

Règles techniques pour l'évaluation des performances d'homogénéisation d'un mélangeur par charge

Les exigences professionnelles et les réglementations européenne et française conduisent les fabricants d'aliments à mener des évaluations des performances d'homogénéisation de leurs mélangeurs. Ces règles techniques reconnues par plusieurs référentiels, peuvent également être adaptées aux fabricants de mashes, de prémélanges d'additifs, d'aliments minéraux et diététiques pulvérulents (adaptation du choix du traceur, des tailles des échantillons, etc. ...). Pour la maîtrise de l'homogénéité, il est fait référence à une évaluation de l'homogénéité de la répartition d'additifs et de prémélanges dans les aliments. Dans ce contexte, des règles techniques pour l'évaluation des performances d'homogénéisation d'un mélangeur ont été définies, et sont établies, sur la base :

- de paramètres reconnus comme ayant une influence sur les résultats ou leur interprétation,
- des résultats d'une étude bibliographique sur l'homogénéisation des aliments composés,
- des résultats et des observations obtenus à la suite des campagnes d'évaluations menées par la profession depuis 1999 en partenariat avec la DGAL.

Ces règles constituent un outil pour les entreprises dans le cadre de la maîtrise de l'homogénéité des aliments et sont des recommandations, chaque utilisateur est libre d'utiliser la méthode qu'il souhaite s'il est en mesure de démontrer que son résultat et sa détermination restent dans un domaine de fiabilité.

Le respect de ces règles est une condition de la constitution d'une base de données des performances de la profession en la matière, ainsi qu'une condition pour permettre une comparaison entre sites ou sur un même site dans le temps.

Des remarques et justifications techniques peuvent être apportées sous la forme de renvois en fin de document, marqués par des exposants numérotés. Les notions importantes sont soulignées.

1. Objectif

- Tester la performance d'homogénéisation d'un mélangeur par charges dans des conditions données. Pour ce faire, la répartition d'un

traceur dans un mélange de solides est étudiée. Les conditions de test doivent être représentatives des pratiques de fabrication adoptées dans l'usine.

2. Principe

La méthode consiste à :

- préciser l'objectif (tester une pratique donnée, tester un produit, ...),
- définir les conditions de l'essai (Choix du traceur, conditions de mélange, conditions de prélèvement, etc. ...),
- fabriquer un mélange contenant le traceur,
- prélever des échantillons,
- quantifier le traceur dans les échantillons,
- interpréter les résultats.

Les résultats de l'évaluation constituent une image du comportement du traceur dans les conditions de l'essai.

3. Matériel

3.1. Choix du traceur

Les critères suivants sont recommandés pour la sélection d'un traceur optimal pour tester la capacité d'homogénéisation d'un mélangeur de pulvérulents :

- Il doit être quantifiable par une méthode exacte¹, répétable², sensible⁴, simple et d'un coût raisonnable⁵.
- Il doit être apporté majoritairement, voire au mieux exclusivement, par une seule origine⁶.
- Il est recommandé que sa source majoritaire comporte au moins 1 000 000 part./g.⁷.
- Il doit être stable vis à vis du procédé de fabrication entre le lieu de son incorporation et le lieu de prélèvement.
- Il peut être incorporé directement ou dispersé dans un support.

D'autres traceurs, moins optimaux, peuvent éventuellement être employés et tout écart avec les recommandations peut être une source d'interprétation d'un résultat non-conforme.

En cas de sélection d'un traceur avec un doute sur les performances analytiques, des analyses en double sur chaque échantillon est la procédure

recommandée (Voir § 5.5). D'autres objectifs peuvent conduire à des critères de sélection du traceur différent (Aliments mash, liquides incorporés par charges, aliments minéraux ou diététiques, etc...).

3.2. Base du mélange

Un produit représentatif de la production de l'usine sera privilégié⁸.

4. Méthode

4.1. Conditions de mélange

Elles doivent être conformes aux pratiques courantes de l'usine (taux de remplissage du mélangeur, durée de mélange, lieu d'incorporation du traceur, ...). Des conditions différentes peuvent être testées à des fins d'expérimentations.

