

Méthodes d'évaluation du démélange des additifs en laboratoire testées à Tecaliman

Une méthodologie d'évaluation du démélange peut être la simple comparaison des coefficients de variation avant et après transferts mécaniques ou pneumatiques (Friedrich et Jansen, 1974 – Tecaliman, 1996a - Wild, 1999). Cependant, il doit s'agir des $CV_{\text{homogénéité}}$ car les variations résiduelles peuvent masquer, comme toujours, les effets réels des facteurs stimulés, et dans ce cas, le transfert. D'autres tests, effectués au laboratoire, peuvent être utilisés pour stimuler les effets de démélange par angle de repos ou élutriation dans l'esprit des définitions de ces phénomènes (Tecaliman, 1996b).

1. Angle de repos

1.1. Méthodes existantes

L'un des premiers tests de démélange connu a été développé par Williams et Shields (1967) dans le cadre de l'étude du démélange de granulés de produits fertilisants. Le mode de fonctionnement de leur appareil d'étude de la ségrégation n'est pas clair, mais leur étude débouche sur la proposition d'un coefficient de ségrégation (C_s) simple, utilisé plus tard dans une autre étude (Williams et Khan, 1973), et basé sur la comparaison des concentrations dans deux zones (A et B) d'un mélange ou d'un tas :

$$C_s = \frac{C_A - C_B}{C_A + C_B} \cdot 100$$

Schneider (1985) a décrit la technique utilisée par la société BASF pour évaluer la ségrégation d'additifs dans différents excipients (Figure 1).

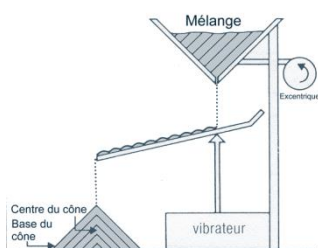


Figure 1 : Système de stimulation de la ségrégation par angle de repos conçu par Schneider (1985)

Le test de ségrégation par angle de repos consiste alors à comparer les concentrations des échantillons collectés au centre du cône et au pied du cône à la concentration théorique.

1.2. Essais Tecaliman

1.2.1. Méthode

Tecaliman a utilisé un test de ségrégation qui s'est inspiré de la démarche de Schneider (1985). Le tas est élaboré de la même manière, mais les prélèvements sont faits à la tête (T), au milieu (M) et à la base (B) du cône par une série de fractionnement (Figure 2).

La concentration du produit tracé est analysée dans chacune des fractions du talus. Une tentative de synthétiser le résultat des trois analyses sous forme d'indice global à l'image des travaux de Williams et Shields (1967) a été effectuée, mais sans la possibilité de mettre clairement en évidence les comportements ségrégatifs pourtant visibles à l'observation des résultats bruts.

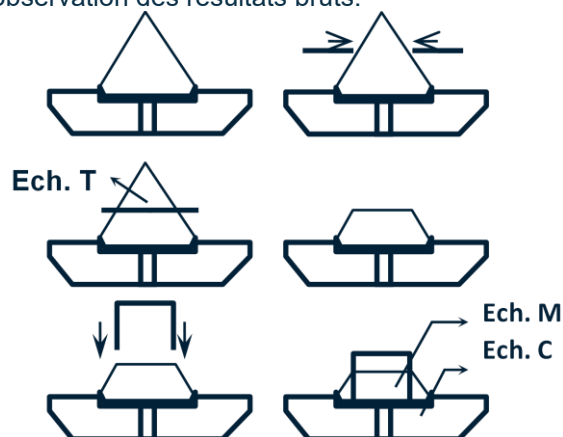


Figure 2 : Schéma du protocole de prélèvement pour la ségrégation

1.2.2. Résultats

Un essai a été effectué par Tecaliman, en utilisant du sulfate de cuivre (246 μm – 10000 ppm) dispersé au laboratoire dans des billes de verre de deux tailles (510 et 260 μm), ne présentant aucune interaction avec le traceur. Trois mélanges sont

fabriqués avec chacune des matrices pendant des durées de mélange de 60, 120 et 240 s.

Avec la granulométrie supérieure, un démélange net apparaît lors de l'homogénéisation au laboratoire. Ce comportement est également vérifié (Figure 3) par la mise en évidence d'un démélange plus important avec la matrice la plus grosse : le sulfate de cuivre se concentre au milieu et à la tête du tas.

Dans un autre essai, le comportement de deux additifs (Amprolium et sulfate de manganèse) a été testé à 3 différentes concentrations dans 2 carbonates de granulométries différentes. Les résultats d'homogénéisation ont mis en évidence un effet d'interaction entre les produits tracés et les matrices. Des évaluations du comportement au démélange ont été pratiquées par la suite, soit par angle de repos, soit par élutriation (Voir chapitre suivant).

