

Méthode de mesure de la masse volumique apparente, de la masse volumique tassée et de l'indice d'Hausner pour les additifs et les aliments

L'acquisition d'un nouvel appareil de tassement des poudres a été l'occasion pour Tecaliman de modifier sa procédure de mesure des masses volumiques apparente et tassée, et de l'indice d'Hausner qui en découle. L'objectif était de se rapprocher de la technique de mesure utilisée par Carr (1965), appliquée dans l'appareil Hosokawa. Abdullah et Geldart (1999) ont démontré qu'elle ne conduisait pas aux mêmes résultats que la méthode basée sur la seule norme ISO 3953-1985 appliquée antérieurement à Tecaliman.

1. Principe

Cette méthode est basée sur la norme ISO 3953-1985 mais aussi sur la norme ISO 787/11. La mesure de la masse volumique apparente (M.V.A.) consiste à déterminer la masse d'un volume connu de poudre après qu'elle se soit écoulee librement dans une éprouvette. Après augmentation de la hauteur de colonne de produit et une phase de tassement, provoqué dans des conditions définies, la masse de poudre contenue dans le même volume permet de déterminer la masse volumique tassée (M.V.T.). L'indice

d'Hausner (I.H.) est issu de ces deux mesures.

2. Matériel

L'appareil de tassement utilisé à TECALIMAN est l'Autotap de la marque Quantachrome. Un entonnoir ayant un diamètre de sortie de 10 mm est placé au-dessus d'une éprouvette d'un volume connu (100 ml ou 250 ml). Les éprouvettes ont été fabriquées par un verrier et livrées comme ayant pour volume 100 ml et 250 ml. Les éprouvettes ont toutes un diamètre de 4 cm, mais la hauteur est de 8.0 ou 18.7 cm selon le volume. Elles sont arasées et portent à leur sommet une olive qui permet la mise en place d'une réhausse ayant un volume égal à 50 % du volume de l'éprouvette correspondante. La réhausse est maintenue verticalement sur l'éprouvette à l'aide d'une pince métallique avec bague de serrage (Figure 1). Le diamètre de 40 mm, supérieur à celui de l'éprouvette employée antérieurement (27 mm), diminue les effets de paroi. L'éprouvette peut être fixée sur l'appareil de tassement Autotap. Une fois en marche, cet appareil assure un mouvement d'oscillation verticale.

