

Evolution de la conformité et de la distribution de deux traceurs dans des aliments au cours de leur fabrication dans une usine

Cet essai a été mené afin de comparer l'évolution de l'homogénéité et de la conformité sur quatre postes d'un même site industriel avant et après granulation, à l'aide de deux traceurs : Chlortétracycline (CTC) et microtraceur RF Bleu lake (MT).

1. Principe

Les deux traceurs sont incorporés ensemble au moyen d'un même prémélange introduit dans le circuit d'incorporation classique des additifs. Deux lots d'aliments contenant les traceurs sont fabriqués successivement. Ces deux lots subissent des prélèvements :

- en sortie de mélangeur (SM)
- en entrée de boisseau de presse (EB)
- en sortie préparateur de presse (SB)
- en entrée de cellules produits-finis (EC)

Ces prélèvements permettent d'évaluer l'évolution de la conformité et de la répartition des traceurs dans deux lots successifs.

2. Matériel

2.1. Traceurs

Les deux traceurs utilisés (Tableau 1) sont incorporés au moyen d'un prémélange à raison de 8 kg/tonne ou 0.8 % dans l'aliment final.

Le microtraceur est incorporé à la dose de 250 ppm et la chlortétracycline à 800 ppm.

	MT	Prémix CTC
M. V. Apparente (g/cm³)	2.976	493.7
D 50 (Tamisage) (µm)	65.1	217.2
Ecart type géométrique	1.47	1.59
Angle de talus par éboulement (°)	29.6	70.6

Tableau 1 : Caractéristiques physiques des traceurs

2.2. Aliment

Il s'agit de deux lots de 2.5 tonnes d'un aliment porc médicamenteux contenant environ 1% de liquides (Tableau 2 - Figure 1).

	L1	L2
M.V. apparente (g/l)	630.6	641.9
D 50 (Tamisage) (µm)	436.0	410.3
Ecart-type géométrique	2.16	2.15
Angle de talus par éboulement (°)	64.5	62.6

Tableau 2 : Caractéristiques physiques de l'aliment en farine

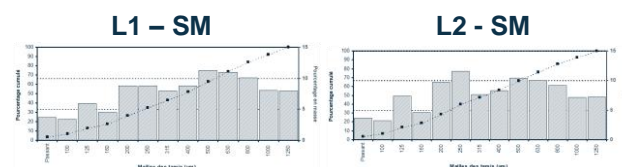


Figure 1 : Spectres granulométriques de l'aliment

2.3. Circuit

Le matériel suivant est situé entre les différents postes :



2.4. Mélangeur

Le mélangeur à doubles spires inversées a les caractéristiques suivantes :

- Longueur interne 4.0 m
- Diamètre extérieur du mobile 1.4 m
- Vitesse de rotation du mobile 19 tr/mn
- Vitesse linéaire 1.37 m/s
- Capacité constructeur 6.0 m³
- Diamètre de l'arbre 0.15 m
- Nombre de trappes 1
- Mode d'ouverture Intégrale

3. Méthode

3.1. Réalisation des essais

Le prémélange contenant les traceurs est introduit dans les 2 lots. Les pesées effectuées lors de la fabrication des lots et les conditions de granulation ont été collectées et sont utilisées lors de l'interprétation des résultats.

Les points de prélèvement sont choisis pour être dans des flux passants. L'objectif était de recueillir environ 40 échantillons sur tous les lots à tous les points de prélèvements.

Les périodes appliquées ont été de 5.5 secondes à 37 secondes selon les postes. En sortie de mélangeur, les prélèvements ont été effectués à l'aide d'un préleveur traversier présent sur place. En entrée de boisseau et en entrée de cellule, ils sont effectués directement dans les pots de conditionnement. En entrée de presse (sortie boisseau), ils sont effectués à l'aide d'une main en plastique et déversés directement dans les pots.

