

Mots-clés : Additif, Méthode, Écoulement, Caractéristiques physiques

Mesure de l'angle de talus par éboulement dans le domaine des additifs utilisés en alimentation animale

Les premiers essais de mesure d'angles de talus ont été réalisés à Tecaliman à l'aide d'une technique décrite dans la Norme NF T 73-008 (1978) que nous avons appelée angle de talus par distribution. Les résultats obtenus avec cette méthode initialement destinée aux agents de surface en poudres et granulés ont montré son inadaptation aux additifs utilisés en alimentation animale. En effet, cette technique de mesure de l'angle de talus nécessite la mise en écoulement des produits lors de leur distribution même si ceux-ci possèdent une très faible aptitude à l'écoulement.

Dans une thèse publiée en 1974, Devise décrivait différentes techniques de constitution des tas afin de mesurer ce qu'il appelait des "angles de repos drainés". Une de ces techniques était basée sur l'utilisation d'un cylindre disposé sur une surface plane. Le retrait de ce cylindre permettait de constituer un tas sans nécessiter la mise en écoulement des produits testés.

Cette technique est à l'origine du matériel et de la méthode décrite dans cette fiche. Le matériel est le fruit d'une collaboration entre TECALIMAN et l'INRA

de Nantes, le protocole de mesure a été mis au point par Tecaliman.

1. Principe

La méthode consiste à créer un tas de poudre en forme de cône et à mesurer l'angle de base du cône (**angle α**) ainsi formé.

Pour cela, l'échantillon de produit à tester est introduit dans un cylindre sans fond disposé sur une surface circulaire plane. Le tas est obtenu par éboulement de la poudre, en élevant verticalement le cylindre.

2. Appareillage

L'ensemble de l'appareillage est disposé sur un **marbre** horizontal (Figure 1). Le mouvement ascendant du **cylindre** est assuré à l'aide d'un treuil. La verticalité de ce mouvement est assurée à l'aide d'un rail ménagé dans une **potence** perpendiculaire au marbre. La vitesse de progression du cylindre peut être modulée à l'aide du **variateur** de vitesse. Le **socle**, disposé au centre d'une **cuvette**, a un diamètre de 100 mm.

