

Comparaison des mesures de la dureté des granulés avec plusieurs appareils

La dureté des granulés est, comme la durabilité, un critère d'appréciation de la cohésion des granulés, mais elle est davantage reliée aux aspects zootechniques (préhension, mastication animale). La mesure de la dureté consiste à évaluer la résistance à l'écrasement de granulés dans leur partie longitudinale.

La valeur de dureté correspond à une tension maximale de compression mesurée au moment exact de la rupture du granulé.

1. Appareils

1.1. Duromètre Schleuniger 6D

L'appareil (Figure 1) est surtout utilisé dans le secteur pharmaceutique pour la mesure de la dureté des comprimés.

La mesure donnée par l'appareil est uniquement la tension correspondante à la rupture du granulé.

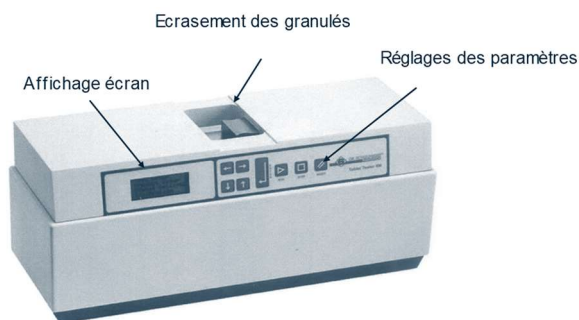


Figure 1 : Duromètre Schleuniger 6D

Le duromètre de table est semi-automatique, il suffit à l'opérateur de déposer un par un les granulés en fonction du cycle programmé entre chaque écrasement. Il est possible de l'utiliser avec un logiciel d'exploitation.

Les valeurs de duretés sont données en Newton (N), mais aussi dans d'autres unités comme les kiloponds (Kp ou Kilogrammes-forces), les Strong Cobbs (Sc) ou les Livres (Lb).

L'appareil a l'avantage de pouvoir être étalonné sur place à l'aide d'une masse étalon de 5 kg fournie par le fabricant.

La tension de rupture étant fonction de la longueur de chaque granulé sollicité, il est nécessaire de

mesurer leur longueur au pied à coulisse avant chaque écrasement.

Pour améliorer la précision et la rapidité des mesures, Tecaliman, qui utilise l'appareil depuis 1997, a fait fabriquer des mâchoires spécifiques (Figure 2) de longueurs inférieures à celles des granulés (6.4 mm et 3 mm) et qui permettent d'appliquer sur chaque granulé une surface d'écrasement identique (voir i'Tec_G2).

Ainsi, la tension de rupture est toujours appliquée sur une même longueur de granulé, ce qui évite ainsi l'utilisation fastidieuse et souvent imprécise du pied à coulisse.

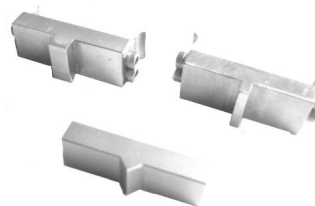


Figure 2 : Exemple de mâchoire

1.2. Duromètre Sviac (500 Newton)

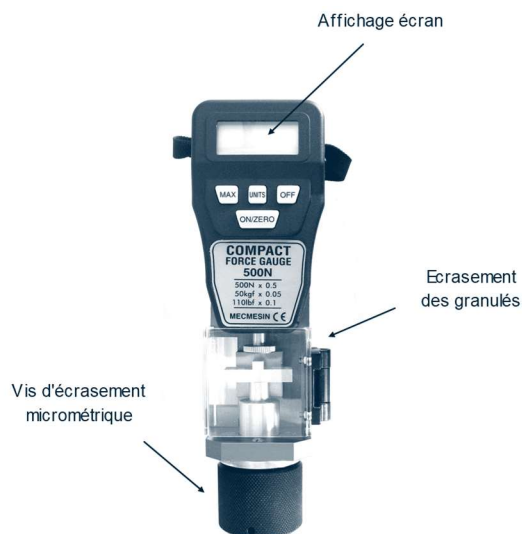


Figure 3 : Duromètre Sviac

Cet appareil portable, peu connu (Figure 3) en

alimentation animale, permet comme le Schleuniger 6D de mesurer la dureté de chaque granulé. Comme pour le duromètre Schleuniger, la mesure donnée par l'appareil est uniquement la tension correspondante à la rupture du granulé.

