

## Résultats d'essais d'évaluation de transferts inter-lots en usine

Les essais présentés dans cette fiche ont été effectués de 1992 à 1994 dans le cadre de l'évaluation des risques liés à l'utilisation des additifs en alimentation animale.

Dans les deux premiers essais, les lignes testées ont été adaptées afin d'obtenir des situations présentant des risques de transferts inter-lots.

### 1. Essai 1

#### 1.1. Protocole

L'objectif de cet essai est d'évaluer l'impact de l'utilisation de l'aspiration d'un broyeur pour capter l'air au-dessus et en dessous d'une fosse de verse des additifs (Figure 1). En théorie, toutes les fines particules collectées par cette aspiration doivent retomber dans le circuit après broyage.

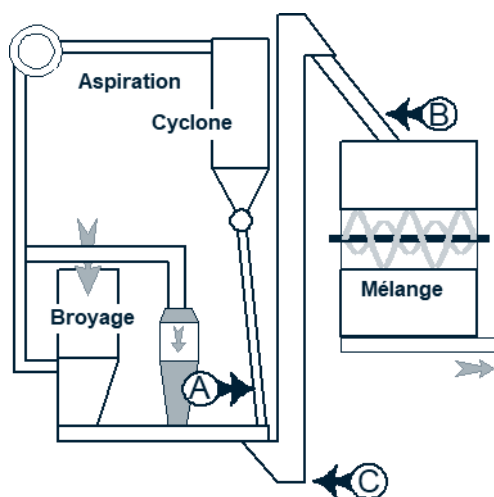


Figure 1 : Schéma de la ligne testée lors de l'essai 1

Après le passage d'un lot de rinçage (n°1), l'importance du niveau de transfert est évaluée au moyen d'un lot traceur de 4 tonnes (n°2) contenant 100 ppm de Monensin et de deux lots collecteurs de 4 tonnes (n°3 et 4) n'en contenant initialement pas. Des échantillons sont prélevés en trois points de la ligne (Figure 1) :

- à la sortie du cyclone (A) pendant le passage des lots.
- à l'entrée de la trémie sur mélangeuse (B) pendant le passage des lots.
- au pied de l'élevateur (C) après le passage de chaque lot. Le pied de l'élevateur est donc vidé après chaque lot.

Une recherche rapide des ionophores, à un seuil de détection 5 ppm, est réalisée sur ces échantillons. Le dosage du Monensin est ensuite effectué sur les échantillons présentant un résultat positif lors de la recherche rapide.

#### 1.2. Résultats

Le lot de rinçage (n°1) est dépourvu de ionophores.

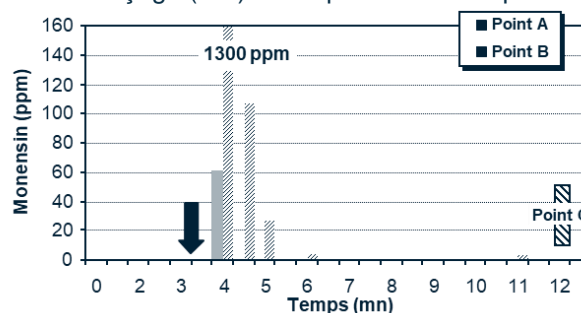


Figure 2 : Résultats obtenus pour le lot traceur (n°2) de l'essai 1

Au passage du lot traceur (n°2), le Monensin, versé dans le circuit au temps 3.5 minutes (flèche en Figure 2) apparaît rapidement sur un pic de 1300 ppm en entrée de mélangeuse (Lieu B) et demeure présent 2.5 minutes.

Des fines contenant du Monensin arrivent à la sortie du cyclone (Lieu A), 30 secondes après l'introduction du prémélange.

Le rapport des concentrations des pics permet d'estimer à 4.6 % la fraction d'additif qui passe dans l'aspiration.