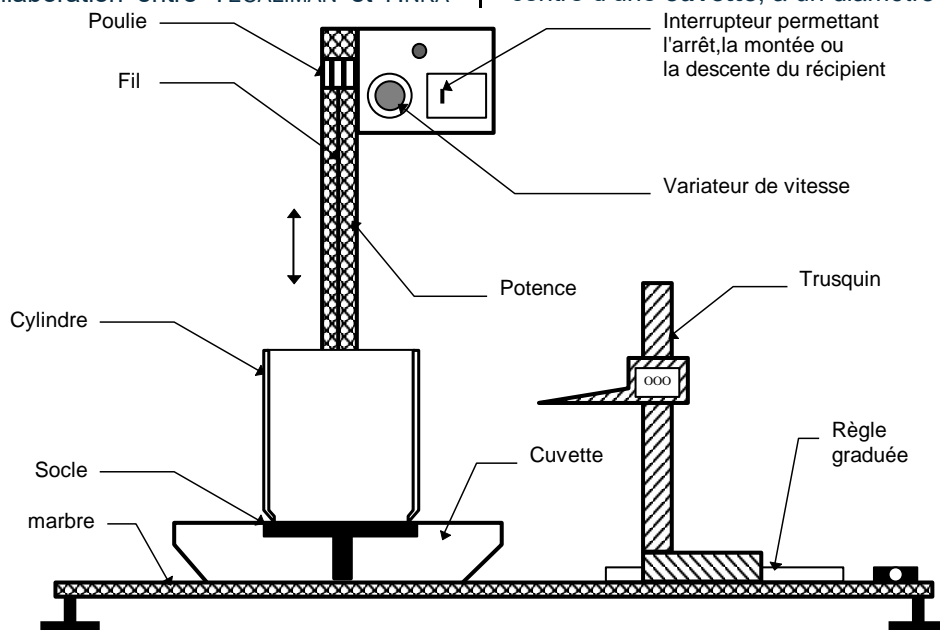


Figure 1 : Schéma de l'appareillage de mesure de l'angle de talus par éboulement

Sa surface supérieure, striée de cercles concentriques, est pourvue d'un rebord intérieur de 10 mm. Ce dispositif permet au produit de déborder du socle, lors de la constitution du tas. Un **trusquin** mobile horizontalement le long d'une **règle** graduée permet de mesurer la hauteur « **h** » caractéristique du tas.

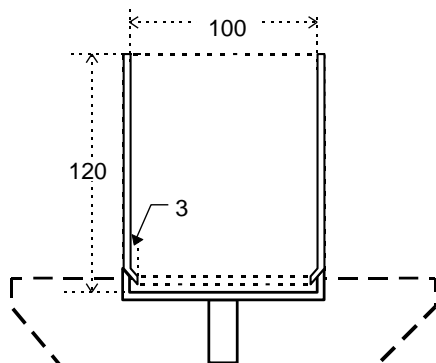


Figure 2 : Schéma en coupe du cylindre

Les dimensions du cylindre sont indiquées dans la Figure 2. Le décrochement de 2 mm réalisé à sa base permet :

- l'emboîtement du cylindre dans le socle pourvu d'un décrochement inverse.
- l'érosion des côtés de la charge de produit, afin de réduire les risques de constitution de "pâtes" dont l'angle serait de 90 °, ce qui constituerait une limite à la mesure.

3. Mode opératoire

Le volume de poudre nécessaire à une mesure correspond au remplissage du cylindre soit 942 ml au maximum. Le remplissage est assuré par la dépose délicate de charges élémentaires du produit à l'aide d'une main métallique. Ce dépôt est réalisé sur les côtés internes du cylindre.

Le remplissage est arrêté lorsque la charge totale de poudre est proche du niveau supérieur du cylindre. Ainsi, la quantité totale de poudre déversée est légèrement variable. Aucun arasement n'est réalisé afin de ne pas tasser le produit.

La montée du cylindre est assurée à la vitesse de 3 sur le curseur du variateur, ce qui correspond à 19.6 m/h.

L'angle mesuré est l'angle maximum de la base du cône. Pour réaliser cette mesure, l'opérateur doit procéder de la façon suivante :

- approcher du trusquin au bord du socle et le mettre à zéro.
- élever le trusquin.
- déplacer horizontalement le trusquin de **10 mm** (Figure 3).
- rechercher le point haut du cône par rotation du socle sur sa base.
- descendre le trusquin jusqu'au talus, sans toucher ce dernier.

- vérifier qu'il s'agit du point le plus haut par rotation du socle sur sa base et modulation de la hauteur du trusquin si nécessaire.
- lire la hauteur **h** sur le cadran digital du trusquin.

Cette mesure doit être réalisée si possible dans des conditions d'ambiances régulées mais surtout dans milieu isolé de toutes vibrations.

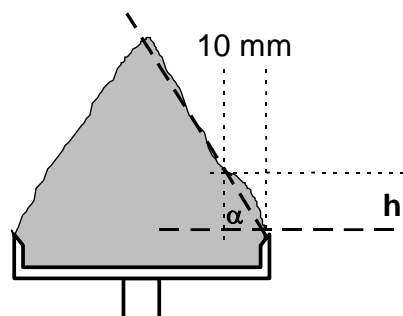


Figure 3 : Mesure de l'angle de talus d'éboulement

4. Expression des résultats et interprétation

La hauteur **h** est exprimée en mm, elle est obtenue avec une précision de 0.02 mm. L'angle de talus α en radians est obtenu par application de la formule trigonométrique suivante, issue du théorème de Pitagore :

$$\alpha = \text{arc de la tangente } (h/10)$$

Afin de faciliter la lisibilité de l'angle et sa comparaison avec les autres angles, il est exprimé en degrés. La précision de 0.02 mm sur le trusquin aboutit mathématiquement à une incertitude de 0.11°. Mais cette incertitude ne prend pas en compte l'erreur d'appréciation du contact trusquin/additif par l'opérateur.

