

La granulométrie de l'aliment : principe, mesure et obtention

La granulométrie est une caractérisation fondamentale d'un produit pulvérulent. Elle est en rapport direct avec toutes les opérations unitaires de broyage, séparation, mélange et transferts, mais aussi avec les phénomènes physico-mécaniques liés à l'ingestion et au transit digestif des particules alimentaires. La granulométrie est aussi en relation avec les phénomènes d'échange et de réactivité, qu'il soient physiques (migration d'eau, séchage, solubilisation), chimiques (oxydation) ou enzymatiques (digestion des aliments).

Schématiquement, les milieux divisés (les « farines ») peuvent être caractérisés par des mesures intrinsèques, dans lesquelles on apprécie une caractéristique donnée de la ou des particules, ou par des mesures comportementales qui sont une propriété d'ensemble d'une population. Parmi les caractéristiques intrinsèques, certaines - c'est le cas de l'aire massique, de la méso-porosité, de la masse volumique - ne sont mesurables que sur un ensemble de particules mais reflètent par principe une somme de caractéristiques indi-

viduelles. Il s'agit alors de caractéristiques globales. D'autres peuvent être mesurées sur chaque particule prise individuellement. La taille et la forme sont des caractéristiques individuelles.

Etudier la taille des particules est l'objet de l'analyse granulométrique, étudier la forme des particules est l'objet de l'analyse morphologique. Le mot « granulométrie » recouvre dans le langage courant tantôt la discipline qui a pour but l'étude de la taille des particules, tantôt la caractéristique elle-même. Elle est alors l'expression de l'état granulaire d'une poudre.

Résumé

La granulométrie est l'étude de la distribution de la taille des particules d'une farine. C'est une caractéristique fondamentale, en relation directe avec toutes les opérations unitaires de broyage, séparation, mélange et transfert mais aussi avec les phénomènes physico-mécaniques liés à l'ingestion et au transit digestif des particules alimentaires.

En raison de la forme irrégulière des particules, le résultat de la mesure est exprimé par le diamètre qu'aurait la sphère théorique se comportant de la même manière que la particule considérée pour la technique utilisée. Une telle sphère est appelée sphère équivalente. La distribution de ces sphères est ajustée ensuite sur des lois théoriques dans différentes échelles de dimension. La finesse de la farine est caractérisée alors par un paramètre de position (le diamètre médian ou le diamètre moyen), et l'hétérogénéité granulométrique par un paramètre de dispersion (l'étendue ou l'écart type).

Les principales techniques utilisées sont le tamisage, à sec ou en milieu liquide, la diffraction de la lumière laser, l'imagerie. Ces deux dernières sont rapides, non destructives et peuvent être montées en ligne.

La granulométrie est fonction de la texture et de l'humidité des matières premières à broyer. Elle peut être modulée en agissant sur les paramètres des broyeurs ou des séparateurs en fonction des applications souhaitées.

1 / La mesure granulométrique

1.1 / Signification

Une particule d'aliment est un individu difficile à caractériser : sa surface, ses contours, ses dimensions sont souvent très irréguliers. La mesure d'un diamètre, distance séparant un côté de la particule au côté opposé, n'a plus de sens physique dès que l'on s'éloigne d'une forme géométrique bien définie, cercle ou sphère.

Pour contourner cette difficulté, le résultat de la mesure est exprimé par le diamètre qu'aurait la sphère théorique se comportant de la même manière que la particule considérée.

rée. Une telle sphère est appelée sphère équivalente. Si la technique utilisée permet de mesurer un volume, nous parlerons de sphère équivalent-volume, caractérisée par un diamètre équivalent-volume. Si nous mesurons une surface projetée, nous pourrions définir de la même manière un diamètre équivalent-surface. Les dimensions équivalentes sont en réalité des dimensions fictives, relatives à la technique utilisée, mais qu'il est commode d'employer. Par exemple, le diamètre équivalent de tamisage sera le diamètre de la sphère qui passe juste à travers la même dimension de maille que la particule réelle considérée. Le diamètre équivalent de sédimentation sera le diamètre de la sphère qui possède la même vitesse de sédimentation que la particule.

Une particule d'aliment a le plus souvent une forme irrégulière, sa taille s'exprime par une dimension qui dépend de la technique de mesure.

Appliqués à une même population de particules, ces différents « diamètres » n'ont pas la même signification et ne prennent pas les mêmes valeurs numériques. Pour obtenir une bonne description du système particulaire, nous devons donc choisir un type de diamètre équivalent (et la technique de mesure associée) en rapport avec la (les) propriétés des particules qui nous intéressent. Conséquence directe de cet état de fait : les répartitions granulométriques obtenues à l'aide de différentes techniques ne sont pas directement comparables (Baudet *et al* 1988) et il n'est pas licite d'associer les résultats obtenus par deux techniques complémentaires mais différentes au sein d'une même distribution granulométrique, à moins d'effectuer certaines corrections en partie arbitraires (Donelson et Yamazaki 1972).

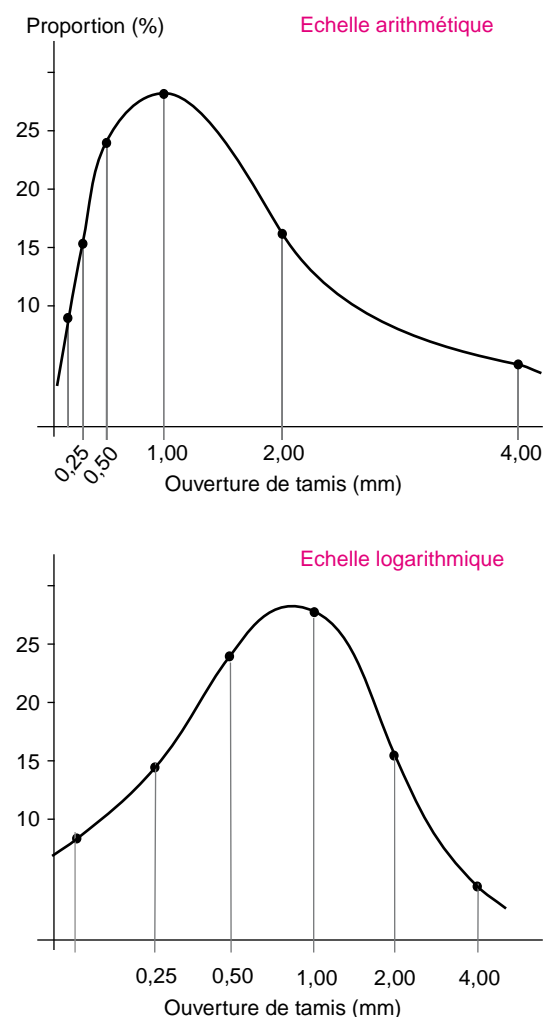
1.2 / Expression des résultats

Déterminer la taille d'une seule particule d'un lot s'avère non seulement difficile mais de plus inefficace et non souhaitable pour décrire l'hétérogénéité de ce lot. Toutes les techniques de mesure opèrent donc sur un grand nombre de particules qui composent une population. Le résultat est représenté sous forme d'histogrammes appelés distributions granulométriques. La population est divisée en classes de dimensions (en abscisse) et leurs proportions relatives exprimées en fréquences (en ordonnée).

a / Echelle de représentation des classes de dimension

Les classes sont généralement découpées en fonction des valeurs du diamètre équivalent. Elles peuvent être distribuées de manière arithmétique (linéaire) ou au contraire géométrique (figure 1). Dans le premier cas, chaque limite de classe est obtenue en ajoutant un facteur constant à la précédente (progression arithmétique). L'intervalle de classe est donc constant et la résolution (c'est-à-dire la largeur de l'intervalle divisée par la valeur du centre de l'intervalle) décroît au fur et à mesure que l'on se rapproche des classes de particules les plus grandes. Les plus fines particules sont alors moins bien décrites que les particules grossières. Ce mode de représentation ne peut convenir que pour des distribu-

Figure 1 : Expression arithmétique ou logarithmique de la distribution des tailles des particules.



tions étroites. Dans le second cas, chaque limite de classe est obtenue en multipliant la précédente par un facteur constant (progression géométrique). L'intervalle de classe augmente lorsqu'on se déplace vers les particules plus grossières, mais la résolution de l'intervalle est constante tout au long de l'histogramme et les particules des différentes classes sont décrites de manière identique. L'échelle est alors exprimée comme le logarithme du diamètre équivalent. Ce mode de représentation est très utilisé en pratique car il s'adapte bien à des distributions granulométriques très étalées (Rivière 1977).

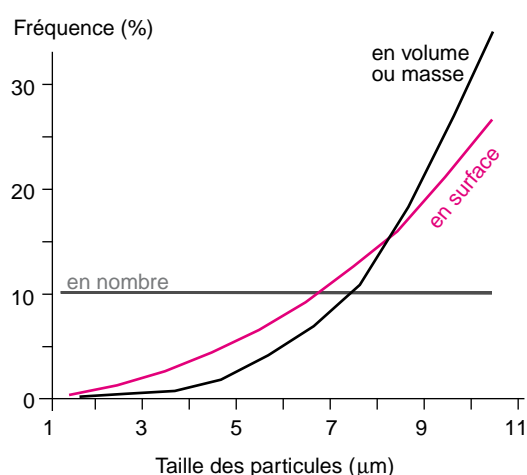
b / Grandeurs représentatives

L'histogramme décrit comment une propriété liée à la taille des particules est distribuée à travers la population. Si par exemple, par une technique appropriée, nous comptons les particules contenues dans des classes granulométriques définies, nous obtenons une distribution en nombre. Le fait de peser les particules contenues dans ces mêmes classes granulométriques au lieu de les compter permet d'obtenir une distribution en masse. Nombre ou masse sont ensuite exprimés en fréquences (axe des ordonnées). Le choix de l'un ou de l'autre dépend à la fois de la tech-

nique utilisable et du but poursuivi. Un tamis ne permet que d'appréhender la distribution en masse, tandis qu'un compteur à variation de résistance permet de mesurer le nombre de particules d'une classe donnée. La conversion de l'une à l'autre n'est possible que moyennant certaines hypothèses sur la forme et la masse volumique des particules.

Si au lieu d'exprimer le nombre de particules par classe de taille, nous exprimons la fraction de surface - ce que permettent les techniques d'imagerie - ou la fraction de volume correspondante, nous obtenons une distribution en surface ou une distribution en volume. Cette dernière est assimilée à la distribution en masse dans la mesure où les masses volumiques des différentes particules sont souvent proches les unes des autres pour un même produit. Il est bien entendu que les courbes de distribution sont profondément dissemblables selon la grandeur prise en compte et que celle-ci devra toujours être spécifiée. Les valeurs prises par les paramètres des courbes sont également différentes (figure 2).