Les valeurs de duretés sont données en Newton (N), mais aussi dans d'autres unités comme les Kilogrammes-forces (Kgf) ou les Livres-forces (Lbf).

Les granulés sont écrasés manuellement un par un contre le capteur de force à l'aide d'une molette micrométrique qui permet de ralentir et d'amortir l'approche.

Comme pour le Schleuniger, Tecaliman a fait l'acquisition de cet appareil et a fait modifier la mâchoire d'écrasement pour s'affranchir de la mesure de chaque granulé.

1.3. Duromètre Kahl motorisé

Le duromètre Kahl (Figure 4) propose une version modernisée de la pince kahl (voir i'Tec_G2) connue depuis longtemps en alimentation animale.

Cette version est plus récente que la version motorisée testée au moment de la publication de la fiche technique n°9.



Figure 4 : Duromètre Kahl motorisé

Les granulés sont écrasés verticalement un par un par une mâchoire dimensionnée (cône tronqué) par la société pour afficher une dureté kahl ou en Newton (N).

L'appareil Kahl utilise une mâchoire d'écrasement de dimensionnement spécifique pour laquelle il est difficile de déterminer la surface en contact avec le granulé. La mesure ne peut donc pas être ramenée par unité de surface. Il n'a pas été possible de le comparer avec les autres appareils.

1.4. Duromètre Instron 5543 (1000 Newton)

Ce système de mesure sophistiqué (Figure 5) permet d'enregistrer la charge de compression en fonction du déplacement du plateau de compression.

Piloté par un logiciel d'exploitation approprié, il permet d'étudier, de façon dynamique, la résistance à l'écrasement du granulé entier (Figure 6), ou d'un groupe de granulés et éventuellement leur rupture.

Les granulés entiers sont écrasés verticalement sur toute leur longueur sur un plateau. La force d'écrasement étant appliquée sur la totalité du plateau, il est nécessaire de mesurer chaque granulé ou la totalité de la longueur avec un pied à coulisse avant chaque écrasement, afin de comparer les résultats.

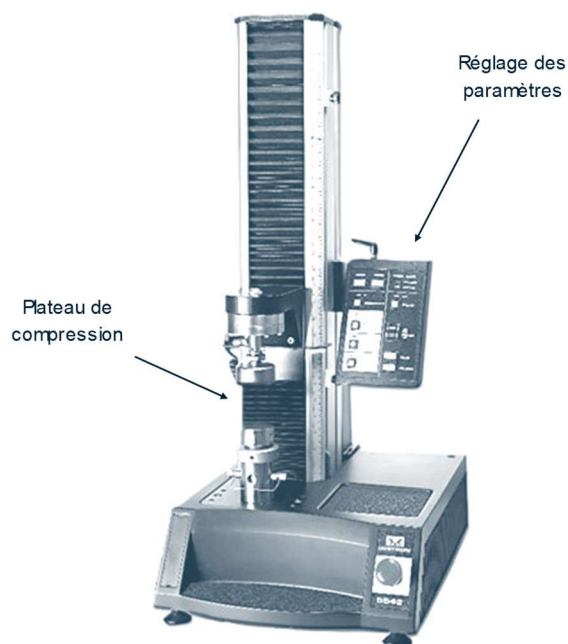


Figure 5 : Duromètre Instron 5543

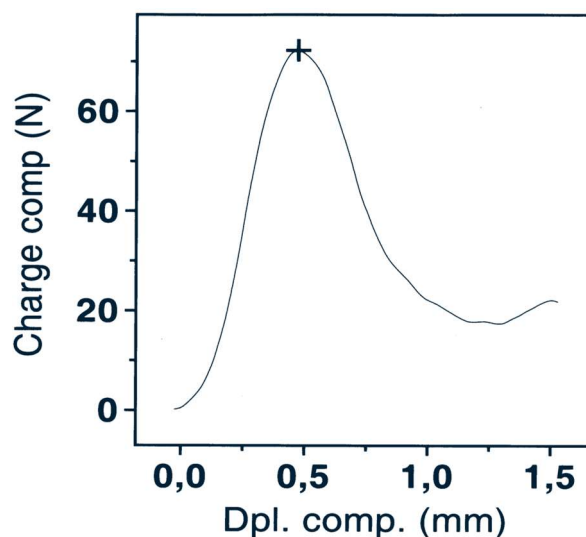


Figure 6 : Exemple de courbe

2. Expression de la dureté

La force ou tension de rupture est le plus souvent exprimée en Newton (N) ou en kilogramme-forces (Kgf) par les appareils de mesure.