Du point de vue de l'interprétation, il est aisé de concevoir que plus l'angle est grand et plus le produit s'écoule difficilement.

5. Qualités intrinsèques

Les qualités intrinsèques de la méthode, (sensibilité, précision, reproductibilité) ont été déterminées sur 5 produits très différents, à l'aide de mesures répétées 5 fois à quatre jours d'intervalle. Les produits étudiés ont été choisis comme représentatifs du domaine des additifs utilisés classiquement en alimentation animale. Les résultats montrent que la méthode est dotée d'une bonne sensibilité (Tableau 1).

Produits	1	2	3	4	5
Angle (°)	63.0	68.6	61.9	45.5	74.0
Groupe	c	b	c	d	a

Tableau 1 : Résultats de test des qualités intrinsèques de la méthode

Sa précision est de 2.96 % ce qui permet d'envisager une donnée fiable avec seulement **2 mesures**. L'angle de talus par éboulement est une méthode reproductible dans le temps.

6. Gamme des additifs de l'alimentation animale

Une population de 30 additifs représentatifs (voir **i'Tec_Q2**) a été constituée puis divisée, en fonction de leur angle de talus, en deux groupes : $\alpha < 45^\circ$ et $\alpha > 55^\circ$ (Figure 4).

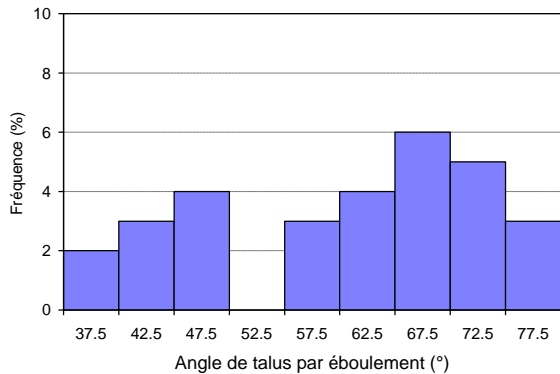


Figure 4 : Histogramme des fréquences

Cette répartition explique la légère différence observée entre la moyenne et la médiane des 30 additifs (Tableau 2). Il n'est pas possible d'affirmer que cette différence constitue la frontière entre les bonnes et les mauvaises propriétés d'écoulement.

Moyenne	60.1°
Ecart-type	12.6°
Minimum	36.3°
Maximum	76.9°
Différence mini/maxi	40.6°
Médiane	62.6°

Tableau 2 : Statistiques sur la gamme de 30 produits représentatifs

La gamme de mesure évolue dans une fourchette de plus de 40° et les angles sont souvent supérieurs à ceux observés avec d'autres méthodes.

7. Pouvoir discriminant et redondance

Pour différencier les additifs, l'angle de talus par éboulement a un pouvoir discriminant comparable à celui du plus petit diamètre d'écoulement mais inférieur à la granulométrie mesurée par diffraction laser ou à la masse volumique apparente.

Par contre, cet angle a le meilleur pouvoir parmi les méthodes de mesures de comportements à l'écoulement testées à TECALIMAN (indice d'Hausner, angle de pente, angle de spatule, ...). Si cette méthode est redondante avec celle du plus petit diamètre d'écoulement dans le bas de leurs échelles respectives (Figure 5), des différences notables existent dans le haut des échelles.

