

## Mesure de la dureté des granulés à l'aide de l'appareil « SCHLEUNIGER »

### 1. Contexte et objectif de l'étude

La dureté correspond à la mesure de la résistance à l'écrasement des granulés lorsqu'ils sont soumis à une force de compression. Cette mesure permet d'évaluer la cohésion du granulé (résistance à l'écrasement) et l'effort déployé par l'animal lors de la mastication.

En France, plusieurs méthodes sont utilisées pour mesurer cette caractéristique des granulés, les méthodes Kahl, Sodexim, INRA (Tecaliman 1994). En Suisse et en Hollande, le secteur de l'alimentation animale utilise depuis plusieurs années une méthode de mesure de la dureté des comprimés pharmaceutiques (méthode Schleuniger 6 D), cependant aucun résultat n'a été publié sur l'application de cette méthode aux granulés d'aliments composés.

L'objectif de l'étude réalisée par Tecaliman et la Coopérative de Broons (22) est de déterminer les performances de la méthode Schleuniger 6 D à la mesure de la dureté des granulés d'aliments composés.

### 2. Matériels et méthodes

#### 2.1. Principe

La méthode utilisée pour évaluer les performances de l'appareil Schleuniger 6D 400N (S6D) est proche de celle proposée dans la norme AFNOR V03 - 110 - Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse quantitative par rapport à une méthode de référence. Quatre actions sont ainsi conduites:

- L'étalonnage et l'évaluation de la linéarité de l'appareil "S6D"
- L'évaluation de la répétabilité des mesures obtenues avec l'appareil "S6D"
- L'étude des relations entre les valeurs obtenues à l'aide d'une méthode de référence et celles obtenues avec l'appareil "S6D".
- Etude des relations entre deux méthodes d'utilisation de l'appareil "S6D".

#### 2.2. Mode d'expression des résultats de dureté

La dureté est généralement exprimée en kg-force ou en Newton.

Pour comparer les différentes méthodes de mesure et les différents lots de granulés, il est nécessaire d'utiliser un mode d'expression commun (Melcion 1981), c'est à dire de tenir compte de la longueur du granulé sur laquelle est effectuée la mesure et du diamètre du granulé. Ceci conduit à retenir le Mégapascal (Mpa) comme unité d'expression de la dureté des granulés.

$$\text{Dureté en Mpa} = \frac{\text{Dureté mesurée} \times 2K}{L \times 3.14159 \times D \times 1000}$$

ou

$$K = 1, \quad \text{si la dureté mesurée est en deca-Newton}$$

$$K = 0,98665, \quad \text{si la dureté est exprimée en kilogramme-force}$$

$L$  (cm) = Longueur du ou des granulé (s) sur laquelle agit la force de compression

$D$  (m) = diamètre du granulé.

#### 2.3. Méthode Schleuniger

Un granulé est disposé horizontalement sur un plateau, entre deux plaques verticales. La première plaque ou piston est mobile, elle est équipée d'un capteur de force.

En se déplaçant, elle comprime le granulé sur la plaque fixe ou mâchoire. La force de compression est analysée au cours de cette opération, ce qui permet de déterminer la force de rupture du granulé. Cette valeur est enregistrée et affichée (elle est exprimée en Newton). L'appareil peut être connecté à une imprimante et les données traitées par un logiciel statistique.

Plusieurs types de mâchoires peuvent être utilisés: une mâchoire pointue (fig. 1), une mâchoire plate (fig. 2) ou une mâchoire carrée (fig.3).

La longueur de la mâchoire plate est supérieure à celle d'un granulé, il s'ensuit que pour déterminer la dureté des granulés en Mpa, il est nécessaire de mesurer au pied à coulisse la longueur des granulés ( $L$ ).

La mâchoire carrée, fabriquée pour les besoins de l'étude, a une longueur égale à celle du piston d'une pince Kahl (0,64 cm). Cette longueur étant généralement inférieure à la longueur des granulés,

la longueur  $L$  sur laquelle est effectuée la mesure est donc constante et égale à 0,64 cm.

