

Effet de la concentration en traceurs sur l'homogénéité et les transferts inter-lots

L'objectif des 2 essais industriels, menés sur l'effet éventuel de la concentration en traceur, a été effectué sur la base de la comparaison de deux concentrations très différentes d'un même produit (200 et 1000 ppm) sur les transferts inter-lots pour une même quantité de prémélange introduite dans le circuit. Pour chaque concentration, deux lots traceurs et deux lots collecteurs sont employés et prélevés en deux points : sortie du mélangeur et sortie de l'élévateur.

Ces concentrations ont été choisies pour encadrer la concentration traditionnelle d'essai (250 ppm) et afin de correspondre à une gamme d'usage des molécules médicamenteuses.

1. Matériel et méthodes

Seules des précisions méthodologiques sont indiquées dans ce chapitre, le reste de la méthodologie étant conforme aux règles techniques.

Les 2 essais dans chaque usine sont effectués à la suite et dans l'ordre croissant des concentrations en lot traceur : essai à 200 ppm, puis à 1000 ppm.

1.1. Prémélanges

Un seul traceur est employé : le microtraceur RF blue lake. Chacun des prémélanges est fabriqué pour l'incorporation à deux lots traceurs, à raison de 5 kg par tonne. Seule la concentration en microtraceur change : 4 % pour le moins concentré et 20 % pour le plus. Des masses équivalentes de support de prémélanges sont introduites au même poste (verse-sac) dans chacun des 2 lots collecteurs.

1.2. Aliments

Aliment	D50 (µm)	M. vol. apparente (g/l)	Angle de talus (°)
Ruminant	533.0	555.6	64.4
Canard	483.8	618.8	60.7

Tableau 1 : Caractéristiques physiques des aliments testés dans les 2 usines

Les aliments utilisés pour les essais sur ces deux

sites sont relativement standards (Tableau 1). L'aliment canard utilisé en lot de 5 t dans l'usine 2 est plus dense et plus fin que l'aliment ruminant fabriqué en lot de 4 t dans l'usine 1. Toutefois, il s'écoule légèrement mieux que l'aliment ruminant. Les répartitions granulométriques sont relativement centrées, mais un peu étalées.

1.3. Homogénéisation

Les caractéristiques techniques des 2 mélangeurs testés sont donnés dans le Tableau 2 ci-dessous.

Usines	1	2
Type de mobile	Double Rubans	Double Rubans
Forme de cuve	Auge	Auge
Capacité constructeur	8 m ³	12 m ³
Incorp. de liquides	oui	oui

Tableau 2 : Caractéristiques techniques des mélangeurs des 2 usines

Dans l'usine 1, le taux de remplissage du mélangeur était d'environ 90 % par rapport à la référence du constructeur, et la durée d'homogénéisation a été de 3.0 mn.

Dans l'usine 2, le taux de remplissage du mélangeur était d'environ 66 % par rapport à la référence du constructeur, et la durée d'homogénéisation a été de 4.5 mn.

L'homogénéisation est testée sur les seconds lots traceurs, mais les premiers sont prélevés pour obtenir les taux de récupération sur ces lots.

1.4. Procédés

Les deux usines dans lesquelles les essais ont été effectués, ont été choisies, car leurs niveaux de transferts inter-lots annoncés étaient significatifs. En effet, il était important de choisir des sites conduisant à des niveaux élevés de transferts inter-lots, afin de pouvoir observer l'effet du facteur étudié. Ces deux sites ne témoignent donc pas des niveaux médians de la profession.

Les caractéristiques techniques des deux circuits testés sont données dans le Tableau 3 ci-dessous.

Ces deux circuits sont relativement similaires, notamment en amont du mélangeur, puisque les prémélanges sont conduits à une longue manutention avant d'arriver dans le mélangeur. La manutention de l'usine 1 comprend une vis qui est absente dans l'autre cas. Après mélangeur, le circuit de l'usine 1 comprend également un mélasseur absent dans l'usine 2.