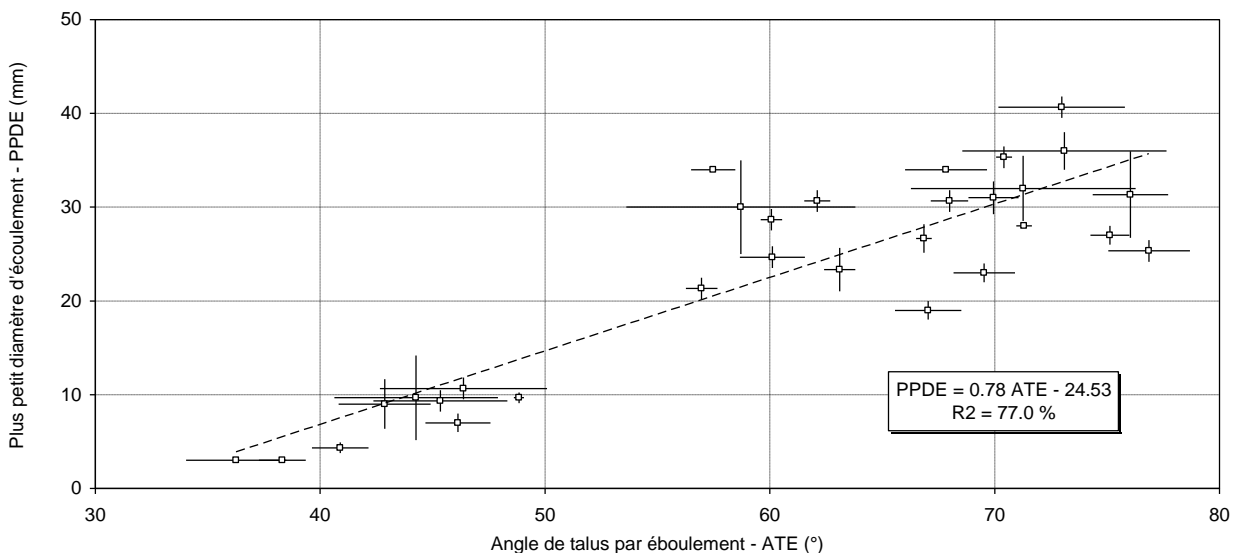


Figure 5 : Relation entre l'angle de talus par éboulement et le plus petit diamètre d'écoulement sur la gamme de trente additifs représentatifs.

Il existe également une relation assez étroite entre cet angle de talus et l'angle de spatule mesuré à l'aide de l'appareil HOSOKAWA (Figure 6). Mais la méthode de l'angle de talus par éboulement

présente l'avantage de posséder une précision et un pouvoir discriminant supérieurs.

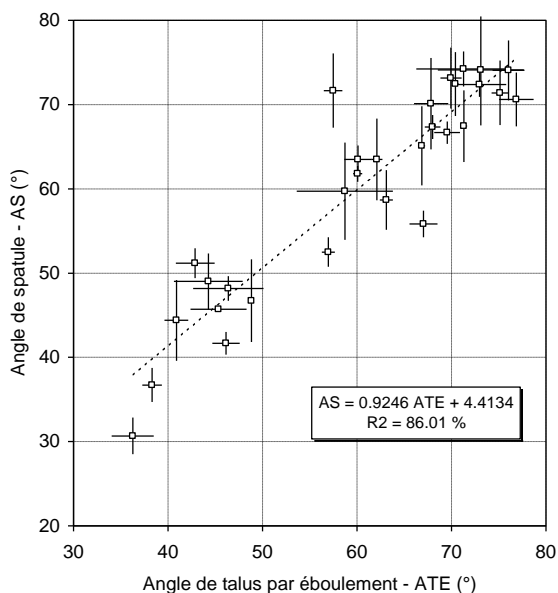


Figure 6 : Relation entre l'angle de talus par éboulement et l'angle de spatule sur la gamme de trente additifs représentatifs

