

Mots-clés : Mélange, Démélange, élutriation, Additif

Résultats d'essais pilotes sur le démélange par élutriation

En 2002, la méthode d'évaluation du démélange par élutriation a été diffusée (i'Tec_H8). En résumé, elle consiste à comparer la concentration en traceur au-dessus et en-dessous d'un échantillon ayant subi une chute dans une colonne. L'indice d'élutriation défini par cette méthode varie de - 200 à + 200 et un indice nul signifie que le produit tracé est stable. En 2004, il a été démontré que cette méthode permettait une certaine prédiction du démélange sur un site industriel (i'Tec_H11).

Les travaux sur cette méthode d'évaluation du démélange se poursuivent donc avec l'étude de paramètres pouvant intervenir sur ce démélange.

Le premier de ces paramètres est le rapport des volumes au déversement (RVD). Ce rapport a été défini par Campbell et Bauer en 1966 qui montraient que le rapport des volumes de particules dans un mélange était un facteur déterminant et efficace pour mesurer l'éventualité d'un démélange. Il s'agit donc du rapport du volume de la fraction d'un aliment supérieure d'un tamis de 400 µm sur le volume de la fraction inférieure. La mesure consiste à tamiser 4 à 5 Kg d'aliment sur un tamis de 400 µm et à mesurer les masses et les masses volumiques des fractions au-dessus et en-dessous de ce tamis. Selon Bruggemann et Niesar (1962), le RVD doit être interprété comme suit :

Pas de risque de démélange en dessous de 0.8

Tenue incertaine du mélange entre 0.8 et 1.1

Risques de démélange au-dessus de 1.1

En 1968, Delort- Laval *et al.* utilisaient cet indice et démontraient son intérêt puisque les démélanges globaux de protéines, des chlorures et du D.O.T augmentaient bien avec le RVD.

1. Objectif

L'objectif de cette nouvelle étude menée au travers de deux campagnes est donc d'étudier l'influence de différents paramètres sur le démélange :

- la variation du RVD
- la nature de la matrice
- la variation de la granulométrie des microtraceurs
- la hauteur de la colonne

2. Principe

Pour la première campagne, les essais sont conduits sur 2 matrices différentes uniquement sur une

colonne de 8 m :

- Une minérale : Billes de verre de deux diamètres différents
- Une organique : Grosses particules de tourteau de soja et rofelys pour les particules fines

La stimulation de la variation du RVD est réalisée par la variation des fractions de fines et de grosses particules. Ainsi, 8 niveaux de 0 à ∞ sont atteints. Les limites de l'intervalle sont établies par la présence uniquement de fines ou des grosses.

Pour la seconde campagne, 4 aliments sont employés et deux colonnes de 4 et 8 m.

Aux cours de ces campagnes, deux microtraceurs (RF et F) sont employés pour étudier l'effet de leur différence granulométrique.

3. Matériel

3.1. Microtraceurs

Les analyses granulométriques laser effectuées sur les 2 microtraceurs RF et F montrent que ceux-ci ont respectivement des diamètres médians 100 et 269 µm (Figure 1).

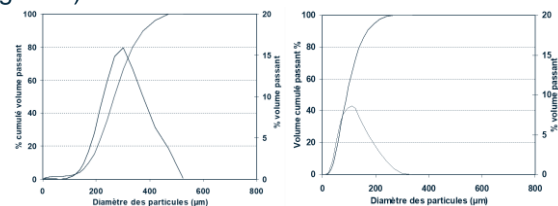


Figure 1 : Répartition granulométrique laser des microtraceurs RF (à gauche) et F (à droite)

3.2. Matrices RVD

	Rofelys	Tourteau de soja
Diamètre médian (µm)	293.0	688.0
M. volumique apparente (g/l)	481.5	679.5
M. volumique tassée (g/l)	671.0	719.3
	Billes de verre	
Diamètre médian (µm)	180 à 300	400 à 600
M. volumique apparente (g/l)	1589.6	1498.5
M. volumique tassée (g/l)	1632.8	1599.8

Tableau 1 : Caractéristiques physiques des bases de matrices organiques (en haut) et minérales (en bas)