Les résultats des tests de ségrégation par angle de repos (Figure 4) montrent clairement que des

différences de concentrations sont créées entre les différentes parties du tas, quand les mélanges sont réalisés dans le carbonate grossier (CG), alors qu'aucune différence n'apparaît dans le carbonate fin (CF).

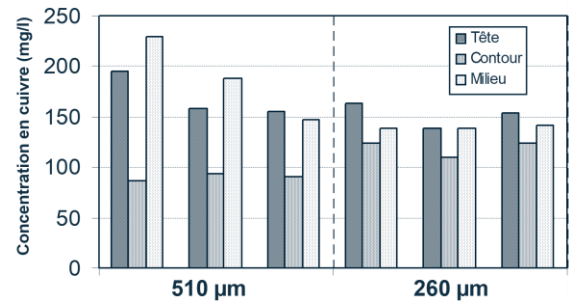


Figure 3 : Résultats de test de ségrégation sur des mélanges de sulfate de cuivre dans deux types de billes de verre

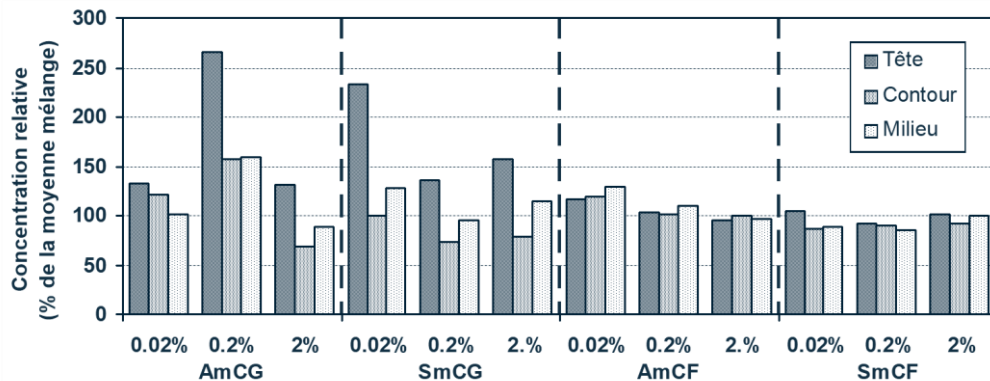


Figure 4 : Résultats de test de démélange sur angle de repos de mélanges d'Amprolium et de sulfate de manganèse fabriqués à trois concentrations croissantes et dans deux carbonates de granulométries différentes

2. Elutriation

2.1. Méthodes existantes

Un tel test a été proposé par Amornthawaphat et al (1998) utilisant une hauteur de 6 m dans une canalisation de 21 cm de diamètre sans plus de précision.

2.2. Essais Tecaliman

2.2.1. Méthode

Ce même type de test a été élaboré à Tecaliman en atelier pilote. Son principe, très simple, consiste à utiliser un échantillon d'environ 300 ml de mélange, dans lequel la répartition du traceur est supposée homogène, et à lui faire subir une chute verticale dans un tuyau de PVC d'une hauteur de 8 m (Figure 5).

Après cette chute, une fraction de l'échantillon est prélevée à sa surface (H) et une autre au fond (B). Le démélange est exprimé par un indice d'élutriation élaboré sur un principe similaire à celui de l'indice de ségrégation de Williams et Shields (1967) : rapport de la différence de concentrations

entre la surface de l'échantillon (H) et le fond de l'échantillon (B) sur la moyenne de ces deux concentrations :

$$IE = \frac{C_H - C_B}{\frac{C_H + C_B}{2}} \cdot 100$$

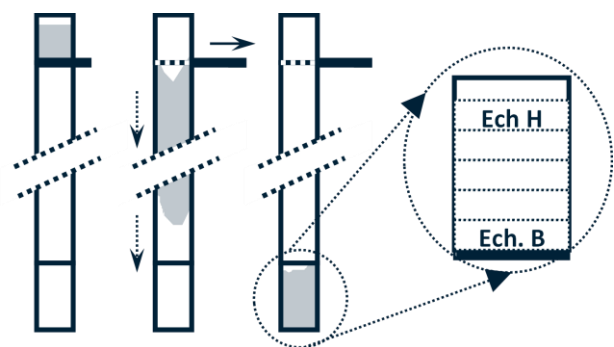


Figure 5 : Schéma du protocole de prélèvement pour l'élutriation

2.2.2. Résultats

La répétabilité de cette mesure a été testée à l'aide de mélanges de microtraceurs RF bleu lake dans deux aliments bovins de granulométries différentes (280 et 460 μm). L'essai a été effectué à 10 reprises. Les coefficients de variation obtenus, inférieurs à 10 %, ont été jugés comme acceptables au regard de la rusticité du test (Tableau 1).

