

Mesure du plus petit diamètre d'écoulement dans le domaine des additifs utilisés en alimentation animale

La mesure du plus petit diamètre d'écoulement est une technique de caractérisation des poudres assez courante. Elle est généralement réalisée à l'aide d'un appareil de marque « FLODEX ». Le protocole de mesure élaboré par TECALIMAN permet de rationaliser l'obtention d'un résultat.

1. Principe

Il s'agit de déterminer le plus petit orifice circulaire diamètre permettant l'écoulement d'une poudre. Pour cela, un récipient métallique cylindrique est

rempli de poudre au moyen d'un entonnoir. La partie inférieure de ce cylindre est obstruée successivement par un disque métallique amovible percé d'une ouverture et par un clapet. L'opération consiste à insérer un disque amovible de diamètre d'ouverture connu, à remplir le récipient de poudre, à ouvrir le clapet à l'aide d'une manette et observer si la poudre s'écoule à travers l'ouverture du disque.

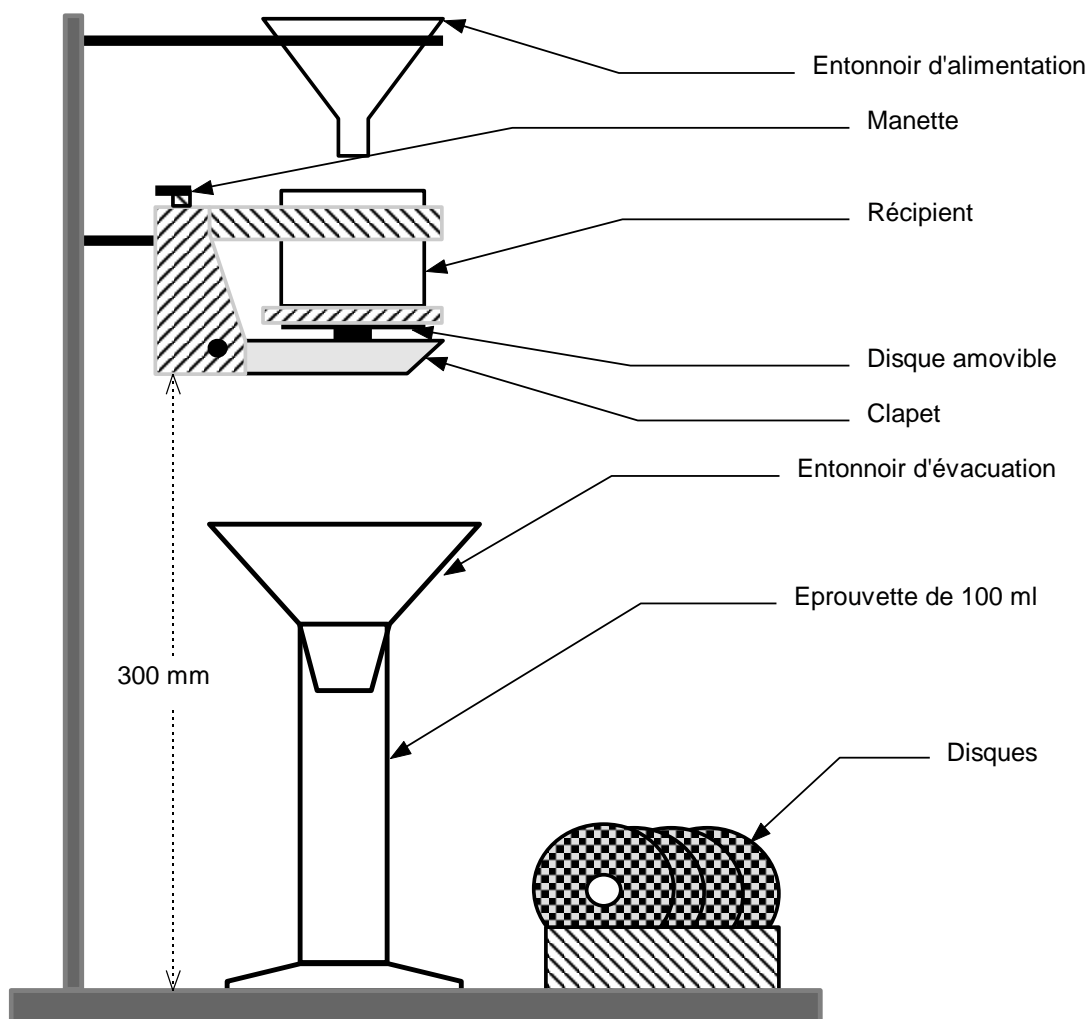


Figure 1 : Schéma de l'appareil de mesure du plus petit diamètre d'écoulement

2. Appareillage

Un schéma représentant l'appareil est donné dans la Figure 1.

