

Evaluation des contaminations croisées, de l'incorporation des additifs au chargement des produits finis

Dans le cadre de l'élaboration de la méthodologie d'évaluation des contaminations croisées sur site industriel, Tecaliman a réalisé en 1999, deux essais, aux cours desquels les contaminations croisées étaient évaluées à l'aide de plusieurs additifs jusqu'au poste de chargement des granulés (Tecaliman, 2000a, 2000b). Ces deux évaluations, qui sont résumées ici, avaient pour objectifs de déterminer le meilleur point de l'usine pour une appréciation valide et efficace des contaminations croisées. Après plusieurs années de mises en œuvre des procédures d'agrément et le « désir » de certains industriels de réaliser de tels essais sous l'incitation des DSV, il est apparu utile de rappeler que ces essais ont été effectués, comment ils l'ont été, et qu'elles en ont été les conclusions.

1. Matériel

1.1. Usines

Ces essais ont été effectués dans deux usines : A et B, ayant des diagrammes différents. Les prélèvements ont été réalisés en trois lieux marqués d'une flèche dans le tableau et schématisés sur la figure suivante :

1. En sortie de mélangeur
2. En entrée de boisseau de presse
3. Au chargement

Postes	A	B
Verse sac des additifs	✓	✓
Flux de MP dans Elévateur		✓
Trémie sur mélangeur		✓
Mélangeur	✓	✓
Trémie sous mélangeur	✓	✓
Vis ou Transporteur	✓	✓
Elévateur	✓	✓
Revolver	✓	✓
Cellule		✓
Boisseau presse	✓	✓
Presse	✓	✓

Postes (suite)	A	B
Refroidisseur vertical	✓	✓
Elévateur	✓	✓
Transporteur		✓
Tamiseur	✓	✓
Transporteur		✓
Revolver	✓	✓
Cellule	✓	✓
Extracteur	✓	
Benne peseuse		✓
Cellule		✓
Camion	✓	✓

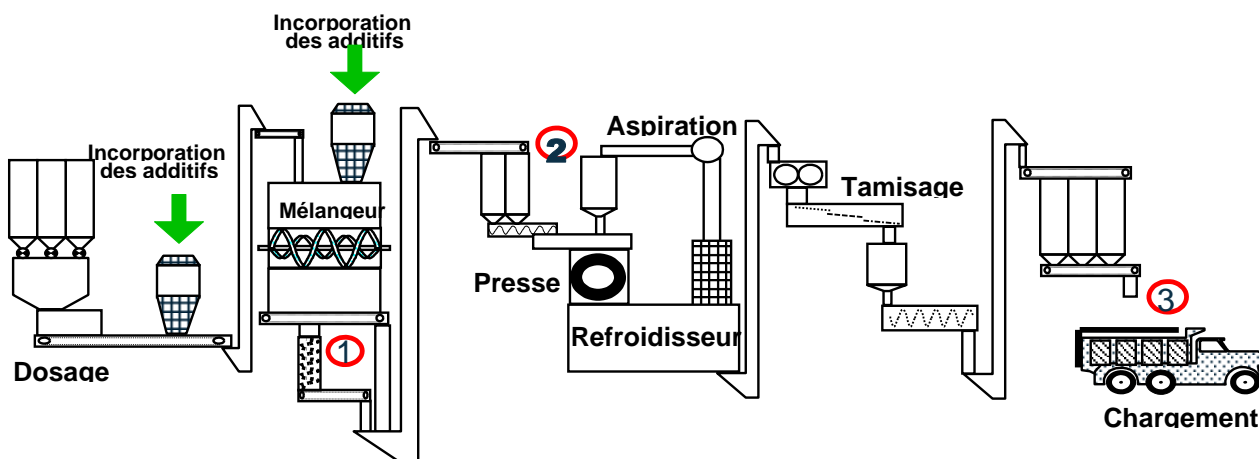


Schéma standard de diagramme d'usines mettant en évidence les lieux de prélèvement

1.2. Les traceurs

Cinq traceurs internes ont été utilisés. Compte tenu des pesées réellement effectuées dans les 2 usines, les concentrations attendues en chacun de ces traceurs sont :

	A	B
Meticlorpindol	198	199
Dimétri-dazole	198	199
Nicarbazine	124	125
Monensin	124	-
Lasalocide	124	-

Concentrations attendues dans les lots traceurs

Les principales caractéristiques physiques de ces produits sont indiquées dans le tableau suivant.

