

Proposition de Règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation d'additifs liquides

Ces règles ne constituent qu'une proposition dans l'objectif d'autoriser des comparaisons entre résultats. Cependant, elles n'ont fait l'objet, pour l'instant, d'aucune validation industrielle et pourraient, de ce fait, être modifiées dans l'avenir. Elles ont été rédigées dans le contexte de la mise en place de règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation de tous les additifs dans un mélange et après les additifs en poudre (Voir i'Tec_H1), il a été choisi de proposer des règles adaptées aux additifs incorporés en solution. Ces recommandations ont été établies sur la base :

- des travaux et études précédentes effectués sur les additifs en poudres.
- des études pilotes et bibliographiques effectuées à Tecaliman sur ce thème.
- d'observations industrielles.

L'application de ces règles n'est donc en aucun cas une obligation, il ne s'agit que de recommandations. Chaque utilisateur est libre d'utiliser la méthode qu'il souhaite s'il est en mesure de démontrer que son résultat et sa détermination restent dans un domaine de fiabilité.

Cependant, il est utile de rappeler que la procédure employée doit être systématiquement identique à chaque essai afin d'autoriser une comparaison en limitant les biais.

1. Objectif

Etudier la répartition d'une substance incorporée sous forme d'une solution dans un mélange fabriqué dans une usine d'aliments du bétail. Cette substance est appelée traceur. Cette nécessité technique a pour conséquence directe que l'homogénéité mesurée n'est que celle du traceur et ne peut être totalement extrapolée sans risque d'erreur aux autres constituants incorporés au mélange de manière similaire (autres liquides, liquides incorporés par d'autres moyens ou circuits, ...).

2. Principe

La méthode consiste à :

- Choisir un traceur.
- Fabriquer un produit contenant le traceur.
- Prélever des échantillons.
- Doser le traceur dans les échantillons.

- Obtenir un résultat sous la forme d'un coefficient de variation.

Les résultats de l'évaluation constituent une image de la qualité de l'incorporation du traceur dans les conditions de l'essai.

3. Matériel

3.1. Choix du traceur

Le traceur est la molécule qui est analysée. Il est incorporé sous forme de solution et peut correspondre à un pourcentage variable de cette solution. Bien sûr, le traceur employé peut être un produit auquel on s'intéresse particulièrement. Toutefois, un tel produit peut ne pas avoir les qualités requises pour être un traceur utilisable. En d'autres termes, il peut arriver que l'homogénéité de certains traceurs ne puisse être évaluée sans risque d'erreurs importantes.

Les critères suivants sont recommandés pour sélectionner le ou les traceurs d'homogénéité :

- Ils doivent être incorporés à faible taux entre 100 et 500 ppm.
- Ils doivent être dosables par une méthode d'analyse exacte, répétable, sensible, simple et d'un coût raisonnable.
- Ils doivent être apportés majoritairement, voire au mieux exclusivement, par une seule origine (Absence de traceur endogène ou possibilité d'analyse différentielle de l'endogène par rapport à l'exogène).
- Ils doivent être incorporés avant le lieu de prélèvement.
- Ils ne doivent pas être détruits ou modifiés par les opérations réalisées entre leur incorporation et le point de prélèvement.
- Ils peuvent être internes ou externes.

3.2. Base du mélange

Deux types de produits peuvent être utilisés selon l'objectif du test pratiqué :

- dans le cadre d'une évaluation de l'homogénéité des aliments produits par l'outil industriel, un aliment composé représentatif de la production de l'usine concernée par le test pourra être utilisé,
- dans le cadre d'une investigation sur le procédé

d'incorporation une matière première broyée ou un mélange de matières premières broyées, ayant éventuellement des caractéristiques physiques définies, pourra être utilisé.

4. Méthode

4.1. Mode d'incorporation

Avant et au moment d'effectuer les prélèvements, il faut être assuré que l'incorporation est effectuée de manière conforme aux habitudes de production de l'usine.