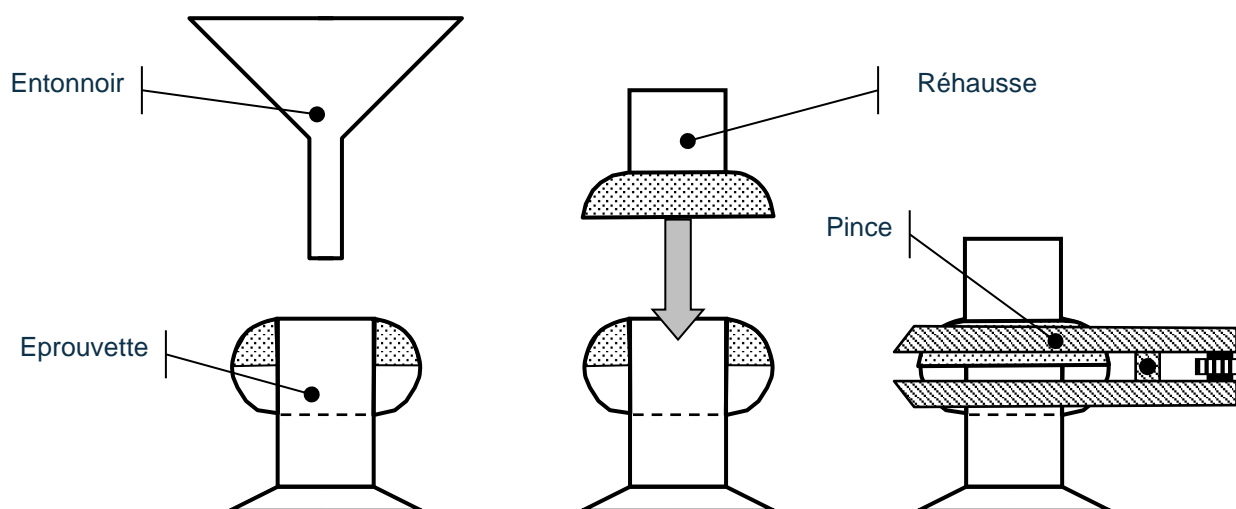


Figure 1 : Schéma d'une éprouvette

Le nombre de coups peut être programmé. La fréquence et l'amplitude de ce mouvement sont respectivement de 260 coups par minute et de 3 mm. Une balance électronique d'une précision de 0.01 g est utilisée pour déterminer les poids de poudre.

3. Méthode

L'éprouvette de 100 ml est utilisée pour les additifs et celle de 250 ml pour les aliments en farine.

Pour chaque mesure, un échantillon indépendant doit être utilisé. En aucun cas, un échantillon tassé ne doit être employé, sa structure interne étant susceptible d'avoir été modifiée.

La distance entre l'entonnoir et l'extrémité supérieure de l'éprouvette est de 20 mm. Le protocole de mesure est le suivant :

- Peser l'éprouvette calibrée pour obtenir sa tare : **T**
- Fluidiser le produit à l'aide d'un fouet métallique
- Centrer l'éprouvette sous l'entonnoir
- Verser doucement la prise d'essai dans l'entonnoir jusqu'à débordement de l'éprouvette
- Ecarter délicatement le statif portant l'entonnoir
- Maintenir le pied de l'éprouvette fermement sans donner de vibration, puis araser la poudre au sommet de l'éprouvette à l'aide d'une raclette plate ou d'une carte
- Taper deux ou trois fois l'éprouvette pour ne pas perdre de poudre lors des déplacements
- Nettoyer l'extérieur de l'éprouvette à l'aide d'un pinceau
- Peser l'éprouvette pleine ; soit **Ma**
- Placer sur l'éprouvette la rehausse associée (même numéro) et remplir celle-ci au maximum en versant directement la poudre, sans entonnoir, d'une hauteur d'environ 2 cm
- Disposer le tout sur l'appareil de tassement et mettre en place le dispositif de maintien
- Mettre en marche l'appareil programmé pour 1250 coups
- Retirer l'éprouvette de l'appareil
- Retirer la rehausse et araser la poudre au sommet de l'éprouvette à l'aide d'une raclette plate ou d'une carte
- Nettoyer l'extérieur de l'éprouvette à l'aide d'un pinceau
- Peser l'éprouvette pleine ; soit **Mt**

Calculer les masses volumiques apparente (MVA) et tassée (MVT) selon les formules :

$$MVA = \frac{Ma - T}{V} \text{ en g/cm}^3$$

$$MVT = \frac{Mt - T}{V} \text{ en g/cm}^3$$

Déterminer l'indice d'Hausner (IH) par la formule :

$$IH = \frac{MVT}{MVA}$$

L'indice d'Hausner serait un indice de la capacité d'écoulement des poudres testées. Plus il est élevé et plus la poudre a une tendance à l'autotassement.

4. Qualités intrinsèques

Cette évaluation est réalisée sur la base de mesures renouvelées 3 fois de suite, 4 jours indépendants sur 5 additifs choisis comme représentatifs des additifs de l'alimentation animale et sur 4 aliments (P : porcelet, VL : vache laitière, Po : poulet, D : dinde).

Le bilan fait état de très bonnes qualités de cette méthode de détermination (Tableau 1 à Tableau 3). Elles sont meilleures que celles de la méthode précédente, notamment sur le plan de la sensibilité et de la précision (dans le cas des additifs). Dans bien des cas, le résultat est exact dès la première mesure (Tableau 3). Toutefois, pour affiner les résultats et permettre des analyses statistiques ultérieures, deux mesures seront recommandées.

