

Résultats d'essais pilotes sur la pulvérisation d'additifs liquides sur des granulés par charge

1. Objectif

Il s'agit de tester la répartition d'une solution d'actif incorporé selon différentes modalités dans un mélangeur sur de l'aliment en granulés. Les facteurs stimulés sont :

- La quantité de solution incorporée
- La concentration de la solution incorporée
- La durabilité des granulés
- Le débit d'incorporation

2. Principe

Afin de simuler le comportement d'additifs liquides dispersés sur base aqueuse, une solution de traceur coloré est pulvérisée sur des lots indépendants d'aliment poulet sous forme de granulés dans des conditions différentes. Cette opération est effectuée à l'aide d'un dispositif de pulvérisation disposé sur un mélangeur pilote à pales avec des buses de débits variables.

Les conditions stimulées sont les suivantes :

- La quantité de solution incorporée de 5 à 25 ml soit de 100 à 500 ppm
- La concentration de la solution incorporée de 10 à 30 g/l
- La durabilité des granulés sur trois niveaux
- Le débit d'incorporation par la variation de la buse de pulvérisation de 0.50 à 2.00 gal/h

3. Matériel

3.1. Aliment

L'aliment utilisé est l'aliment poulet sous forme de granulés à raison de 50 kg par charge.

Des granulés de cet aliment sont produits à trois niveaux de durabilité à l'issue de pré-essais.

3.2. Le colorant

Le **Vert S** ou **Vert acide brillant** ou **Vert lissamide** est un colorant alimentaire, de formule $C_{27}H_{25}N_2NaO_7S_2$ qui se présente sous forme de fins cristaux verts. Il appartient à la liste positive des additifs autorisés en alimentation animale (E 142), car sa

présence est tolérée. Sa couleur varie en fonction du pH de Jaune à pH très acide à vert puis au bleu-violet à pH basique. Il est soluble dans l'eau et l'éthanol. La concentration maximale d'une solution dans l'eau est de 30 g/l.

3.3. Installation

Elle est constituée (Figure 1) :

- d'un mélangeur d'une capacité de 100 litres : mélangeur horizontal en goutte d'eau statique avec mobile interne axial à pales
- d'un dispositif d'injection par air comprimé en un point, muni d'un capteur de pression
- de buses de tailles variables

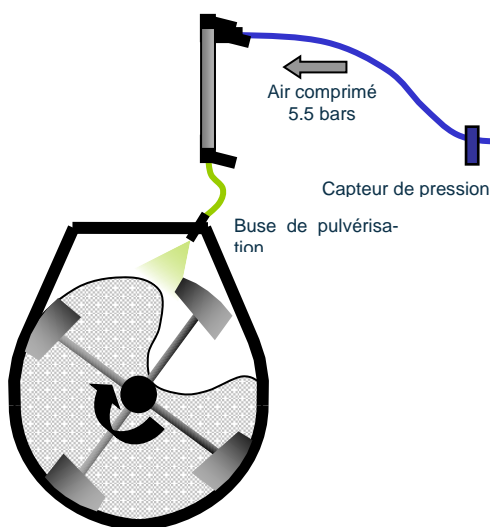


Figure 1 : Schéma de l'ensemble du dispositif de pulvérisation

4. Méthode

4.1. Préparation de la solution de vert S

Les solutions de traceurs sont incorporées dans les mêmes conditions que les additifs liquides à 100, 300 ou 500 ppm dans un mélange de 50 kg soit 5, 15 ou 25 g de solution de traceur.

Les concentrations en traceur des solutions doivent donc être calculées pour apporter la quantité suffi-

sante de traceur dans 25 g de solution, afin de rendre les analyses possibles dans des échantillons d'environ 20 g.

Des solutions de vert S à 10, 20 et 30 g/l sont élaborées à partir de la dissolution de 0.5, 1 ou 15 g de vert S dans des fioles jaugées de 50 ou 500 ml remplies d'eau distillée. Le traceur est pesé directement dans la fiole. La fiole est complétée jusqu'au trait de jauge, puis agitée doucement par un agitateur magnétique.

4.2. Plan d'essai

Le plan d'essai décrit dans le Tableau 1 stimule les paramètres suivants :

- La quantité de solution incorporée : 5, 15 et 25 ml soit 100, 300 et 500 ppm avec une durabilité maximum des granulés et une buse de 1.25 gal/h
- La concentration de la solution incorporée : 10, 20 et 30 g/l avec une durabilité maximum des granulés et une buse de 1.25 gal/h
- La durabilité des granulés : 3 niveaux (A, B et C) - Buse de 1.25 solution de 30 g/l incorporé à 500 g/t soit 25 ml/50 kg
- Le débit d'incorporation : Buse de 0.50, 1.25 et 2.00 gal/h - Solution de 30 g/l incorporée à 500 g/t soit 25 ml/50 kg sur granulés de durabilité maximum (C)

L'essai central (500 ppm de solution à 30g/l pulvérisés avec une buse de 1.25 gal/h sur des granulés de durabilité maximum) est répété deux fois, de même que l'essai avec la buse de 2 gal/h.