Traceurs	Diamètre médian	M.V. apparente	Indice d' Hausner	Angle de talus par éboulement	Taux de poussières
	µm	g/cm ³			
Meticlorpindol	290.6	0.412	1.170	72.1	5.8
Dimétri-dazole	122.8	0.704	1.124	53.1	4.6
Nicarbazine	435.2	0.559	1.047	42.0	15.3
Monensin	527.2	0.614	1.047	45.7	18.1
Lasalocide	574.8	0.591	1.042	44.8	3.3

Caractéristiques physiques des traceurs

Il est possible d'observer que :

- Les produits marqués par une granulométrie importante sont le Lasalocide, le Monensin et la Nicarbazine.
- Le Dimétri-dazole est le produit le plus dense
- Le Meticlorpindol se différencie par sa difficulté d'écoulement.
- Le Monensin est le produit le plus poussiéreux.

1.3. Les aliments

Deux lots traceurs sont fabriqués successivement. Leur taille correspond en théorie aux 2/3 du volume du cylindre circonscrit par la spire extérieure du mélangeur. L'aliment est élaboré à partir d'une formule d'un aliment fréquemment fabriqué par l'usine, mais l'incorporation de tous ces additifs dans les lots traceur en fait un aliment artificiel qu'il faut recycler.

Deux lots collecteurs sont fabriqués ensuite. Leur taille est identique à celle des lots traceurs.

Il s'agit de la même formule, mais sans l'incorporation des traceurs. Les 0.5% de

prémélange sont remplacés par 0.5 % de support de prémélange.

Les caractéristiques physiques des aliments sont indiquées dans le tableau suivant.

	A	B
Diamètre médian moyen tamisage (µm)	604	651
Masse volumique apparente moyenne (g/cm ³)	608	651
Angle de talus par éboulement moyen (°)	65.0	60.2

Caractéristiques physiques des aliments

2. Méthode

Globalement, le protocole suivi correspond aux règles techniques éditées par la suite (Tecaliman 2000c). Seuls les écarts à ce protocole sont précisés ici.

2.1. Succession des lots

Chaque lot est considéré comme un aliment différent. A chaque fois qu'au cours de la fabrication une phase de stockage intermédiaire est réalisée (trémie sous mélangeur, trémie sur mélangeur, boisseau de presse, refroidisseur, etc, ...), sa vidange totale est attendue avant d'y expédier le lot suivant. Le premier lot traceur permet de roder l'ensemble des opérations de transfert et de chronométrer les temps de passage. Cette procédure peut engendrer quelques écarts par rapport à la conduite normale de l'installation, en portant l'attention du personnel sur cette consigne.

2.2. Conditions de prélèvements

En fonction des lieux de prélèvement, les débits sont différents et les périodes entre deux prélèvements également :

Usines	A			B		
	Lieux 1	Lieux 2	Lieux 3	Lieux 1	Lieux 2	Lieux 3
Débit moyen (kg/s)	25	20	111	25	21	148
Périodes (s)	5.75	8.25	1.50	6.00	7.75	1.00

Conditions de prélèvement en fonction des lieux

Pour les prélèvements, au lieu de chargement, l'équipe est doublée, ce qui permet d'augmenter la fréquence de prélèvement, car chacune des équipes prélève une fois sur deux.

2.3. Traitement des échantillons

Pour le second lot traceur et les deux lots collecteurs, un échantillon global est constitué par prélèvement de fraction aliquote dans tous les échantillons élémentaires. Cette procédure permet de déterminer la contamination moyenne des lots collecteurs.

2.4. Analyse des traceurs et traitement des résultats

Tous les traceurs sont analysés dans un seul laboratoire.

La contamination est exprimée en concentration brute, ramenée à l'humidité de l'aliment en sortie de mélangeur ou en pourcentage de la concentration mesurée dans le second lot traceur.

3. Résultats

3.1. Lots traceurs

Le plus grand écart entre la concentration mesurée et celle attendue est celui constaté pour le Lasalocide dans l'usine A, il est d'environ 15 %.