Pour comparer les granulés de même diamètre, il est nécessaire de connaître la longueur d'écrasement du granulé (application de la force).

Les mâchoires de beaucoup d'appareils permettent la comparaison, à condition que le granulé soit plus long.

La dureté est alors exprimée en N/cm :

$$\text{Dureté (N/cm)} = \frac{F}{L}$$

Dureté exprimée en N/cm

F = Force de rupture du granulé en N

L = Longueur en cm d'application de la force sur le granulé

Pour comparer des granulés de diamètre différent, il est nécessaire de tenir compte de la longueur du granulé et de son diamètre.

L'unité de référence utilisée est alors le Méga-Pascal).

$$\text{Dureté (MPa)} = \frac{F \times 2}{\pi \times d \times L}$$

Dureté exprimée en MPa

F = Force de rupture du granulé en N

d = diamètre du granulé en mm

L = Longueur en mm d'application de la force sur le granulé

3. Méthode

Une collection de 5 échantillons d'aliment granulés, de duretés différentes, sur la base d'un même aliment poulet, a été obtenue par la granulation à 5 températures de traitement en sortie du conditionneur (40, 45, 55, 70 et 99°C), les autres paramètres de la ligne de granulation étant identiques par ailleurs.

4. Comparaison des appareils

Les résultats s'établissent sur la base de 30 valeurs pour les duromètres Sviac, Schleuniger et Kahl et de 100 valeurs pour le duromètre Instron.

Au préalable, un test de Box & Whiskers plot (ou boîtes à moustaches) a permis d'écarter les valeurs atypiques.

Sur la collection de 5 échantillons, les appareils Sviac et Kahl ne différencient que 3 groupes, tandis que le schleuniger et l'Instron en distinguant 4 (Tableau 1).

Les valeurs moyennes de duretés sont presque identiques entre les duromètres Schleuniger et Sviac (Figure 7).

Dureté (Mpa) par modalité	Schleu niger	Sviac	Kahl (*)	Instron (**)
Modalité 99°C	1.4 (a)	1.7 (a)	44.2 (a)	0.9 (a)
Modalité 70°C	1.0 (b)	1.1 (b)	42.9 (a)	0.8 (b)
Modalité 55°C	0.8 (c)	0.8 (c)	35.5 (b)	0.6 (c)
Modalité 45°C	0.7 (c,d)	0.8 (c)	29.7 (c)	0.5 (d)
Modalité 40°C	0.6 (d)	0.8 (c)	28.4 (c)	0.5 (d)
Echantillons significativement différents	4	3	3	4

(*) : La dureté Kahl n'est pas exprimé en Mpa mais en N.

(**) : Les valeurs moyennes de l'Instron sont calculées sur 100 mesures par échantillon.

Tableau 1 : Bilan obtenu sur les valeurs moyennes de duretés

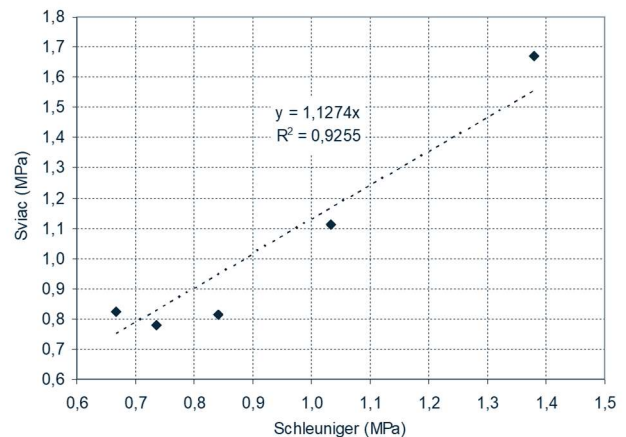


Figure 7 : Duretés du duromètre Sviac en fonction des Duretés du duromètre Schleuniger

L'appareil Sviac étant un appareil à écrasement manuel, une étude sur un même échantillon de granulés, mesuré par 3 opérateurs, a démontré que l'appareil était sensible à l'opérateur. Pour le duromètre Instron, les valeurs moyennes sont inférieures à celles des appareils Schleuniger et Sviac.