		RVD	0	0.5	0.75	1	1.25	1.5	2	∞
Matrice minérale	Fines billes (% en masse)		100.0	65.4	55.7	48.6	43.0	38.6	32.1	0.0
	Grosses billes (% en masse)		0.0	34.6	44.3	51.4	57.0	61.4	67.9	100.0
Matrice organique	Rofelys (% en masse)		100.0	57.0	48.8	41.5	36.2	32.1	26.2	0.0
	Tourteau de soja (% en masse)		0.0	43.0	51.2	58.5	63.8	67.9	73.8	100.0

Tableau 2 : Evolution des pourcentages en masses de fractions fines et grosses en fonction de RVD pour les matrices minérales et organique

Pour la première campagne, les matrices sont constituées de mélange comprenant tout ou partie des produits indiqués dans le Tableau 1. Les pourcentages massiques des fractions fines et grosses des deux matrices sont indiqués dans le Tableau 2.

3.3. Aliments

Pour la seconde campagne, 4 aliments sont employés (Tableau 3).

Aliments	Vache laitière	Porcelet	Dinde	Poulet
Diamètre médian (µm)	408.9	323.3	558.1	409.1
M. v.apparente (g/l)	639.9	704.5	592.2	596.5
M. v. tassée (g/l)	738.0	792.0	721.0	747.7
Indice d'Hausner	1.10	1.20	1.27	1.25
RVD	1.07	1.17	2.00	0.99
Angle de talus (°)	51.1	60.3	64.9	67.3

Tableau 3 : Caractéristiques physiques des aliments

4. Méthode

La méthodologie employée pour mesurer l'indice d'éluatriation a déjà été décrite (i'Tec_H8).

4.1. Campagne 1

Chaque essai est effectué au moins en double. Les quantités transférées dans la colonne sont d'environ 350 ml soit 550 g de billes de verre et 250 g de mélange Tourteau/Rofelys. Les fractions collectées au-dessous et au-dessus des échantillons sont de 100 g pour les billes de verre et de 50 g pour la matrice organique. Une division en 2 de ces fractions constitue les prises d'essais employées au niveau analytique pour effectuer les analyses en double.

4.2. Campagne 2

Des mélanges de 1.6 kg par aliment et par microtraceur (500 ppm) ont été fabriqués. Ils ont ensuite été divisés afin de produire des échantillons d'environ 300 ml afin d'effectuer deux essais par colonne par aliment et par microtraceur. Comme précédemment, chaque fraction est analysée deux fois.

5. Résultats

5.1. Campagne 1

5.1.1. Bilans massiques

Les pertes de masses au passage dans la colonne (%)

masse introduite) ont pu être déterminées à l'aide de pesées effectuées avant et après cette opération. Ces pertes sont constatées pour les deux types de matrices, mais, elles sont relativement plus modérées dans le cas de la matrice minérale (- 0.33 %), que dans la matrice organique (- 1.42 %).

5.1.2. Matrice minérale

5.1.2.1 Microtraceur RF

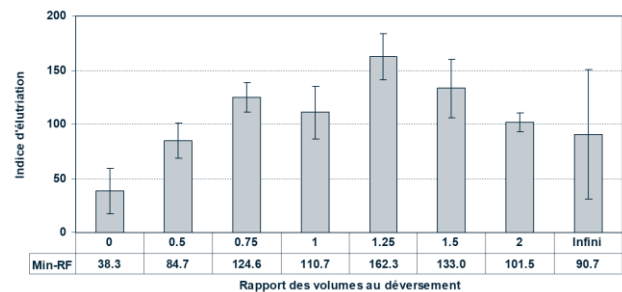


Figure 2 : Evolution des indices d'éluatriation du microtraceur RF en fonction des RVD dans la matrice minérale

Tous les indices sont positifs, ce qui indique une remontée du microtraceur au sein des échantillons (Figure 2). Le microtraceur RF est plus stable en présence de fines particules et les indices sont croissants jusqu'à un RVD de 1.25. Au-delà, les indices paraissent chuter, mais ceci s'explique, en majeure partie, par l'effet de la percolation des particules de microtraceur au travers du tamis de grosses billes de verre à chaque manipulation des échantillons. Sans cet effet, il est probable qu'un plateau serait maintenu vers 160.