Figure 2 : Distributions en nombre, en surface ou en volume.



NB : le diamètre équivalent surface, qui est le résultat d'un calcul utilisé pour définir une dimension caractéristique de la particule (et les classes de tailles en abscisse sur l'histogramme) ne doit pas être confondu avec la distribution en surface qui est la surface distribuée sur les classes de taille exprimée en fréquence (axe des ordonnées). Il en est de même pour le diamètre équivalent volume et la distribution en volume.

c / Forme de représentation

La représentation la plus intuitive et la plus efficace est l'histogramme : le nombre ou la proportion de particules se trouvant dans chaque classe de taille est représentée séparément. Un autre mode de représentation est la forme cumulée qui exprime quelle proportion de matériau se trouve au-dessus ou en dessous d'une certaine valeur de taille. Si le cumul des proportions s'effectue à partir de la classe de plus petite dimension (en dessous d'une valeur limite), la distribution est dite en

passants cumulés. Si au contraire le cumul s'effectue à partir de la classe de plus grande dimension (au-dessus d'une valeur limite), la distribution est dite en refus cumulés. Les courbes en passants cumulés ou en refus cumulés sont symétriques par rapport à l'axe des ordonnées et se coupent à la fréquence 50 %. L'emploi de l'une ou de l'autre est indifférent.

d / Paramètres de la distribution

Les distributions sont difficiles à utiliser à l'état brut : on est amené très tôt à synthétiser l'information par des paramètres qui décrivent la tendance centrale et la dispersion des distributions. Il faut noter que les valeurs prises par ces paramètres sont différentes selon que la distribution est exprimée en nombre, en surface, en volume ou en masse.

La tendance centrale décrit la taille des particules majoritaires dans la population. Les notions de mode, de médiane et de moyenne, classiques en statistique sont également utilisées en granulométrie. Le mode est la valeur la plus fréquente de la distribution. Une distribution peut avoir un seul mode ou plusieurs modes (pluri-modalité : figure 3). La médiane correspond au diamètre équivalent pour lequel la valeur de la distribution cumulée est de 50 %. Le diamètre médian est généralement noté d_{50} . Le diamètre moyen dépend de la grandeur prise en compte : longueur, surface ou volume. Lorsque l'échelle des dimensions est logarithmique, on parle alors de moyenne géométrique ou logarithmique.

Les paramètres de dispersion expriment la variabilité de la taille (ou encore «l'hétérogénéité» granulométrique) :

- les fractiles sont les dimensions des particules correspondant à des pourcentages cumulatifs déterminés. Ce sont des critères souvent utilisés en pratique car ils se prêtent bien aux interprétations intuitives visuelles. Les plus courants sont les quartiles d_{25} et d_{75} correspondant à 25 et 75 %, les déciles d_{10} et d_{90} correspondant à 10 et 90 %, les centiles d_1 et d_{99} , correspondant à 1 et 99 % ;

- les intervalles inter-fractiles sont une manière d'évaluer la dispersion de la distribution : on rencontre surtout les valeurs ($d_{90}-d_{10}$), ($d_{75}-d_{25}$) et ($d_{84}-d_{16}$), ce dernier écart correspond à un intervalle plus ou moins un écart type lorsque la distribution suit une loi normale. L'écart peut aussi être exprimé en valeur relative par rapport à la tendance centrale ;

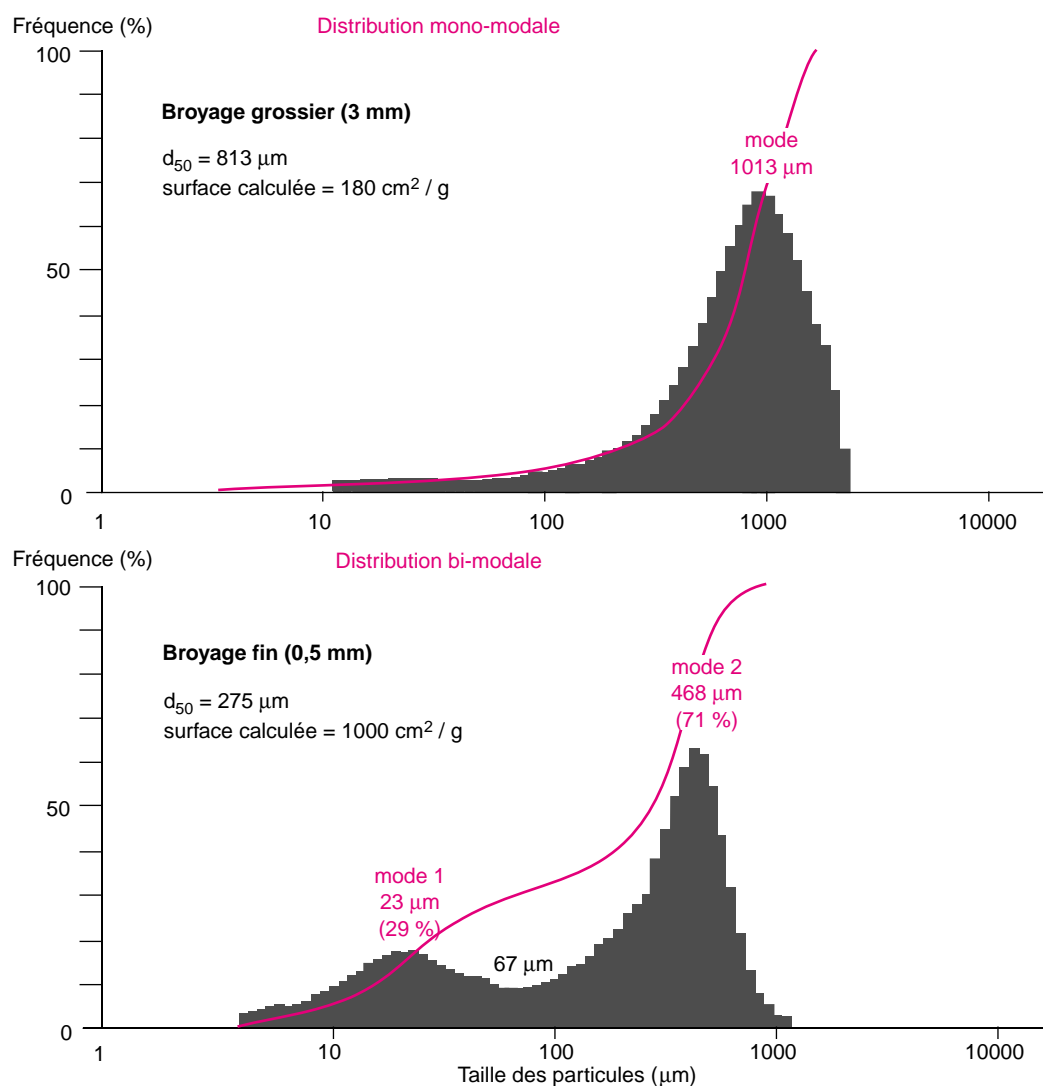
- l'écart type de la distribution peut aussi être calculé par sa formule de définition statistique. Si l'échelle de représentation est logarithmique, il s'agit d'un écart type logarithmique ou géométrique.

e / Ajustement sur des lois théoriques

L'ajustement des distributions observées à des modèles de référence est recherché pour une description plus précise de la forme globale de ces distributions. Quatre modèles sont proposés dans les normes Afnor X11-635 et 636 de juillet 1985 (Afnor 1990). Ce sont les

La granulométrie d'un aliment est une notion statistique de distribution des particules dans différentes classes de taille.

Figure 3. Formes de distribution granulométrique.

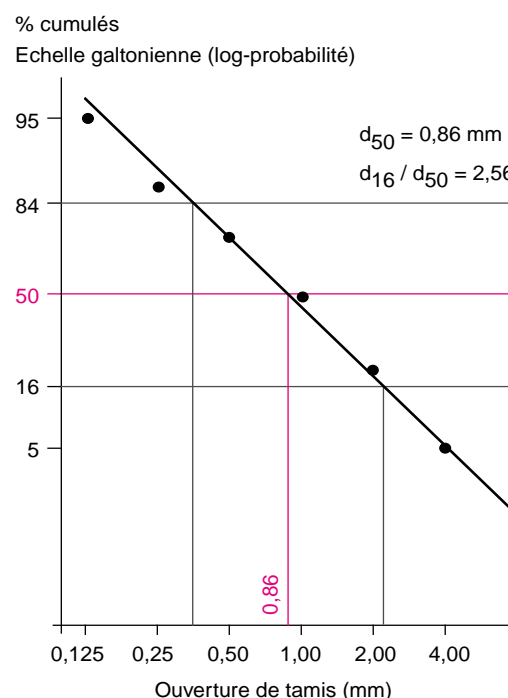


lois dites normales, log-normale, de Rosin-Rammler et de Gaudin-Schuhmann. Ces lois sont toutes uni-modales. Nous nous attardons sur les deux premières qui proviennent de la statistique usuelle.

Dans le cas de la loi normale, la courbe cumulée du passant est une droite dans un repère dont l'abscisse est l'échelle arithmétique des diamètres équivalents et l'ordonnée une échelle non linéaire des probabilités gaussiennes ou échelle galtonnienne. La moyenne d_m de la distribution est alors confondue avec la médiane d_{50} , et l'écart type est la différence entre les valeurs d_{84} et d_{50} , ou d_{50} et d_{16} . Ce modèle se prête bien à la description de produits naturels (pollen) ou de produits élaborés avec une faible plage de variation.