Usine 1	Usine 2
Incorporation du prémélange	
Verse sacs - Benne peseuse	Trémie verse sacs
Trémie	
Vis – Elévateur- Transporteur à chaînes	2 Transporteur à chaînes - Elévateur
Trémie sur mélangeur	Trémie sur mélangeur
Mélangeur	Mélangeur
Trémie sous mélangeur	Trémie sous mélangeur
Transporteur à chaînes	Transporteur à chaînes
Prélèvement en sortie de mélangeur	
Mélasseur	Boîte 2 D
Elévateur	Elévateur
Distributeur Révolver	Distributeur Révolver
Prélèvement en entrée Boisseau de presse	

Tableau 3 : Caractéristiques techniques des circuits des 2 usines

Résultats

1.5. Taux de récupération et homogénéisation

Dans les deux usines, tous les taux de récupération obtenus sont dans les limites d'acceptabilité des règles techniques.

Dans l'usine 1 (Tableau 4), lors de l'essai à 200 ppm, le premier lot traceur est sensiblement moins concentré qu'attendu (94.1 %). Le passage dans le circuit aval au mélangeur a peu d'effet sur les taux (passage de 94.1% à 92.7% et de 101.3% à 101.6%). Par contre, le second lot traceur est plus concentré dès la sortie du mélangeur (101.3 %), comme si le second lot récupérait le traceur perdu par le premier lot. Lors de l'essai à 1000 ppm, le premier lot traceur ne semble pas perdre de traceur en amont du mélangeur (98.4 %) et le second lot traceur est, cette fois, moins concentré qu'attendu (91.6%). Par contre, une diminution sensible des concentrations est constatée pour les deux lots traceurs, lors du passage dans le circuit aval au mélangeur (passage de 98.4% à 90.5% soit - 68.6 ppm et de 91.6% à 86.5% soit -51.7 ppm).

Ainsi, lors des deux essais dans cette usine 1, il semble que des pertes et des récupérations de traceur soient constatées soit en amont, soit en aval du mélangeur.

Essais	200 ppm						1000 ppm						
	Indicateur	[] Attendue	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Variation [] (EB-SM)	[] Attendue	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Variation [] (EB-SM)
		[ppm]	[ppm]	%	[ppm]	%			[ppm]	%	[ppm]	%	
T1	200.5	188.1	94.1	185.3	92.7	- 2.8	992.2	967.0	98.4	898.4	90.5	-68.6	
T2	199.8	202.5	101.3	203.7	101.6	+ 1.2	1011.2	926.2	91.6	874.5	86.5	-51.7	
Variation [ppm] (T2-T1)		+14.4		+18.4				-40.8		-23.9			

Tableau 4 : Taux de récupération dans les lots traceurs des 2 essais de l'usine 1

Essais	200 ppm						1000 ppm						
	Indicateur	[] Attendue	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Variation [] (EB-SM)	[] Attendue	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Variation [] (EB-SM)
		[ppm]	[ppm]	%	[ppm]	%			[ppm]	%	[ppm]	%	
T1	203.1	184.6	90.6	154.7	76.2	-29.9	1017.0	858.1	89.4	959.5	94.2	+101.4	
T2	203.5	199.9	98.3	207.9	102.2	+8.0	1018.3	1067.9	104.9	1076.2	105.7	+8.3	
Variation [ppm] (T2-T1)		+15.3		+53.2				+209.8		+116.7			

Tableau 5 : Taux de récupération dans les lots traceurs des 2 essais de l'usine 2

Dans l'usine 2 (Tableau 5), les deux premiers lots traceurs perdent des quantités significatives de traceurs en amont du mélangeur, quelle que soit la concentration (environ 10 % de la quantité attendue). Au passage dans le circuit aval du mélangeur, le lot traceur 1 de l'essai à 200 ppm perd une quantité significative de traceur (29.9 ppm), alors que ce n'est pas le cas lors de l'essai à 1000 ppm. Le lot traceur 2 de l'essai à 200 ppm a un taux de récupération proche de 100 % et récupère donc une partie du traceur perdu par le premier lot. Le même constat peut être fait lors de l'essai à 1000 ppm, ce qui souligne déjà l'effet des phénomènes de dépôts et de récupération sur le circuit amont du mélangeur dans cette usine. En aval du mélangeur, les seconds lots traceurs ne perdent pas de traceur et les taux de récupération sont proches et même supérieurs à 100 %.

En termes d'homogénéisation dans l'usine 1, la performance du mélangeur est excellente pour les deux concentrations et dans la zone de conformité définie par la profession (Tableau 6). Le passage dans le circuit aval conduit à un léger début de démixage, notamment lors de l'essai à 1000 ppm.

