°C, principalement due à la présence de graisse externe (fonte lipidique) qui entoure le bloc de foie gras et ne nous renseigne pas sur une discrimination possible entre l'émulsion et les morceaux de foie.

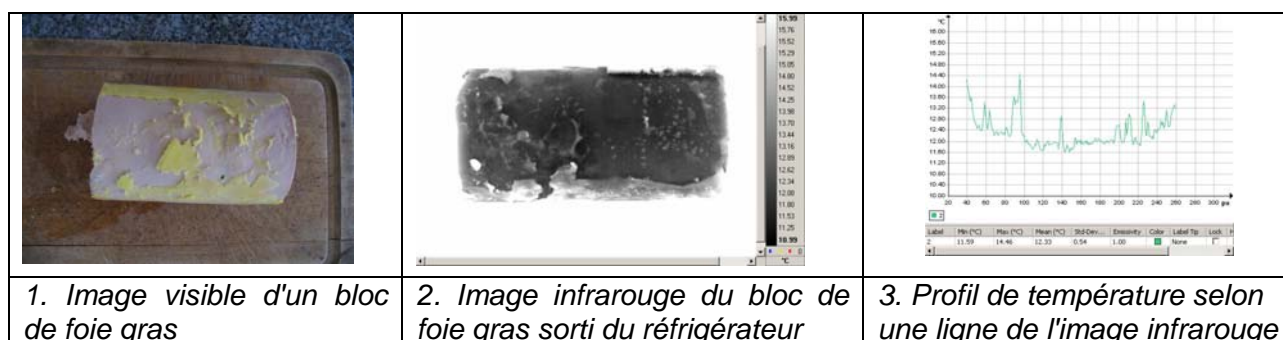


Figure 4 : résultats de thermographie, foie gras sorti du réfrigérateur

La même expérience conduite sur une tranche dépourvue de graisse externe montre une différence de température de l'ordre de 0.5°C. Pour espérer augmenter cet écart, on décide de stimuler les tranches en les chauffant préalablement grâce à une lampe de 1000 W pendant 8 minutes. L'enregistrement du film se fait au refroidissement. La figure 5 montre les images visible et infrarouge. L'écart de température a augmenté et vaut environ 2 °C. Malheureusement, cette tendance n'est pas observable en tout point de la zone correspondant au morceau de foie.

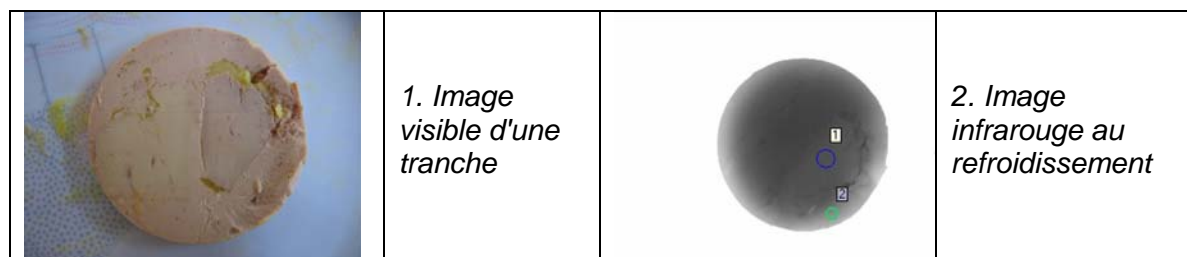


Figure 5 : résultats de thermographie, foie gras chauffé et refroidi naturellement

On chauffe alors la tranche par une lampe de 1000 W, comme précédemment, mais cette fois on accélère son refroidissement en la disposant sur des glaçons. Un morceau de foie est disposé à côté de la tranche pour servir d'étalon (figure 6).

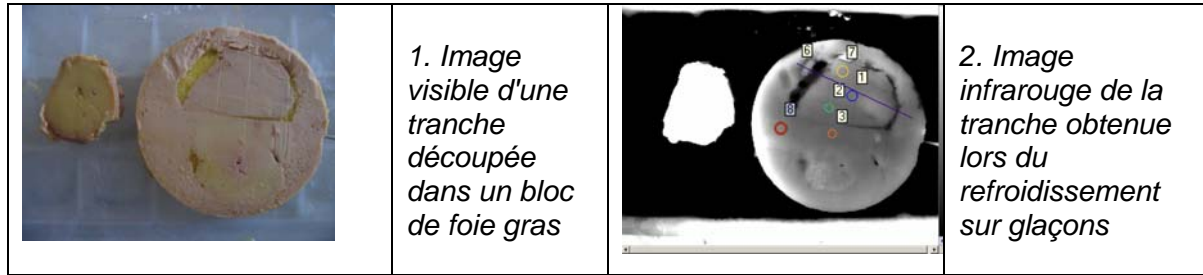


Figure 6 : résultats de thermographie, foie gras chauffé et refroidi sur glace

Si l'on regarde les niveaux de gris de l'image infrarouge de la figure 6.2 (confirmé également par l'image visible en figure 6.1), on constate qu'un fort contraste est obtenu entre le morceau de foie et l'émulsion, du fait de la graisse qui apparaît suite à l'élévation de température (fusion vers 30 °C). Les profils de température, calculés à différents instants sur le film, confirment cette tendance. Notamment pour le profil en début de film où en fin de phase de chauffage, on observe un écart de température de 4°C.