5.1.2.2 Microtraceur F

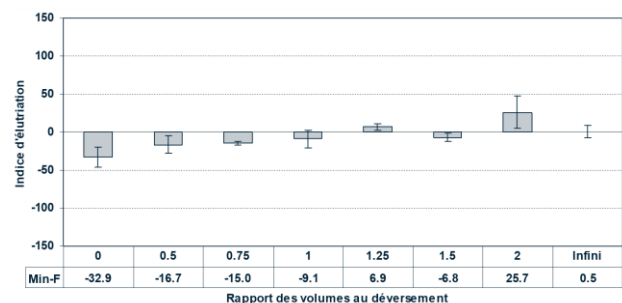


Figure 3 : Evolution des indices d'éluatriation du microtraceur F en fonction des RVD dans la matrice minérale

Ici, les indices sont proches de zéro (Figure 3), ce qui démontre la stabilité globale de ce microtraceur dans ces matrices minérales, quel que soit le RVD.

Toutefois, ce microtraceur F a des répartitions plus stables dans les mélanges présentant une majorité de grosses particules.

L'effet du RVD sur la stabilité du mélange est faible, mais tout de même perceptible. Une croissance est constatée du négatif vers le positif jusqu'à 1.25, puis un plateau vers 0 semble apparaître avec une oscillation importante au niveau 2 du RVD qui ne repose que sur une seule donnée.

5.1.3. Matrice organique

5.1.3.1 Microtraceur RF

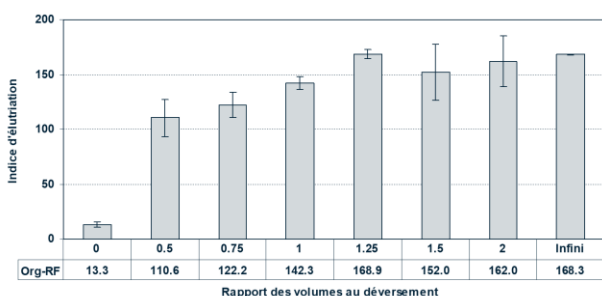


Figure 4 : Evolution des indices d'élutriation du microtraceur RF en fonction des RVD dans la matrice organique

Comme dans le cas de la matrice minérale, tous les indices de ce microtraceur sont, à nouveau, tous positifs (Figure 4).

L'effet cohésif des fines sur la stabilité de la répartition du microtraceur est très perceptible dans l'écart entre les RVD de 0 et de 0.5. Une augmentation lente a ensuite lieu jusqu'à 1.25, puis de nouveau apparaît un plateau vers 160.

La présence d'une majorité de fines en volume diminue donc les risques de démélange, mais ce démélange est rapidement possible dès la présence de 33% (en volume) de grosses particules (RVD = 0.5).

5.1.3.2 Microtraceur F

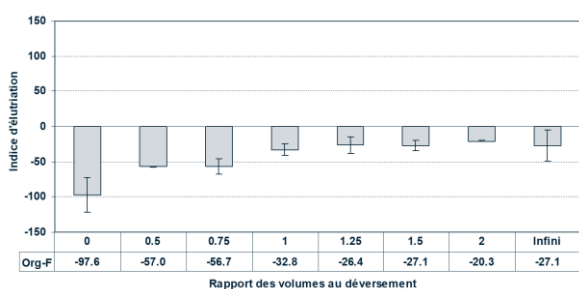


Figure 5 : Evolution des indices d'élutriation du microtraceur F en fonction des RVD dans la matrice organique

Pour la première fois, tous les indices sont négatifs (Figure 5). Avec plus de netteté que dans la matrice minérale, une augmentation des indices est observée jusqu'à un RVD de 1.25, puis le plateau apparaît, mais cette fois vers une valeur de -25. Comme dans la matrice minérale, ce microtraceur a des répartitions plus stables dans les mélanges présentant une majorité de grosses particules, mais cette fois un démélange perdure quel que soit le RVD. Ce type de matrice semble rejeter le microtraceur F vers le bas.

5.2. Campagne 2

5.2.1. Bilans massiques

Les pertes de masses au passage dans les colonnes sont systématiques (Tableau 4). Elles sont plus importantes dans la colonne de 8 m pour l'aliment vache laitière et pour l'aliment porcelet.

