

Homogénéité des mélanges

Synthèse des données expérimentales obtenues par Tecaliman

La base de donnée constituée par Tecaliman de 1993 à 2001 peut composer, en complément aux données publiées dans i'Doc_T4, le socle de comparaisons pour des résultats futurs. Tecaliman a réalisé jusqu'en 2001, toutes conditions confondues, 364 évaluations de dispersion de traceurs. Ces évaluations ont été effectuées en pilote ou sur sites industriels, sur des aliments ou des prémélanges, dans la mélangeuse ou après transfert, pour différents types de mélangeuses et avec différents types de traceurs. Les échantillons avaient des tailles comprises entre 100 et 1000 g. Ils étaient au nombre de 10 à 40 selon les essais. Les résultats obtenus ont été analysés dans leur ensemble et toutes conditions confondues ou divisées selon trois critères¹ :

- Les types de matrices : aliments ou prémélanges
- les types de traceur : traceurs internes, oligo-éléments et traceurs externes
- les types d'essais : pilotes ou industriels

1. Comparaison de variances

254 évaluations ont pu donner cours à une comparaison des variances inter et intra échantillons, par des analyses de variances selon un modèle aléatoire, en raison de répétitions d'analyse sur chacun des échantillons.

Dans **44.1 %** des cas (soit 112 essais), aucune différence significative n'a pu être mise en évidence (Tableau 1) entre les échantillons. Ainsi, un $CV_{\text{homogénéité}}$ « interprétable » n'a pu être obtenu que pour 142 évaluations.

L'absence de signification peut avoir deux explications :

¹ La description des populations est faite conventionnellement en donnant entre parenthèses successivement : la moyenne, l'écart-type, et la médiane.

- Le mélange est hétérogène, mais le processus de prélèvement et d'analyse, lié au traceur utilisé, conduit à des différences encore plus importantes et n'est donc pas assez performant pour le mettre en évidence.
- Le mélange est homogène et le processus de prélèvement et d'analyse n'est encore pas assez performant pour le mettre totalement en évidence.

	Nb de tests	Nombre de tests non significatifs	% de test non significatifs
Tous les tests	254	112	44.1
Aliment	151	44	29.1
Prémélange	103	68	66.0
Pilote	110	63	57.3
Industriel	144	49	34.0
Traceur interne	62	33	53.2
Oligo-éléments	62	21	33.9
Traceur externe	130	58	44.6

Tableau 1 : Répartition de la signification des tests d'analyses de variances selon le modèle aléatoire obtenus lors des évaluations de distribution de traceurs effectuées par Tecaliman depuis 1993 quand les analyses étaient au moins réalisées en double

Dans le cas de la comparaison aliment/prémélange, l'obtention d'un nombre de tests non significatifs plus important avec les prémélanges doit être mise en relation avec celle de CV_{total} globalement plus faible (Tableau 2). Il semble donc que, très souvent, lors des essais pratiqués sur les prémélanges, les traceurs utilisés ne permettent pas de caractériser correctement l'homogénéité. Un constat du même type peut être obtenu par la comparaison pilote/industriel avec de meilleures homogénéités et un plus grand pourcentage de tests non significatifs en pilote.

La comparaison entre les types de traceurs apparaît plus complexe, mais la combinaison d'un pourcentage plus élevé de tests non significatifs et de CV_{total} plus grands conduit, dans leur cas, à privilégier la première explication, à savoir des processus analytiques obtenant des variations supérieures à celles, déjà importantes, issues du processus de mélange.

2. Etude des populations

Pour les CV_{total} , la distribution de fréquence des 364 résultats (5.96, 4.44, 4.90) est plus proche de celle d'une loi de Poisson que de celle d'une loi Normale (Figure 1) à l'image de celle obtenue par l'IFF (1982). Ainsi, une différence notable est constatée entre la moyenne et la médiane, la moyenne étant déportée vers le haut, par l'intervention de quelques résultats élevés. Avec ce type de distribution, il est préférable de considérer la médiane et une distribution des individus en fonction de la fréquence d'apparition, même si les comparaisons de population seront faites sur la base des moyennes et des écart-types. Ces distributions des CV_{total} , et des $CV_{homogénéité}$ uniquement dans le cas des tests significatifs, en fonction des différentes divisions effectuées sont données dans le Tableau 2 et le Tableau 3.