Il est donc possible de discriminer l'émulsion du morceau de foie, mais cette opération n'est évidemment pas envisageable dans le cas industriel. La discrimination de l'émulsion par rapport au foie gras n'est donc pas possible par thermographie infrarouge.

Caractérisation par micro-ondes

Les mesures ont été réalisées en collaboration avec la société AFM Instrumentation (figure 7). Les ondes émises sont des ondes électromagnétiques polarisées. Pour des matériaux non-métalliques la propagation est essentiellement sensible à la permittivité des milieux. Pour des matériaux comme le foie gras les ondes se propagent dans tout le matériau.

Il s'agit d'ondes hyperfréquences (bien plus élevées que pour des courants de Foucault). Nous avons travaillé avec des longueurs d'ondes de 3 cm dans le vide (monochromatique entretenue). Il est cependant possible d'émettre et d'enregistrer des ondes impulsionnelles large bande. Il est possible d'utiliser différents diamètres ou des adaptateurs afin de contrôler le diamètre du faisceau micro-onde. En pratique, les mesures ont été réalisées au contact. Les sondes fonctionnent en émission / réception. Pour cela, il est nécessaire de positionner le foie gras entre la sonde et un réflecteur (une plaque en acier). Il est cependant possible d'envisager des mesures en transmission.



Figure 7 : matériel AFM

A la réception on enregistre le déphasage de l'onde et son amplitude. L'information obtenue est une moyenne intégrée sur toute la longueur de propagation. Les sondes ne nécessitent pas de couplant et ne sont pas perturbées par une épaisseur de film plastique ou d'air. Il est donc possible d'envisager des mesures au contact ou à distance. On peut ajouter que les sondes ne sont pas perturbées par de grandes variations thermiques. Il est donc possible de réaliser des mesures juste en aval de la chaîne de pasteurisation.

La première campagne a été réalisée sur les blisters à travers leurs emballages et sur des tranches de 1 à 2 cm d'épaisseur (inférieure à la longueur d'onde) tirées des échantillons de 1kg. Nous avons observé la variation de la mesure en phase et en amplitude en déplaçant la sonde le long d'une ligne sur un blister où se trouvait des morceaux de foie gras ainsi que des morceaux d'émulsion (mesures perpendiculaires à la section).

Un bloc de 1 kg de mélange émulsion, foie gras cru a ensuite été coupé en deux, puis à nouveau en deux, etc. Chaque échantillon a été sondé le long de sa génératrice au centre suivant deux directions de polarisation perpendiculaires avec une sonde de 4 cm de diamètre. Pour chaque hauteur, on a réalisé deux mesures dans l'air (une par polarisation).

Il semble que l'information en « amplitude » ne soit pas adaptée pour quantifier la constitution du foie gras. Nous avons ensuite étudié la phase suivant la polarisation ainsi que la différence de phase vis-à-vis de mesures étalons réalisées dans l'air. Même si il semble possible de tirer des informations sur la composition des blocs à partir de la différence de phase, les mesures réalisées sont trop bruitées (surtout dans l'air) pour pouvoir tirer des conclusions claires. Notamment sur la pertinence à utiliser la différence de phase pour extraire une information sur la composition du morceau.

Les résultats obtenus sont trop aléatoires pour espérer un contrôle industriel. Le développement de la technique est nécessaire pour envisager son utilisation dans le cadre de cette étude.

Caractérisation par radiographie et tomographie X

Les essais ont été réalisés en collaboration avec le laboratoire CNDRI (Contrôle Non Destructif par Rayonnements Ionisants) de l'INSA de Lyon.

Le faible contraste en densité entre l'émulsion et les morceaux de foie a empêché leur discrimination par radiographie X, sauf en cas de présence de graisse entourant les morceaux de foie. Les essais de tomographie X ont été menés sur des blocs de foie gras dans leur emballage métallique. Deux blocs ont servis au réglage des paramètres d'acquisition (un bloc témoin composé uniquement d'émulsion, et un autre composé uniquement de morceaux).

Les essais de tomographie se sont déroulés en 2 temps:

- une étape d'acquisition des projections de l'objet (bloc de foie gras) est obtenue grâce à une mise en rotation de cet objet (incrément de 0.5° soit 720 projections disponibles). Il s'agit ici d'acquérir des informations indirectes sous différentes incidences (figure 8). Ces informations représentent pour chaque incidence un profil d'atténuation. Les images de projection sont systématiquement traitées par mise à plat afin d'en améliorer le contraste.
- une étape de reconstruction qui consiste à reconstruire l'image de la coupe désirée de l'objet à partir de ses projections. L'algorithme de rétroprojection filtrée a été utilisé.