A la fin du lot, un petit pic est constaté en B (3.3 ppm). Ce pic peut être dû au décolmatage massif qui a lieu en fin de lot après la fermeture de

l'aspiration. De même, une pollution du pied de l'élévateur (Lieu C) est décelée après passage du lot traceur. Ce transfert inter-lots est certainement proche de celle qui se passe habituellement.

Dans le lot collecteur (n°3), aucune trace de Monensin n'est détectée, mais des traces sont décelées dans le pied de l'élévateur. Cependant, il faut noter que compte tenu du nettoyage du pied d'élévateur, à l'issue du passage du lot traceur (n°2), le niveau de transfert du premier lot collecteur par le pied de l'élévateur n'est pas mesurable.

Au cours du second lot collecteur, des traces de Monensin apparaissent sur l'ensemble du passage et dans le pied de l'élévateur.

Cette configuration de ligne de fabrication peut donc engendrer un niveau de transfert léger, mais générale de deux lots après le passage d'un lot traceur soit par des dépôts dans l'élévateur, soit par les décolmatages de l'aspiration.

Le risque de transferts inter-lots par le pied d'élévateur est probablement sous-évalué, compte tenu du nettoyage du pied d'élévateur à l'issue du passage du lot traceur (n°2).

## 2. Essai 2

L'objectif de cet essai est d'évaluer l'impact d'une incorporation d'additif avant le broyage (Figure 3), dans un diagramme équipé d'un tamiseur rotatif en amont du broyeur. Ce dispositif doit extraire les additifs du produit destiné au broyeur, les fines rejoignent le produit broyé au pied de l'élévateur qui conduit le mélange vers la trémie sur mélangeuse.

### 2.1. Protocole

Pour évaluer l'importance des risques de transferts inter-lots, un lot de 2.5 T d'aliment lapin contenant 300 ppm de DMZ est utilisé (lot n°2). Un lot préalable de 2.5 T d'aliment bovin censé ne pas contenir de DMZ sert à rincer le circuit (lot n°1). Deux lots de 2.5 T d'aliment bovin, susceptibles de recevoir des transferts inter-lots, parcourent le même circuit après le passage du lot traceur (lots n°3 et n°4). Le DMZ a une granulométrie de 446 µm qui est limite pour le tamiseur, puisque la granulométrie attendue pour les aliments est voisine de 500 µm.

Des prélèvements sont réalisés au cours du passage de chacun des lots aux points suivants (Figure 3) :

- Point A : transfert des produits avant broyage
- Point B : sortie du broyeur
- Point C : sortie des fines du tamis
- Point D : entrée de la trémie sur mélangeuse

### 2.2. Résultats

Les résultats sont donnés sous la forme des moyennes de concentration en DMZ établies à chacun des points de prélèvements (Tableau 1) : sur l'ensemble du lot n°1, aux points A, B, C et D.

- sur la première (1) et la deuxième moitié (2) du temps de passage des lots 2 et 3, aux points A, B, C et D.
- sur la première moitié du temps de passage du lot 4, seulement pour les points B et C.

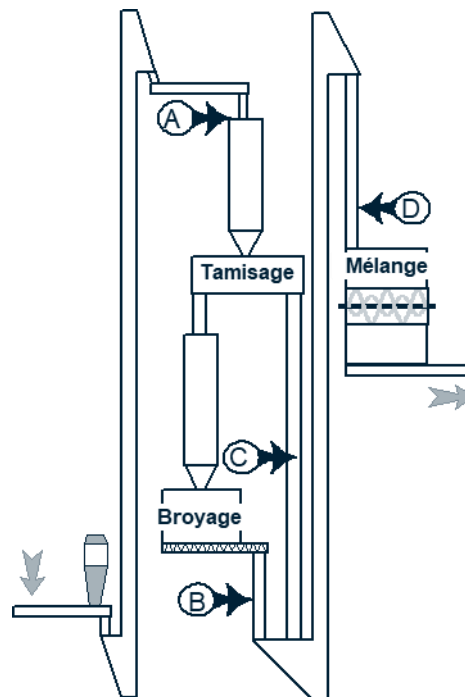


Figure 3 : Schéma de la ligne testée lors de l'essai 2

Après analyse et contrôle des opérations, il s'est avéré que les lots d'aliments bovins (n°1, n°3 et n°4) contenaient une faible dose de DMZ en raison de l'incorporation d'aliments recyclés. Cette concentration est déterminée par dosage du DMZ dans le lot de rinçage n°1 (Tableau 1), elle est de 4 à 5 ppm. Par la suite, l'analyse du niveau des transferts inter-lots des lots n°3 et n°4 est réalisée en prenant pour base l'existence d'une concentration de 4 à 5 ppm de DMZ dans ces deux lots.