Dans l'usine 2, la performance du mélangeur est de moindre qualité, puisqu'en sortie de mélangeur, les coefficients de variation sont de 5.5%, ce qui est dans la zone d'acceptabilité de la profession. Par contre, en entrée de boisseau, les coefficients de variation sont meilleurs, comme si une certaine homogénéisation avait lieu en aval du mélangeur. Toutefois, l'oscillation autour de la référence de 5% est assez faible.

Dans ces deux usines, les performances sont donc conformes ou acceptables et les profils obtenus ne permettent pas de définir des recommandations

particulières qui conduiraient à une amélioration des performances.

Usines	Postes	200 ppm	1000 ppm
1	Sortie mélangeur	3.3	3.3
	Entrée boisseau	3.7	4.8
2	Sortie mélangeur	5.5	5.5
	Entrée boisseau	4.0	4.2

Tableau 6 : CV_{total} du microtraceur à l'issue des homogénéisations dans les usines

2. Transferts inter-lots

Dans l'usine 1 (Tableau 7), le niveau de transferts inter-lots pour les deux essais est significativement supérieur aux niveaux de conformité (3 ou 5 %) de la profession, comme cela était attendu.

Quelle que soit la concentration des lots traceurs, le pourcentage de transferts inter-lots est du même ordre : de 12 à 13 %. La concentration des lots traceurs ne paraît pas avoir l'impact sur le niveau. Par contre, la concentration des lots collecteurs fabriqués après un lot traceur plus concentré est plus élevée.

Dans cette usine, l'effet du circuit amont du mélangeur, qui comprenait une vis, est très significatif sur le premier lot collecteur. Par contre, ce circuit est nettoyé très rapidement, puisque le niveau de transfert chute très significativement entre les deux lots collecteurs. Ceci est nettement visible sur les profils de transfert (Figure 1). L'effet du circuit aval paraît très faible, malgré la présence d'un mélasseur.

La variation de concentration des lots traceurs n'a aucune conséquence sur le profil de transfert.

Essais	200 ppm				1000 ppm			
	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Sortie mélangeur		Entrée boisseau	
Indicateur	[] (ppm)	TIL (%)	[] (ppm)	TIL (%)	[] (ppm)	TIL (%)	[] (ppm)	TIL (%)
Global T1	188.1		185.3		967.0		898.4	
Global T2	202.5		203.7		926.2		874.5	
C1 _a			47.6	23.4			272.9	31.2
C1 _b			22.1	10.9			99.7	11.4
C1 _c			22.4	11.0			97.0	11.1
Global C1	23.8	11.8	23.8	11.7	122.4	13.2	110.4	12.6
C2 _a			7.3	3.6			25.6	2.9
C2 _b			1.9	0.9			8.4	1.0
C2 _c			2.2	1.1			7.3	0.8
Global C2	2.3	1.1	2.3	1.1	5.5	0.5	9.3	1.1

Tableau 7 : Concentrations et niveaux de transferts inter-lots des 2 essais de l'usine 1 pour l'étude de l'effet de la concentration en traceur

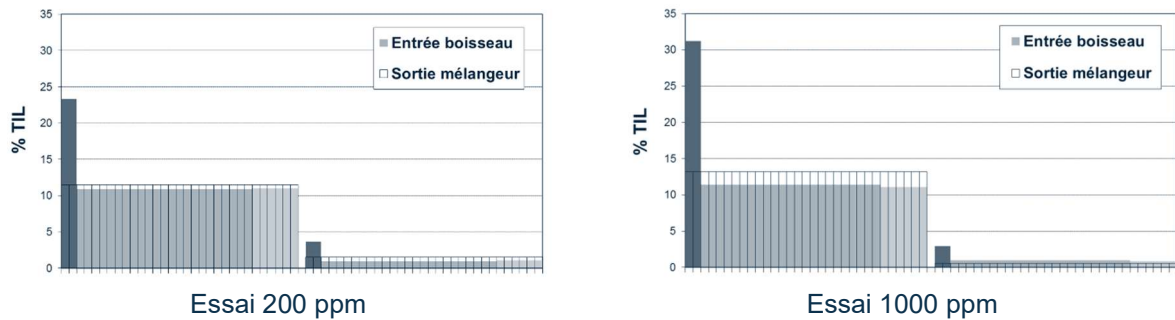


Figure 1 : Profils de transferts inter-lots dans l'usine 1 pour l'étude de l'effet de la concentration en traceur

Dans l'usine 2 (Tableau 4) également, la majorité du niveau de transfert constaté en entrée de boisseau est générée par ce qui s'est passé avant le mélangeur (pour les premiers lots collecteurs : 5.5 % et 4.8 %). Sur ce site industriel, ces niveaux sont également supérieurs au niveau de conformité de la profession.