Produits	A	B	C	D	E
MVA (g/cm³)	1.38	0.84	1.47	0.42	0.13
<i>Groupe</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>a</i>	<i>d</i>	<i>e</i>
MVT (g/cm³)	1.79	1.04	2.14	0.52	0.26
<i>Groupe</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>a</i>	<i>d</i>	<i>E</i>
Indice d'Hausner	1.30	1.24	1.46	1.25	1.99
<i>Groupe</i>	<i>c</i>	<i>d</i>	<i>b</i>	<i>d</i>	<i>a</i>

Tableau 1 : Résultats de tests des qualités intrinsèques de la méthode pour les additifs

Produits	P	VL	Po	D
MVA (g/cm³)	0.69	0.65	0.58	0.58
<i>Groupe</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>d</i>
MVT (g/cm³)	0.80	0.70	0.76	0.72
<i>Groupe</i>	<i>A</i>	<i>d</i>	<i>b</i>	<i>C</i>
Indice d'Hausner	1.15	1.09	1.30	1.25
<i>Groupe</i>	<i>c</i>	<i>d</i>	<i>a</i>	<i>b</i>

Tableau 2 : Résultats de tests des qualités intrinsèques de la méthode pour les aliments

	MVA	MVT	IH
Sensibilité	Excellente		
Précision	Excellente		
Nb min. de mesures additifs	0.99	1.70	0.37
Nb min. de mesures aliments	0.11	0.07	0.15
Reproductibilité	Oui	Oui	Oui

Tableau 3 : Qualités intrinsèques des méthodes

5. Gamme d'additifs

Une gamme de 29 additifs sélectionnés en 1995, conservés en chambre froide, est réutilisée. Comme précédemment, la caractérisation de ces

29 additifs représentatifs de l'alimentation animale met en évidence des domaines de variation importants dans le cas des masses volumiques apparente ou tassée, car l'étendue (Ecart entre le minimum et le maximum) représente de 9 à 7 fois le minimum (Tableau 4). L'étendue de variation de l'indice d'Hausner est très significativement augmentée, car il passe de 0.27 à 0.875 avec cette nouvelle méthode.

Critères	MVA (g/cm ³)	MVT (g/cm ³)	I.H.
Moyenne	0.739	0.971	1.308
Ecart-type	0.063	0.093	0.037
Minimum	0.141	0.278	1.093
Maximum	1.466	2.154	1.968
Etendue	1.325	1.876	0.875
Médiane	0.611	0.758	1.253

Tableau 4 : Statistiques sur la gamme de 29 produits représentatifs

Les histogrammes de fréquences de ces deux paramètres (Figure 2 et Figure 3) laissent entrevoir l'existence d'une population étalée avec la présence d'une majorité de produits autour de 0.55 g/cm³ pour MVA et de 0.65 g/cm³ pour MVT.

Pour ce qui est de l'indice d'Hausner (Figure 4), son domaine de variation est plus important que ce qu'il était avec la méthode précédente : jusqu'à près de 2, alors que le maximum était de 1.3 avec la méthode antérieure. La majorité des produits sont entre 1 et 1.6. Selon Castel (1995), les produits, dont l'indice d'Hausner est supérieur à 1.4, seraient cohésifs. Avec cette nouvelle méthode, huit produits sont classés dans cette catégorie (aucun avec l'ancienne méthode) : un ancien facteur de croissance, une vitamine, un coccidiostatique et surtout 5 des 6 oligo-éléments présents dans la gamme.