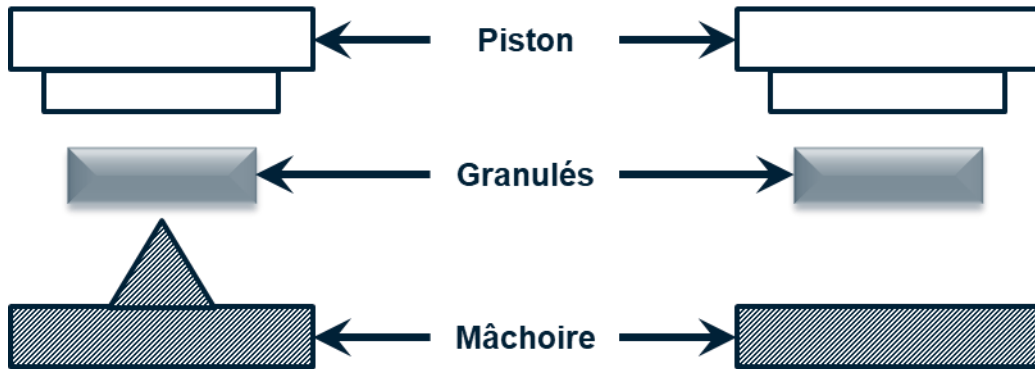


Figure 1 : mâchoire pointue

Figure 2 : mâchoire plate

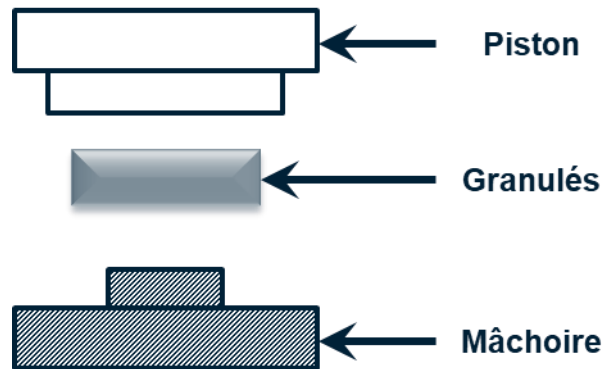


Figure 3 : mâchoire carrée

Le nombre de granulés à analyser par échantillon est déterminé au fur et à mesure de l'analyse, de façon à avoir une précision de 5% sur la dureté moyenne de l'échantillon.

Selon la variabilité de la dureté des granulés à l'intérieur d'un échantillon, le nombre de granulés caractérisés est compris entre 40 et 70.

## 2.4. Etalonnage de l'appareil Schleuniger

L'étalonnage est une opération nécessaire pour éviter que les duretés mesurées en contrôle de routine soient entachées d'erreurs, en raison d'une dérive du capteur ou de l'électronique de l'appareil. L'étalonnage de l'appareil "S6D" est une opération simple à mettre en oeuvre et rapide. Elle est réalisée en plaçant verticalement l'appareil et en disposant, à l'aide d'une pièce spécialement adaptée, des poids étalonnés sur le capteur de force (piston).

Ultérieurement, lors des mesures, la date du dernier étalonnage apparaît sur chaque document imprimé.

## 2.5. Evaluation de la linéarité des mesures de l'appareil Schleuniger

L'objectif de cette partie de l'étude est d'évaluer la capacité de l'appareil à donner des résultats proportionnels à la dureté de l'échantillon, sur la totalité de son échelle de mesure.

La méthode consiste à mettre l'appareil en position étalonnage et à utiliser des poids étalonnés afin d'établir la liaison entre les poids mesurés et les valeurs lues. Le traitement statistique des résultats, coefficient de corrélation, droite de régression, pente de la droite de régression, permet de juger de la linéarité de la méthode de mesure.

## 2.6. Evaluation de la répétabilité de la méthode Schleuniger

La répétabilité est définie comme l'écart entre les résultats de mesures obtenus dans un même laboratoire, avec la même méthode, sur un matériau identique (granulé) soumis à la mesure par le même opérateur, utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps.

Le protocole nécessaire à la détermination de la valeur de répétabilité ( $r$ ) consiste, à analyser 50 échantillons en double, à calculer l'écart type de répétabilité ( $Sr$ ) à partir des différences en valeurs absolues entre doubles et à calculer  $r$  à l'aide de la formule :

$$r = 2,8Sr.$$

La valeur de répétabilité  $r$  est la valeur en dessous de laquelle on peut estimer que la différence absolue entre deux mesures sur le même échantillon (granulé) se situe à une probabilité de 95%. En pratique, cela signifie que deux résultats individuels de dureté, obtenus sur le même échantillon, doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de  $r$  et qu'une méthode répétable est une méthode pour laquelle 95% des écarts absolus entre 2 valeurs d'une paire sont inférieurs ou égaux à  $r$ .

L'application de cette méthode nécessite la réalisation de mesures en double sur 50 échantillons ou granulés.

Etant donné que :

- la mesure de la dureté des granulés est destructive et qu'il n'est donc pas possible de réaliser deux fois la même mesure sur le même granulé
- dans un lot de granulés d'une même fabrication, la variabilité de la dureté des granulés est importante, l'étude de la répétabilité est réalisée à l'aide de poids étalons sur l'appareil en position étalonnage, pour cela les mesures sont réalisées en double sur 50 masses comprises entre 3 et 50 kg.

## 2.7. Etude des relations entre les valeurs obtenues à l'aide d'une méthode de référence et celles obtenues avec l'appareil Schleuniger

### 2.7.1. Méthode de référence

Il existe deux méthodes de référence, la méthode Kahl et la méthode INRA (Melcion 1981). Pour des raisons de rapidité et de maîtrise de sources d'erreurs liées à l'opérateur, la méthode INRA est sélectionnée comme méthode de référence (Tecaliman 1994).