4.2. Lieu et mode de prélèvement

Le lieu de prélèvement recommandé est un point situé au plus proche de la sortie du mélangeur. Le lieu et le mode de prélèvement doivent permettre :

- de prélever en toute sécurité,
- d'obtenir des échantillons représentatifs du flux (Gy, 1996),
- d'obtenir des échantillons de la taille désirée,
- de conduire à un résultat proche de celui qui serait obtenu en sortie d'usine⁹,
- de tester une performance qui concerne l'ensemble des présentations des produits de l'usine.

Dans un esprit d'obtention d'échantillon représentatif, il est vivement recommandé¹⁰ :

- de couper le flux dans des sens différents d'un prélèvement à l'autre,
- de disposer d'un lieu de prélèvement à débit modéré¹¹.

Les précautions suivantes sont recommandées :

- attacher le moyen de prélèvement à un point fixe hors du circuit,
- s'assurer de l'absence de pièces en mouvement dans la zone de prélèvement (boîtes 2 directions, trappes pneumatiques, godets d'élévateurs, ...),
- porter un masque et des lunettes en cas d'émission de poussières.

4.3. Nombre d'échantillons

Il est recommandé de prélever au moins 20 échantillons¹². Il est conseillé de prévoir un nombre de contenants d'échantillons supérieur afin d'avoir la possibilité d'une collecte jusqu'à la fin du lot.

4.4. Taille des échantillons

Elle peut être comprise entre 100 et 1000 g¹³. Un minimum de variation de taille entre échantillons pour un même essai est recommandé.

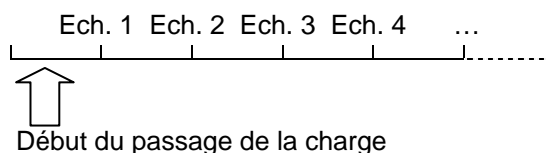
4.5. Périodicité des prélèvements

L'objectif de cette périodicité est de répartir le prélèvement des échantillons sur la totalité de la charge.

Elle est déterminée de la manière suivante :

- mesurer le temps de passage d'un lot similaire à celui fabriqué lors de l'essai au lieu de prélèvement,
- calculer la période entre deux prélèvements en divisant le temps de passage par le nombre d'échantillons à prélever plus 1 soit 21 pour 20 échantillons.

Au début du passage de la charge, le chronomètre est déclenché pour laisser passer une période avant de réaliser le premier prélèvement¹⁴ :



Le début de la charge est considéré comme effectif, quand l'outil de prélèvement est totalement rempli lors d'une pénétration directe et franche dans le flux pendant une fraction courte de temps. La fin de la charge est considérée comme effective, quand l'outil de prélèvement n'est plus rempli pendant la même période de temps.

Les échantillons sont prélevés à chaque période et conditionnés dans l'ordre chronologique. Les prélèvements doivent être réalisés jusqu'à la fin du passage de la charge marquée par une baisse significative du débit.

5. Réalisations des essais

5.1. Travaux et vérification préalable

Il faut vérifier, au lieu de prélèvement :

- La sécurité des conditions de prélèvement.
- La disponibilité des moyens humains et matériels nécessaires au moment des essais.
- La durée de passage d'une charge similaire, afin de déterminer la périodicité de prélèvement.
- L'absence de facteurs pouvant perturber l'essai (Débit important ou irrégulier, émission de poussières, etc. ...).

5.2. Collecte de données annexes

La collecte de ces données est recommandée, afin de faciliter l'interprétation ultérieure des résultats de l'essai, ainsi que la comparaison de l'évolution de résultats dans le temps :

- les caractéristiques physiques du traceur et du produit,
- le mode d'incorporation du traceur : le lieu d'incorporation, la concentration attendue dans l'aliment, le taux d'incorporation et la concentration du prémélange éventuel, la chronologie d'incorporation, ...
- les quantités de matières premières dosées (y compris mélasses, graisses, et autres liquides) avant le lieu de prélèvement,
- les caractéristiques du mélangeur (marque, type, état, la taille du matériel, ...),
- tous les renseignements concernant toutes les opérations se déroulant lors de l'essai entre le

poste d'incorporation du traceur et le lieu de prélèvement (mélassage, granulation, enrobage, ...),

- les modifications intervenues depuis l'essai précédent (matériels, pratiques, ...),
- la ou les formules et les pesées (Journal de dosage),
- tout écart à la présente méthode,
- la liste et les durées respectives de l'ensemble des phases du mélange (pré homogénéisation, séquence d'incorporation des liquides et solides, durée de l'homogénéisation...),
- les conditions de mélange.