Dans le cas de la loi log-normale, la courbe cumulée est une droite dans un repère dont l'abscisse est logarithmique et l'ordonnée galtonnienne. Par rapport à la précédente, les diamètres sont remplacés par leurs logarithmes mais l'interprétation est la même (figure 4). Cette loi est la plus utilisée parce qu'elle permet de décrire des distributions très étalées en taille, et que la plupart des techniques granulométriques fournissent des

Figure 4. Représentation graphique d'une distribution observée en coordonnées log-normale.



résultats selon une échelle logarithmique des diamètres (Pfof et Headley 1976). En l'absence de calculateur, la distribution peut aussi être tracée sur des papiers que l'on trouve dans le commerce. L'ajustement graphique est commode mais doit cependant être interprété avec prudence.

f / Analyse multidimensionnelle des distributions

Dans le cas de distributions hétérogènes qui ne s'ajustent pas ou mal sur les modèles proposés comme dans l'exemple de la figure 3, une alternative peut être de faire appel à l'analyse multidimensionnelle des données (Analyse en Composantes Principales ou Analyse Factorielle des Correspondances). Cette dernière a été appliquée à une collection de produits broyés par Devaux *et al* (1998). La première composante permet de classer les échantillons en fonction de leur taille moyenne, la seconde composante en fonction de la forme de la distribution, et en particulier de la présence d'un second mode d'importance variable.

g / Indices granulométriques : modules de finesse et de répartition (ASAE Recommandation 246.1, 1971)

Chaque classe de l'histogramme est affectée d'un certain «poids», inversement proportionnel à la taille des particules, servant de coefficient multiplicateur : la somme des produits de chaque classe conduit à l'établissement d'un module de finesse (paramètre de tendance centrale) : à un produit grossier correspond

un module de finesse élevé. Si l'on regroupe les classes en trois fractions, grossière, moyenne et fine, caractérisées par un nombre dont la somme est égale à 10, la valeur trouvée caractérise l'uniformité de répartition des particules dans l'échantillon (paramètre de répartition).

Un exemple d'application est donné dans le tableau 1. Le calcul est rapide. La connaissance de ces modules donne une assez bonne indication de la composition granulométrique d'un échantillon, mais toute relative et arbitraire (Ward *et al* 1979).

h / Surface calculée

Un «résumé» de la distribution peut être obtenu par le calcul de la surface. Chaque tranche granulométrique est supposée ne contenir que des sphères de même diamètre équivalent à l'aide de la formule suivante :

$$S_{\text{calculée}} = (6 / MV)(m_1/d_1 + m_2/d_2 + m_3/d_3 + \dots + m_n/d_n)$$

avec :

MV = masse volumique vraie des particules

d = diamètre équivalent des tranches granulométriques 1 à n

m = masses correspondant aux tranches 1 à n

La surface totale est obtenue par le cumul des tranches. Elle est exprimée en m²/g, et condense de façon satisfaisante les informations contenues dans les distributions granulométriques, qu'elle permet de comparer, surtout si celles-ci sont difficilement ajustables sur les lois théoriques comme en particulier les distributions bi-modales (cf figure 3).

Tableau 1. Mode de calcul d'indices granulométriques (ASAE 1971).

Mailles de tamis	% retenu sur les tamis (en masse)	Calcul du module de finesse		Calcul module d'uniformité	
		coefficient multiplicateur	produit de pondération	regroupement de classes	approximation
4,0	5	6	30	5 + 16 = 21	2
2,0	16	5	80		
2,0	28	4	112	5 + 16 = 21	5
0,5	24	3	72		
0,25	15	2	30	5 + 16 = 21	3
0,125	9	1	9		
-	3	0	0		
Total			333		10
Valeurs		module de finesse = 333/100 = 3,3		module d'uniformité = 2.5.3	

Tableau 2. Surface calculée et surface mesurée.

Caractéristiques	Farine de soja		Farine de maïs	
	broyée	extrudée et broyée	broyée	extrudée et broyée
Diamètre médian des particules d_{50} (en μm)	100	80	680	530
Ecart type géométrique Sg	2,0	1,7	2,7	2,2
Surface calculée ⁽¹⁾ (cm^2/g)	741	886	144	157
Surface mesurée ⁽²⁾ (cm^2/g)	1520	949	914	131

⁽¹⁾ à partir de la distribution granulométrique.

⁽²⁾ par méthode B.E.T. Krypton.

Il ne faut pas confondre cette surface, calculée à partir d'une notion somme toute arbitraire comme celle de diamètres équivalents, avec la surface spécifique vraie ou aire massique qui est mesurée et représente la surface externe réelle des particules, incluant celle des micro-fissures (quelques centaines d'Angström) générées par les traitements mécaniques. Pour des produits broyés, les valeurs obtenues sont ainsi foncièrement différentes (tableau 2). Pour des produits extrudés et rebroyés au contraire, elles sont relativement proches, comme si la surface de ces derniers avait été « lissée », supprimant la porosité ouverte externe. Très utilisée pour les catalyseurs, cette grandeur apparaît potentiellement liée à la réactivité physique ou chimico-enzymatique du substrat.

2 / Les techniques d'analyse

Les techniques d'analyse granulométrique sont multiples. Elles sont basées sur des principes variés (Allen 1988) : séparation mécanique (tamisage) ou par l'intermédiaire d'un fluide, gaz ou liquide, variation de résistance électrique, imagerie, diffraction ou absorption de rayonnements. Nous aborderons ici les plus courantes en alimentation animale.

2.1 / Le tamisage

a / Principe

Le tamisage est l'une des plus anciennes méthodes d'analyse granulométrique, et aussi l'une des plus largement utilisées car il est peu coûteux. Son principe de base consiste à diviser un matériau pulvérulent en le faisant passer à travers un (ou plusieurs) tamis dont les caractéristiques sont connues.

Un échantillon de 50 à 200 g de farine est déposé au sommet d'un empilement de 7 à 16 tamis, dont la dimension des mailles va décroissant, et auquel on applique un mouvement vibratoire manuel ou mécanique durant 5 à 30 minutes. Les particules dont deux dimensions sont inférieures aux dimensions

des ouvertures traversent le tamis lorsqu'il est mis en vibration (le passant), alors que les particules les plus grosses sont retenues (le refus). Les particules se répartissent de manière inégale sur chacun des tamis. Les fractions retenues sur chacun des tamis sont ensuite pesées pour déterminer la distribution granulométrique. La variable caractéristique de séparation est, en raison de la forme irrégulière des particules, le diamètre équivalent à celui de la sphère la plus grosse passant géométriquement à travers les mailles du tamis considéré.

b / Tamis

Le tamisage fait l'objet de 14 normes Afnor (série X11) pour diverses branches d'industrie, dont les normes X11-501 de décembre 1970 et 504 de novembre 1975 définissant les toiles de tamis et tôles perforées du tamisage de référence. Les tamis sont constitués de toiles tissées à mailles de forme carrée ou de tôles perforées à trous ronds.

Leur nomenclature est complexe et peu accessible aux non initiés. Elle fait appel soit à un nombre de mailles par pouce variable selon les pays (gradation en mesh), soit à un poids de tissu (gradation en XX), soit en vide de maille (espacement entre fils d'une toile tissée, exprimé en unités du Système International : microns, millimètres et centimètres). La norme française des toiles métalliques (Afnor NF X 01-001 et 01-002) s'inspire de la série de Renard, dont les vides de maille sont en progression géométrique, avec comme raison $10^{0.1}$ (racine dixième de 10) soit environ 1,2589. Les dimensions les plus courantes sont indiquées dans le tableau 3. La correspondance entre la norme Afnor NF X11-501 de décembre (1970) pour les toiles métalliques et les normes étrangères est donnée dans la norme NF X11-508 de septembre 1983. Bien entendu, si l'ouverture de maille est indispensable pour parler le même langage granulométrique, il est utile également de préciser la nature du matériau et la grosseur du fil (norme NF X 11-506 de décembre 1970).

Tableau 3. Dimension des mailles de tamis dans la gamme usuelle (série de Renard R10 : raison de la progression = 1,2589 soit environ 1,26. Par ex : $250 \mu\text{m} \times 1,26 = 315 \mu\text{m}$. Afnor 1987)

Vide de maille en $\mu\text{m}^{(1)}$
...
8000
6300
5000
4000
3150
2500
2000
1600
1250
1000
800
630
500
400
315
250
200
160
125
100
80
...

⁽¹⁾ 12 (à 16) tamis au minimum. Il est important qu'il n'y ait pas de hiatus dans la série

c / Paramètres

Les facteurs susceptibles d'influer sur les résultats du tamisage se relient :

- aux tamis : forme et régularité des ouvertures, rugosité et épaisseur des fils, surface ouverte, planéité de la toile, mise à la masse ;
- au produit : humidité, température, forme des particules, électrostatisme, quantité, friabilité et cohésion de la poudre ;
- à l'atmosphère du laboratoire : hygrométrie, température, vibrations ;
- au mouvement : trajectoire, vitesse, amplitude, durée, type de dégommeage lié en partie à l'opérateur.

d / Matériels

Le tamisage peut être effectué par voie sèche ou humide, à la main ou à la machine. Le tamisage manuel, bien que décrit dans la norme Afnor NF X 11-507 de septembre 1989, est fastidieux et peu fidèle. On lui préfère le plus souvent le tamisage mécanique, dont les conditions opératoires (volume de charge et durée du tamisage) sont définies et adaptées par les utilisateurs (Giessler et Dammert 1973).

Dans les tamiseurs à tamis mobiles, la colonne de tamis est soumise à un mouvement circulaire ou ellipsoïdal (plansichter de laboratoire) dans un plan horizontal, combiné éventuellement avec des vibrations dans le plan vertical ayant pour but de décolmater les

toiles. Ces secousses donnent aux particules le maximum de chances de traverser les tamis en libérant celles coincées dans les mailles. La gamme de tamis est choisie à l'intérieur de la série en respectant la progression géométrique de manière à ce que le refus du tamis supérieur et le passant du tamis le plus fin ne dépassent pas 10 % de la quantité totale déposée sur la colonne. Les charges utilisées sont généralement de 50 à 100 g, la durée de tamisage de 10 à 20 minutes : en théorie, on considère que le tamisage est terminé lorsque la masse d'échantillon qui passe en 5 minutes est inférieure ou égale à 0,2 % de la masse initiale.

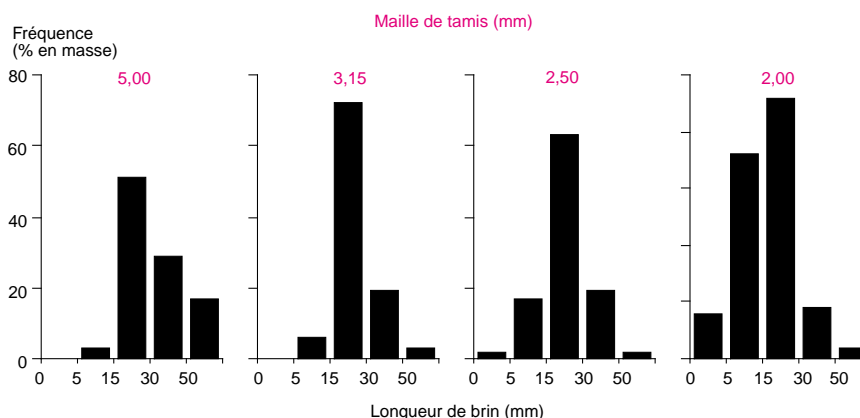
Dans les tamiseurs à tamis fixes, le dégommeage est assuré par un jet d'air ascendant fourni par une fente rotative, de manière à fluidiser la farine se trouvant sur le tamis (système Alpine). Un dispositif apparenté utilise les ultrasons pour faire vibrer la colonne d'air verticale, en combinaison avec des impulsions mécaniques (Sonic sifter). Ces deux dispositifs se prêtent davantage au tamisage des poudres fines (< 100 microns) et friables.