3.2. Traitement des échantillons

Pour l'évolution de l'homogénéité du lot L1, environ un échantillon sur 2 a été analysé en double pour le microtraceur. Dix échantillons répartis sur l'ensemble du lot ont été sélectionnés pour l'analyse de la chlortétracycline en simple.

Pour l'évolution de l'homogénéité du lot L2, environ 1 échantillon sur 2 a été analysé pour le microtraceur et pour la chlortétracycline. Les analyses des deux traceurs ont été effectuées en double. Quelques échantillons de chaque lot ont été employés pour les mesures des caractéristiques physiques.

Les microtraceurs sont extraits magnétiquement selon le protocole détaillé dans la **i'Tec_H18** et après mise en solution, la densité optique est déterminée. La quantité de traceurs est calculée grâce à une relation linéaire la liant avec la densité optique à 629 nm.

La chlortétracycline est analysée par HPLC à l'aide d'un protocole permettant la détection jusqu'à un seuil de 0.2 ppm.

3.3. Traitement des données

Les données sont traitées conformément aux recommandations des règles techniques effectuées dans **i'Tec_H1**.

4. Résultats

4.1. Conditions de fabrication des lots

Le bilan des pesées conduit à des concentrations attendues en substances actives proches des prévisions (Tableau 3).

Les temps de mélange ont été au total d'environ 5 minutes mais le temps de mélange après injection de liquides est plus proche de 4 minutes (Tableau 4). Le mélangeur a été nettoyé deux mois avant l'essai.

Lots	Total des pesées (kg)	Conc. attendue en microtraceur (ppm)	Conc. attendue en chlortétracycline (ppm)
L1	2520.5	248.0	793.5
L2	2525.5	247.5	791.9

Tableau 3 : Bilan des pesées effectuées sur le site industriel

Evénements	L1	L2
Ouverture des bennes peseuses	0	0
Fermeture des bennes peseuses	34'' 07	33'' 64
Début d'injection des liquides	55'' 93	56'' 28
Fin d'injection des liquides	1' 06'' 72	1' 05'' 70
Ouverture du mélangeur	4' 56'' 61	4' 54'' 46

Tableau 4 : Découpage du temps de mélange des deux lots

La filière étant âgée de 1 mois, elle est au premier quart de sa vie. Elle a une épaisseur de 58 mm. Elle est percée 6720 trous de 4 mm de diamètre. L'indice de compression est donc de 14.5. Les deux galets sont en nid d'abeille. Les conditions de granulation ont été enregistrées (Tableau 5). Le premier lot a subi un démarrage difficile avec un bourrage. Les autres lots ont été granulés sans difficultés.

	L1	L2	L3	L4
Débit (t/h)	5.2	6.6	6.5	6.5
Tpt sortie conditionneur (°)	58	64	64	64

Tableau 5 : Conditions de granulation

Des analyses d'humidité ont été effectuées sur des échantillons globaux constitués sur chacun des lots aux 4 postes de prélèvement. Les résultats ont montré que les variations d'humidité étaient faibles. Ces variations ont toutefois été corrigées afin de suivre l'évolution des concentrations en traceur à humidité constante.

Le pourcentage de fines et la durabilité des lots ont été déterminés (Eurotest) après essai à l'aide d'échantillons globaux constitués sur les deux premiers lots. Si une légère variation du pourcentage de

finer peut être notée, par contre, la durabilité est semblable.

	% de fines	Durabilité
L1	0.9	90.4
L2	1.6	90.3

Tableau 6 : Pourcentage de fines et durabilité des deux premiers lots

4.2. Evolution de la conformité

Les concentrations moyennes des deux lots ont été calculées sur la base des analyses effectuées sur 10 ou 20 échantillons selon les traceurs ou le lot considérés.

Ces concentrations ont été reportées à la concentration attendue en chacun des traceurs, calculée à partir des pesées faites sur site afin de déterminer les taux de récupération (Tableau 7).