5.3. Traitement des échantillons et analyses

Le conditionnement, l'expédition et le traitement au laboratoire des échantillons devront être réalisés dans des conditions permettant la conservation de leur représentativité du mélange fabriqué.

Dans chaque échantillon sélectionné pour être soumis à l'analyse, un dosage du traceur est effectué. Ces analyses doivent être effectuées selon des méthodes validées en particulier pour la répétabilité.

En cas de réalisation de l'analyse sur une prise d'essai de faible taille par rapport à celle des échantillons, il est recommandé de recourir à un broyage fin de la totalité de la masse de l'échantillon (sans destruction du traceur), puis à une ré-homogénéisation et enfin à une division pour mener à une taille de sous-échantillon aussi proche que possible de la taille de la prise d'essai.

Des analyses de la masse volumique apparente et de la granulométrie des aliments peuvent également être réalisées, afin de caractériser les conditions d'essais.

5.4. Traitement des résultats

Les résultats subiront un traitement statistique. Dans un premier temps, le calcul de la moyenne (m)

sur l'ensemble des analyses et la détermination de la concentration attendue (C) en fonction des pesées effectuées, permettent de déterminer le taux de récupération (TR en %) du traceur :

$$TR = 100 \cdot \frac{m}{C}$$

Dans le cas d'analyses en simple (une analyse par échantillon) sur chacun des échantillons, les calculs de la variance (V_{tot}) et de la moyenne (m) sur l'ensemble des analyses permettent le calcul d'un coefficient de variation total (en %), selon la formule :

$$CV_{tot} = 100 \cdot \frac{\sqrt{V_{tot}}}{m}$$

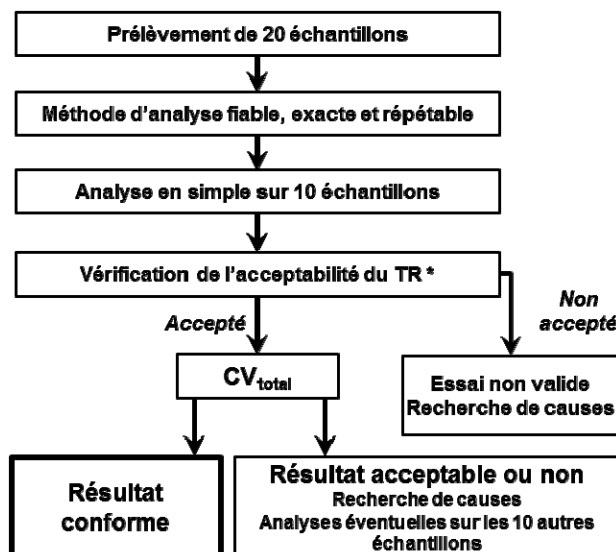
Dans le cas où la variance totale pourrait être expliquée en grande partie par la variabilité de la méthode d'analyse, il est recommandé de procéder à des analyses en double sur chacun des échantillons. Le traitement statistique des résultats sera alors différent. Il est alors possible de retirer de la variance totale, la variance résiduelle comprenant la variance analytique.

Pour ce faire, une analyse de variance, selon le modèle aléatoire, est réalisée (Voir Fiche technique n°35). Elle permet d'accéder à la variance homogénéité (V_{hom}) par la détermination de la variance "inter-échantillons". Le CV_{hom} est alors :