Pour le CV_{total} , la population des 206 tests obtenus dans des aliments (6.7, 4.9, 5.4) apparaît comme différente de celle des 158 tests effectués en prémélange (158, 5.0, 3.6, 4.0). Il existe 1.4% de différence entre les médianes et 1.7 % entre les moyennes. La comparaison statistique des deux populations conduit à une différence significative (au risque de 5 %). Il en est de même, pour ces types de populations, mais en n'étudiant que les $CV_{homogénéité}$ des tests ayant conduit à l'obtention de différences significatives : 105 tests sur aliments (7.2, 5.5, 5.4) et 35 tests sur prémélanges (4.7, 4.5, 3.1).

Les mélanges testés par Tecaliman sur matrice de prémélanges apparaissent donc globalement

comme plus homogènes. Cette observation confirme celles effectuées par d'autres auteurs (Heping et Chuanping, 1988 - Van Den Bosch, 1992 - Heidenreich, 1998).

La comparaison des populations des tests effectués en pilote et en usines pourrait conduire à penser que les coefficients de variation des tests industriels soient supérieurs à ceux établis en pilote. Toutefois, la comparaison statistique ne conduit à des différences significatives (au risque de 5 %) que dans le cas des $CV_{homogénéité}$:

- CV_{total} : 110 tests Pilote (5.0, 4.6, 3.7) et 254 tests Industriels (6.4, 4.3, 5.4)
- $CV_{homogénéité}$ (tests significatifs) : 47 tests Pilote (4.4, 4.4, 2.8) et 95 tests Industriels (7.6, 5.5, 5.9)

Il ne paraît pas prudent d'interpréter ces résultats comme une distance systématique entre ces deux terrains d'évaluation qui traduirait un éventuel problème de transfert d'échelle puisque les traceurs, les matrices et les appareils de ces deux populations sont tous différents. Cependant, il semble que les mélanges fabriqués en usine soient, après extraction des variations des processus analytiques, un peu plus hétérogènes que obtenus en pilote.

Ainsi, la comparaison d'un résultat obtenu sur site industriel semble devoir se faire vis-à-vis d'une population similaire.

Une différence ayant été notée entre les aliments et les prémélanges, la constitution de populations divisées selon des combinaisons de ces quatre facteurs paraît souhaitable (Tableau 4). Ce type de division pourrait se poursuivre en considérant également le lieu de prélèvement. Une population qui apparaît alors intéressante est alors celle des CV_{total} pour les aliments fabriqués en milieu industriel et prélevés en sortie de mélangeuse (121 essais), le CV_{total} moyen obtenu, toutes autres conditions d'essais confondues, est de 6.7 % et le médian de 5.8% (Tableau 4).

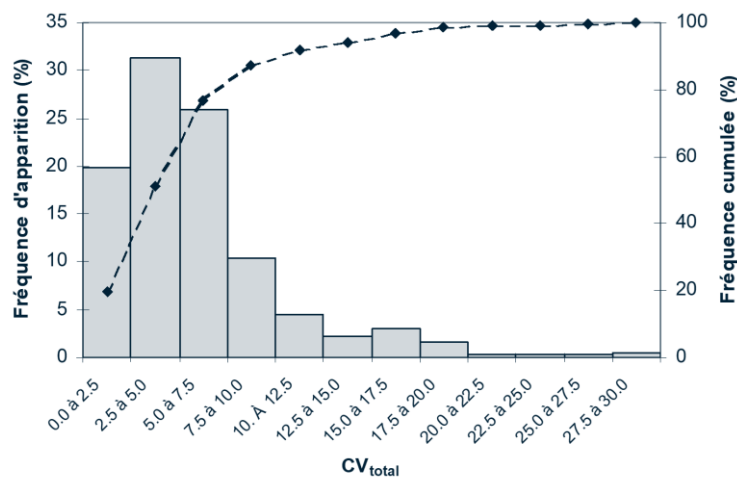


Figure 1 : Fréquence des CV_{total} dans un regroupement de 364 résultats d'évaluations de répartition réalisées par Tecaliman