	Lot 1		Lot 2	
	MT	CTC	MT	CTC
Sortie mélangeur	93.1	96.9	74.0	88.3
Entrée boisseau	90.4	95.2	90.3	85.7
Sortie boisseau	68.9	88.3	78.5	81.5
Entrée cellule	51.5	80.0	49.8	74.5

Tableau 7 : Valeur des taux de récupération pour les deux traceurs en fonction des lieux de prélèvement

Ces calculs permettent en premier lieu de valider tous les essais selon les critères d'acceptation des règles techniques (70 – 110 %) à l'exception des résultats obtenus avec le microtraceur après granulation.

Au cours du passage du lot L1 dans le circuit, plus la distance parcourue augmente et plus le taux de récupération des 2 traceurs décline (Figure 2).

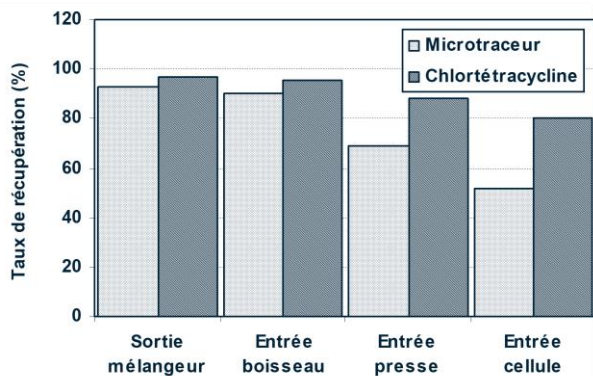


Figure 2 : Evolution du taux de récupération dans les échantillons du lot L1 en fonction des lieux de prélèvement

A chaque poste, le taux de récupération du microtraceur est inférieur à celui de la chlortétracycline. Mais, si aux deux premiers postes, les taux sont comparables, l'écart entre les deux traceurs se creuse avant et après le traitement de granulation.

Ainsi, cette évolution paraît traduire trois phénomènes hypothétiques :

- La contamination croisée générale de l'installation conduit à une dissémination des

deux produits tracés lors du passage de l'aliment dans les circuits

- La contamination plus accentuée avec le microtraceur conduit à une concentration résiduelle plus faible
- L'effet de la granulation sur les deux traceurs avec une plus grande sensibilité du microtraceur

Les résultats du lot L2 sont légèrement différents (Figure 3). En sortie de mélangeur, le microtraceur a un taux de récupération inférieur à celui obtenu au premier lot alors qu'il devrait logiquement être supérieur en raison de la contamination de ce lot par le précédent. Il en est de même pour la chlortétracycline mais avec un moindre ampleur.

Par contre, en entrée de boisseau de presse le taux de récupération du microtraceur remonte au niveau qu'il atteignait au premier lot ce qui n'est pas le cas pour la chlortétracycline qui pour la première fois est moins récupérée que le microtraceur.

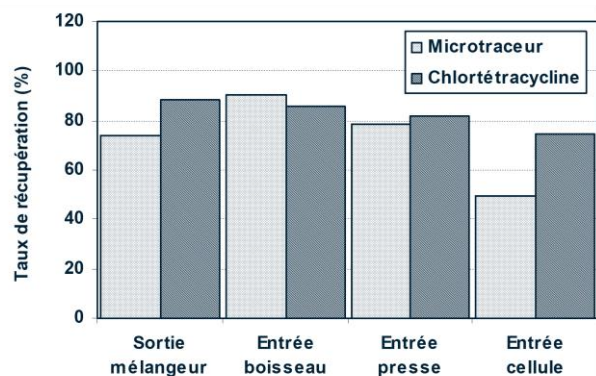


Figure 3 : Evolution du taux de récupération dans les échantillons du lot L2 en fonction des lieux de prélèvement

En entrée de presse, les concentrations des deux traceurs diminuent légèrement mais la perte en microtraceur est inférieure à celle constatée avec le premier lot. Après granulation, par contre, la différence de taux de récupération constatée entre les deux traceurs au premier lot est à nouveau constatée.