Le tamisage est généralement mené en phase « sèche » (teneur en eau inférieure à 14 %). Des produits peu solubles, mais qui tendent à gonfler en milieu aqueux (fibres), peuvent être tamisés sous courant d'eau. Le résultat est alors plus représentatif de la dimension réelle supposée de ces particules dans un milieu biologique (Le Deschault de Monredon *et al* 1997).

e / Limites

Le tamisage ne convient pas pour tous les produits, surtout lorsque leur structure est hétérogène (masses volumiques différentes au sein d'un même produit, présence d'aspérités) ou les particules de forme lamellaire ou fibreuse : dans ce cas, les dimensions des particules classées au cours d'un tamisage n'ont qu'un rapport plus ou moins lointain avec l'ouverture des mailles du tamis (Buré 1965). Dans l'exemple de la figure 5 (Delort-Laval et Melcion 1981), les fractions de luzerne retenues sur les tamis de 5,0 à 2,0 mm de largeur de maille contiennent de 50 à 70 % de particules de 15 à 30 mm de longueur !

Figure 5. Classement par longueur, après tamisage, de certaines fractions granulométriques de luzerne déshydratée (Delort-Laval et Melcion 1981).



L'analyse par tamisage est simple et peu coûteuse, mais peu adaptée aux aliments de forme et de structure hétérogènes.

D'autre part, en dessous de 80 microns, le classement des particules devient aléatoire car plus sensible à nombre de facteurs parasites externes tels que les variations de l'hygrométrie ou de la charge électrostatique de l'air ambiant.

2.2 / Compteurs à variation de résistance

La technique est moins répandue que la précédente, mais son intérêt est de réaliser une mesure directe à la fois en nombre et en volume. L'appareil le plus connu est le compteur Coulter (1956) dont nous rappelons brièvement le principe de fonctionnement (norme Afnor NF X 11-670 de septembre 1989).

Il est basé sur la variation de résistance provoquée par les particules placées dans un champ électrique. Les particules sont au préalable mises en suspension dans un liquide électrolyte. La résistance est mesurée entre deux électrodes placées de part et d'autre d'un orifice calibré à travers lequel les particules sont aspirées (figure 6). L'orifice est assimilé à un cylindre d'électrolyte de longueur L et de section S . A chaque fois qu'une particule traverse cet orifice, elle déplace son propre volume d'électrolyte. Elle génère un signal proportionnel au volume de liquide déplacé. La particule est donc comptée et son volume mesuré. L'unité de traitement des données produit ensuite directement sous forme graphique et/ou numérique une distribution granulométrique en diamètre équivalent volume. Un dispositif manométrique permet de mesurer le volume de liquide aspiré et ainsi de connaître la concentration de particules dans l'échantillon en nombre ou en volume (en masse).

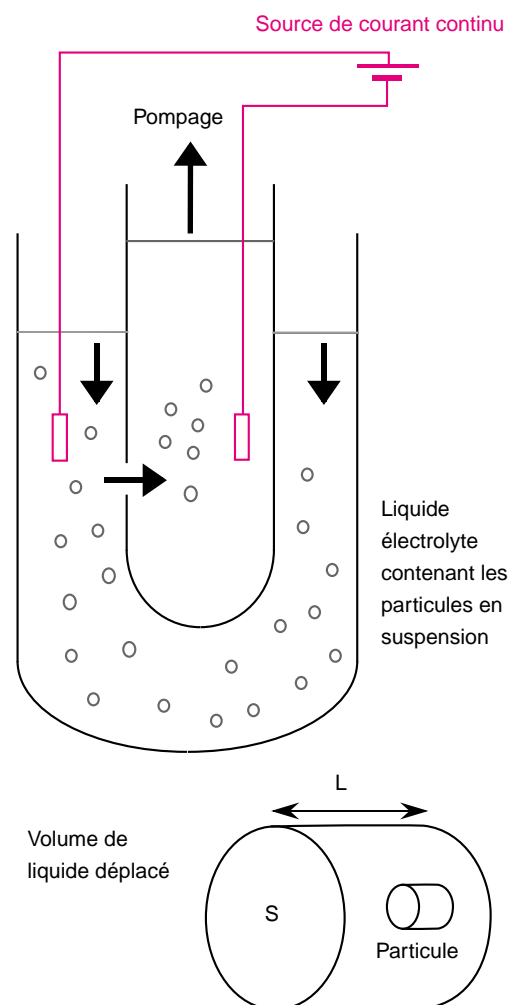
La plage de mesure s'étale de 3 à 45 % du diamètre de l'orifice. En pratique, elle varie de 1 à 360 μm (jusqu'à 1,4 mm avec des dispositifs complémentaires). L'inconvénient principal de la technique avec des aliments composés est la mise en suspension dans un liquide, avec les risques de solubilisation ou de gonflement que cela comporte, et l'obtention et le maintien de l'homogénéité de cette suspension devant l'orifice. Un étalonnage de l'appareil est nécessaire à chaque changement d'orifice ou d'électrolyte : le liquide est soit l'eau, soit l'isopropanol, et l'électrolyte est le chlorure de sodium en solution diluée (1 %).

2.3 / Diffraction de la lumière

a / Principe

La distribution granulométrique est déduite de l'interaction entre un ensemble de particules et un rayonnement incident. Lorsqu'un rayon lumineux rencontre une particule, la lumière peut être absorbée, diffusée ou transmise. La diffusion est la dispersion du rayonnement lumineux dans toutes les directions de l'espace liée à la rencontre de l'obstacle. La théorie générale décrivant les phénomènes de diffusion par une particule sphérique a été étudiée par Mie en 1908. Un cas particulier du

Figure 6. Principe du compteur à variation de résistance.



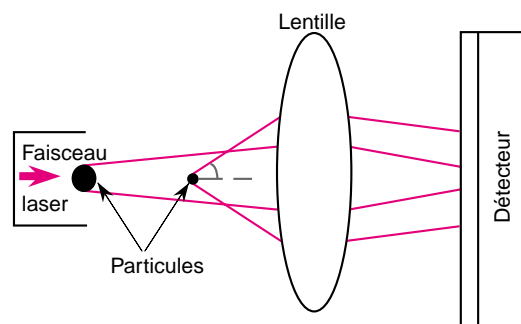
phénomène de diffusion est la diffraction de la lumière (théorie de Fraunhofer) qui s'applique si la taille des particules est nettement supérieure à la longueur d'onde utilisée (particules de taille supérieure à 0,5-1 micron). Le principe est appliqué pour des poudres de quelques micromètres à plusieurs millimètres (Allen et Davies 1988). Il fait l'objet d'une norme Afnor NF X11-666 de septembre 1984.

Lorsqu'une particule sphérique est éclairée par un faisceau parallèle de lumière cohérente et monochromatique, il apparaît un motif de diffraction sous forme de franges (ou couronnes) concentriques alternativement claires et sombres, observé à l'infini ou dans le plan focal image d'une lentille : selon la théorie de Fraunhofer, l'intensité du rayonnement diffracté, mesurée en un point donné sur un détecteur, est une fonction du rayon de la particule. L'angle de diffraction est d'autant plus grand que les particules sont plus petites (figure 7). La position des particules et leur mouvement n'ont pas d'effet sur la figure de diffraction.

Les particules ne sont pas analysées individuellement mais dans leur ensemble. Il est nécessaire de faire appel à des algorithmes de traitement d'image pour convertir le signal en informations granulométriques, distribution

en taille et nombre de particules correspondant à chaque taille. La grandeur mesurée est un «diamètre équivalent de diffraction».

Figure 7. Principe de la mesure granulométrique par diffraction de la lumière laser.



b / Mise en œuvre

Le produit à étudier, préalablement dispersé dans un milieu liquide (ultrasons) ou mis en suspension dans un courant d'air, circule à travers une cellule de verre à faces parallèles éclairée par un faisceau de lumière laser (630 ou 750 nm). La lumière diffractée est focalisée par une ou plusieurs lentilles, selon l'étendue de la gamme granulométrique couverte, sur un détecteur multi-éléments constitué d'anneaux concentriques. Le signal fourni par chaque élément du détecteur est proportionnel au flux lumineux qu'il reçoit. Il est numérisé et traité : la méthode de déconvolution du spectre diffère selon les appareils présents sur le marché et n'est en général pas divulguée.

En voie liquide, le liquide porteur (eau, alcool) doit être transparent à la longueur d'onde utilisée, neutre chimiquement, et d'indice de réfraction différent de celui de la particule. Il peut contenir un dispersant (tensioactif), mais ne doit pas dissoudre les particules. L'analyse par voie sèche sera préférée si l'échantillon contient des composants susceptibles de se dissoudre ou de gonfler, à condition que la poudre s'écoule facilement et ne soit pas trop friable. Les quantités à utiliser sont de 1 à 2 g en voie liquide et de 20 à 50 g en voie sèche.

Ces appareils sont d'exploitation facile, et de plus en plus utilisés pour des analyses granulométriques rapides, inférieures à la minute. Les résultats sont reproductibles (Allen 1988) dans une gamme de mesure relativement large, de 1 micron à plus de 3 mm ; le nombre de classes granulométriques s'échelonne de 16 à 72 selon les matériels.

En revanche, de par son principe, la méthode s'applique à des produits dont les propriétés physiques (indice de réfraction, masse volumique) sont homogènes ou du moins proches. La théorie suppose que les particules sont opaques et de formes régulières : les formes irrégulières (particules aplaties ou fibreuses) sont appréhendées de manière erronée. D'autre part, les intensités lumi-

neuses correspondant aux plus grosses particules sont concentrées au centre de la figure de diffraction : leur analyse est plus difficile et la mesure granulométrique moins précise.

2.4 / Analyse par imagerie

L'imagerie permet de visualiser des objets en deux dimensions, et l'analyse des images permet d'apprécier non seulement la taille mais aussi la forme des particules (Devaux *et al* 2000). L'appareil comporte une caméra associée à un microscope pour les particules entre 0,5 et 200 μm , ou à un objectif photo classique pour des tailles de particules supérieures (normes Afnor X11-634 de décembre 1988, -661 de février 1984 et -696 de décembre 1989).