Le matériel utilisé est composé d'un compressomètre Lhomargy CM12 relié à une table traçante. Cet ensemble permet de mesurer la dureté des granulés sur une prise d'essais constituée de 20 cm de granulés (soit environ 20 granulés). La mesure est répétée 6 fois par échantillon, soit au total environ 120 granulés par échantillon à analyser.

### 2.7.2. Granulés

Les échantillons granulés proviennent de lots d'aliments fabriqués à l'usine de la Coopérative de Broons. Chaque échantillon, d'une masse d'environ 1,5 kg, est prélevé en une seule fois, à la sortie du refroidisseur, lorsque la ligne de granulation a atteint un régime de fonctionnement stable.

Le diamètre des granulés est de 5 mm, ils proviennent pour la plupart de lot d'aliments porcs.

## 3. Résultats

### 3.1. Linéarité de l'appareil S6D

La réponse de l'appareil Schleuniger 6D 400N est linéaire. En effet, les résultats obtenus montrent :

- qu'il existe une relation linéaire ( $y = ax + b$ ) entre la dureté des échantillons (poids étalon) et la valeur mesurée au S6D.
- que la pente de la droite est voisine de 1 ( $a = 1,001$ ),
- que cette droite passe pratiquement par l'origine ( $b = - 0,003$ )
- que le coefficient de détermination  $R^2$  est égal à 0,9999.

### 3.2. Répétabilité de l'appareil S6D

La valeur de répétabilité ( $r$ ) est égale à 0,39. Le nombre d'écarts entre paires, inférieurs à  $r$ , est de 48 soit 96%. Ce pourcentage étant supérieur à 95%, la méthode peut donc être jugée comme répétable.

### 3.3. Etude des liaisons entre les méthodes de mesure de la dureté

Le tableau 1 résume les relations existantes entre les différentes méthodes de mesure de la dureté. Les liaisons entre la méthode de référence et la méthode S6D sont faibles ( $R^2$  égal à 0,59 et 0,81) alors que celle entre les deux modes d'utilisation de l'appareil S6D est élevée ( $R^2 = 0,95$ ).

Il semble que la mesure de la longueur du granulé nécessaire à la réalisation de la mesure de la dureté dans le cas des méthodes INRA et S6D-mâchoire plate est à l'origine d'une source d'erreurs qui entache la qualité de la relation entre ces deux méthodes.

Comparaison	Nombre d'échantillons analysés	R <sup>2</sup>	Equation de l'estimation
S6D mâchoire pointue/INRA	33	0.59	Y = 2,763 X + 8,434
S6D mâchoire plate/INRA	33	0.81	Y = 1,499 X - 0,385
S6D mâchoire carrée/ S6D mâchoire pointue	22	0.95	Y = 0.527 + 0.271

Tableau 1 : Relation entre les différentes méthodes de mesure

## 4. Conclusion

La méthode de Schleuniger répond aux critères obligatoires d'une méthode d'analyses (bonne répétabilité et linéarité, étalonnage rapide et simple à mettre en oeuvre), elle peut donc être retenue pour mesurer la dureté des granulés en alimentation animale.

Parmi les trois types de mâchoires utilisés (pointue, plate, carrée), les mâchoires carrées ou pointues semblent les mieux adaptées, car elles permettent de réaliser des mesures sans nécessiter la mesure de la longueur des granulés ce qui limite les sources d'erreurs et le temps nécessaire aux mesures.

Par rapport à la mâchoire pointue, la mâchoire carrée présente l'avantage d'opérer dans des

conditions proches de la méthode INRA et dans l'état de nos connaissances elle peut être considérée comme supérieure à cette dernière, car elle est à la fois plus rapide, moins coûteuse et plus précise (tableau 2).

Pour valider ces résultats, il serait intéressant de réaliser une étude complémentaire en :

- comparant la méthode Schleuniger 6D à la méthode Kahl
- utilisant des granulés de faible dureté, car ce sont des produits difficiles à caractériser avec les méthodes habituelles (ex. Aliment Dindon croissance)
- évaluant la possibilité d'utiliser la méthode Schleuniger 6D comme méthode de référence en alimentation animale.

Méthodes	Nombre total de granulés à caractériser par échantillon avec une précision de 5 à 6%	Temps nécessaire pour mesurer la dureté d'un échantillon de granulés	Coût du matériel en F. H.T.
INRA	120	24 minutes	
S6D mâchoire pointue ou carrée	40 à 100	7 à 17 minutes	30.500
S6D mâchoire plate	40 à 100	14 à 34 minutes	30.500
Kahl manuel	55 à 100	30 à 54 minutes	
Kahl motorisée	55 à 100	23 à 42 minutes	

Tableau 2 : Mesure de la dureté des granulés - Eléments de calcul des coûts

## 5. Bibliographie

J.P. Melcion 1981, Préviation de la valeur nutritive des aliments des ruminants, INRA Publication, 307-323.

Tecaliman 1994, Bulletin n°38 - Comparaison de différents appareils de mesure de la dureté des granulés.