

Evolution des transferts inter-lots d'aliments au cours de leur fabrication dans une usine à l'aide de deux traceurs

Cet essai a été mené afin d'étudier l'évolution des transferts inter-lots sur quatre postes d'un même site industriel avant et après granulation, à l'aide de deux traceurs : Chlortétracycline (CTC) et microtraceur RF Bleu lake (MT). Il s'agit du même site que celui ayant fait l'objet de l'étude sur l'évolution de la conformité et de l'homogénéité (i'Tec_H12).

1. Principe

Les deux traceurs sont incorporés ensemble au moyen d'un même prémélange introduit dans le circuit d'incorporation classique des additifs dans deux lots traceurs. Deux lots collecteurs ne contenant initialement pas les traceurs sont fabriqués ensuite. Ces 4 lots subissent des prélèvements :

- en sortie de mélangeur (SM)
- en entrée de boisseau de presse (EB)
- en sortie préparateur de presse (SB)
- en entrée de cellules produits-finis (EC)

Ces prélèvements permettent d'évaluer l'évolution des transferts inter-lots au travers de l'usine.

2. Matériel

2.1. Traceurs

Les deux traceurs utilisés (Tableau 1) sont incorporés au moyen d'un prémélange à raison de 8 kg/tonne ou 0.8 % dans l'aliment final. Le microtraceur est incorporé à la dose de 250 ppm et la chlor-

tétracycline à 800 ppm.

	MT	Prémix CTC
M. V. Apparente (g/cm³)	2.976	0.494
D 50 (Tamisage) (µm)	65.1	217.2
Ecart type géométrique	1.47	1.59
Angle de talus par éboulement (°)	29.6	70.6

Tableau 1 : Caractéristiques physiques des traceurs

2.2. Aliment

Il s'agit de 4 lots de 2.5 tonnes d'un aliment porc médicamenteux contenant environ 1% de liquides. Les caractérisations physiques ont été effectuées sur les deux lots traceurs (Tableau 2 - Figure 1).

	L1	L2
M.V. apparente (g/l)	630.6	641.9
D 50 (Tamisage) (µm)	436.0	410.3
Ecart-type géométrique	2.16	2.15
Angle de talus par éboulement (°)	64.5	62.6

Tableau 2 : Caractéristiques physiques de l'aliment en farine

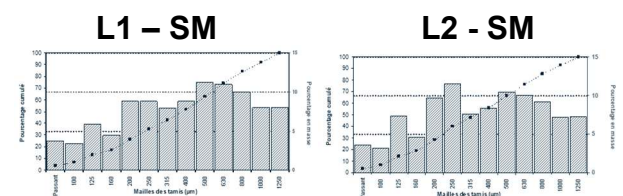


Figure 1 : Répartitions granulométriques de l'aliment

2.3. Circuit

Le matériel suivant est situé entre les différents postes :



3. Méthode

3.1. Réalisation des essais

Le prémélange contenant les traceurs est introduit dans les 2 lots traceurs. Les pesées effectuées lors de la fabrication des 4 lots et les conditions de granulation ont été collectées.

Les points de prélèvement sont choisis pour être dans des flux passants. L'objectif était de recueillir environ 40 échantillons sur tous les lots à tous les points de prélèvements.

Les périodes appliquées ont été de 5.5 secondes à 37 secondes selon les postes. En sortie de mélangeur, les prélèvements ont été effectués à l'aide d'un préleveur traversier présent sur place. En entrée de boisseau et en entrée de cellule, ils sont effectués directement dans les pots de prélèvement. En entrée de presse (sortie boisseau), ils sont effectués à l'aide d'une main en plastique et transférés dans les pots.

3.2. Traitement des échantillons

Le mode de traitement des échantillons est conforme aux recommandations des règles techniques (iTec_T2). Il consiste à des regroupements de parties aliquotes de chacun des prélèvements réalisés. Compte tenu du nombre d'échantillons supérieurs collectés (40), les regroupements sont effectués selon le modèle : 3/28/9

Pour les analyses sur les granulés (EC), chaque échantillon élémentaire a été broyé individuellement à l'aide d'un broyeur à cylindre avant le regroupement.

Les microtraceurs sont extraits magnétiquement selon le protocole détaillé dans iTec_H17 et après mise en solution, la densité optique est déterminée. La quantité de traceurs est calculée grâce à une relation linéaire la liant avec la densité optique à 629 nm. La chlortétracycline est analysée par HPLC à l'aide d'un protocole permettant la détection jusqu'à un seuil de 0.2 ppm.