Il s'agit d'une analyse individuelle : les particules sont généralement visualisées isolées les unes des autres. Le nombre minimal de particules pour une bonne représentation statistique est de 500. À l'échelle microscopique, les particules sont généralement dispersées dans un liquide et placées sur une lame. À l'échelle macroscopique, des dispositifs ont été proposés et sont maintenant commercialisés qui consistent à acquérir des images de particules passant en flux devant la caméra (Guillaume *et al* 1996, Novalles *et al* 1998). L'analyse peut aussi être globale : les particules sont observées en vrac sans être nécessairement séparées des unes des autres (Devaux *et al* 1997).

Les caméras les plus courantes sont des caméras monochromes munies d'une carte d'acquisition qui réalise une digitalisation à la fois spatiale et en niveaux de gris. Le résultat de l'acquisition est un tableau de « points image » appelés pixels ayant chacun une valeur d'intensité de gris codée souvent entre 0 (noir) et 255 (blanc). Le comptage du nombre de pixels de l'objet et de son contour permettent d'estimer la surface (S) et le périmètre (P) des particules de l'image, ainsi que des paramètres de forme (circularité, convexité, concavité : Vivier *et al* 1994). Les distributions granulométriques peuvent être exprimées en nombre ou en % de la surface totale. Le diamètre calculé à partir de la surface est un diamètre équivalent surface. Il est possible aussi d'établir des distributions de taille et de forme.

2.5 / Mesure en ligne

Des techniques comme la diffraction de la lumière laser ainsi que l'imagerie en flux tombant sont transposables « en ligne ». Elles permettent une analyse en temps réel de la granulométrie de farines issues de broyeurs ou de séparateurs (Collin 1996).

La mesure est effectuée soit sur une partie aliquote du flux de matière pulvérulente, soit si la géométrie le permet, sur la totalité du flux. Les informations sont utilisables de deux manières (Melcion et Riou 1997) :

- en boucle ouverte : les données sont utilisées pour contrôler l'uniformité de la produc-

La diffraction de la lumière laser ou l'imagerie permettent d'analyser en temps réel la farine issue d'un broyeur.

tion et servent éventuellement à la détection d'incidents en cas de dysfonctionnement, comme par exemple la présence d'un trou dans une grille de broyeur ;

- en boucle fermée : l'information permet d'agir en retour sur les paramètres de commande de la machine, à condition que ces paramètres puissent être ajustés en continu. C'est le cas de la vitesse de rotation du rotor d'un broyeur à marteaux ou de l'écartement entre cylindres d'un broyeur à cylindres. La mesure peut être acquise en des temps très courts, de l'ordre de 5 à 10 secondes, inférieurs au temps de réponse de la machine, généralement de 0,5 à 1 minute.

Remarque : Mesure d'aire massique

Selon la technique utilisée, la surface externe des particules revêt différentes significations : la perméabilimétrie permet d'accéder à la surface enveloppe de la particule (norme Afnor NF X11-601 de septembre 1979 et 602 d'octobre 1977), les méthodes d'adsorption intègrent en plus la porosité ouverte de cette particule, représentée par la surface des fissures, anfractuosités etc. Une technique très usitée parce que très souple est l'adsorption gazeuse selon la méthode BET du nom de ses auteurs (Brunauer, Emmett, Teller, 1938). Elle consiste à mesurer le volume d'azote (ou de krypton) adsorbé à température de l'azote liquide (77°K), afin d'en déduire le volume de la couche mono-moléculaire de gaz entourant les particules, et secondairement la surface de ces particules si l'on connaît la surface d'occupation des molécules adsorbées (norme Afnor NF X11-621 de novembre 1975 et 622 de juillet 1977). Les valeurs des surfaces mesurées sur des farines utilisées en alimentation animale s'échelonnent de 0,2 à 1,5 m²/g (Lowell 1979).

La méso-porosité proprement dite, qui définit le volume poreux accessible : pores, fissures, etc. présents à la surface ou qui communiquent avec la surface est mesurée soit en exploitant l'hystérésis de l'isotherme d'adsorption BET (Rouquerol 1968), soit par porosimétrie au mercure (Flicoteaux et Mandelbaum 1975). Il s'agit cette fois d'un volume et non plus d'une surface : la dimension des pores calculée à partir des volumes s'échelonne de 80 à 1300 Angström.

3 / Obtention d'une granulométrie

3.1 / Par fragmentation / broyage

La fragmentation est l'ensemble des opérations ayant pour but de réaliser, grâce à l'application de contraintes mécaniques externe la division d'une masse solide en fragments plus petits. Le broyage est l'opération qui s'applique à une tranche du domaine d'utilisation, en principe 6 mm à 200 µm. Selon la vitesse et le mode d'application de la contrainte, on parlera de compression (0,1-0,8 m/s), d'abrasion, de cisaillement, d'attrition,

de percussion (15-200 m/s). Le but technologique du broyage en alimentation animale est de réduire les composants de la graine (ou d'un ensemble de matières premières) en particules de la granulométrie « désirée » afin de permettre un mélange plus homogène et plus stable et une mise en forme plus aisée.

a / Mécanismes

Les forces de contact appliquées à un grain de matière créent un champ tri-dimensionnel de contraintes réparti de manière non uniforme dans le volume du matériau. Ces contraintes entraînent des déformations, élastiques et inélastiques, liées à la taille et/ou à la masse du grain initial. Ces déformations sont à l'origine de la fissuration.

Schématiquement, l'énergie communiquée au grain est soit absorbée par le matériau et dissipée dans le milieu (chaleur, sons), soit restituée sous forme de surfaces nouvelles. Les surfaces créées se caractérisent par :

- une quantité de surface liée à la distribution des fissures, elle-même reliée à la présence de défauts ou micro-fissures dans le matériau ;
- un état de surface lié à la dislocation de réseaux cristallins (amidon), à l'amorphisation, à l'évaporation, etc.

Le broyage comporte donc toujours deux aspects : un aspect lié à la dimension des particules obtenues, un autre aspect lié à la modification de la surface de ces particules. L'accroissement de surface dû à la fragmentation est susceptible d'augmenter la réactivité physique des grains, chimique ou enzymatique. En fracturant les structures cellulaires, il peut aussi accroître la disponibilité de certains composants nutritionnels. Du fait de l'élévation de température due à l'énergie d'arrachement des molécules, certaines caractéristiques physico-chimiques peuvent également être modifiées.

La modélisation « locale » du broyage à l'échelle du grain est complexe. On préfère l'aborder de manière plus globale : le broyage est considéré comme une succession d'événements unitaires à l'origine de la « dégradation » granulométrique. Ces événements combinent deux mécanismes caractérisés chacun par une fonction :

- une fonction de sélection (S), qui exprime la proportion de grain d'une tranche granulométrique donnée, fragmentée par unité de temps ;
- une fonction de fragmentation ou de broyage (B), qui exprime la distribution granulométrique obtenue à partir d'une tranche mère donnée, broyée au cours d'un événement unitaire.

b / Les outils

Le broyage peut s'effectuer par écrasement-friction (meules), compression-cisaillement (broyeur à cylindres) ou par impact (broyeur à marteaux). Ce dernier est de loin le plus utilisé en alimentation animale (David 1985).

Par impact (et abrasion) :
le broyeur à marteaux

Le broyeur à marteaux agit à la fois par impact (action des marteaux) et par abrasion (action de la grille). L'impact génère des particules généralement de plus grande taille que l'abrasion. L'essentiel du broyage s'effectue au moment du premier contact avec les marteaux du rotor, les phases suivantes ne servent qu'à accélérer les particules pour leur donner la même vitesse que celle des marteaux (Schultz 1985). Il se forme une couche de produit d'environ 15 mm d'épaisseur qui se déplace sur la face intérieure de la grille. Cette couche se compose d'un mélange de particules encore trop grosses pour traverser la grille, de particules moyennes et d'autres déjà assez fines. Les particules trop grosses sont les plus lourdes. Sous l'influence de la force centrifuge, elles tendent à se trouver en contact direct avec la grille et empêchent les particules plus fines de traverser les ouvertures pour quitter le compartiment de broyage. Les particules fines peuvent ainsi effectuer 50 à 100 tours successifs avant de trouver par hasard une ouverture de la grille. Schématiquement, le broyeur à marteaux, tel qu'il est utilisé couramment, est un broyeur-tamiseur qui, de par son principe de fonctionnement, génère toujours - quoiqu'en proportion variable - des particules fines résultant en majeure partie de l'abrasion et des particules plus grossières résultant de l'impact.

Un travail plus précis au plan granulométrique suppose donc de séparer les deux fonctions de fragmentation et de séparation en couplant un broyeur « pur » avec un séparateur : l'ajustement granulométrique est alors réalisé à l'aide des paramètres propres à chacun des deux appareils. Les fractions jugées trop grossières peuvent être recyclées sur le broyeur. Un pis-aller consiste à utiliser une grille à ouvertures de grandes dimensions qui minimise la production de particules jugées « trop » fines et permet d'obtenir une distribution granulométrique plus homogène (Henderson et Bölöni 1966, Bölöni 1980).

Le temps de séjour moyen d'un produit à l'intérieur d'un broyeur à marteaux est de l'ordre de 3 secondes. Certaines particules ne séjournent que 0,5 seconde, d'autres au contraire sont retenues jusqu'à 7 secondes (Hnilica *et al* 1986). Un temps de séjour élevé est généralement indicateur d'un recyclage élevé dans la cage du broyeur : la proportion de grains broyée par abrasion est plus importante et se traduit par une finesse de particules et un échauffement accrus. L'élévation de température résultant de la fragmentation (Niedieck 1976), qui peut atteindre plusieurs centaines de degrés pendant des temps très courts (de l'ordre de la micro-seconde), est globalement de 7 à 18°C selon les conditions.

Les paramètres de commande de l'appareil sont bien connus (tableau 4). Les caractéristiques granulométriques de la farine obtenue (et le rendement du broyeur : débit horaire et énergie consommée spécifique) sont fonction essentiellement du diamètre des trous de la grille et de la vitesse de percussion des marteaux. Les particules de farine sont d'autant plus fines que les trous de la grille sont de petit diamètre (figure 10) et que la vitesse périphérique des marteaux, exprimée en m/s et non pas en tours par minute, est plus élevée (figure 8). Simultanément, la dispersion gra-

Figure 8. Influence de la vitesse des marteaux sur les caractéristiques granulométriques de maïs.