Usines	A			B		
	Lieux 1	2	3	1	2	3
Humidité (%)	12.6	12.6	12.6	11.5	11.4	13.1
Meticlorpindol	213	213	213	206	206	210
Diméridazole	196	188	190	194	188	185
Nicarbazine	127	112	119	120	118	127
Monensin	120	123	124			
Lasalocide	107	105	108			

Concentrations mesurées dans le second lot traceur

3.2. Evolution entre les lieux

Les concentrations en traceurs internes sont toujours plus faibles en sortie de mélangeur et une augmentation des concentrations a toujours lieu entre ce lieu et le suivant.

Par contre, les progressions sont variables entre le boisseau de presse et le poste de chargement :

- Relative stagnation pour le Meticlorpindol
- Augmentation pour le Diméridazole de 2.1 ppm pour l'usine A et 0.5 ppm pour l'usine B
- Diminution d'environ 1 ppm pour le Monensin, et le Lasalocide dans l'usine A
- Diminution de plus d'un ppm pour la Nicarbazine dans l'usine A et augmentation de 1.6 ppm dans l'usine B

Cependant, globalement, dans 5 mesures pratiquées sur 8 sur le premier lot collecteur, les contaminations en entrée de boisseau de presse sont supérieures ou égales à celles mesurées au chargement. Les observations réalisées sur les seconds lots collecteurs confirment cette constatation, même si les résultats sont plus modestes en raison du nombre important de dosages inférieurs aux taux de détection.

Ce résultat pourrait être expliqué soit par certaines difficultés d'analyses dans les granulés, ce qui engendrerait une contamination apparente inférieure, soit par une diffusion de la contamination dans l'installation, ce qui la rend moins nette sur le lot lui-même.

Usines	A			B		
	Lieux 1	2	3	1	2	3
Meticlorpindol	2.1	4.9	4.9	3.8	8.6	8.2
Diméridazole	2.1	6	8.1	3.8	10.9	11.4
Nicarbazine	<	2.3	<	1.5	1.4	3.0
Monensin	<	3.5	2.6			
Lasalocide	<	3.5	2.4			

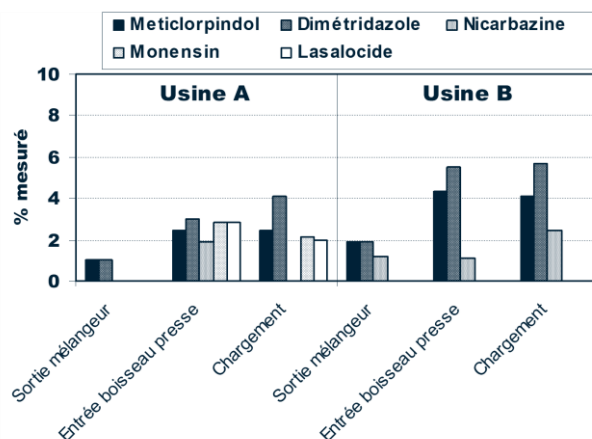
Concentration en traceurs (en ppm) dans le premier lot collecteur

< : inférieur au seuil de détection

Usines	A			B		
	Lieux 1	2	3	1	2	3
Meticlorpindol	1.0	2.3	2.3	1.8	4.2	3.9
Diméridazole	1.1	3.2	4.3	2.0	5.8	6.1
Nicarbazine	<	2.1	<	1.3	1.2	2.4
Monensin	<	2.8	2.1			
Lasalocide	<	3.3	2.2			

Contamination du premier lot collecteur en pourcentage de la concentration mesurée dans le second lot traceur

< : inférieur au seuil de détection



Histogramme du % de contamination exprimé en % de la concentration mesurée dans le second lot traceur en fonction des lieux de prélèvement et des traceurs

Usines	A			B		
	Lieux 1	2	3	1	2	3
Meticlorpindol	<	2.0	<	<	1.5	1.7
Diméridazole	<	<	<	<	1.5	1.4
Nicarbazine	<	<	<	<	<	<
Monensin	<	<	<			
Lasalocide	<	<	<			

Concentration en traceurs dans le second lot collecteur

< : inférieur au seuil de détection

Usines	A			B		
	Lieux	1	2	3	1	2
Metictlorpindol	<	0.9	<	<	0.7	0.8
Diméridazole	<	<	<	<	0.8	0.8
Nicarbazine	<	<	<	<	<	<
Monensin	<	<	<			
Lasalocide	<	<	<			

Contamination du second lot collecteur en pourcentage de la concentration mesurée dans le second lot traceur

< : inférieur au seuil de détection

3.3. Comparaison entre additifs

Dans le premier lot collecteur, les produits additionnés à moins de 200 ppm (Monensin, Lasalocide, Nicarbazine) ne permettent pas d'obtenir des résultats à tous les points de prélèvement.