4.2. Lieu de prélèvement

Le lieu de prélèvement recommandé est un point situé au plus proche du point d'incorporation. Au mieux, il doit s'agir d'un flux passant. Il faudra tenir compte des risques de contamination croisée afin que cela ne perturbe pas l'évaluation.

4.3. Mode de prélèvement des échantillons

Le choix du mode de prélèvement doit avoir pour objectif :

- de donner statistiquement, à chaque élément, une chance équivalente d'être prélevé
- de réaliser les prélèvements en toute sécurité,
- d'obtenir des échantillons représentatifs,
- d'obtenir des échantillons de la taille désirée,
- d'être adapté au lieu de prélèvement,
- de modifier ou perturber le moins possible les échantillons.

Dans un esprit d'obtention d'échantillon représentatif, il est vivement recommandé :

- de couper le flux dans des sens différents d'un prélèvement à l'autre,
- de disposer d'un lieu de prélèvement à faible débit.

Le prélèvement dans des lots de produits à l'état statique (dans des mélangeurs, trémies, cellules, cases, ...) est vivement déconseillé.

4.4. Nombre d'échantillons

Il est recommandé de prélever au moins 20 échantillons. Il est conseillé de prévoir un nombre de contenants d'échantillons supérieur afin de pouvoir réaliser la collecte jusqu'à la fin du lot.

4.5. Taille des échantillons

Elle peut être comprise entre 100 et 1000 g. Un minimum de variation de taille entre échantillons pour un même essai est recommandé.

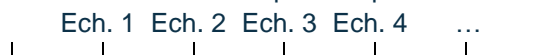
4.6. La périodicité des prélèvements

Elle est déterminée de la manière suivante :

- mesurer le temps de passage d'un lot similaire à celui fabriqué lors de l'essai au lieu de prélèvement.
- calculer la période entre deux prélèvements en divisant le temps de passage par le nombre

d'échantillons à prélever plus 1 soit 21 pour 20 échantillons.

Pour prélever, au début du passage du lot, le chronomètre est déclenché pour laisser passer une période avant de réaliser le premier prélèvement :



Début du passage du lot

Les échantillons sont prélevés à chaque période et conditionnés dans l'ordre des numéros. Les prélèvements doivent être réalisés jusqu'à la fin du passage du lot.

En cas d'arrêt de passage du lot au point de prélèvement suite à une temporisation, le chronomètre est arrêté et redémarre lors de la reprise du passage. Cette temporisation des systèmes d'injection doit être initialement prise en compte pour déterminer la périodicité de l'échantillonnage.

5. Réalisations des essais

5.1. Travaux et vérifications préalables

Il faut vérifier au lieu de prélèvement :

- la présence du personnel et du matériel nécessaire au moment des essais.
- le débit de produit.
- le temps de passage d'un lot similaire afin de déterminer la périodicité de prélèvement.

5.2. Collecte de données annexes

La collecte de ces données est recommandée afin de faciliter l'interprétation ultérieure des résultats de l'essai, ainsi que la comparaison de l'évolution des résultats dans le temps :

- les caractéristiques physiques de la solution (concentration en traceur, viscosité, masse volumique, ...),
- les caractéristiques du point d'incorporation,
- les quantités de matières premières dosées y compris les autres liquides,
- la séquence d'incorporation des produits dans la mélangeuse,
- la liste et les durées respectives de l'ensemble des phases du mélange (prémélange, séquence d'incorporation des liquides et solides, durée de l'homogénéisation...).
- les conditions de mélange (taux de remplissage, vitesse du mobile, ...).

Pour faciliter cette collecte de données, une checklist peut être élaborée.

6. Traitement des échantillons et analyses

Le conditionnement, l'expédition et le traitement au laboratoire des échantillons devront être réalisés dans des conditions permettant le maintien de leur représentativité du produit fabriqué. Dans chaque échantillon sélectionné pour être soumis à l'analyse,

un dosage du traceur est effectué. Ces analyses doivent être effectuées selon les méthodes normalisées en vigueur.