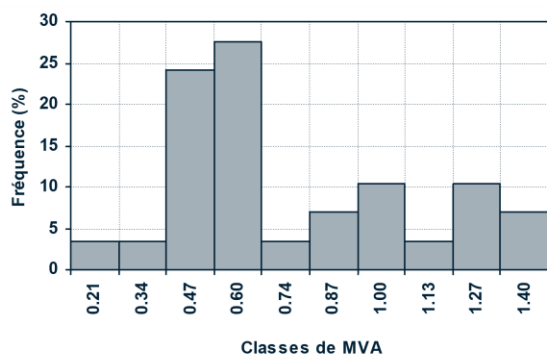


Figure 2 : Histogramme de fréquence de la masse volumique apparente de la population d'additifs

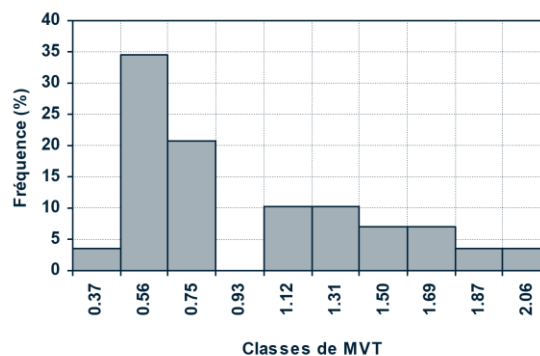


Figure 3 : Histogramme de fréquence de la masse volumique tassée de la population d'additifs

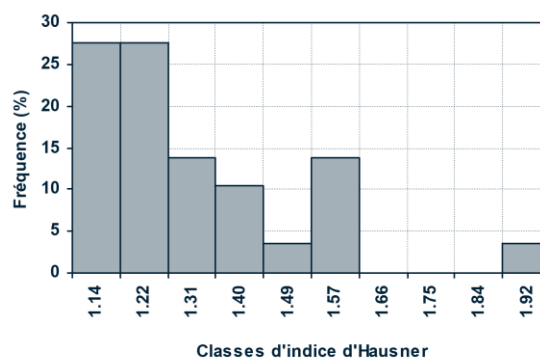


Figure 4 : Histogramme de fréquence de l'indice d'Hausner de la population d'additifs

Le pouvoir discriminant est celui qui permet de distinguer un produit donné d'un produit similaire, malgré la variation des approvisionnements.

Sur la base de mesures réalisées sur trois échantillons des 29 produits représentatifs, il a été démontré que le pouvoir discriminant de cette méthode était supérieur à la précédente pour les 3 critères, puisque le nombre de groupes significativement différents était toujours supérieur (Tableau 5).

	Ancienne méthode	Nouvelle méthode
MVA	11 groupes	17 groupes
MVT	16 groupes	21 groupes
IH	15 groupes	17 groupes

Tableau 5 : Nombre de groupes significativement différents distingués par les méthodes au sein de la population de 29 additifs

Du point de vue de la redondance, il faut admettre que les deux mesures de masses volumiques sont très bien corrélées comme le montre la Figure 5. La pente et les écarts à la droite de corrélation sont les témoignages de la variation de l'indice d'Hausner. Cet indice d'Hausner, est sensé être un indice d'écoulement. Toutefois, la comparaison avec l'angle de talus par éboulement montre que ces deux paramètres ne sont pas corrélés ensemble (Figure 6).

La relation se découpe en deux zones :

- En dessous de 1.4 d'indice d'Hausner, l'angle de talus évolue sur un grand domaine de 35 à 70°
- Au dessus de 1.4, l'indice croît plus rapidement, alors que l'angle de talus paraît stagner en n'augmentant que de quelques degrés