Le plus surprenant dans ces résultats du second lot, est que, mis à part le microtraceur en entrée de boisseau, les taux de récupération des deux traceurs sont tous inférieurs à ceux du premier lot aux mêmes lieux, alors qu'ils devraient être supérieurs en raison de la contamination.

Pourtant, globalement, la décroissance du taux de récupération de lieu en lieu est à nouveau constatée pour les deux traceurs. Il semble donc que les phénomènes constatés après le passage du premier lot soient confirmés par ce second mais que la vision en soit légèrement plus complexe.

L'endommagement du microtraceur par le traitement thermique est confirmé mais il apparaît qu'un endommagement partiel existe également pour la chlortétracycline.

4.3. Evolution de l'homogénéité

4.3.1. Lot L1

Pour le microtraceur, les analyses ont été effectuées sur le premier échantillon collecté dès le début de passage du lot contrairement à ce qui est recommandé dans les règles techniques. La prise en compte de cet échantillon dans l'analyse de variance a tendance à sur évaluer l'hétérogénéité du lot (Tableau 8). Cette sur évaluation est d'autant plus importante que l'effet de la contamination qui conduit à la dilution du premier échantillon est plus aiguë. L'écart de concentration de cet échantillon par rapport à la moyenne du lot est visible sur les graphiques de gauche de la Figure 5. Ainsi, dans le cadre de ce lot et de cette ligne de fabrication, son incidence est faible en sortie de mélangeur, plus importante en entrée de boisseau et maximale en sortie de boisseau.

	CV Homogénéité (avec Ech. 1)	CV Homogénéité (sans Ech. 1)	« Ecart »
SM	5.9	5.8	+ 0.1
EB	11.0	9.3	+ 1.7
SB	25.5	16.7	+ 8.8
EC	22.0	19.6	+ 2.4

Tableau 8 : Valeur des coefficients de variation du lot 1 pour le microtraceur en fonction des lieux de prélèvement en prenant en compte ou non le premier échantillon

Sans prise en compte de cet échantillon, il est possible de comparer l'évolution de l'homogénéité du lot 1 à l'aide des deux traceurs (Tableau 9). Cette comparaison n'est possible pour ce lot que sur la base des coefficients de variation totale.

Sur la base des cibles choisies actuellement par la profession (CV < 5%), la performance du mélangeur serait acceptable dans le cas de la chlortétracycline mais pas dans le cas du microtraceur.

La Figure 4 met en évidence la croissance du coefficient de variation de la répartition du microtraceur de lieu en lieu. Les coefficients de variation du microtraceur sont toujours supérieurs à ceux de la chlortétracycline.

	MT	CTC
SM	6.4	4.2
EB	9.4	8.1
SB	16.9	6.2
EC	19.8	5.2

Tableau 9 : Valeur des coefficients de variation du lot 1 pour les deux traceurs en fonction des lieux de prélèvement

Par contre, pour cette dernière, si une augmentation est bien constatée entre la sortie du mélangeur et l'entrée du boisseau de presse, elle n'existe pas par la suite et la répartition a même tendance à s'améliorer. Cette différence de comportement est donc nette à partir du transfert entre l'entrée et la sortie du boisseau. Il serait possible d'attribuer cette augmentation de l'hétérogénéité à la baisse de con-

centration en microtraceur constatée en entrée de presse. Cependant, l'addition artificielle de 50 ppm aux concentrations constatées en sortie de boisseau pour revenir au niveau de concentration constatée en entrée ne modifie pas le constat de démélange.