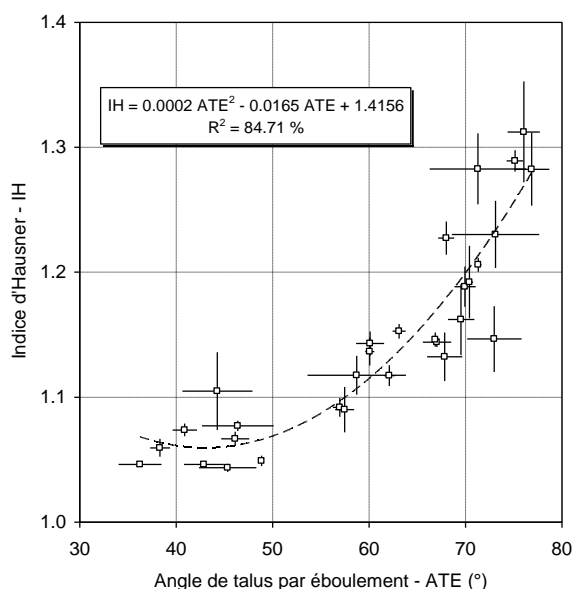


Figure 7 : Relation entre l'angle de talus par éboulement et l'indice d'Hausner sur la gamme de trente additifs représentatifs

Avec l'indice d'Hausner, une relation curviligne est mise en évidence (Figure 7). Une équation du second degré reliant les deux paramètres est affectée d'un coefficient de détermination de 84.7%.

Il est possible d'interpréter cette relation sur la base de l'existence d'un seuil d'environ 60° pour l'angle α au-delà duquel l'indice d'Hausner commence à croître au dessus de 1.1. Ainsi, dans la partie basse de l'échelle où l'indice d'Hausner est toujours égal à 1.1, l'angle α croît d'environ 25° entre 35 et 60°. Dans cette partie, l'angle de talus par éboulement

est donc notablement plus discriminant que l'indice d'Hausner.

Dans la partie élevée des gammes de l'ensemble des mesures comparées, l'ensemble des points se répartissent selon des nuages de points. Chacune des méthodes ne classe pas les produits de façon similaire et homogène.

8. Conclusions

La mesure de l'angle de talus par éboulement est très simple. La difficulté de constituer un tas assez conique, rencontrée avec le protocole de l'angle de talus par distribution semble disparaître en grande partie, mais certains comportements comme la constitution de mottes peuvent perturber la réalisation d'une mesure correcte.

Le temps moyen pour réaliser une mesure élémentaire est faible, soit environ 15 minutes. La principale difficulté est dans l'acquisition de l'appareillage puisqu'il n'en existe pas d'exemplaire commercial. Cette nouvelle méthode de mesure d'angle de talus permet d'obtenir des mesures précises, sensibles et répétables. Du point de vue pratique, l'objectif de constituer des tas bien centrés avec l'ensemble des produits est atteint. La technique est aisée et peu onéreuse ce qui en fait une bonne candidate pour une méthode applicable en réception dans une usine.

Il existe toujours des tas de poudre de formes variables ce qui justifie encore la mesure de la hauteur maximum sur les pentes du tas. La grandeur des angles de certains tas conduit à la nécessité de mesurer la hauteur h (qui permet de calculer l'angle) à 10 mm du bord contre 20 mm pour l'angle de talus par distribution. En conséquence, une erreur de mesure de la hauteur a plus de conséquence sur l'erreur d'appréciation de l'angle. Toutefois, malgré cet inconvénient, cette méthode a su prouver son efficacité.

9. Bibliographie

Devise, B., 1974. Etude de l'écoulement des poudres et de leur comportement sous l'effet de la pression. Thèse de la faculté de Pharmacie de l'Université de Lille II. 228 p.

Rapport Tecaliman n°9, 1998. Evaluation de la qualité interne des méthodes de laboratoire de caractérisation des additifs utilisés en alimentation animale - Phase 2a.

i'Doc_Q5 1998. Synthèse du programme sur la prédiction du comportement technologique des additifs en milieu industriel.