Buse de 1.25 Durabilité max.	Taux d'incorp. de la solution		
	100 ppm	300 ppm	500 ppm
Concentration de la solution initiale	10 g/l		X
	20 g/l		X
	30 g/l	X	X X

Solution 30 g/l à 500 ppm	Durabilité		
	A (74.0*)	B (82.7)	C (90.1)
Buses	0.50 gal/h		X
	1.25 gal/h	X	X X
	2.00 gal/h		X X

Tableau 1 : Plan d'essai (* Durabilité Eurotest)

4.3. Conditions de pulvérisation

Les solutions sont pulvérisées sur les granulés sous l'action de la pression de l'air. Afin d'être certain qu'une faible variation de débit a lieu au cours de la pulvérisation, une sonde de pression a été installée sur le circuit d'air comprimé après une vanne de régulation et à moins d'un mètre de l'entrée sur système de pulvérisation.

Des pré-essais de calibration ont été effectués avec de l'eau afin de déterminer les temps de pulvérisation avec les trois buses sélectionnées.

4.4. Fabrication des mélanges

Le temps de mélange global est fixé à 2.5 mn quelle que soit la durée de la pulvérisation. Ainsi, selon la buse employée, la durée après la fin de l'incorporation du liquide est variable.

La charge initiale du mélangeur est de 50 kg de granulés.

Après réalisation de la tare sur un pot contenant la solution employée, la pesée de la quantité nécessaire s'effectue par mesure négative après prélèvement à l'aide d'une seringue (la densité de la solution pulvérisée est assimilée à celle de l'eau).

La solution est introduite à l'aide de la seringue dans le système de pulvérisation. Après fermeture de toutes les vannes, l'ensemble du dispositif est pesé.

Le système est mis en place sur le mélangeur et est raccordé à l'air comprimé. Les pulvérisations de solution sont effectuées au travers d'une fente ménagée dans le couvercle du mélangeur où s'insère, en biais, le gicleur du système de pulvérisation.

Après vérification de la pression de l'air comprimé, le cycle de mélange est lancé pendant 2,5 mn à 30 tours/min. Dix secondes après le départ du cycle de mélange, la pulvérisation débute. Le temps de pulvérisation est mesuré par l'enregistrement des variations de pressions.

L'air comprimé reste en fonction jusqu'à la fin du cycle de mélange, donc très longtemps après la fin de l'injection, ce qui donne l'assurance d'une pulvérisation maximale de la solution.

A la fin du cycle, l'aliment est vidangé. Le système d'injection est purgé de l'air comprimé, puis pesé afin de connaître avec une précision acceptable la masse de liquide réellement pulvérisée dans l'enceinte du mélangeur et ainsi de déterminer la concentration attendue.

4.5. Prélèvements

En raison de la présence potentielle de fines dans le mélange de granulés après essai, chacun des lots est transféré dans deux sacs. Des successions de divisions par 2 sont effectuées à partir de cette totalité du lot afin d'aboutir à 16 échantillons d'environ 100 g. Chacun de ces échantillons (contenant fines et granulés) est ensuite broyé sur un broyeur à cylindre et homogénéisé avant de subir 2 nouvelles divisions par 2 pour obtenir deux sous prises d'essai d'environ 25g.

4.6. Analyses

Le dosage du colorant repose sur la méthode suivante :

- Pesée de la prise d'essai
- Ajout de 50 ml de solution d'éthanol/eau distillée (70/30) à l'aide d'un distributeur calibré
- Attendre 10 minutes (agiter horizontalement 4 à 5 fois durant l'attente)

- Agiter énergiquement en fin de période d'attente
- Prélèvement d'un millilitre de surnageant et filtration
- Lecture de la densité optique à 635 nm contre un blanc témoin élaboré sur de l'aliment blanc.

Ainsi, pour 16 échantillons par lot, les analyses sont donc réalisées en double. Des gammes étalons sont constituées à partir des 3 solutions mères pulvérisées sur l'aliment.

4.7. Traitement des données

Les coefficients directeurs des courbes étalons du type de celle de la Figure 2 permettent de calculer les concentrations en colorant dans les échantillons.