Les résultats du lot traceur n°2 permettent de constater que :

- la majorité de la dose de DMZ passe dans la première moitié du temps en tout point de prélèvement.
- malgré un tamisage de l'aliment en amont du broyeur, du DMZ passe dans le broyeur.

Sur les deux lots suivants (n°3 et 4), la concentration en DMZ à la sortie du tamiseur et du broyeur est supérieure au seuil fixé (lot n°1).

L'analyse détaillée du premier lot collecteur (n°3) montre que les transferts inter-lots du circuit de broyage (point B) sont massifs dans le premier échantillon (760 ppm) puis décroissent rapidement. Dans le circuit de fines (point C), le niveau de transferts est moins important au début du lot, mais il se poursuit sur une durée plus importante. Ce

mécanisme de transfert est peu apparent au point D.

Points	A	B	C	D
<b>Lot 1</b>	3.6	2.8	5.4	4.1
<b>Lot 2</b>	1	127.3	308.0	1105.9
	2	5.0	19.4	41.5
<b>Lot 3</b>	1	2.7	89.6	63.8
	2	8.1	2.1	6.1
<b>Lot 4</b>	1	-	14.8	9.0

**Tableau 1 : Concentrations moyennes en DMZ (ppm) dans les lots de l'essai 2**

Pour le second lot collecteur (n°4), le premier échantillon prélevé au lieu B présente une concentration importante de 71 ppm.

Cet essai met en évidence le manque d'efficacité du tamiseur pour extraire le DMZ et un transfert inter-lots importante au niveau du broyeur.

### 3. Essai 3

Les objectifs de cet essai sont de mesurer à l'aide de trois traceurs internes :

- les transferts inter-lots occasionnés entre un mélangeur et l'entrée d'un boisseau de presse dans une usine d'aliments (Figure 4).
- l'influence de la technique d'échantillonnage sur l'évaluation des transferts inter-lots

#### 3.1. Protocole

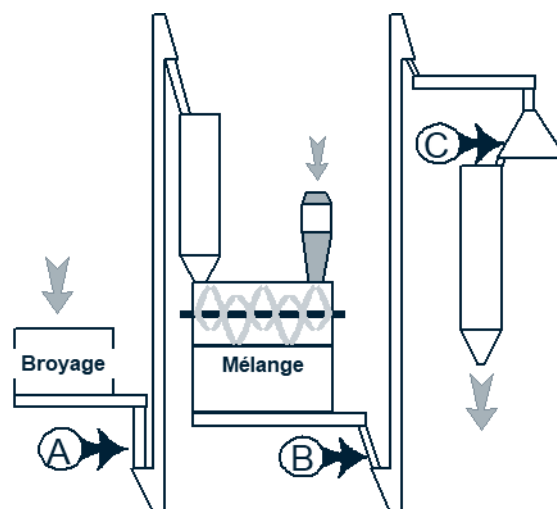
Trois lots d'aliment canard constituent des lots traceurs. Cet aliment contient 2 % de graisse ajoutés en mélangeuse. Les transferts inter-lots engendrés sur les trois lots suivants de 5 T chacun (1, 2, 3) sont évalués à l'aide de trois traceurs internes présents dans les lots traceurs : dimétridazole à 300 ppm (DMZ), sulfate de manganèse à 300 ppm (SMn), sulfate de zinc à 1000 ppm (SZn) (Tableau 2).