3.3. Traitement des données

Les données sont traitées conformément aux recommandations des règles techniques effectuées dans iTec_T2.

4. Résultats

4.1. Conditions de fabrication des lots

La filière étant âgée de 1 mois, elle est au premier quart de sa vie. Elle a une épaisseur de 58 mm. Elle est percée 6720 trous de 4 mm de diamètre. L'indice de compression est donc de 14.5. Les deux galets sont en nid d'abeille. Les conditions de granulation ont été enregistrées (Tableau 3). Le premier lot traceur a subi un démarrage difficile avec un bourrage. Les autres lots ont été granulés sans difficultés.

Des analyses d'humidité ont été effectuées sur des échantillons globaux constitués sur chacun des lots

aux 4 postes de prélèvement. Les résultats ont montré que les variations d'humidité étaient faibles. Ces variations ont toutefois été corrigées afin de suivre l'évolution des concentrations en traceur à humidité constante.

	L1	L2	L3	L4
Débit (t/h)	5.2	6.6	6.5	6.5
Temp. sortie conditionneur (°)	58	64	64	64

Tableau 3 : Conditions de granulation

Le pourcentage de fines et la durabilité des lots a été déterminée (Eurotest) après essai à l'aide d'échantillons globaux constitués sur les deux lots traceurs. Si une légère variation du pourcentage de fines peut être notée, par contre, la durabilité est semblable.

	% de fines	Durabilité
L1	0.9	90.4
L2	1.6	90.3

Tableau 4 : Pourcentage de fines et durabilité des deux premiers lots

4.2. Evolution des transferts inter-lots

Les résultats des évaluations de transferts inter-lots sont donnés pour chacun des deux traceurs et en fonction des lieux de prélèvement dans le Tableau 5. A l'aide de toutes les analyses pratiquées sur les lots traceurs et collecteurs, il est aisé d'observer que la perte de produits constatée sur les deux lots traceurs n'est jamais égale, en quelques postes que ce soit, aux gains mesurés sur les lots collecteurs. Exprimée en masses cumulées sur les 2 lots traceurs, la quantité manquante en traceur augmente bien globalement en fonction des éloignements des postes de prélèvement (Figure 2) jusqu'à atteindre en apparence presque 900 g pour la chlortétracycline base et 600 g pour le microtraceur.

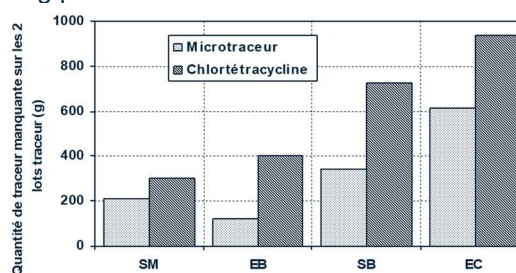


Figure 2 : Quantités de traceur manquantes sur les 2 lots traceurs pour les deux traceurs en fonction des points de prélèvement

Si le même cumul des quantités est effectué avec les deux lots collecteurs (Figure 3), le bilan est loin d'être le même :

- La récupération n'est pas croissante en fonction des points de prélèvement

- La récupération en traceur paraît partielle. Après calcul en pourcentage, elle est au maximum d'environ 30 % pour les deux traceurs en entrée

de boisseau de presse et est d'environ 10 % aux autres lieux de prélèvement (Figure 4).

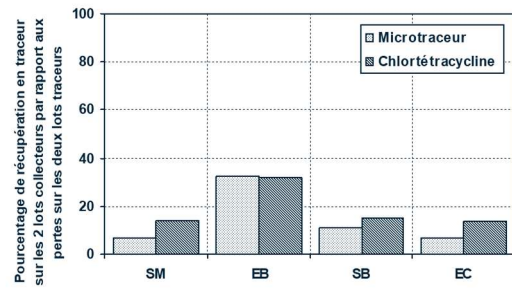
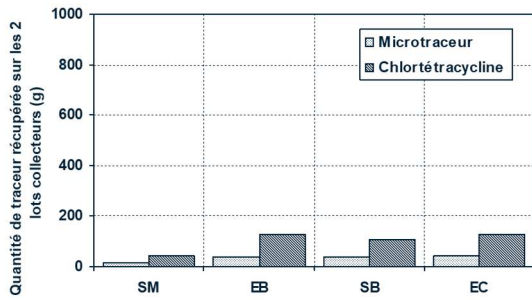


Figure 3 : Quantités de traceur récupérées sur les 2 lots collecteurs pour les deux traceurs en fonction des points de prélèvement