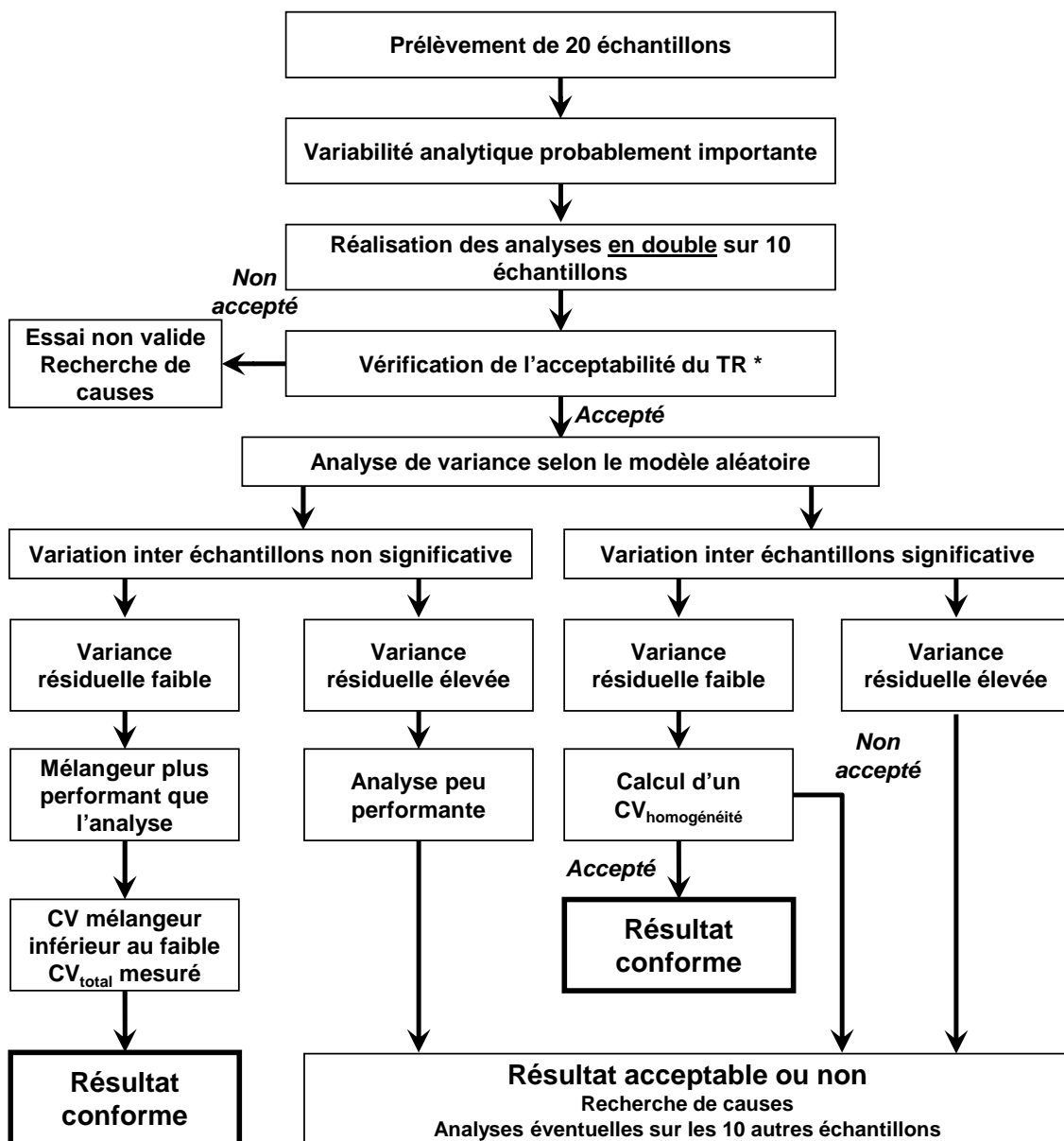
$$CV_{hom} = 100 \cdot \frac{\sqrt{V_{hom}}}{m}$$

5.5. Interprétation des résultats

Cette interprétation est, en premier lieu, effectuée selon les arbres de décision de la page suivante. Le premier correspond au cas classique, le second est employé en cas de doute sur la performance analytique du traceur choisi.



* Taux de récupération (TR) acceptable compris entre 70 et 110 %¹⁵ (80 à 110 % dans le cas de fabrication des aliments médicamenteux).



La conformité des CV (homogénéité ou total) est évaluée selon :

- les obligations du site industriel,
- l'objectif de qualité choisi par l'industriel en relation avec les valeurs seuils indiquées dans les guides correspondants.

Les résultats sont interprétés selon :

- l'évolution des concentrations entre échantillons,
- l'évolution des CV dans le temps (d'un essai à l'autre). Le suivi de cette évolution est vivement recommandé dans la mesure où les résultats sont comparables (proximité de conditions d'évaluation).
- les données collectées sur l'ensemble de la profession et la variation d'un essai à l'autre :
 - des pratiques de fabrication,
 - des modalités de l'essai (lieu de prélèvement, traceur choisi, taille des lots, ...),
 - du circuit de fabrication testé.