Ainsi, les concentrations sont inférieures au seuil de détection :

- en sortie de mélangeur pour le Monensin, le Lasalocide et la Nicarbazine
- au chargement dans l'usine A, pour la Nicarbazine.

Dans le second lot collecteur, aucun de ces trois additifs incorporés à 125 ppm, ne permet de déduire ou de mesurer une éventuelle contamination.

Exprimées en pourcentage de la concentration mesurée dans le lot traceur, les contaminations du premier lot collecteur de l'usine A sont assez comparables d'un additif à l'autre en entrée de boisseau de presse et sont comprises entre 2.1 et 3.3 %. Au chargement, ces contaminations sont proches de 2 % pour trois des cinq traceurs, égales à 4.3 % pour le Diméridazole et inférieures au seuil de détection pour la Nicarbazine.

Dans l'usine B, seuls trois additifs sont testés. Des différences plus importantes sont mises en évidence avec des contaminations comprises entre 1.2 et 5.8 % en entrée de boisseau et 2.4 et 6.1 % au chargement.

Cependant, en raison de la proximité relative des caractéristiques physiques de ces additifs, il apparaît difficile de déterminer les origines de ces différences.

Ainsi, la comparaison des comportements des traceurs met en évidence qu'il existe des différences dans une même usine et entre les usines. Ceci tend à conclure à une interaction entre les additifs et l'usine conduisant à des contaminations croisées différentes selon les configurations.

3.4. Comparaison entre usines

Les deux usines testées présentent des diagrammes relativement peu contaminant si elles sont comparées aux résultats de l'enquête menées à la même époque auprès des usines françaises (Tecaliman, 2000d : i'Doc_T4).

Toutefois, il est possible de remarquer que les

contaminations sont plus importantes dans l'usine B d'environ 1 % et spécialement en sortie de mélangeur. Cette observation peut conduire à conclure que le parcours plus long des additifs dans le cas de l'usine B engendre un peu plus de contaminations.

4. Conclusions

Les contaminations les plus importantes sont souvent celles mesurées en entrée de boisseau de presse. Il est probable que ceci soit lié au comportement « libre » des additifs tant qu'ils ne sont pas fixés dans la matrice de l'aliment au moyen de la granulation. Dans ce contexte, des prélèvements au chargement ne se justifient pas, car ils n'apportent pas de renseignements complémentaires, tout en engendrant des essais plus lourds et coûteux, en raison de l'immobilisation de l'ensemble du site industriel pendant la durée des essais. Ce temps est plus long que celui normalement généré par la fabrication d'un lot, car il est nécessaire d'attendre les vidanges de chacun des matériels à chaque étape et notamment aux postes de granulation et de refroidissement.

Les prélèvements en sortie de mélangeuse sont intéressants, afin de distinguer ce qui est apporté par le circuit additif, situé en amont, qui est potentiellement l'un des plus contaminants, par rapport à ce qui est apporté par le circuit aval. Toutefois, il peut arriver que les contaminations à ce point soient extrêmement faibles. Ce point de prélèvement est intéressant à exploiter si le circuit amont est soupçonné d'être contaminant. La mise en place de deux points de prélèvement (sortie de mélangeuse et entrée de boisseau de presse) conduit à l'obligation d'avoir des équipes de prélèvement en même temps sur le circuit et doublera le coût de traitement des échantillons et d'analyse.

Enfin, l'incorporation d'additifs à des concentrations de 125 ppm ne donne pas l'assurance de résultats chiffrés sur le premier lot collecteur et donne la certitude de l'absence de résultat chiffré sur le second lot collecteur. Ceci a conduit à retenir, comme traceur, un additif présentant la possibilité de détecter au moins une contamination de 0.5 %. Cela correspondant à la détection de 1 ppm dans les lots collecteurs, si la concentration des lots traceurs était de 200 ppm.

5. Références bibliographiques

- Tecaliman, 2000a. i'Doc_H2.
Tecaliman, 2000b. Evaluat cross-contaminations with the right method. Krafftutter, Oct., 10, 394-399.
Tecaliman, 2000c. i'Tec_T2.
Tecaliman, 2000d. i'Doc_T4.