Une potence permet de placer l'ensemble du dispositif à 30 cm de la base. La position de l'entonnoir d'alimentation est réglée afin que son extrémité inférieure arrive au niveau supérieur du récipient. Le support situé à la base du récipient peut être retiré afin de changer le disque. La société commercialisant ce matériel fournit des disques pourvus de trous d'ouvertures de diamètres s'échelonnant de 4 mm à 32 mm. Elle conseille de commencer les mesures à 16 mm. Pour augmenter la gamme de mesures, TECALIMAN a fait fabriquer des disques de tailles supérieures à 32 mm jusqu'à 42 mm.

Pour réaliser la mesure, une éprouvette de 100 ml et un deuxième entonnoir sont aussi nécessaires.

3. Mode opératoire

Il est nécessaire de disposer d'au moins 100 ml de poudre pour réaliser une mesure. Le mode opératoire consiste à :

- libérer le clapet à l'aide de la manette et retirer le support des disques.
- placer le disque de 16 mm dans le support des disques et mettre en place le support du disque.
- remplir une éprouvette de 100 ml de produit.
- verser doucement les 100 ml dans le récipient à l'aide de l'entonnoir d'alimentation.
- placer un entonnoir et l'éprouvette de 100 ml sous le clapet.
- manoeuvrer la manette afin d'ouvrir le clapet.
- regarder le volume recueilli dans l'éprouvette sans tasser.

Lors de l'ouverture du clapet, il est nécessaire de faire attention à ce qu'aucune vibration ne soit créée dans l'ensemble de la structure. La mesure doit également être réalisée dans une pièce isolée de vibrations extérieures.

L'ensemble des mesures réalisées sur un produit va comporter deux phases :

- la sélection du diamètre de base
- la réalisation de mesures complémentaires

Le diamètre de base est celui qui permet de collecter un volume de poudre compris entre 45 ml et 55 ml ou un volume légèrement supérieur si le volume déversé franchit d'un seul coup l'intervalle 45/55 ml. Lorsque le volume collecté est en dehors de cette fourchette, le mode opératoire doit être recommencé avec un diamètre respectivement plus petit ou plus grand.

Une fois le diamètre de base sélectionné, des mesures complémentaires peuvent être réalisées avec ce diamètre. Le cas échéant, elles peuvent conduire à

des volumes collectés supérieurs à 55 ml ou inférieurs à 45 ml. Dans ce cas, le résultat sera déterminé conformément aux consignes du chapitre suivant.

4. Expression des résultats et interprétation

Le diamètre de l'ouverture du disque et le volume de poudre collecté sont utilisés pour déterminer le plus petit diamètre d'écoulement ou « PPDE » (Tableau 1). Le résultat final est toujours un diamètre d'ouverture exprimé en millimètre, mais la valeur peut être celle d'un disque qui n'existe pas dans la série.

Il est aisé de comprendre que plus le diamètre est grand et plus le produit s'écoule difficilement.

Volumes	Décisions
	Diamètre directement supérieur au diamètre de base
35 ml →	Moyenne entre diamètre de base et diamètre directement supérieur
45 ml →	Diamètre de base
55 ml →	Moyenne entre diamètre de base et diamètre directement inférieur
65 ml →	Diamètre directement inférieur au diamètre de base

Tableau 1 : Table de décision pour PPDE

5. Qualités intrinsèques

Les qualités intrinsèques de la méthode (sensibilité, reproductibilité, précision) ont été déterminées sur 5 produits représentatifs des additifs utilisés en alimentation animale. Cinq séries d'essais ont été réalisées à quatre jours d'intervalle, et lors de chaque campagne d'essais, les mesures ont été répétées 5 fois sur chacun des produits. Les résultats montrent que cette méthode est sensible (Tableau 2).