	Nb. Indiv.	Pourcentage de la population totale										
		Mini.	Méd.									Maxi.
			⇒10%	⇒20%	⇒30%	⇒40%	⇒50%	⇒60%	⇒70%	⇒80%	⇒90%	
Population entière	364	1.0	2.0	2.6	3.5	4.0	4.9	5.6	6.4	8.0	11.4	30.0
Aliment	206	1.2	2.2	3.2	3.8	4.7	5.4	6.1	7.4	9.4	13.2	30.0
Prémélange	158	1.0	1.9	2.4	2.9	3.6	4.0	4.7	5.6	6.6	8.2	23.8
Pilote	110	1.2	1.8	2.2	2.5	3.2	3.7	4.3	5.2	6.2	8.9	29.0
Industriel	254	1.0	2.2	3.1	3.9	4.6	5.4	6.0	7.0	8.5	11.8	30.0
Traceur interne	77	1.8	2.5	3.5	4.2	5.3	5.6	6.3	7.0	8.7	12.2	29.0
Oligo-éléments	138	1.0	2.1	2.6	3.3	4.0	4.6	5.9	6.6	7.9	10.4	18.3
Traceur externe	149	1.2	1.9	2.4	3.1	3.7	4.4	5.1	5.7	7.8	12.1	30.0

Tableau 2 : CV_{total} obtenus lors des évaluations de distribution de traceurs effectuées par Tecaliman depuis 1993

	Nb. Indiv.	Pourcentage de la population totale										
		Mini.	Méd.									Maxi.
			⇒10%	⇒20%	⇒30%	⇒40%	⇒50%	⇒60%	⇒70%	⇒80%	⇒90%	
Population entière	140	0.7	1.7	2.4	3.2	3.8	4.8	5.9	7.7	10.2	15.0	29.0
Aliment	105	0.7	1.7	2.4	3.5	4.6	5.4	7.1	9.2	10.7	15.1	29.0
Prémélange	35	1.0	1.7	2.3	2.5	2.8	3.1	3.6	4.5	5.5	8.5	20.3
Pilote	45	0.7	1.1	1.7	2.1	2.5	2.8	3.2	3.9	5.5	9.4	20.3
Industriel	95	1.0	2.2	3.3	4.1	4.9	5.9	7.6	9.4	10.9	15.3	29.0
Traceur interne	29	1.5	1.7	2.4	3.0	3.7	4.7	5.9	6.7	7.9	11.1	20.3
Oligo-éléments	41	1.0	1.8	2.6	4.0	4.9	5.4	6.0	7.3	10.3	11.8	16.8
Traceur externe	70	0.7	1.6	2.2	3.1	3.5	4.1	5.3	8.8	11.1	15.4	29.0

Tableau 3 : CV_{Homogénéité} obtenus lors des évaluations de distribution de traceurs effectuées par Tecaliman depuis 1993 quand le test de variance est significatif

	Nb. Indiv.	Pourcentage de la population totale										
		Mini.	Méd.									Maxi.
			⇒10%	⇒20%	⇒30%	⇒40%	⇒50%	⇒60%	⇒70%	⇒80%	⇒90%	
Industriel/Aliment	165	1.3	2.8	3.7	4.5	5.3	5.8	6.7	7.9	9.8	14.0	30.0
Industriel/Prémélange	89	1.0	1.8	2.2	2.7	3.6	4.0	5.1	5.9	6.6	8.2	17.5
Pilote/Aliment	41	1.2	1.5	1.9	2.1	2.4	2.9	3.3	4.7	5.6	8.8	29.0
Pilote/Prémélange	69	1.2	2.1	2.4	3.0	3.6	4.0	4.6	5.2	6.6	9.2	23.8
Industriel/Aliment/Sortie mélangeuse	121	1.3	3.0	4.0	4.7	5.3	5.8	6.3	7.3	9.0	11.3	18.9

Tableau 4 : CV_{total} obtenus lors des évaluations de distribution de traceurs effectuées par Tecaliman depuis 1993 distribués en fonction du type d'essai et du type de matrice

La division des résultats selon le type de traceurs utilisés a également été étudiée. Les graphiques de la Figure 2 et de la Figure 3 présentent sous forme de fréquences cumulées les données du Tableau 2 et du Tableau 3 concernant les types de traceur.