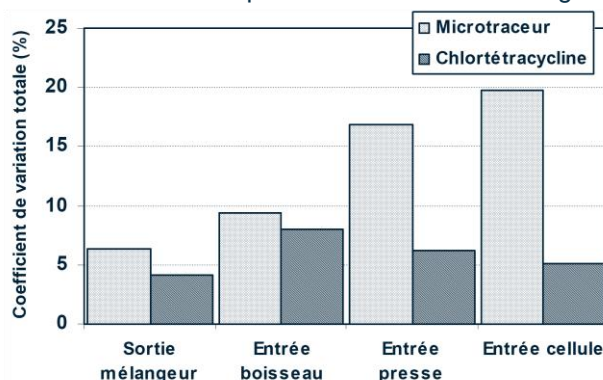


Figure 4 : Evolution des coefficients de variation totale du lot 1 pour les deux traceurs en fonction des lieux de prélèvement

La comparaison de l'évolution des concentrations lors du passage du lot à chacun des points de prélèvement (Figure 5 page suivante) peut permettre de mieux comprendre les sources de cette différence.

En sortie de mélangeur, les oscillations d'un échantillon à l'autre pour le microtraceur sont visiblement de plus grande amplitude. Pour les deux traceurs, il n'apparaît pas de variations continues des concentrations mais des oscillations rapides autour de la moyenne. Ce type de configuration souligne que les produits considérés sont distribués par le mélangeur au mieux de ses possibilités.

En entrée de boisseau de presse, une oscillation de la concentration des deux produits apparaît mais elle est plus saillante pour le microtraceur. Dans les deux premiers tiers du passage du lot une augmentation progressive de la concentration est observée puis une légère décroissance avant une remontée nette en fin de lot. Ce profil d'évolution de la concentration souligne la présence d'un début de démélange du lot qu'il est possible d'expliquer par le transfert au travers de nombreux éléments (2 élévateurs, transporteur à chaînes, mélasses, vis) et le spectre granulométrique relativement étalé de l'aliment.

En sortie de boisseau, même si le coefficient de variation n'est pas le même, par contre, l'oscillation de la concentration apparaît pour les deux traceurs : présence de deux pics successifs. L'amplitude de la variation est plus intense avec le microtraceur.

Après granulation cependant, les évolutions de concentrations n'ont plus grand-chose en commun.

Ainsi, comme lors d'autres essais, il semble que le microtraceur amplifie les phénomènes de démélanges constatés.

Ainsi, si sur les deux premiers postes l'évolution a lieu dans le même sens sur les profils et le coefficient de variation, en sortie de préparateur de presse, les évolutions sont parallèles mais la traduction en termes de coefficients de variation n'est pas identique. Enfin, après granulation plus aucune cor-

responsance n'est réellement visible. Le trouble apparaissant donc franchement au niveau de l'introduction de vapeur (baisse de concentration en microtraceur, variation de coefficient de variation différente), il est alors aisé d'imaginer que c'est le

traitement thermique qui concourt à cette écart pris entre les deux traceurs même si le traitement est appliqué avec modération lors de cet essai.