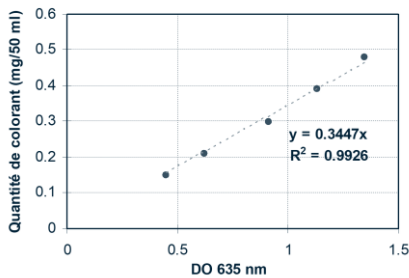


Figure 2 : Courbe étalon établissant la relation entre la masse de Vert Ss dans 50 ml de solvant 70/30 et la densité optique à 635 nm

Les taux de récupération en chacun des traceurs sont calculés à partir des quantités réellement incorporées. Les analyses ayant été effectuées en double à partir de prises d'essais individuelles dans chacun des échantillons, des analyses de variance selon le modèle aléatoire peuvent être effectuées afin d'accéder à la variance homogénéité et d'évaluer la variance résiduelle.

5. Résultats

Buse de 1.25 Durabilité max.	Taux d'incorp. de la solution		
	100 ppm	300 ppm	500 ppm
Concentration de la solution initiale	10 g/l		95.2
	20 g/l		87.7
	30 g/l	75.1	85.2
			88.4 / 88.4

Solution 30 g/l à 500 ppm	Durabilité		
	A (74.0*)	A (74.0*)	A (74.0*)
Buses	0.50 gal/h		89.7
	1.25 gal/h	90.7	84.6
	2.00 gal/h		88.4 / 88.4
			73.4 / 96.8

Tableau 2 : Taux de recouvrement (%)(* Durabilité Eurotest)

Les taux de recouvrement sont acceptables aux regards des tests d'homogénéité traditionnels (Tableau 2) mis à part l'un d'eux qui est supérieur à 110 %.

L'impact des 4 facteurs est étudié à l'aide des coefficients de variation homogénéité calculés par les analyses de variance déduites des doubles d'analyses réalisées sur chacun des échantillons (Tableau 3).

Il apparaît de ces essais que la variation de durabilité n'a pas d'impact sur l'homogénéité de la répartition du colorant (Figure 3). Il est utile de rappeler que ceci est vrai dans la mesure où, pour la constitution des échantillons, le mélange granulé/fine a été divisé pour constituer les échantillons finaux. Il reste fortement probable que les fines contenues dans les granulés portaient des quantités de colorant supérieures. Ainsi, quelle que soit la durabilité des granulés de 74 à 90 % (Méthode eurotest), la pulvérisation de 500 ppm de solution à 30 g/l de colorant sur des granulés de 4 mm, avec une buse conique injectant 1.25 gal/h, conduit à des coefficients de variation voisins de 10 % dans ce mélangeur à pales.

Buse de 1.25 Durabilité max.	Taux d'incorp. de la solution		
	100 ppm	300 ppm	500 ppm
Concentration de la solution initiale	10 g/l		6.3
	20 g/l		8.0
	30 g/l	10.5	7.2
			11.2 / 9.2

Solution 30 g/l à 500 ppm	Durabilité		
	A (74.0*)	B (82.7)	C (90.1)
Buses	0.50 gal/h		5.1
	1.25 gal/h	10.1	9.2
	2.00 gal/h		10.2 / 12.1

Tableau 3 : Coefficient de variation homogénéité (%) (* Durabilité Eurotest)

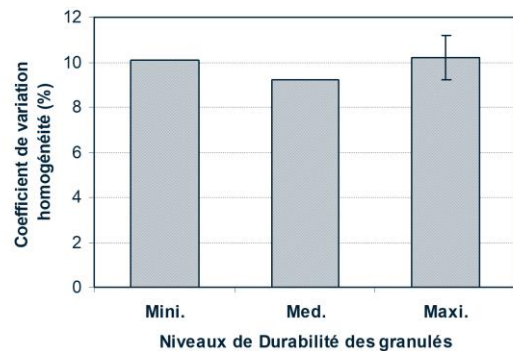


Figure 3 : Niveaux des coefficients de variation homogénéité en fonction des niveaux de durabilité initiaux des granulés

Cependant, les autres facteurs paraissent avoir des impacts significatifs sur l'homogénéité de la répartition du liquide pulvérisé. Ainsi, la variation de la quantité de solution pulvérisée conduit à un passage par un optimum à 300 ppm (Figure 4) avec une valeur de 7.2 %. Compte tenu de la faiblesse des écarts et de l'importance du facteur, cet effet potentiel devrait être vérifié en répétant les essais. La pulvérisation d'une quantité inférieure (100 ppm) ou d'une quantité supérieure (500 ppm) conduirait à des coefficients de variations voisins de 10 %.

La réduction de la variation lorsque la quantité augmente serait plus logique puisque le nombre de granules exposés à la solution liquide serait plus important. Ainsi, l'augmentation du nombre des granules portant du colorant conduirait à une diminution de la variation de la répartition dans 100 g.