En cas de réalisation de l'analyse sur une prise d'essai de faible taille par rapport à celle des échantillons, il est recommandé de recourir à un broyage de la totalité de la masse de l'échantillon (sans destruction du traceur), puis à une ré-homogénéisation et enfin à une division pour mener à une taille de sous-échantillon aussi proche que possible de la taille de la prise d'essai.

Dans le cas où la précision de la méthode d'analyse serait suspectée comme ayant un effet important ou pour le cas où elle serait méconnue, il est recommandé de procéder à des analyses en double sur chacun des échantillons. Le traitement statistique des résultats sera alors différent.

Des analyses de la masse volumique apparente et de la granulométrie des aliments peuvent également être réalisées afin de caractériser les conditions d'essais.

7. Traitement des résultats

Les résultats subiront un traitement statistique. Dans le cas d'analyses en simple (une analyse par échantillon) sur chacun des échantillons, le calcul de la variance (V_{tot}) et de la moyenne (m) sur l'ensemble des analyses permettra le calcul d'un coefficient de variation total, selon la formule :

$$CV_{tot} = 100 \cdot \frac{\sqrt{V_{tot}}}{m}$$

En cas de double analyse sur chacun des échantillons, il est possible de retirer de la variance totale, la variance résiduelle comprenant la variance analytique (Voir i'Tec_H3).

Pour se faire, une analyse de variance selon le modèle aléatoire est réalisée. Elle permet d'accéder à la variance homogénéité (V_{hom}) par la détermination de la variance "inter-échantillons". Le CV_{hom} (Voir i'Tec_H3) est alors :

$$CV_{hom} = 100 \cdot \frac{\sqrt{V_{hom}}}{m}$$

8. Interprétation des résultats

Cette interprétation est en premier lieu effectuée selon l'arbre de décision de la page suivante.

La concentration moyenne est jugée acceptable si elle est comprise entre 70 et 110 % de la concentration attendue. Des écarts éventuels pourraient être acceptés s'ils sont expliqués industriellement. La conformité des CV (homogénéité ou total) est évaluée selon trois références :

- L'objectif de qualité choisi par l'industriel.
- L'évolution des résultats dans le temps (d'un essai à l'autre).
- Les données collectées sur l'ensemble de la profession et la possibilité de variations d'un essai à l'autre.

En cas de non-conformité, la recherche de la cause doit être faite sur la base des différents facteurs sus-

ceptibles d'intervenir :

- Le matériel (Lieu d'incorporation, état des buses, ...)
- Les modalités de pulvérisation (débits, début et fin de pulvérisation, ...)
- Les produits (forme de la matrice, données relatif au traceur, ...)
- ...

9. Conclusion

La méthodologie d'évaluation de l'homogénéité peut être résumée de la façon suivante :

1) Définir l'objectif

- Tester la performance de l'usine pour l'ensemble des aliments fabriqués.
- Etudier le procédé pour déterminer les facteurs de variations ou les modalités d'amélioration des performances.
- Etudier un produit et/ou une ligne
- ...

2) Choisir le matériel

- Le traceur et sa solution
- Le support
- Le circuit

3) Elaborer la méthode

- Le lieu de prélèvement
- Le mode de prélèvement
- Le nombre d'échantillons
- La périodicité de prélèvement
- Le mode et le nombre d'analyses par échantillon

4) Choisir des facteurs maîtrisés

- Le taux de remplissage
- La durée de l'incorporation
- La quantité incorporée
- Le débit au point de prélèvement

5) Mesurer des facteurs

- Les caractéristiques du traceur
- Les caractéristiques du support
- Les caractéristiques du circuit
- Les concentrations en traceur dans les échantillons

6) Obtenir des résultats

- La concentration moyenne
- Le ou les coefficients de variation

7) Interpréter

- Selon l'arbre de décision
- En fonction de tous les facteurs intervenant sur le résultat
- En fonction de l'objectif de l'usine et des données de la profession

Le résultat obtenu ne peut être extrapolé à d'autres conditions sans risque d'erreur.