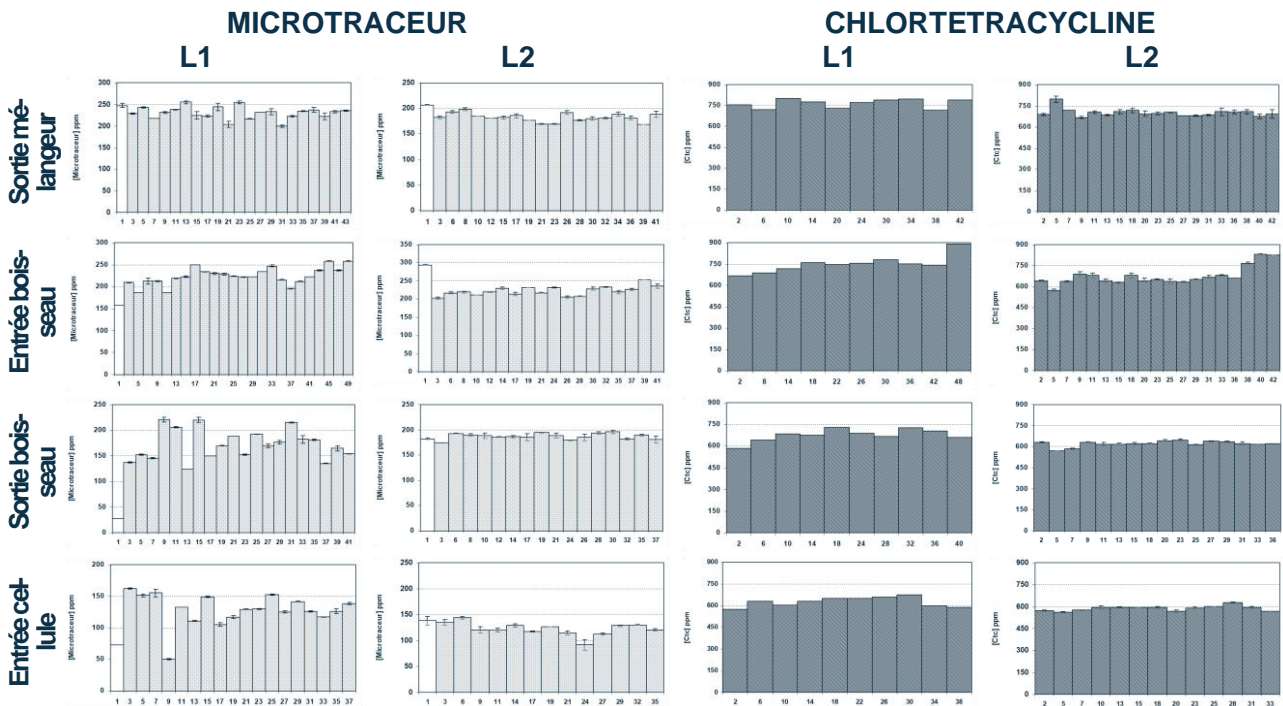


Figure 5 : Evolution des concentrations des deux traceurs en fonction du passage des deux lots à chacun des points de prélèvement

4.3.2. Lot L2

Contrairement à ce qui a été constaté avec le premier lot, la prise en compte du premier échantillon prélevé au début du passage du lot ne conduit pas à des écarts très importants entre les coefficients de variation pour ce second lot (Tableau 10).

	CV Homogénéité (avec Ech. 1)	CV Homogénéité (sans Ech. 1)	« Ecart »
SM	5.1	4.3	+ 0.8
EB	8.8	5.1	+ 3.7
SB	2.5	2.5	+ 0.0
EC	9.8	9.8	+ 0.0

Tableau 10 : Valeur des coefficients de variation du lot 2 pour le microtraceur en fonction des lieux de prélèvement en prenant en compte ou non le premier échantillon

L'existence de contamination entre les deux lots successifs explique ce résultat. Cette interprétation est confirmée par la comparaison des concentrations entre le premier échantillon et le reste du lot. Si lors du premier lot les concentrations des premiers échantillons étaient plus faibles, elles sont ici supérieures. Le résultat le plus net est celui en entrée de boisseau puisque le lot 1 se terminait par une croissance de la concentration en microtraceur et que le lot 2 commence par une décroissance (Figure 5). Tout se passe donc comme si des fines riches en traceur restaient dans le circuit de transfert à la fin

du premier lot et qu'elles étaient récupérées par le début du second lot.

La réalisation de doubles d'analyses pour les deux traceurs sur un nombre d'échantillons conséquents permet de comparer leurs comportements avec une meilleure fiabilité sur la base des CV_{homogénéité}.

Comme lors d'autres essais, les CV_{homogénéité} obtenus avec ce lot L2 en sortie du mélangeur sont inférieurs à ceux du premier, mais la hiérarchie entre les deux traceurs est la même (Tableau 11). Il est probable qu'il faille voir dans ce phénomène une conséquence des contaminations croisées sur l'homogénéité.