Indice d'élutriation	Aliment Fin	Aliment Gros
Moyenne	88.5	151.3
Ecart type	8.8	12.8
CV (%)	9.9	8.5

Tableau 1 : Résultats d'évaluation de la répétabilité de tests d'élutriation

Ce test d'élutriation a été appliqué aux mélanges d'Amprolium et de sulfate de manganèse dans deux carbonates et à différentes concentrations (Voir chapitre précédent). Les résultats (Figure 6) montrent, dans une certaine harmonie avec le test de ségrégation par angle de repos, que des démélanges interviennent avec le carbonate grossier. Le haut des échantillons de mélange ayant subi une chute verticale est toujours plus concentré que le bas pour les deux additifs utilisés. Ceci signifie que ces additifs ont une résistance à l'air plus importante que le carbonate constituant leur environnement et qu'ils arrivent légèrement en retard lors de la chute du mélange.

Ce phénomène semble légèrement s'accroître quand la concentration dans le mélange augmente. Par contre, un phénomène nouveau intervient avec le carbonate fin. En effet, l'Amprolium montre une élutriation importante dans ce carbonate. Ce démélange est clairement plus important quand la concentration en Amprolium augmente et se produit dans l'autre sens : l'Amprolium est plus présent dans le fond de l'échantillon. Enfin, le mélange du sulfate de manganèse dans le carbonate fin démontre sa stabilité avec une égalité des concentrations en manganèse en haut et à la base de l'échantillon après sa chute. Cette stabilité peut être expliquée par la proximité granulométrique de l'additif et du carbonate fin.

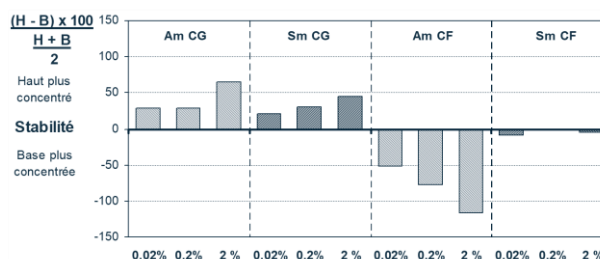


Figure 6 : Résultats de test d'élutriation sur des mélanges d'Amprolium et de Sulfate de manganèse fabriqués à trois concentrations croissantes et dans deux carbonates de granulométries différentes

Un autre essai pilote, plus vaste, a été mené par la suite avec cinq autres additifs (Tableau 2) et un autre excipient : du tourteau de lin broyé et calibré à trois granulométries (Tableau 3).

		A	B	C	D	E
Angle de talus par éboulement	(°)	57.6	43.8	73.0	70.3	49.7
Masse volumique apparente	(g/cm ³)	0.64	0.48	0.39	0.83	0.97
Masse Volumique particulaire	(g/cm ³)	1.32	1.48	1.35	5.52	2.94
Granulométrie par diffraction laser	(μm)	167.2	749.4	702.4	8.7	79.6

Tableau 2 : Caractéristiques physiques des 5 additifs

Tourteaux de lin	D50 par diffraction laser	M. Vol. apparente
Fin	73.0 μm	341.0 g/l
Moyen	188.6 μm	429.3 g/l
Grossier	596.0 μm	436.5 g/l

Tableau 3 : Caractéristiques physiques des excipients

Après mélange en pilote, les $CV_{\text{homogénéité}}$ sont assez stables en fonction de la granulométrie des excipients pour quatre des cinq additifs (Figure 7). Le produit B présente, quant à lui, une nette tendance à l'hétérogénéité dans les 2 tourteaux de lin les plus fins. Cette tendance est confirmée par les résultats de tests d'élutriation effectués sur les mêmes mélanges (Figure 8). Une comparaison

intéressante réside alors entre les produits B et C qui ont des granulométries proches, mais dont un seul est stable au mélange dans les trois excipients (produit C). Or, la seule différence de caractéristiques physiques qui existe entre ces deux produits est l'angle de talus par éboulement. Ainsi, l'hypothèse qui serait retenue est que l'écoulement plus aisé pour le produit B favorise son démélange.

Ce démélange par écoulement aurait alors lieu avec plus d'acuité dans le milieu le plus grossier. La finesse de l'excipient donne au mélange une cohésion qui limite la dispersion du produit et conduit donc à une répartition hétérogène, mais qui permet de limiter le démélange lors du transfert dans les conduites.