6. Bibliographie

- Bulletin spécial n°40 : Synthèse des travaux en vue de l'élaboration de règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation d'un mélange et du niveau de contaminations croisées entre aliments en alimentation animale. Tecaliman - 2000.
- Bulletin spécial n°41 : Enquête auprès des fabricants d'aliments composés sur leurs essais d'évaluation de l'homogénéité des mélanges et des taux de contaminations croisées. Tecaliman - 2000.
- Rapport 2 : Essais industriels de répétition de mélanges sur 3 sites industriels. Tecaliman - 2000.
- Rapport 3 : Essais industriels d'évaluation de l'homogénéité d'aliments pondeuses en farine à la sortie de 16 sites industriels. Tecaliman - 2000.

- Le point sur l'homogénéité des aliments composés. Tecaliman - 1998.
- Fiche technique n° 35

Renvois

- 1 Exactitude de la mesure : étroitesse de l'accord entre le résultat d'un mesurage et une valeur vraie de la grandeur particulière soumise à mesurage. (Norme NF X 07-001).
- 2 La qualité de l'analyse intervient en premier dans le choix du protocole de traitement des échantillons et dans le processus d'interprétation du résultat.
- 3 Répétabilité des résultats : étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs de la grandeur particulière soumise à mesurage, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure. (Norme NF X 07-001).
- 4 Sensibilité : capacité à détecter de faibles variations en analyte (Substance analysée). (Norme V 03-110).
- 5 En raison du nombre important d'analyses nécessaires.
- 6 Ceci pour être le reflet de leur seul comportement au mélange. Des constituants des formules du type protéines, matières grasses ou cendres, de par leurs origines multiples, ne peuvent composer la base d'un test de performance d'homogénéisation d'un mélangeur de pulvérulents, car ils sont en général déjà répartis de façon assez homogène dans les composants des aliments.
- 7 Ce chiffre conduit à la présence d'au moins 10 000 particules dans chaque échantillon quand le produit est introduit à 100 ppm et que les échantillons sont de 100 g. Toutefois, il reste possible de choisir un traceur constitué d'un plus faible nombre de particules par gramme, mais il faut savoir que toute diminution de ce nombre de particules engendrera potentiellement une augmentation du coefficient de variation.
- 8 La maîtrise de sa composition et de ses caractéristiques physiques permettront une certaine standardisation du test qui autorise de façon plus aisée des comparaisons dans le temps.
- 9 Plusieurs données vont dans le sens de la démonstration d'une faible variation entre l'homogénéité atteinte en sortie de mélangeuse et celle constatée au chargement : la bibliographie et notamment l'étude menée par l'IFF en 1982 (Einfluss der physikalischen stoffeigenschaften am beispiel spurenelemente auf die mischgüte und anforderungen an verarbeitungsanlagen beim einsatz von mikrokomponenten im mischfutter. Bull. Inf. N° 183, 10-26.), les données de l'enquête, et un des essais menés sur les aliments pondusés.
- 10 La possibilité de l'existence de flux préférentiel suivi par le traceur dans le flux d'aliment a été démontrée.
- 11 Si possible moins de 70 t/h.
- 12 Il s'agit d'un compromis entre la validité statistique des résultats et le coût analytique d'un essai. Ce nombre est important, car il s'agit de déterminer avec la meilleure exactitude possible un écart-type et non pas une moyenne. Une étude de l'évolution des coefficients de variation en fonction du nombre d'échantillons a montré que ce choix et celui du nombre d'échantillons analysés étaient les plus pragmatiques tout en restant valides du point de vue statistique. Il s'agit d'un objectif vers lequel il faut tendre et dont l'accessibilité est facilitée par le mode de détermination de la périodicité des prélèvements. Mais ce nombre peut supporter des variations de quelques échantillons.
- 13 Elle correspond à un compromis entre les contraintes de prélèvement, la représentativité, et les possibilités de traitement des échantillons au laboratoire.
- 14 Le premier prélèvement est collecté après une fraction de temps, afin de limiter l'effet potentiel des contaminations croisées sur la mesure de l'homogénéité et d'obtenir une répartition équilibrée des échantillons sur l'ensemble du passage du lot.
- 15 Il ne s'agit pas ici de contrôler la conformité de l'aliment en termes de respect de l'étiquette, mais d'un contrôle d'homogénéité. L'attention doit donc se porter vers la distribution. Cependant, il convient de rappeler que toute diminution de la moyenne, à écart-type constant, conduit à une augmentation du coefficient de variation. Ainsi, une perte de traceur peut engendrer une augmentation apparente de l'hétérogénéité.