	MT	CTC
SM	4.3	3.2
EB	5.1	7.9
SB	2.5	3.1
EC	9.8	2.8

Tableau 11 : Valeurs des coefficients de variation homogénéité du lot 2 pour les deux traceurs en fonction des lieux de prélèvement

Le transfert du lot dans le circuit entre le mélangeur et l'entrée du boisseau de presse se traduit à nouveau par un démélange des deux traceurs (Figure 6). Cependant, il est, avec ce second lot, plus important pour la chlortétracycline que pour le microtraceur. Cette inversion du rapport entre les traceurs existe donc pour le taux de récupération et pour l'homogénéité.

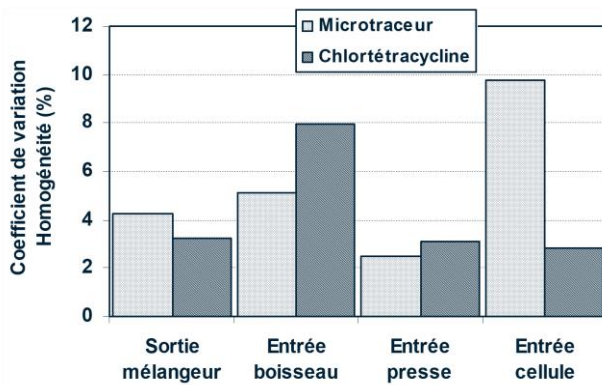


Figure 6 : Evolution des coefficients de variation homogénéité du lot 2 pour les deux traceurs en fonction des lieux de prélèvement

Le passage dans le boisseau de presse a conduit, lors du premier lot, à une meilleure répartition de la chlortétracycline mais pas du microtraceur. Pour ce second lot, c'est la répartition des deux traceurs qui s'améliore de façon notable. Comme en entrée de boisseau, la répartition du microtraceur demeure meilleure que celle de la chlortétracycline. Enfin, après granulation, si la répartition de la chlortétracycline reste stable, celle du microtraceur paraît se dégrader nettement.

La comparaison des évolutions de concentrations au cours du passage du lot 2 (Figure 5) n'est pas totalement explicative de l'inversion de la hiérarchie entre les traceurs, constatée en entrée et en sortie de boisseau. Par contre, des phénomènes déjà observés le sont à nouveau :

- Le démélange entre le mélangeur et l'entrée du boisseau de presse qui se traduit par une migration des traceurs vers la fin du lot. Il est possible que cette migration soit encore expliquée par celle des fines de l'aliment en raison de sa répartition granulométrique.
- La dégradation importante du microtraceur sous l'effet de la granulation bien que les variations de concentrations soient assez semblables sur une

grande partie du lot avec, notamment, une baisse de concentration des deux traceurs observables aux alentours de l'échantillon 20.

5. Conclusion

Le suivi de la conformité des lots traceurs effectué lors de cet essai a conduit au constat surprenant d'une diminution de la concentration en traceurs du premier au second lot traceur alors que, par la suite, l'existence de la contamination croisée est démontrée par la simple baisse du taux de récupération de poste en poste.

Cet essai a toutefois permis de démontrer que l'utilisation du microtraceur RF bleu lake avec sa nouvelle méthode de dosage était porteur d'informations cohérentes en termes d'homogénéité jusqu'à l'entrée de la presse. Il existe bien sûr des différences de comportement entre ce produit et un traceur interne comme la chlortétracycline mais ces différences peuvent être jugées comme modestes au regard des différences de caractéristiques physiques des produits.

Pour l'homogénéité, le microtraceur, comme cela a été noté lors de précédents essais industriels, paraît amplifier les phénomènes de démélange. Ainsi, en entrée de boisseau de presse, les deux traceurs mettent en évidence un transfert des additifs vers la fin des lots mais ce transfert est plus ample avec le microtraceur.

Par contre, malgré les conditions de granulation modérée appliquée dans cette usine, un certain endommagement du microtraceur et/ou du colorant qu'il porte a pu être noté après granulation.

6. Bibliographie

i'Tec_H1. Règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation. Fev. 2000.

Rapport Spécial 55. Nouvelle technique d'extraction du microtraceur RF Bleu lake et son évaluation. Jul. 2004.