Traceurs	DMZ	SMn	SZn
Masse Vol. Particulière (g/cm <sup>3</sup> )	1.40	2.90	3.22
Masse Vol. Apparente (g/cm <sup>3</sup> )	0.57	1.13	1.43
Diamètre médian d50 (µm)	37.0	118.3	387.4

**Tableau 2 : Caractéristiques des traceurs utilisés dans l'essai 3**

Les deux derniers traceurs (zinc et manganèse) pouvant être apportés par les matières premières, des échantillons de ces dernières sont prélevés avant incorporation des traceurs, à la sortie du broyeur (point A). Les résultats des analyses permettent d'estimer la concentration de ces deux oligo-éléments dans les matières premières.

Pour évaluer le niveau de transfert des trois lots collecteurs, trente échantillons élémentaires sont prélevés au cours du passage du dernier lot traceur au point B et des trois lots collecteurs au point C.



**Figure 4 : Schéma de la ligne testée lors de l'essai 3**

Les analyses sont effectuées soit directement sur les échantillons élémentaires, soit sur des échantillons globaux constitués par regroupement de fractions identiques d'échantillons élémentaires. Pour comparer les traceurs entre eux, le niveau de transfert est exprimé en pourcentage de la concentration en traceur du dernier lot traceur. Pour les deux oligo-éléments, ce calcul est réalisé après soustraction des concentrations apportées par les matières premières.

#### 3.2. Résultats

##### 3.2.1. Transferts inter-lots

Le premier lot collecteur semble recevoir des transferts du début à la fin de son passage, mais un comportement différent est observé pour les minéraux et pour le DMZ (Figure 5). Avec ce dernier (◆), ce lot apparaît recevoir plus de transfert au début (3 %) et à la fin (2 %). Avec les minéraux, seul le pic de transfert du début est décelable, mais à des niveaux différents pour le manganèse (4.5 % -○) et pour le zinc (2.5 % -□).

Dans le second lot collecteur (Figure 6), un transfert est détecté à l'aide du DMZ au début (1.8 %) et à la fin (0.5 %). Avec les deux oligo-éléments, le transfert semble continu sur l'ensemble du lot à un niveau de 0.5 % pour le zinc et 2 % pour le manganèse. Il se situe à peu près au même niveau lors du passage du troisième et dernier lot collecteur (Figure 7) alors qu'il apparaît nul pour le DMZ. Cela peut être expliqué par l'hypothèse d'une estimation par défaut des teneurs apportées en oligo-éléments par les matières premières.

Toutefois, les taux de manganèse et de DMZ présentent un pic à la fin du dernier lot collecteur. Ces pics signalent la présence d'un transfert résiduel.