Figure 4 : Pourcentages de traceur récupérés sur les 2 lots collecteurs pour les deux traceurs en fonction des points de prélèvement

		Microtraceur		Chlortétracycline	
		Conc. (ppm)	% conc. L2	Conc. (ppm)	% conc. L2
Sortie mélangeur	Lot Traceur 2	182.2	-	701.0	-
	Lot Collecteur 1	5.2	2.3	16.2	2.3
	Lot Collecteur 2	0.7	0.3	0.9	0.1
Entrée boisseau	Lot Traceur 2	222.5	-	675.9	-
	Lot Collecteur 1	12.4	5.5	44.7	6.6
	Lot Collecteur 2	2.9	1.3	6.0	0.9
Sortie Boisseau	Lot Traceur 2	187.1	-	621.4	-
	Lot Collecteur 1	9.2	5.1	37.2	6.0
	Lot Collecteur 2	3.3	1.4	5.9	0.9
Entrée cellule	Lot Traceur 2	122.6	-	587.5	-
	Lot Collecteur 1	14.0	6.2	44.4	7.6
	Lot Collecteur 2	2.9	1.3	6.5	1.1

Tableau 5 : Concentrations des trois derniers lots et pourcentage de transfert des deux lots collecteurs pour les deux traceurs et chaque poste de prélèvement

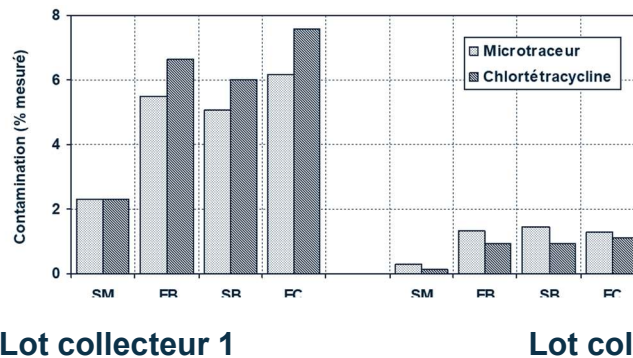


Figure 5 : Evolution des transferts inter-lots moyens des deux lots collecteurs pour les 2 traceurs exprimés en pourcentage de la concentration mesurée dans le dernier lot traceur (L2)

Ce constat, bien visible ici avec cet essai très complet, est généralisable à tous les essais. Il démontre qu'un simple bilan massique ne permettra jamais d'estimer correctement un transfert inter-lots. Cependant, il pose le problème d'expliquer ce qu'il advient des 70 à 90 % de la masse des traceurs en apparence disparue ou ce qui génère cette apparence. Il est également étonnant que cette récupéra-

tion ne soit pas croissante dans l'ordre des lieux de prélèvement alors que la perte l'est apparemment. Son oscillation étonne aussi puisque, selon cette logique, du traceur récupéré disparaîtrait ensuite. Selon ces données, il serait possible d'affirmer que la majorité du transfert n'est pas perceptible. Il reste à émettre des hypothèses pour expliciter ce phénomène et pour savoir s'il correspond à une réalité ou

à des artefacts.

Le transfert inter-lots analysé en termes de pourcentages de la concentration mesurée dans le dernier lot traceur (Figure 5) met en évidence que la majorité de ce transfert dans cette usine (environ les 2/3 soit environ 4 %) provient de la manutention entre le mélangeur et l'entrée du boisseau de presse. L'autre tiers (environ 2 %) étant présent dès la sortie du mélangeur, il semble généré par le circuit amont

d'incorporation des additifs.

Après l'entrée du boisseau de presse, les deux traceurs sont assez en accord sur la stagnation du niveau de transfert inter-lots. L'accord entre les traceurs demeure même après granulation malgré la dégradation du microtraceur par le traitement thermique (Voir i'Tec_H12). Toutes ces observations sont réalisables à l'identique sur les deux lots collecteurs.