La première explication pourrait provenir de la mesure manuelle réalisée sur la longueur du granulé avant chaque écrasement. En effet, les granulés étant souvent coupés de biais en bout, le pied à coulisse surestime la longueur, ce qui mathématiquement diminue le résultat de dureté.

Une autre hypothèse pourrait être que la surface d'écrasement est plus importante pour le duromètre Instron (granulé entier) que pour les autres appareils utilisant des mâchoires de surface inférieure au granulé. Ceci aurait pour conséquence de minimiser l'impact de la granulométrie de la formule (morceaux de blé, de maïs, ...) sur les valeurs de dureté.

5. Conclusion

Le duromètre portable Sviac est très simple à utiliser et permet le contrôle, au plus proche, de la production, mais l'opérateur doit être formé et ne doit pas être changé afin d'autoriser des comparaisons.

Les duromètres de table Schleuniger et Kahl sont destinés aux contrôles en laboratoire et permettent plus facilement des répétitions de mesures.

Le duromètre Schleuniger permet en outre d'adapter facilement plusieurs types de mâchoires de compression. La mâchoire pointue (triangulaire) semble solliciter davantage les liaisons particulières du granulé, la mâchoire carrée (rectangulaire) agissant sur une plus grande surface semble solliciter davantage les liaisons solides et liquides créées par la vapeur. Il est possible d'imaginer que la mâchoire triangulaire correspond plus au ressenti d'incisives, alors que les autres mâchoires rectangulaires correspondraient à des molaires. Etant donné son coût d'utilisation, le duromètre Instron est plutôt destiné aux laboratoires de recherche et développement.

D'une manière générale, les valeurs de duretés pour un même échantillon de granulés sont très hétérogènes, comme le montre l'exemple de la Figure 8. Il est ainsi fréquent d'avoir quelques granulés très durs, dans une population de granulés de dureté inférieure, qui tirent la moyenne vers une valeur haute et perturbent l'évaluation de l'échantillon. Plus le nombre de mesures diminue et plus la force de ces granulés marginaux s'accroît.

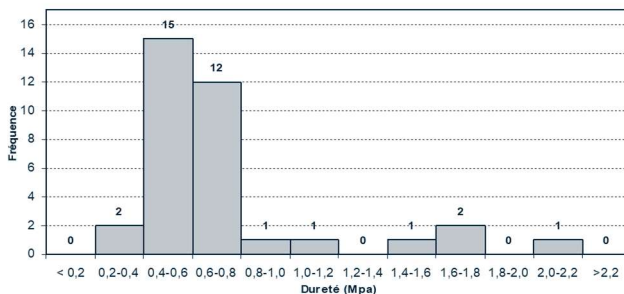


Figure 8 : Fréquences de duretés obtenues avec le duromètre Schleuniger pour l'essai à 45°C

Afin de comparer au mieux les échantillons de granulés, il est préférable de multiplier les mesures ($n > 30$) et d'utiliser le plus souvent le Méga-pascal comme expression de la dureté.

6. Liste des fournisseurs de duromètres

Schleuniger de Pharmatron: Distribué en France par Farpi France : Z.I. "Le Chanay" - B.P. 3 - 69720 Saint Bonnet de Mure.

Sviac: Sviac : 2, rue André-Charles-Boulle 92160 Antony.

Kahl: Amandus Kahl : 510 robert estienne BP 40090 60403 Noyon

Instron: Instron France S.A.S. Bâtiment C Rond-Point de l'Epine des Champs C.S. 40532 - 78996 ELANCOURT

7. Bibliographie

Melcion J.P., 1981. Expression de la dureté.

i'Tec_G2. Mesure de la dureté des granulés à l'aide de l'appareil « Schleuniger », Février 1997.

Rapport Tecaliman n° 458, 2007. Etude de nouvelles méthodes caractérisant la texture des granulés et miettes dans le secteur de l'alimentation animale.