Colonne	Vache laitière	Porcelet	Dinde	Poulet
8 m	-2.8	-5.6	-0.5	-0.8
4 m	-2.5	-3.9	-1.3	-1.6

Tableau 4 : Pertes en masse des échantillons lors des essais dans les deux colonnes

Toutes colonnes confondues, elles sont également plus importantes pour les aliments Dinde et Poulet. Il est probable que les caractéristiques plus cohésives et grasses de ces derniers soient à l'origine de cette différence en comparaison des aliments Vache laitière et Porcelet plus poussiéreux et fluides.

5.2.2. Effet des colonnes

5.2.2.1 Microtraceur RF

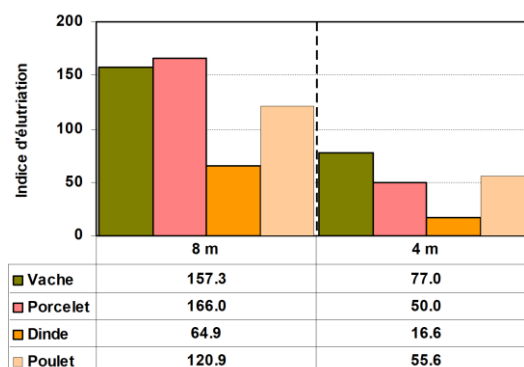


Figure 6 : Indices d'élutriation du microtraceur RF dans les 4 aliments en fonction de la colonne

Si les indices sont tous positifs (Figure 6), par contre, ils sont systématiquement inférieurs avec la colonne de 4 m. Pour chaque aliment, la variation des indices n'est pas proportionnelle à la hauteur de la colonne.

L'amplitude de variation entre les aliments est supérieure avec la colonne de 8 m (101.1 contre 60.3). Cette dernière offre donc une meilleure résolution, ce qui modifie légèrement la hiérarchie entre aliment.

5.2.2.2 Microtraceur F

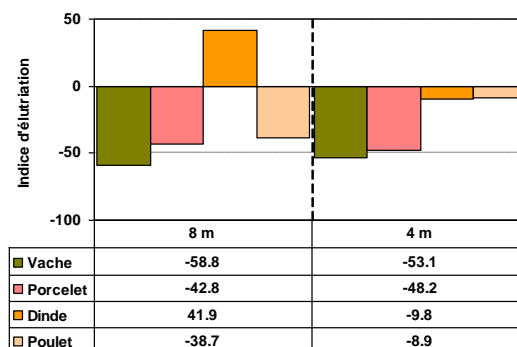


Figure 7 : Indices d'élutriation du microtraceur F dans les 4 aliments en fonction de la colonne

Avec ce microtraceur, les indices sont en majorité négatifs, à l'exception d'une valeur dans l'aliment Dinde (Figure 7). Comme avec le microtraceur RF, les indices sont globalement plus élevés avec la colonne de 8 m et l'amplitude est supérieure (100.7 contre 44.2). Toutefois, la différence n'est pas aussi claire qu'avec le microtraceur RF. Ils ne sont donc, à nouveau, pas proportionnels à la hauteur de la colonne.

5.2.3. Comparaison des microtraceurs

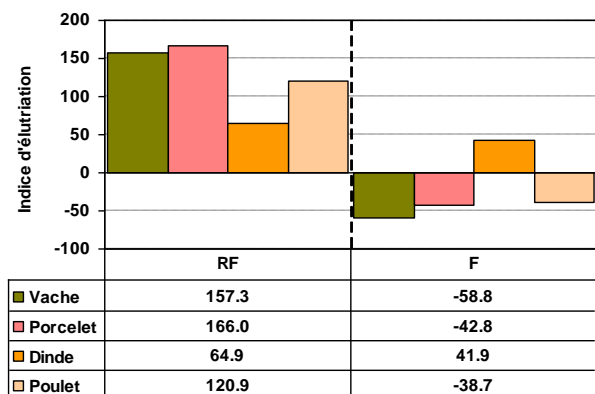


Figure 8 : Indices d'élutriation des deux microtraceurs pour la colonne de 8 m dans les 4 aliments

La différence de comportement des deux microtraceurs est bien visible (Figure 8). Pour les aliments Vache laitière et Porcelet, les indices sont très proches de ceux obtenus dans la matrice organique pour des RVD similaires.