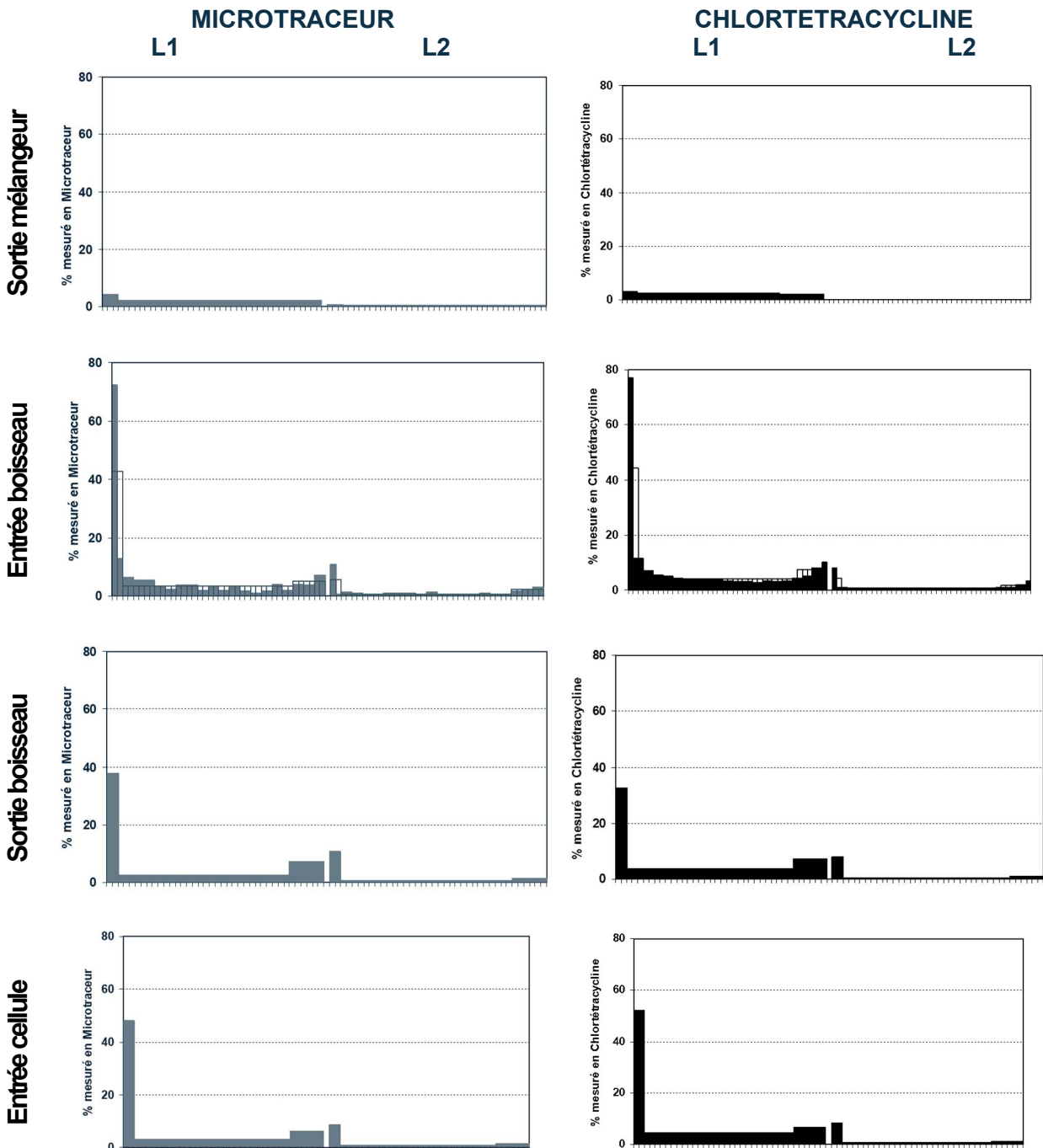


Figure 6 : Evolution des concentrations des deux traceurs en fonction du passage des deux lots collecteurs à chacun des points de prélèvement

L'étude des histogrammes présentant les profils de transferts inter-lots (Figure 6) permet de bien voir la similitude de comportement des deux traceurs. Le niveau de transfert inter-lots homogène et faible,

présent en sortie de mélangeur, se transforme avec l'apparition d'un pic notable de 40 % en début de lot en entrée de boisseau de presse. Étonnement, la présence de ce pic n'est pas modifiée par le transfert du lot dans le circuit jusqu'à l'entrée de la cellule de produit fini malgré la complexité et la longueur du circuit. Les profils de transferts inter-lots observés en sortie de boisseau et après granulation sont même étonnamment proches de ceux constatés en entrée de boisseau. Même l'augmentation de la concentration en fin de lot reste présente après son apparition au poste d'entrée du boisseau de presse. Ce résultat confirmerait le déplacement du lot selon un modèle de « piston ». Si le profil de transfert inter-lots à chaque point provient bien des mêmes masses de produits qui circulent dans l'usine sans se remélanger, ce type de résultat pourrait avoir des conséquences sur l'approche de la profession dans le cadre de la traçabilité ou dans le cadre de la gestion de l'impact des transferts inter-lots sur les animaux. Certains d'entre eux pourraient donc recevoir des doses plus importantes d'additifs si cette absence de remélange devait se vérifier jusqu'à la mangeoire.