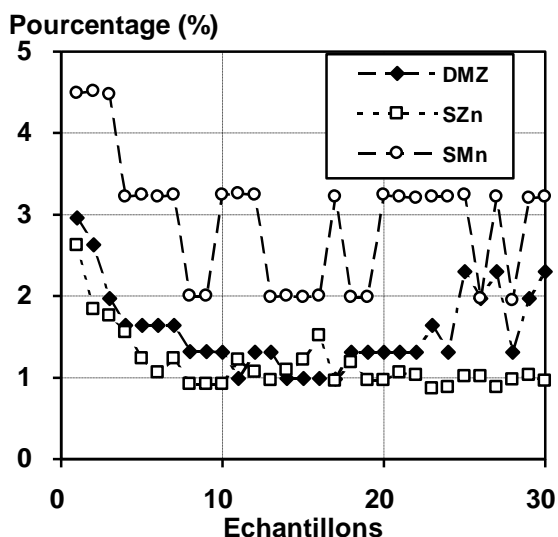


Figure 5 : Résultats obtenus pour le premier lot collecteur de l'essai 3

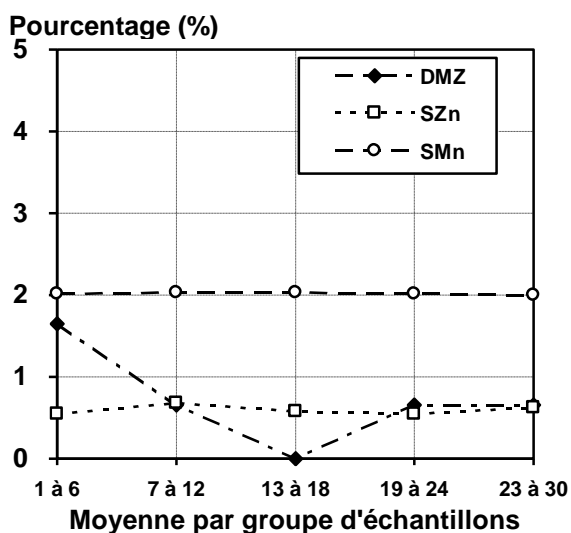


Figure 6 : Résultats obtenus pour le second lot collecteur de l'essai 3

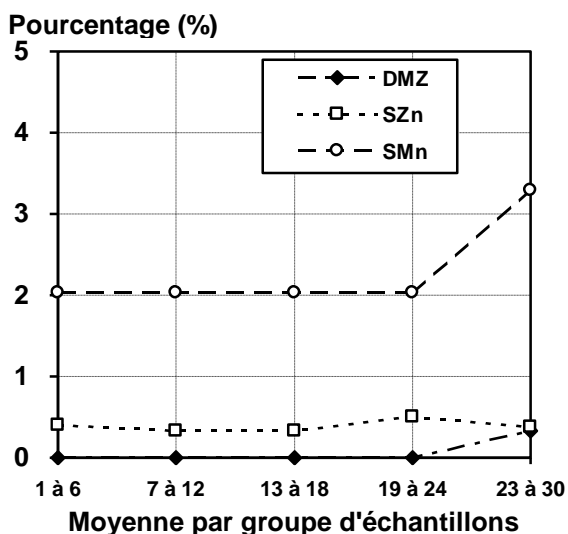


Figure 7 : Résultats obtenus pour le troisième lot collecteur de l'essai 3

### 3.2.2. Technique d'échantillonnage

Pour le premier lot collecteur, le niveau de transfert peut être estimé pour chaque traceur :

- par la moyenne des 30 analyses réalisées sur l'ensemble des échantillons élémentaires.
- par la moyenne des 5 analyses réalisées sur les 5 échantillons globaux constitués par mélange de fractions identiques prélevés dans 6 échantillons élémentaires successifs (1 à 6, 7 à 12, ...).
- par le résultat d'une seule analyse effectuée sur un échantillon global issu d'un regroupement de fractions identiques des 30 échantillons élémentaires.

Quel que soit le traceur, les résultats (Tableau 3) montrent que le regroupement en un seul échantillon global permet une bonne évaluation du niveau de transfert.

Traceurs	DMZ	SMn	SZn
Moyenne /30	1.6	2.9	1.2
Moyenne /5	2.2	3.5	1.2
Moyenne /1	1.6	3.2	1.4

Tableau 3 : Niveaux de transfert du premier lot collecteur évalués à l'aide de différents modes de traitement des échantillons.

En conclusion, les différents traceurs ne donnent pas des images identiques des transferts sur un même circuit. Mais l'évaluation des transferts inter-lots est possible en prenant un maximum d'échantillons élémentaires de taille identique et en les regroupant en un seul échantillon global destiné au laboratoire d'analyse.

## 4. Conclusion générale

Ces essais ont permis de mettre en évidence que certains agencements de diagramme pouvaient conduire à des transferts inter-lots :

- additifs tombant en pied d'élévateur.
- décolmatage d'aspirations contenant des additifs.
- incorporation des additifs avant broyage.

Il a également été possible de constater que des transferts résiduels peuvent persister longtemps dans un circuit.

Enfin, ils ont conduit à élaborer et proposer une méthode d'évaluation des niveaux de transfert utilisable par l'ensemble de la profession.

## 5. Pour en savoir plus

Bulletin Hors-série Tecaliman : Rapport 2 du programme de la Convention SYPRAM n° 6 - Juin 1995.