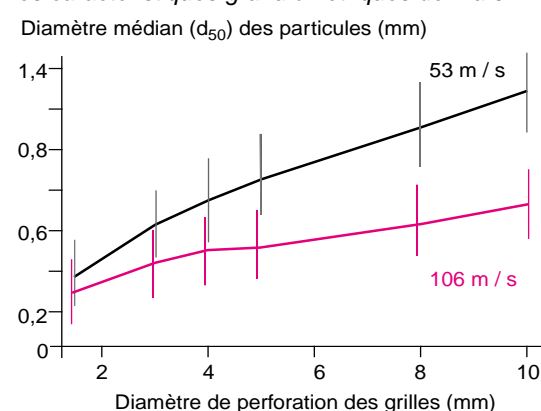
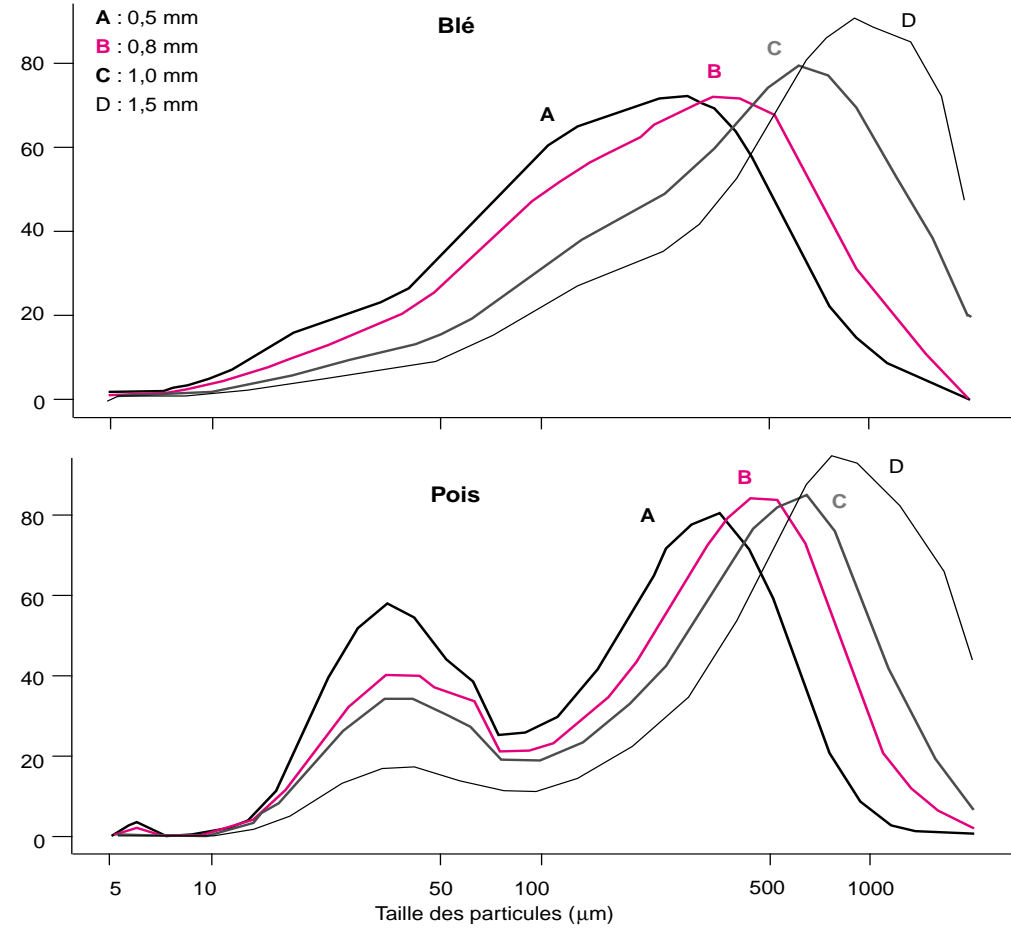


Tableau 4. Paramètres de commande du broyeur à marteau (origine : Tecaliman).

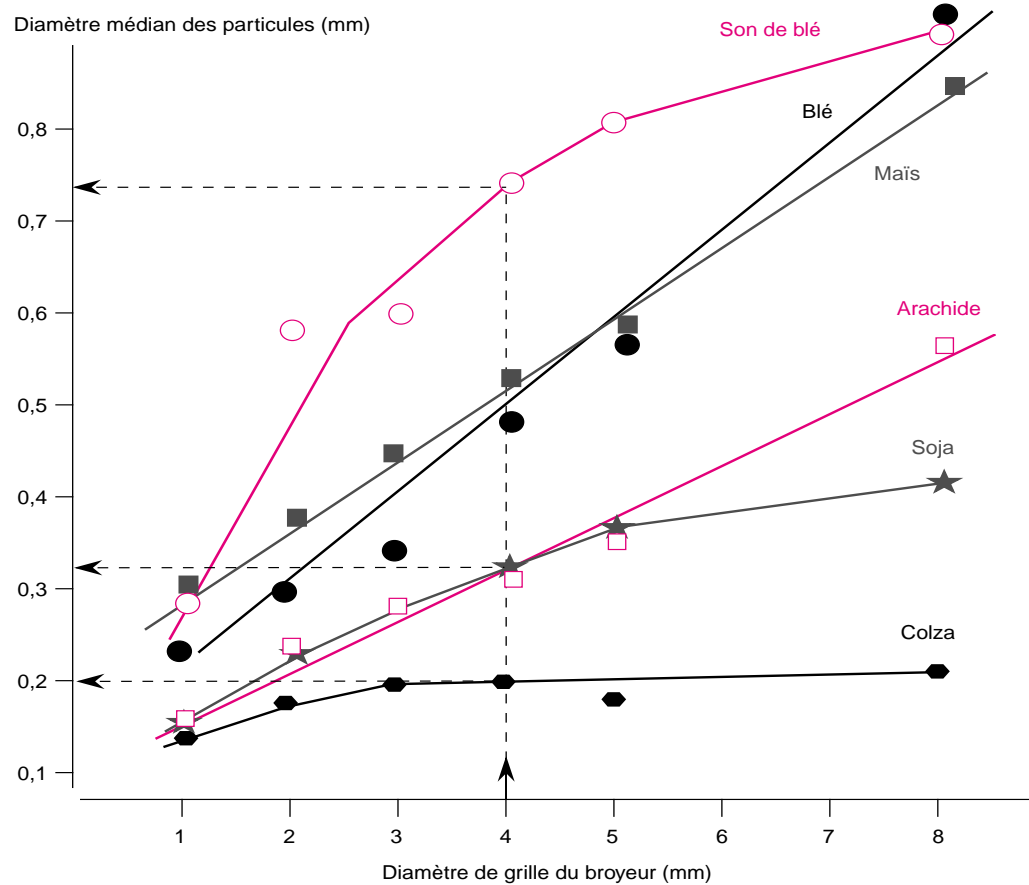
Paramètres	Sens de variation du paramètre	Rendement du broyeur	Taille des particules	
			moyenne	dispersion
Marteaux				
vitesse (90-110 m/s)	+	++	--	++
nombre (5 x 4 au mètre)	+	--	--	
épaisseur (3-8 cm)	+	--	0	
usure	+	++ à --	0 à --	++
distance marteaux-grilles (8 mm)	-	--	--	++
Aspiration (puissance)	+	++	++	--
Grille				
diamètre (2-8 mm)	+	++	++	--
surface ouverte (27-52%)	+	++	++	--
épaisseur (1-3 mm)	+	-	+	
usure	+	--	--	--

Figure 9. Influence de la grille de broyage (broyeur à marteaux) sur la forme des distributions granulométriques (Devaux et al 1998).



La granulométrie d'une farine dépend surtout du diamètre des trous de la grille et de la vitesse de percussion des marteaux.

Figure 10. Grilles de broyeur et caractéristiques granulométriques de farines obtenues à partir de différentes matières premières.



nulométrique et la forme de la courbe sont susceptibles d'être profondément modifiées (figure 9). Dans le cas d'une distribution bimodale en particulier, la valeur du mode principal et son importance tendent à diminuer avec des grilles de plus petite taille, alors que le mode secondaire voit son importance s'accroître, mais sa valeur rester constante (Devaux *et al* 1998). Cependant, en deçà d'une certaine vitesse, l'énergie communiquée au grain est insuffisante pour le fracturer et le fonctionnement du broyeur devient précaire (tableau 5).

*Par compression et cisaillement :
le broyeur à cylindres*

Le broyeur à cylindres agit à la fois par compression et, facultativement, par cisaillement. L'intensité des forces de compression est commandée par l'écartement de cylindres (et la dimension des cannelures) par rapport à la dimension du grain à broyer. Plus cet écartement est faible et plus les particules seront de petite taille (tableau 6). L'intensité du cisaillement est obtenue en agissant sur la différence de vitesse entre cylindres. Accroître la différence de vitesse entraîne un certain « nivellement » de l'hétérogénéité granulométrique pour un écartement donné (tableau 6). Le rapport de vitesse peut varier de 1 à 2,5.

Pour une matière première donnée, il y a donc possibilité d'agir de manière complémentaire, à la fois sur les paramètres de centrage et les paramètres de dispersion des distributions granulométriques.

c / Les matières premières : notion d'aptitude au broyage

La structure cellulaire des matières premières entrant dans la fabrication d'un ali-

ment composé varie essentiellement en fonction des organes végétaux d'origine et de la répartition des tissus au sein d'un même organe. Un organe végétal est assimilable à un matériau composite dont la résistance mécanique à la fragmentation varie considérablement et, parallèlement, le nombre et la distribution des micro-fissures et des défauts de la structure susceptibles de générer les zones de fracture. Une conséquence immédiate et bien connue est la variabilité de la « réponse » au broyage pour des matières premières différentes. Dans l'exemple de la figure 10, le diamètre médian d_{50} des particules varie dans un rapport de 1 à 4 selon la matière première testée pour une même grille (4 mm), toutes choses égales par ailleurs.

Il en résulte que la désignation de la grille de broyage est un paramètre de commande du processus, mais ne peut en aucun cas servir à quantifier la granulométrie de la farine qui en est issue.

De plus, le processus est influencé par l'eau contenue dans le matériau, même en faible proportion, par son action plastifiante et partiellement dissolvante. Au-delà de 3 %, un accroissement de teneur en eau se traduit par une réduction de la taille médiane des particules, par un accroissement de la dispersion granulométrique et par une modification de la forme de la distribution (Melcion *et al* 2000).