Produits	1	2	3	4	5
PPDE (mm)	27.4	32.6	21.5	6.3	26.8
Groupe	b	a	d	e	c

Tableau 2 : Résultats de test des qualités intrinsèques de la méthode

Sa précision est excellente (1.65 %) ce qui permet de n'envisager qu'une seule mesure pour obtenir une mesure fiable du plus petit diamètre d'écoulement. Par contre, elle souffre d'un problème de reproductibilité qui pourrait être éventuellement lié aux conditions climatiques. Toutefois, ce

défaut ne conduit pas à une variation significative de la hiérarchie entre les produits.

6. Gamme des additifs de l'alimentation animale

Sur la base de 30 additifs représentatifs (i'Doc_Q2), cette méthode (avec le protocole utilisé) permet d'accéder à une étendue de mesure importante sur près de 38 niveaux entre le minimum et le maximum. Cinquante pour-cent des produits sont compris dans un intervalle large de 21 niveaux.

Il faut également remarquer l'éloignement de la moyenne et de la médiane qui s'explique par l'aspect non gaussien de l'histogramme des fréquences (Figure 2). L'étude de la répartition des produits sur l'étendue de mesure montre qu'il existe une répartition dichotomique avec une séparation de part et d'autre d'un diamètre de 16 mm environ. Il semble donc qu'il existe deux populations d'additifs.

	mm
Moyenne	22.6
Ecart-type	11.2
Minimum	3.0
Maximum	40.7
Différence mini/maxi	37.7
Médiane	26.0

Tableau 3 : Statistiques sur la gamme de 30 produits représentatifs

Les produits situés en dessous du diamètre de 16 mm sont :

- 4 coccidiostatiques,
- 4 vitamines
- 1 oligo-élément.

Toutefois, même si un diamètre faible est un indice de bon écoulement et que le diamètre de 16 mm est conseillé comme point de départ de la recherche du diamètre de base, il ne faut pas en

déduire que ce diamètre est la frontière entre le bon et le mauvais écoulement. De plus la médiane étant plutôt située autour d'un diamètre de 26 mm, il pourrait être plus judicieux de tenir compte de cette dernière valeur.

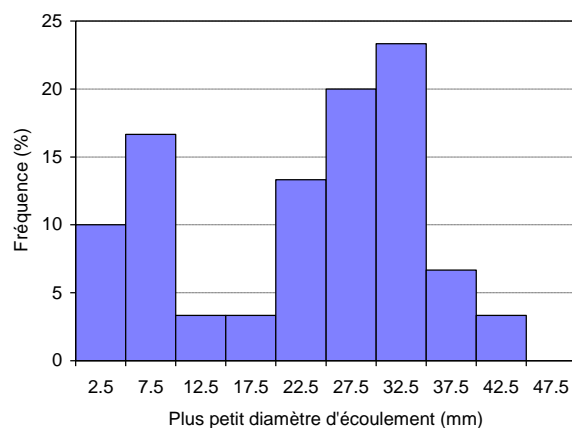


Figure 2 : Histogramme des fréquences

7. Pouvoir discriminant et redondance

Cette méthode a un pouvoir comparable à celui de l'angle de talus par éboulement mais inférieur à ceux de la granulométrie par diffraction laser ou les masses volumiques apparente ou tassée.

Parmi les méthodes de mesures des comportements à l'écoulement testées à TECALIMAN (indice d'Hausner, angle de pente, angle de spatule, ...), elle est, avec l'angle de talus par éboulement, celle qui possède le meilleur pouvoir discriminant.

La liaison entre ces deux méthodes est étroite pour les produits situés en bas des échelles.

Dans la partie haute des échelles, les valeurs sont plus dispersées et aucune méthode ne permet de prédire le résultat de l'autre (Figure 3).

Il est également intéressant de noter que ce sont souvent les mêmes produits qui présentent de fortes variations de résultats face aux deux méthodes (Barres horizontales ou verticales).