La variation de concentration des lots traceurs n'a pas d'effet significatif sur les niveaux de transferts

inter-lots mesurés comme pour l'usine 1. Dans cette usine, les niveaux sont même supérieurs, avec la concentration la plus basse, alors que l'inverse a été constaté dans l'autre usine.

L'effet ne se fait pas sentir non plus sur les profils de transfert aux 2 points de prélèvement (Figure 2). Enfin, dans cette usine, la décroissance est moins rapide entre les deux lots collecteurs que dans l'usine 1.

Essais	200 ppm				1000 ppm			
	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Sortie mélangeur		Entrée boisseau	
Postes	Sortie mélangeur		Entrée boisseau		Sortie mélangeur		Entrée boisseau	
Indicateur	[] (ppm)	TIL (%)	[] (ppm)	TIL (%)	[] (ppm)	TIL (%)	[] (ppm)	TIL (%)
Global T1	184.6		154.7		858.1		959.5	
Global T2	199.9		207.9		1067.9		1076.3	
C1 _a			17.2	8.3			82.1	7.6
C1 _b			11.5	5.6			51.7	4.8
C1 _c			10.4	5.0			48.4	4.5
Global C1	11.0	5.5	1.7	5.6	50.9	4.8	53.0	4.9
C2 _a			4.4	2.1			25.3	2.3
C2 _b			3.5	1.7			11.7	1.1
C2 _c			2.7	1.3			11.5	1.1
Global C2	3.3	1.7	3.4	1.6	10.8	1.0	12.5	1.2

Tableau 8 : Concentrations et niveaux de transferts inter-lots des 2 essais de l'usine 2 pour l'étude de l'effet de la concentration en traceur

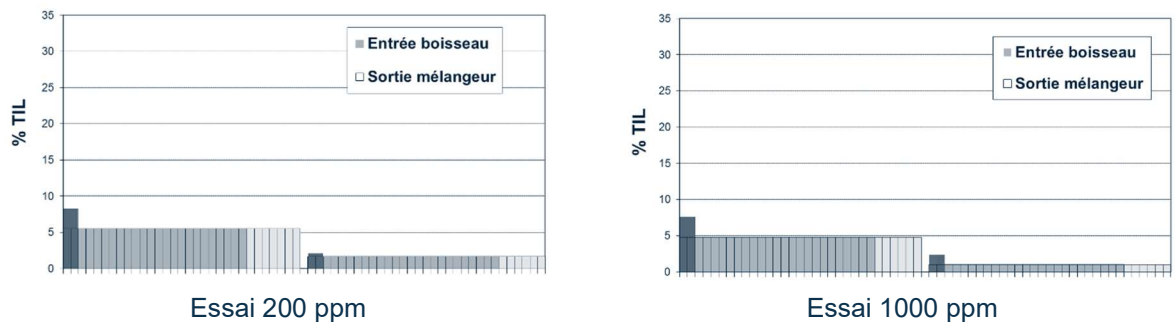


Figure 2 : Profils de transferts inter-lots dans l'usine 2 pour l'étude de l'effet de la concentration en traceur

3. Conclusion

Au final, sur ces deux sites industriels, des niveaux de transferts inter-lots similaires ont été constatés avec les deux concentrations testées. Si un accroissement apparent est observé dans le cas de l'usine 1 lors de l'augmentation de la concentration,

un mouvement inverse est observé dans l'usine 2.

Dans les deux usines, l'accroissement par 5 de la concentration n'a aucun effet, ni sur les niveaux de transferts inter-lots mesurés, ni sur les profils de transfert. Il n'y a aucune proportion entre cette augmentation et les niveaux de transfert, par contre les concentrations des lots collecteurs s'accroissent bien d'un facteur de 5.