Les résultats de tomographie (figure 9) ont été obtenus sur un bloc contenant un mélange émulsion - morceaux à 30 %. Sur l'image radiographique du bloc, on distingue nettement en partie supérieure la présence d'un objet contrasté que l'on retrouve sur la coupe tomographique 53. Il s'agit d'un morceau de graisse de dimension non négligeable. La coupe 10 montre la présence de deux morceaux de foie, non identifiables sur les images radiographiques d'où l'intérêt de cumuler des informations prises sous différentes incidences pour clarifier l'interprétation. La coupe 53 montre, en plus du morceau de graisse, de la "frisée" qui correspond à des petits morceaux de foie mélangés à de l'émulsion, d'où un contraste plus faible (par comparaison avec le foie de la coupe 10 par exemple). Les coupes 272 et 485 montrent des morceaux de foie de dimensions variables.

Les résultats sont encourageants, ils montrent la possibilité de discriminer les morceaux de foie de l'émulsion. Il est possible d'augmenter la précision des images de reconstruction en diminuant l'incrément de manière à acquérir un nombre de projections plus important (au détriment du temps de calcul).

Le bloc de foie a ensuite été analysé (figure 8) par un opérateur qualifié du CTCPA pour en extraire les morceaux de foie (contrôle destructif par pesée). On obtient, sur le faible nombre d'échantillons traités au cours de la première expérimentation, une proximité des résultats inférieure à 2 % entre la méthode tomographique RX et la méthode de référence, en intégrant les morceaux inférieurs à 10 g.



Figure 8 : analyse destructive

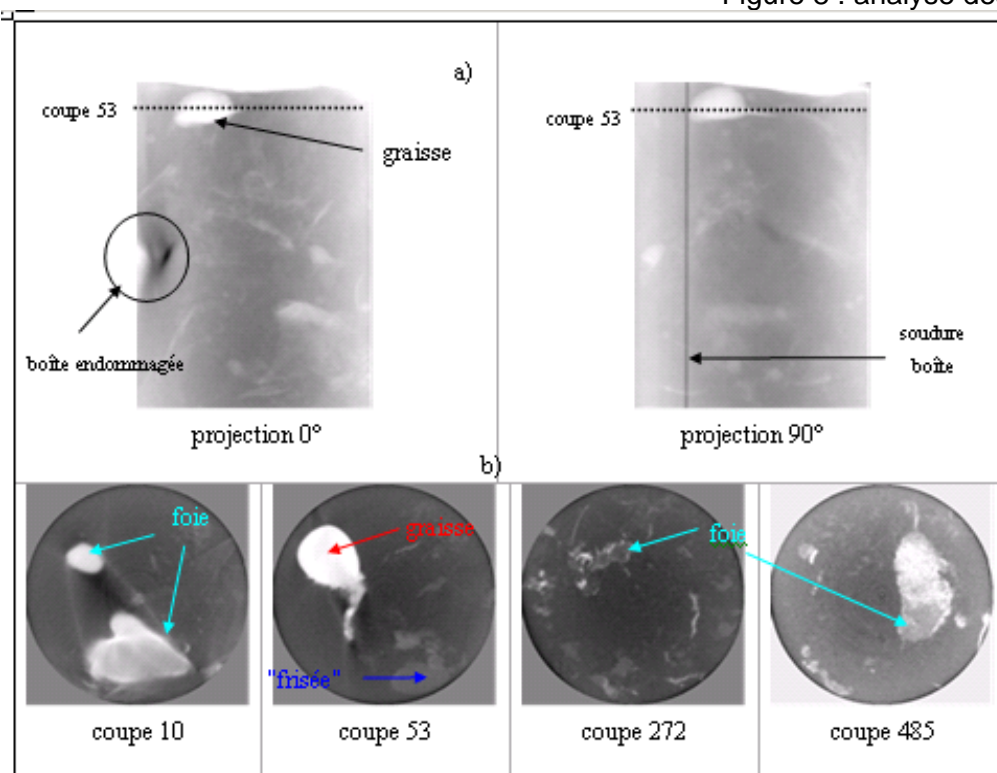


Figure 9 : résultats de tomographie X

Conclusion générale

La méthode tomographique constitue à ce jour la meilleure réponse vis-à-vis de la discrimination des trois phases graisse, émulsion, morceaux, et leur quantification pondérale. Des écarts de densité de 1% sont potentiellement détectables en tomographie, si les conditions optimales de réglage, pendant la phase d'acquisition des projections, sont correctement choisies.

L'expérimentation doit être poursuivie pour la qualification des résultats obtenus, et la faisabilité technico-économique d'une implantation sur site de production.

Références bibliographiques

- [1] Woodard H.Q., White D.R, The composition of body tissues, The British Journal of Radiology, 59, 1986, p 1209-1219

- [2] Mountford RA, Wells PNT., Ultrasonic liver scanning, the quantitative analysis of the normal A-scan ; Phys. Med. Biol. 17, 1972, p 14-25.
- [3] Landini L, Orientation and frequency dependence of backscatter coefficient in normal and pathological breast tissues, Ultrasound in Med. & Biol., Vol. 13(2), 1987, p 77-83.
- [4] Sato K., Solidification and phase transformation behaviour of food fats – a review ; Fett/Lipid 101, 1999, p 467-474