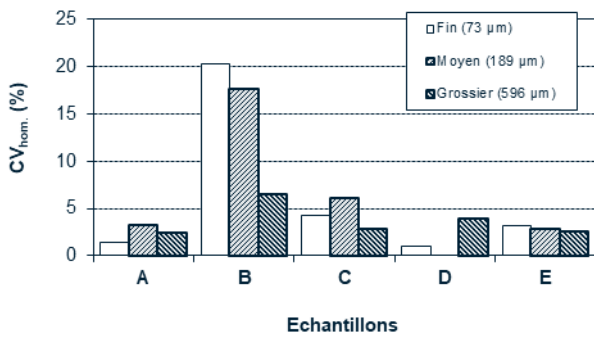


Figure 7 : CV_{homogénéité} en fonction des additifs et des tourteaux de lin

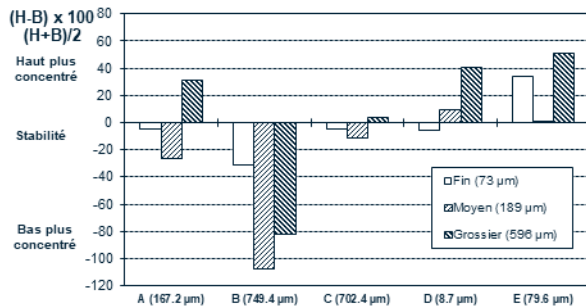


Figure 8 : Résultat du test d'éluatriation sur les mélanges des cinq additifs dans des tourteaux de lin

D'autres mélanges de ces cinq produits ont été fabriqués en milieu industriel sur une base carbonate (188 µm). Ces mélanges ont également subi un test d'éluatriation (Figure 9) et le résultat confirme la tendance au démixage du produit B dans ce nouvel excipient. Par contre, le produit A se montre plus instable dans le carbonate qu'il ne l'est dans le tourteau de lin de même granulométrie médiane. Ce comportement a été attribué à une différence de masse volumique entre le carbonate et le produit A.

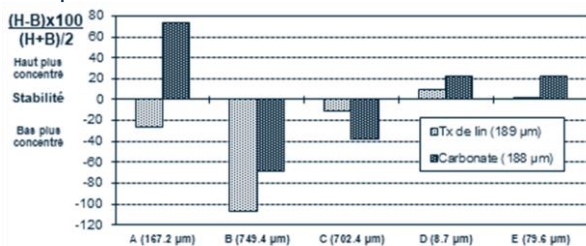


Figure 9 : Résultats comparés de tests d'éluatriation effectués sur des mélanges contenant 0.2 % de cinq additifs dans un carbonate ou un tourteau de lin ayant des diamètres médians similaires

3. Conclusion

Ces deux tests ont démontré qu'ils étaient porteurs d'informations cohérentes quant à la stabilité relative de leur distribution dans des mélanges. Les essais sur le test de ségrégation par angle de repos n'ont pas été poursuivis au-delà des résultats mentionnés dans cette fiche, en raison de l'impossibilité d'exprimer aisément les résultats sous la forme d'un indice synthétique. De plus, au travers des essais pratiqués sur l'Amprolium et le sulfate de manganèse, il semble que le test d'éluatriation soit apparu plus drastique dans la stimulation des possibilités de démixage. Sa répétabilité relativement bonne, sa simplicité de mise en œuvre et sa capacité à déceler les instabilités des mélanges conduisent à le privilégier.

4. Références bibliographiques

Amornthewaphat N., Behnke K.C., Hancock J.D., 1998. Effects of particle size and mixing time on uniformity and segregation in pig diets. Kansas state university swine day report, 261-263.

Friedrich W., Jansen H.D., 1974. Mischgute und Mischstabilität als Qualitätsmerkmale von Mischfuttern. Übersichten zur Tierernahrung, 2, 239-257.

Schneider J., 1985. Modellversuche zur Eignungsprüfung von Tragerstoffen für Vormischungen und zur Untersuchung von Entmischungsvorgängen. Kraftfutter, 68, 11, 384-387.

Tecaliman, 1995a. Phase 3 : Comparaison entre les résultats des méthodes de laboratoire et des mesures du comportement industriel des additifs utilisés en alimentation animale. Convention SYPRAM n° 31.

Tecaliman, 1996b. Homogénéisation des aliments composés : Définitions. **i'Tec_H9**

Wild R.A., 1999. Feed manufacturers must produce safe feed-safe food. Feedstuffs, 17 Mai, 20+47-49.

Williams J.C., Khan M.I., 1973. The mixing and segregation of particulate solids of different particle size. The Chemical Engineer, Jan., 19-25.

Williams J.C., Shields G., 1969. The segregation of granules in a vibrated bed. Powder Technol., 1, 1, 134-142.