En entrée de boisseau de presse et par la suite, le niveau de transfert du cœur de lot ne reste pas au niveau adopté en sortie de mélangeur puisqu'elle s'accroît d'environ 2 %. Ceci démontre que ce niveau de transfert central constaté en entrée de boisseau de presse n'est pas uniquement expliqué par le circuit amont au mélangeur mais également pour une part significative par le circuit situé entre la sortie du mélangeur et l'entrée du boisseau de presse.

Une réserve pourrait également être portée sur la représentativité du premier échantillon vis-à-vis du niveau de transferts dans l'aliment qui passe entre celui-ci et l'échantillon suivant. Il a été démontré, lors des essais sur les camions de livraison, que des erreurs d'évaluation pouvaient être faites à ce niveau.

Toutefois, la mesure détaillée effectuée avec les deux traceurs en entrée du boisseau de presse justifie la procédure de regroupement adoptée dans les règles techniques car l'information apportée par cette procédure est suffisante pour un bon diagnostic du processus de fabrication en matière de transferts inter-lots. De plus, cette opération physique de création d'échantillons regroupés de concentrations moyennes équivaut à ce qui a été proposé mathématiquement dans le cadre des camions de livraison (Voir i'Doc_T8).

5. Conclusion

Malgré les conditions de granulation modérée appliquées dans cette usine, un certain endommagement du microtraceur et/ou du colorant qu'il porte a pu être noté après granulation. Toutefois, malgré cette détérioration, et le taux de récupération qui est en dessous des recommandations, la comparaison des profils de transferts inter-lots avec ceux obtenus pour la chlortétracycline après granulation conduit à des

niveaux de transferts inter-lots moyens comparables et des profils similaires. Si l'industriel se basait uniquement sur le microtraceur pour établir le diagnostic de son procédé de fabrication en matière de transferts inter-lots, celui-ci serait identique à celui établi avec la chlortétracycline.

Pour expliquer l'absence de relation entre la perte en traceur constatée dans les lots traceurs et les gains obtenus dans les lots collecteurs, il est possible d'émettre l'hypothèse d'une erreur d'analyse dans les concentrations les plus hautes qui pourrait également expliquer l'absence de croissance de transferts inter-lots entre les deux lots traceurs (Voir i'Tec_H12). En effet, quand l'analyse de la concentration des produits actifs tel que la chlortétracycline est effectuée, la concentration est calculée par référence à une solution de chlortétracycline et non pas à un extrait issu du produit pulvérulent employé lors de l'essai dans les conditions d'extraction dans l'aliment. Cette pratique pourrait en partie expliquer une erreur de concentration dans l'aliment des lots traceurs. Toutefois, cette pratique n'existe pas avec le microtraceur et le bilan massique ne fonctionne également pas avec ce traceur. Ceci paraît démontrer que cette hypothèse n'expliquerait pas tout. Une autre hypothèse, qui ne contredit en rien la précédente, serait que les traceurs passent dans le circuit en dehors des périodes de prélèvement et ne serait donc pas comptabilisé.

Un essai pratique permettrait d'étudier plus avant cette problématique. Il consiste à comparer une évaluation des transferts inter-lots effectuées selon les règles (prélèvement en entrée de boisseau ou en entrée de cellule produits finis) à celle qui est obtenue après remélange total des lots collecteurs et traceurs après transfert dans l'usine. Cet essai est réalisable aujourd'hui sur des sites disposant de mélangeurs avant chargement.

6. Bibliographie

i'Tec_T2. Règles techniques pour l'évaluation du niveau de transferts inter-lots entre aliments. Fév 2000.

i'Tec_H12. Evolution de la conformité et de la distribution de deux traceurs dans des aliments au cours de leur fabrication dans une usine. Mai 2005

i'Tec_H17. Méthode d'analyse du microtraceur RF bleu lake après extraction en milieu aqueux. Oct. 2003.

i'Doc_T8. Elaboration d'une méthodologie pour l'évaluation des contaminations croisées par des additifs dans un camion de livraison d'aliment du bétail. Nov. 2003.

i'Doc_T9. Nouvelle technique d'extraction du microtraceur RF Bleu lake et son évaluation. Jul. 2004.