La notion d'aptitude à éclater sous l'impact peut s'évaluer à travers des tests de broyabilité simple, qui sont une manière d'évaluer le comportement rhéologique d'une matière première. Ces tests peuvent être :

■ « statiques » : la matière première est soumise à un broyage dans des conditions strictement définies, et la granulométrie mesurée par simple tamisage sur une toile de dimension donnée. La proportion de particules traversant le tamis est une expression de l'apti-

Tableau 5. « Faisabilité » de fonctionnement d'un broyeur à marteaux à variation de vitesse et caractéristiques granulométriques (diamètre médian d_{50} en μm et écart type géométrique) des farines obtenues (exemple d'un aliment pour porc : essais Tecaliman 1998). En rouge : zone de précarité de fonctionnement du broyeur.

Grille (mm)	2	3	4	5	6
Vitesse (t/min) ⁽¹⁾					
1000	nd		1462 (2,2)		nd
500		930 (2,2)		1728 (2,1)	
2000	474 (2,0)		870 (2,2)		1440 (2,2)
2500		676 (2,2)		980 (2,2)	
3000	nd		597 (2,2)		nd

⁽¹⁾ broyeur Stolz RM 114 identique pour tous les essais.

Tableau 6. Intensité de cisaillement lors d'un broyage par compression et caractéristiques granulométriques (d_{50} en μm et écart type) en fonction de l'écartement des cylindres. Essais sur maïs.

Ecartement des cylindres (mm)	0,1	0,5	1	2
Rapport de vitesse des cylindres ⁽¹⁾				
1 / 2,5	360 (2,2)	560 (2,1)	1300 (1,9)	2200 (1,6)
1 / 1,25	840 (3,1)	800 (2,2)	950 (2,0)	1900 (1,7)

⁽¹⁾ 11 cannelures par cm.

tude au broyage, notion qui se rapproche de celle de « dureté » pour les blés ;

■ « dynamiques » : le broyage est décomposé en suite d'événements unitaires chaînés (broyage dit « Markovien ») dont on déduit la probabilité pour une particule donnée de donner naissance directement à des particules très fines ou au contraire à des particules de taille intermédiaire en fonction du temps. La matrice des probabilités devient une expression de l'aptitude au broyage (Guibert *et al* 1998).

3.2 / Par séparation

La séparation est une autre façon de maîtriser la granulométrie, étroitement complémentaire du broyage. Les méthodes de séparation par classement utilisées pour l'analyse granulométrique peuvent être transposées au niveau préparatif : tamisage, criblage, élutriation, cyclonage, sédimentation. Les variables propres au produit sont bien entendu les dimensions des particules broyées, mais aussi leur forme et leur masse volumique.

Le classement est habituellement réalisé par tamisage, ou par séparation dans un fluide gazeux. Dans le classement par tamisage, le produit est admis sur une surface possédant des orifices de dimensions connues. On définit une allure de tamisage qui dépend de la probabilité pour une particule plus petite que l'orifice de se trouver devant cet orifice. Cette probabilité dépend de la fraction de particules fines dans le produit. Elle est inversement proportionnelle à la surface de tamisage. Si l'optimum n'est pas atteint, les fractions obtenues ont plus de chances d'être « polluées », la fraction la plus fine contiendra des particules grossières et vice-versa.

a / Notion d'acuité de séparation granulométrique

En pratique, les deux distributions granulométriques obtenues à partir de la distribution-mère ne sont jamais pures : il existe toujours une zone de recouvrement liée au fait que les populations séparées ne sont pas strictement mono-dimensionnelles.

La représentation la plus significative de la qualité d'une séparation est donnée par la courbe de partage, encore appelée courbe de Tromp (Tromp 1937). C'est la courbe qui rend compte de la variation du degré de partage en fonction de la grosseur du grain. Elle est

construite à partir des pourcentages en masse des tranches granulométriques communes au refus et au passant. Tracée en coordonnées log-normale, cette courbe permet d'exprimer une maille effective de coupure, représentée par le diamètre médian d_{50} en μm , et une acuité de séparation, représentée par la pente, encore appelée coefficient d'imperfection. Plus cette pente se rapproche de la verticale, meilleur est le résultat. En général, la maille effective de coupure n'est pas égale à la maille nominale qui a été utilisée sur le séparateur.

Plusieurs types de déviation du travail du séparateur peuvent être déduits de ces deux critères : effet de court-circuit dû aux fines particules qui sont entraînées avec le flux des plus grossières, broyage ou abrasion sur les toiles de tamis, réagglomération éventuelles des particules fines. Dans l'exemple du tableau 7 (Maaroufi *et al* 1998) portant sur une farine de pois, l'acuité de séparation varie de 1,1 à 1,18. Les valeurs plus élevées obtenues pour deux classes intermédiaires F0,5 and F1,52 révèlent une moindre « pureté » granulométrique. Les valeurs des points de coupure effectifs sont parfois éloignées des dimensions réelles de tamis qui ont été utilisées pour la séparation. Ceci peut signifier des contaminations possibles d'une fraction par une autre.

b / Granulométrie et fractionnement d'une matière première

La combinaison broyage / séparation induit des variations importantes de la composition des classes de taille dues à une séparation plus ou moins poussée des constituants des organes végétaux. Sous l'impact, un matériau biologique se fragmente selon des lignes de fracture qui dépendent des tissus et de leur comportement mécanique. Si un tissu donné s'identifie à une différence systématique de taille ou de masse volumique, le classement devient alors une méthode de préparation de nouvelles matières premières à partir d'une matière première mère. Le principe est d'usage courant en meunerie. Il a été proposé en alimentation animale pour l'orge et le maïs (Hansen et Henderson 1966) et est actuellement utilisé en Allemagne et en Grande Bretagne (Riou, comm. pers.). Dans l'exemple du tableau 8 (Maaroufi *et al* 1998) sur la graine de pois, on peut émettre l'hypothèse que les différents tissus de la graine,

La turboséparation utilise les différences de taille et de masse des particules ; elle permet de fractionner la graine en ses différents constituants.

Tableau 7. Exemple d'évaluation de la qualité d'une séparation (classement par tamisage continu) (Maaroufi *et al* 1998).

Dimensions de coupure ⁽¹⁾ (mm)	2,5	1,94	1,52	1,04	0,76
d_{50} des fractions (mm)	1,87	1,33	0,93	0,64	
Point de coupure (mm)	2,05	1,4	0,98	0,69	0,5
Acuité de la séparation ⁽²⁾	1,16	1,14	1,18	1,16	1,12

⁽¹⁾ c'est-à-dire maille de tamis utilisée pour la séparation

⁽²⁾ l'acuité est égale à 1,0 pour une séparation parfaite.

Tableau 8. Variation de composition selon les tranches granulométriques (% MS) (Maaroufi et al 1998).

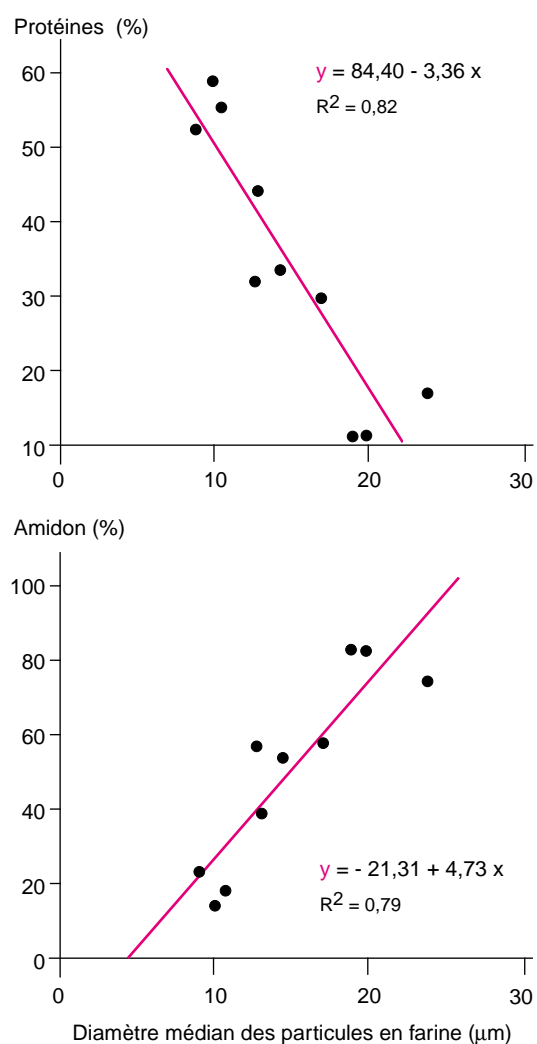
	Farine initiale	Limites de mailles (mm) pour la fraction considérée								
		2, 50-3,15	1,94-2,50	1,52-1,94	1,04-1,52	0,76-1,04	0,50-0,76	0,23-0,50	0,12-0,23	< 0,12
Farine de pois										
protéines brutes (N x 6,25)	23,7	22,1	21,8	22,4	21,9	24,2	25,2	25,5	25,7	22,5
fibres brutes (Weende)	5,5	9,1	9,4	9,5	11,8	4,6	3,7	2,7	1,7	0,9
amidon (Ewers)	52,7	51,2	49,4	49,8	47,9	53,5	55,2	55,1	55,4	62,2
Tourteau de colza										
protéines brutes (N x 6,25)	37,8	38,8	39	38,1	39,1	36,2	34,7	39,7	43,3	43
fibres brutes (Weende)	9,4	9,5	11,7	10,4	10,3	11,4	12	8,3	8	8,1

principalement le tégument (la coque) et l'albumen (l'amande), sont soumis à des « lois » de broyage différentes : l'élasticité plus élevée des coques les rend plus résistantes à l'action du broyeur. Les téguments s'accumulent dans les fractions grossières à intermédiaires (F1,94 à F1,04) qui sont enrichies en cellulose par rapport à la graine de départ. Les fractions les plus fines sont enrichies en particules d'amande conduisant à l'existence d'au moins deux sous-populations de particules : l'une enrichie

en protéines dans les fractions intermédiaire à fine (F0,76 à F0,12), l'autre (le tamisat) contenant essentiellement des grains d'amidon.

Dans la même optique de fractionnement, la turboséparation permet de fractionner la graine en ses principaux constituants. Elle est fondée sur la différence de taille et de masse existant entre les granules d'amidon et les corps protéiques. Les protéagineux se prêtent bien à cette opération en raison de la taille relativement élevée de leurs granules d'amidon (17-40 µm).