Par contre, pour l'aliment Poulet, l'indice du RF est inférieur à la valeur attendue d'après le RVD et pour l'aliment Dinde, les indices des deux traceurs n'ont pas de relation avec le RVD qui est pourtant établi comme maximum (Tableau 3). Ces deux résultats suggèrent que, quand la cohésion des aliments augmente (liée, par exemple, à l'augmentation de la présence de matières grasses), le rapport entre le RVD et le démixage est largement modifié.

6. Conclusions

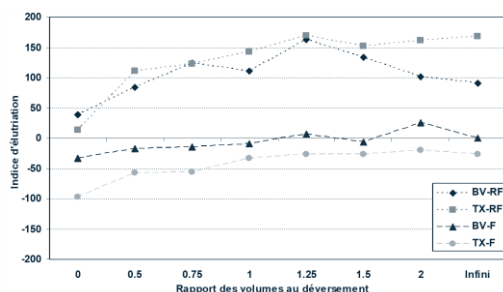


Figure 9 : Bilan de l'évolution des indices d'élutriation en fonction des RVD pour les deux matrices et les deux microtraceurs

La Figure 9 fait le bilan des résultats de la campagne 1. Elle met clairement en évidence qu'il existe des variations de démixage en fonction des rapports volumiques entre fines et grosses particules.

Le microtraceur le plus fin (RF) migre significativement dans le haut des échantillons alors que le plus gros migre plutôt vers le bas.

Les fines particules du microtraceur RF ont une répartition plus stabilisée dans les matrices les plus fines et les grosses particules du microtraceur F dans les matrices les plus grosses. La granulométrie du traceur et le rapport avec la matrice ont donc un effet important.

La plage de variation est plus faible et voisine de zéro pour le microtraceur F. Ceci suggère qu'un produit ayant une granulométrie de 250/300 μm a moins de chance de se démixer dans un aliment du bétail qu'un produit plus fin, même si la différence de masse volumique est importante.

Le démixage acquis semble se stabiliser au-delà d'un RVD de 1.25, il serait donc intéressant de réaliser des essais de démixage au-dessus de cette valeur jusqu'à un RVD de 1.5, puisque dans cette zone, les démixages sont stables et certainement plus répétables.

Il est également important de noter que la matrice organique paraît amplifier les phénomènes (surtout pour le microtraceur F), tout en limitant les effets de percolation qui peuvent perturber certaines évaluations.

La seconde campagne d'essai a montré que l'augmentation de la hauteur de chute amplifiait les phénomènes de démixage de façon non linéaire. Ceci est possiblement lié à l'effet de l'accélération de la vitesse de chute qui met en relation la masse avec le carré de la vitesse.

Ces seconds essais ont également confirmé l'effet de la granulométrie des microtraceurs.

La démonstration de l'effet de la cohésion sur la limitation du démixage et de l'effet du RVD suggère que d'autres essais soient effectués pour tester l'influence des ponts liquides et de la cohésion sur le démixage.

7. Bibliographie

i'Tec_H8, 2002. Méthodes d'Evaluation du démixage des additifs en laboratoire testées à Tecaliman.

i'Tec_H11, 2004. Démixage des aliments sur des sites industriels.

Bruggemann J., Niesar K., 1962. Der einfluss des morphologischen beschaffenheit der mischkomponenten auf den homogenitätsgrad einer mischung. Institut für physiologie und ernährung der tiere. Univ. Munich. Traduit en Français par C. Thieulin dans Ind. Alim. Animale n° 162, 39-61; n° 164, 61-73; n° 168, 41-63.

Campbell H., Bauer W.C., 1966. Cause and cure of demixing in solid-solid mixer. Chem. Engg., 73, 18, 179-185.

Delort-Laval J., Drevet S., Giboulot B., Levy B.R., 1968. Influence de la granulométrie d'un mélange sur l'homogénéité de ses constituants au cours d'un transfert en vrac. Ind. Alim. Anim., 197, 3-14.