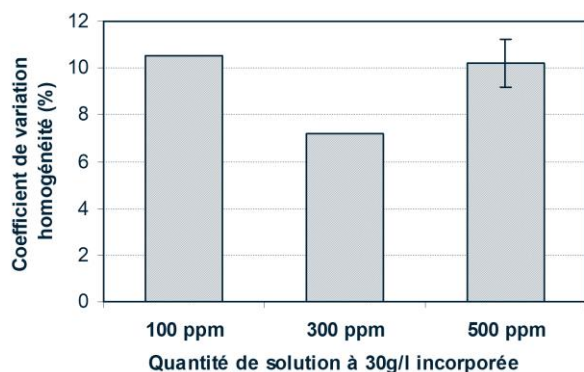


Figure 4 : Niveaux des coefficients de variation homogénéité en fonction des taux d'incorporation de la solution de 30g/l

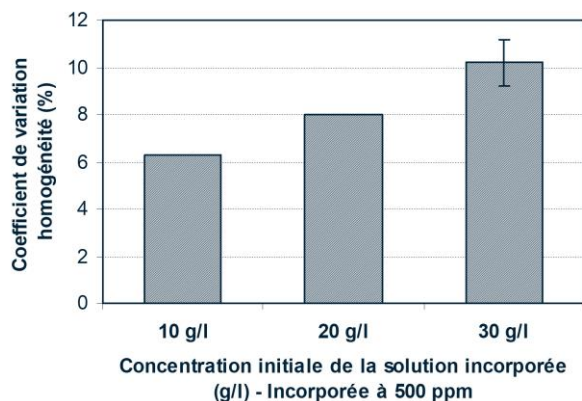


Figure 5 : Niveaux des coefficients de variation homogénéité en fonction des concentrations initiales des solutions incorporées à un niveau de 500 ppm

La dilution de la solution pulvérisée à débit identique a conduit à des concentrations finales en colorant décroissantes. Il aurait été possible de constater alors que la réduction de concentration puisse conduire à une plus grande variabilité sur l'analyse. Les variances résiduelles ont montré que cela n'était pas le cas et les coefficients de variation homogénéité montrent que, même si la concentration diminue, la varia-

bilité entre échantillon diminue également (Figure 5) régulièrement.

Cet effet n'est pas similaire à celui constaté lors de la variation de débit de la buse employée (Figure 6), puisque, dans ce cas, il est possible que ce soit le nombre de granules ayant reçu la solution qui varie.

Ainsi, plus le débit est faible et plus grand est le nombre de granules susceptibles de recevoir puis de porter du colorant.

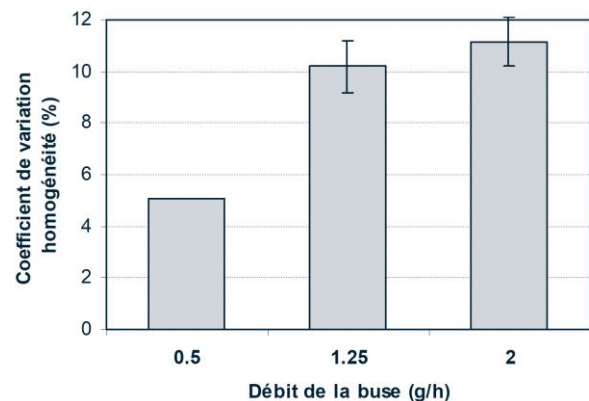


Figure 6 : Niveaux des coefficients de variation homogénéité en fonction du débit de la buse

6. Conclusion

Globalement, il conviendrait donc de pulvériser lentement une solution diluée pour obtenir une répartition homogène du principe actif ciblé. Le fabricant d'aliments, maître d'oeuvre de son installation de pulvérisation et de son emploi, devra donc porter, s'il souhaite une répartition homogène, ses choix vers des débits d'incorporations d'autant plus modérés que les solutions pulvérisées seront concentrées. Le fabricant de solutions d'actifs devra porter son choix vers des solutions peu concentrées ou des dilutions adéquates, si le débit de l'usine est important.

La durabilité des granules n'aura pas d'actions sur l'homogénéité dans un domaine allant de 100 à 500 ppm de solution dans la mesure où fines et granules arriveront en répartition homogène dans l'auge de l'animal. Si tel n'était pas le cas, ce qui est probable, des granules peu friables seraient préférables, car cela n'empêche pas la fixation des solutions de liquides tout en limitant les risques liés à la présence de fines.

Enfin, il est important de noter que, dans ces conditions, il est possible de considérer comme optimaux, les coefficients de variation homogénéité obtenus qui ont oscillés entre 5.1 % et 12.1 % avec des granules de 4 mm de diamètre. Par conséquent, il paraît difficile d'aspirer à de meilleurs coefficients de variation dans le cas de mélangeur en continu.

Ceci n'exclut pas la préférence pour des granules de plus faibles tailles qui offriraient une surface développée supérieure et pourraient ainsi conduire certainement à de meilleures répartitions, bien que ceci reste à démontrer.