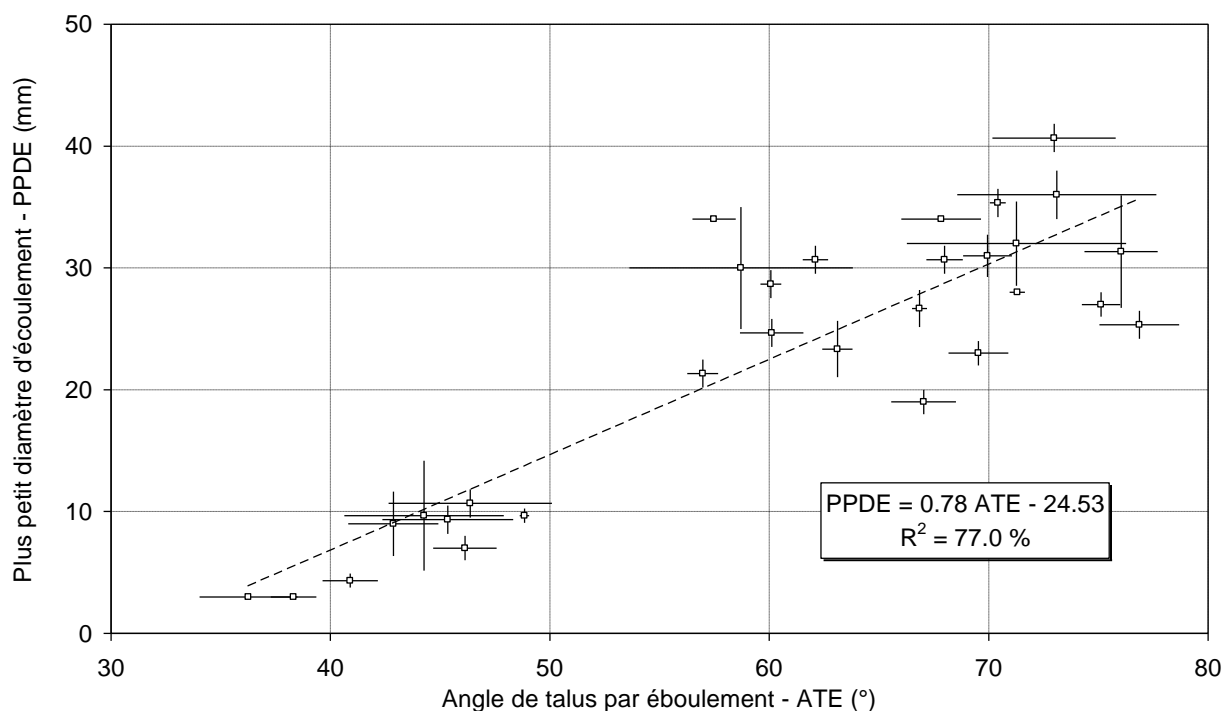


Figure 3 : Relation entre l'angle de talus par éboulement et le plus petit diamètre d'écoulement sur la gamme de trente additifs représentatifs

8. Conclusions

Dans le cas du plus petit diamètre d'écoulement, il existe un appareil commercialisé (BIOBLOCK¹-Flodex). Mais il est nécessaire de disposer de disques complémentaires.

Cette mesure peut être considérée comme facile à mettre en œuvre, même si dans un premier temps le protocole peut paraître difficile à appliquer. L'inconvénient majeur se trouve dans la phase de recherche du diamètre de base. Mais, dans le cas de la réalisation d'une seule mesure, la recherche de ce diamètre constitue la mesure en soit. Une quinzaine de minutes peut alors être considéré comme une bonne moyenne pour obtenir un résultat.

La méthode du plus petit diamètre d'écoulement peut être qualifiée de sensible, précise mais posant des problèmes de reproductibilité. La méthode est un peu lourde, mais il est possible de l'adapter aux conditions industrielles. Pour évaluer la qualité d'un produit en entrée d'usine, il peut être aisé de se référer au diamètre précédent attribué au même produit réceptionné. Une marge de fluctuation de un, voire deux diamètres au-dessus pourrait être alors admise pour accepter le produit.

Toutefois, quelques améliorations pourraient être apportées à cette mesure :

- disposer de disques portant des trous diminuant jusqu'à 1 mm.
- concevoir un appareil plus grand permettant d'avoir des diamètres plus grands que 44 mm.
- disposer de diamètres de trous tous les millimètres.
- concevoir des disques plus robustes et s'usant moins rapidement.

9. Bibliographie

Rapport 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

¹ Bioblock, Parc d'innovation - Strasbourg - Illkirch - BP11, 67 403 Illkirch cedex