Les tests statistiques de comparaison des populations deux à deux ne mettent en évidence une différence significative qu'entre la population des CV_{total} des traceurs internes et celle des oligo-éléments. Aucune différence significative n'est mise en évidence entre la population des coefficients de-

variation établis pour les traceurs externes et celles des deux autres types de traceur. Ainsi même si en apparence la population des CV_{total} des traceurs internes paraît avoir des valeurs un peu plus élevées (Figure 2) avec un très faible décalage de 1.2 % à la médiane, ceci est

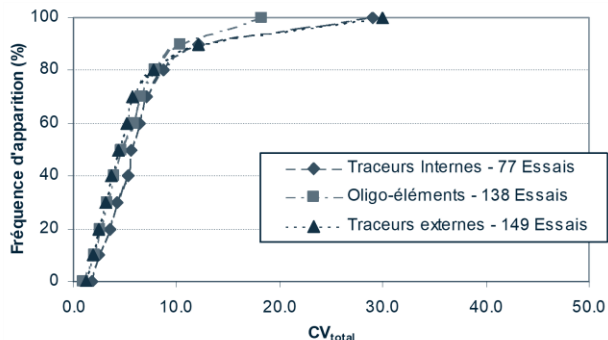


Figure 2 : Courbe de fréquence des CV_{total} des évaluations de répartition réalisées par Tecaliman en fonction des types de traceurs utilisés

3. Conclusion

Une différence de population des coefficients de variation a pu être mise en évidence entre aliments et prémélanges. La comparaison entre essais pilote et industriels ne conduit à une différence significative qu'entre $CV_{homogénéité}$. Il semble donc recommandable de faire la distinction entre les quatre populations segmentées par ces deux couples.

Par contre, aucune différence significative n'a pu être mise en évidence entre les populations constituée avec les traceurs internes ou les oligo-éléments d'une part et les traceurs externes, d'autre part. Ce constat est un élément qui permet de considérer que ces derniers constituent une base valide d'évaluation de l'homogénéité des mélanges, voire même permettent d'accéder à une meilleure sécurité alimentaire, car ils semblent amplifier l'apparition d'éventuels problèmes de dispersion.

compensé par la capacité et la fiabilité des traceurs externes à mettre en évidence une dérive vers l'hétérogénéité (Figure 3) avec des $CV_{homogénéité}$ plus élevés quand les valeurs passent au-dessus des médianes des populations.

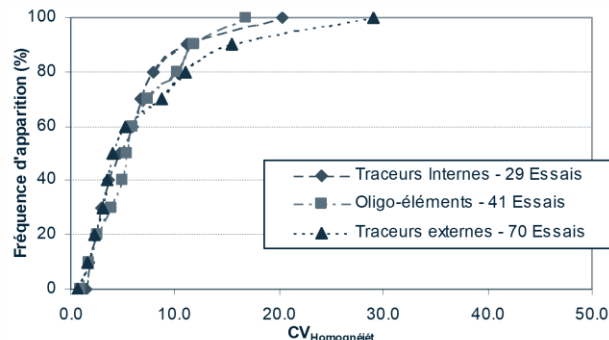


Figure 3 : Courbe de fréquence des $CV_{homogénéité}$ des évaluations de répartition réalisées par Tecaliman en fonction des types de traceurs utilisés pour les tests de variance significatifs

4. Bibliographie

i'Doc_T4, 2000. Enquête effectuée en 1998/1999 auprès des fabricants d'aliments composés sur les résultats d'essais d'évaluation de l'homogénéité des mélanges et des taux de contaminations croisées.

Heidenreich E., 1998. Quality assurance by avoiding carry over and cross contamination in feed compounding. Symp "From quality feed to quality food", 25/06, Vienne, 19-31.

Heping Z., Chuanping F., 1988. The effect of tracer particle size on feed mixing quality. *AJAS*, 1, 4, 189-193.

IFF, 1982. Einfluss der physikalischen stoffeigenschaften am beispiel spurenelemente auf die mischgüte und anforderungen an verarbeitungsanlagen beim einsatz von mikrokomponenten im mischfutter. Auszug aus informationsdienst, 183, 10-26.

Van Den Bosch G., 1992. Kwaliteitsbeheersing gezien vanuit de praktijk van het produceren van mengvoeders en het laboratorium. *De molenaar*, 11/03, 299-301.