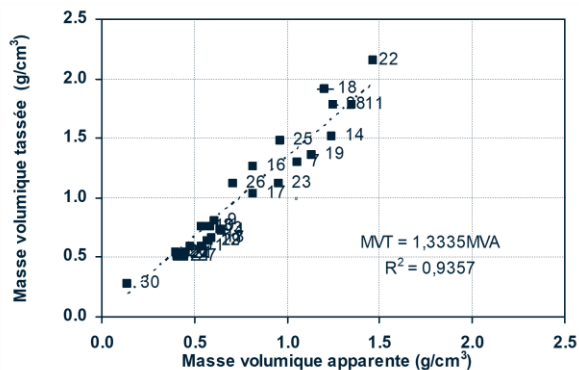


Figure 5 : Corrélation entre les deux mesures de masses volumiques

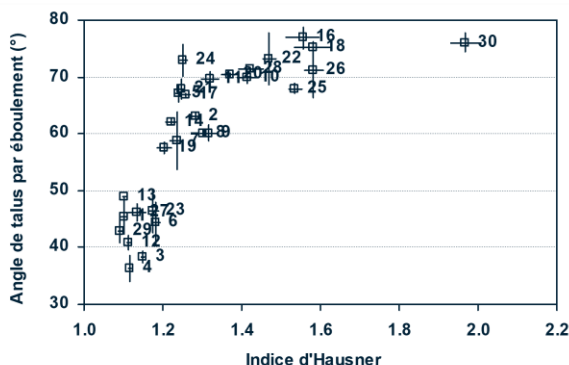


Figure 6 : Relation entre l'indice d'Hausner et l'angle de talus par éboulement

6. Gamme d'aliments

Les quatre aliments utilisés lors des tests de précision (codés 1) ont été complétés par quatre aliments de même formule (codés 2). Ils sont issus de la même usine, mais fabriqués à une date ultérieure.

	P1	VL2	VL1	D1	P2	Po1	Po2	D2
MVA	0.69	0.65	0.65	0.64	0.64	0.60	0.59	0.56
g/cm ³	a	b	bc	bc	c	d	d	e
MVT	0.80	0.77	0.76	0.74	0.73	0.72	0.70	0.70
g/cm ³	a	b	b	c	c	d	e	e
IH	1.28	1.25	1.24	1.20	1.16	1.15	1.09	1.08
	a	b	c	d	e	e	f	f

Tableau 6 : Classification de huit aliments selon les trois critères

Le classement des aliments, dans l'ordre décroissant de leur masse volumique apparente, montre que la méthode permet de distinguer des différences entre des aliments théoriquement similaires (Tableau 6). Ainsi, à l'aide de trois mesures effec-

tuées par aliment, l'analyse de variance et le test de Fischer permet de classer les huit échantillons en 5 groupes pour les masses volumiques et en 6 très différents pour l'indice d'Hausner.

7. Conclusion

Cette nouvelle technique de détermination de la masse volumique apparente demande un matériel un peu plus complexe que celle qui a été utilisée antérieurement, car elle nécessite l'usage d'une éprouvette spéciale calibrée pour la mesure de la masse volumique tassée. Cependant, elle est toujours aussi rapide et très simple à mettre en oeuvre : environ 5 minutes de manipulation.

La détermination des deux masses volumiques et de l'indice d'Hausner demande un peu plus de temps, mais moins qu'antérieurement, puisque les 1250 coups sont portés en moins de 5 minutes. Il faut donc environ 15 minutes pour réaliser une mesure, mais le coût de cette mesure varie peu en raison de l'amortissement de l'appareil « Autotap ». La qualité de cette méthode est bien meilleure à tous points de vue : sensibilité, précision, répétabilité, étendue de mesure. Ces essais ont également permis de l'appliquer et de vérifier cette qualité dans le cas des aliments en farine. Cette meilleure qualité est certainement expliquée par :

- Le plus grand diamètre des éprouvettes qui limite l'effet de paroi
- La régularité de l'appareil quant aux coups imprimés à la poudre
- Les 2 mesures successives de poids qui sont plus précises qu'un mélange entre mesure de poids et de volume.

8. Bibliographie

Abdullah E.C., Geldart D., 1999. The use of bulk density measurements as flowability indicators. Powder Technology, 102, 151-165

Carr R.L., 1965. Classifying flow properties of solids. Chem. Eng., 72, 3, 169-172.

Castel B., 1995. Mise en forme des solides. Techniques de l'ingénieur, J 3 380., 1-26.

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.