Figure 11. Exemple de relations entre la taille des particules de fractions turboséparées de pois et leurs teneurs en protéines ou en amidon (Van der Burgt 1992).



La turboséparation consiste en un broyage ultra-fin (3 à 50 µm) de la graine, éventuellement décortiquée, suivi d'une séparation centrifuge par air (Prem et Piat 1977). Les particules riches en amidon, plus lourdes et de taille élevée sont séparées des particules protéiques, de taille plus faible (figure 11 : Van der Burgt 1992). La vitesse de l'air permet de définir un seuil de coupure granulométrique entre particules fines et grossières. Le décorticage préalable permet d'éviter la contamination de la fraction la plus dense par des composants cellulosiques du tégument. Le degré d'enrichissement en protéines ou en amidon de chacune des fractions est inversement proportionnel à la quantité recueillie et en étroite corrélation avec la finesse de broyage et le niveau de coupure granulométrique (Cloutt et al 1986). Avec les légumineuses, l'acide phytique ainsi que les inhibiteurs trypsiques et les alpha-galactosides sont associés à la fraction protéique qui peut contenir de 50 à 70 % de protéines brutes (Sosulski 1983). Un exemple de composition est donné dans le tableau 9.

Tableau 9. Exemple de caractéristiques biochimiques de fractions de pois turboséparées (Van der Burgt 1992).

	Taille médiane des particules (µm)	Protéines brutes (% MS)	Fibres brutes (% MS)	Amidon (% MS)
Farine après décorticage	20	26,3	2	54,7
Fraction fine (protéique)	12	53,9	2,4	10,4
Fraction grossière (amylacée)	26	10,9	0,6	77,7

Conclusion

Des outils précis sont disponibles pour mesurer les caractéristiques granulométriques d'une farine et la qualité du travail d'un broyeur ou d'un séparateur. La mesure granulométrique peut aussi s'effectuer en ligne et permettre ainsi d'asservir plus efficacement le broyeur aux caractéristiques demandées du produit.

Cependant, l'interprétation des données granulométriques est complexe. Elle comporte une certaine part d'arbitraire qui tient à l'emploi de la notion de diamètre équivalent, lié à la technique utilisée, et aux méthodes d'ajustement. Ces dernières sont des adaptations de distributions observées sur des distributions théoriques et ne permettent pas toujours de représenter la complexité des matériaux manipulés.

Les critères granulométriques disponibles sont multiples, mais ils sont complémentaires et ne se recoupent qu'en partie. Ne pas les exploiter et simplifier hâtivement de prime abord en ne retenant qu'un critère de tendance centrale (« le » d_{50}) conduit à passer à côté de phénomènes qui ne sont pas détectés, et qui, potentiellement peuvent avoir des conséquences aux plans technologiques ou nutritionnels. Des méthodes de comparaison plus globales des distributions comme l'analyse factorielle des correspondances sont sans doute à rechercher.

La granulométrie ne constitue qu'un aspect de la caractérisation d'un milieu divisé.

D'autres caractéristiques sont ou seraient complémentaires en liaison avec l'utilisation par les animaux : c'est le cas de l'aire massique, de la porosité, de la masse volumique, mais on peut penser potentiellement par exemple à la rugosité, à l'angularité liée à la morphologie des particules.

Enfin, en matière de granulométrie, les technologues ont des contraintes propres liées à l'efficacité des opérations de broyage / séparation (consommation d'énergie, débit horaire) mais aussi aux procédés en aval, comme l'homogénéisation et l'agglomération. Cependant, ils disposent d'outils puissants et pourtant très souples qui peuvent leur permettre d'adapter - grâce à un dialogue permanent avec les nutritionnistes - les appareils aux matières premières pour obtenir des caractéristiques granulométriques définies, en fonction des contraintes nutritionnelles ou comportementales demandées.

Remerciements

Une partie des résultats présentés a été obtenue avec l'aide :

- du GIE Euretec II associant des industriels de l'alimentation animale (Ets Arrivé, CCPA, Guyomar'h Nutrition Animale, Sanders, UCANOR, UNICOPA) et des organisations des filières végétales (CETIOM, ITCF, ONIDOL, SOFIPROTEOL, UNIP) dans le cadre du projet Eureka-Europrotéins (EU623) avec un financement du Ministère français de la Recherche ;

- de la SIDO, de Tecaliman et de la Région Pays de la Loire dans le cadre d'un programme intitulé « Valorisation des oléoprotéagineux dans les Pays de la Loire ».

Références

- Afnor, 199087. Recueil des normes françaises. : Granulométrie : tamis, tamisage et autres méthodes d'analyse granulométrique (2^e éd.). AFNOR, Paris, 567 483 p.
- Allen T., 1988. Granulométrie. Tech. de l'Ingénieur, P 1040, 26 p.
- Allen T., Davies R., 1988. Overview of modern aspects of particle size analysis. Current Awareness in Particle Technol., 21, 15 p.
- ASAE Recommendation 246.1, 1971. Method of determining modulus of uniformity and modulus of fineness of ground feed. Agric. Eng. Yearbook, ASAE ed., St-Joseph, Michigan (USA).
- Baudet G., Jourdan MF., Roma JP., 1988. Analyse granulométrique des poudres. Comparaison de résultats obtenus par différentes méthodes. Spectra 2000, 16, 37-47.
- Böloni L., 1980. Theorie, Technik und Anwendung von Hammermühlen in der Futtermittel industrie. Aufbereitungs-Technik, 21, 245-252.
- Brunauer S., Emmett PH., Teller E., 1938. The adsorption of gases in multimolecular layers. J. Am. Chem. Soc., 60, 39.
- Buré J., 1965. Appréciation des caractères physiques dans les industries des céréales. In : Mise au point de chimie analytique, 50-140. Masson, Paris.
- Clouff P., Walker AF., Pike DJ., 1986. Air classification of flours of three legume species: effect of starch granule size distribution. J. Sci. Food Agric., 37, 173-184.
- Collin A., 1996. Contrôle du broyage par contrôle granulométrique en ligne. In : Procédés de Broyage, Récents Progrès en Génie des Procédés, 45, 117-124.
- Coulter WH., 1956. Medical electronics. National electronics Conf., Chicago, Ill, 1034-1042.
- David L., 1985. Alimentation animale. Usine : conduite et entretien (sauf presses). L. David éd., La Jarrie (France), 80 p.
- Delort-Laval J., Melcion J-P., 1981. Méthodes objectives d'appréciation des caractéristiques physiques des aliments composés. In : Prévision de la valeur nutritive des aliments des ruminants, 307-323. INRA, Paris.
- Devaux M-F., Robert P., Melcion J-P., Le Deschault de Monredon F., 1997. Particle size analysis of bulk powders using mathematical morphology. Powder Technol., 90, 141-147.
- Devaux M-F., Patard G., Melcion J-P., 1998. Multi-dimensional analysis for the interpretation of particle size distribution of ground material used in feed industry. 7th European Symposium on Particle Characterisation, Nürnberg, Germany, 1005-1014.

- Devaux M-F., Le Deschault de Monredon F., Novales B., Melcion J-P., 2000. Caractérisation de la taille et de la forme des particules. In : J.P. Melcion et J.L. Ilari (eds) , Technologie des pulvérulents dans les industries agricoles et alimentaires. Tec & Doc, Paris, sous presse.
- Donelson DH., Yamazaki WT., 1972. Soft wheat flour particle size analysis by integrated sieve and Coulter counter procedures. *Cereal Chem.*, 49, 641-648.
- Flicoteaux C., Maendelbaum HG., 1975. La détermination de la texture des solides : porosité et surface. *Spectra* 2000, 15.
- Giessler H., Dammert S., 1973. Zur Siebeanalyse von Mischfuttermitteln. *Landwirtschaftlichen Forsch.*, 27, 48-54.
- Guibert D., Bertrand D., Melcion J-P., 1998. Description of the grinding behaviour of pea seeds as a markovian process. 3rd Eur. Conf. on Grain Legumes, Valladolid (Spain), 12-14th nov., 450-451.
- Guillaume S., Novales B., Devaux M-F., Abecassis J., 1996. Caractérisation de produits granulaires : l'apport de l'analyse d'image pour la mouture du blé. In : Procédés de Broyage, Récents progrès en Génie des Procédés, 45, 81-86.
- Hansen RC., Henderson SM., 1966. Agricultural grain comminution: sizing critique and nutritive analysis. *Trans. ASAE*, 9, 818-823.
- Henderson SM., Bölöni I., 1966. Closed circuit grinding in agricultural products. *J. Agric. Engng Res.*, 11, 248-254.
- Hnilica P., Thyn J., Pechlak B., 1986. Analysis of hammer mill response to impulse inlet of radioactive tracer. *Powder Technol.*, 45, 183-190.
- Le Deschault de Monredon F., Le Meignen F., Guillon F., 1997. Mesure granulométrique des fibres alimentaires par tamisage sous courant d'eau. *Sci. des Aliments*, 17, 253-269.
- Lowell S., 1979. Introduction to powder surface area. J. Wiley & Sons, New-York (USA), 199 p.
- Maaroufi C., Melcion J-P., Le Deschault de Monredon F., Giboulot B., Guibert D., Chapoutot P., Giger-Reverdin S., Sauvant D., Le Guen M-P., 1998. Grinding classification of pea seeds. 3rd European Conference on Grain Legumes, Valladolid (Spain), 14-19 nov., 448-449.
- Melcion J-P., Riou Y., 1997. Physical measurements applied to on line quality control in feed manufacturing. *Int. Agrophysics*, 11, 237-243.
- Melcion J-P., Laskowski J., Lysiak G., Bertrand D., Dziki D., Abecassis J., 2000. Incidence de l'hydratation sur les propriétés mécaniques des grains et graines (blé et pois), et leur aptitude au fractionnement. *Compte-rendu Programme Polonium n° 98217*, 35 p.
- Niedieck EA., 1976. Problèmes de broyage, mélange, agglomération avec exemples en sucrerie, confiserie et chocolaterie. *Cahiers de l'ENSBANA*, 0, 5-20.
- Novales B., Guillaume S., Devaux M-F., Chaurand M., 1998. Particle size characterization of in-flow milling products by video image analysis using global features. *J. Sci. Food Agric.*, 78, 187-195.
- Pfost HB., Headley V., 1976. Methods of determining and expressing particle size. *Feed Manuf. Technol.*, AFMA ed., Arlington Va (USA), 512-519.
- Prem H., Piat MA., 1977. Techniques de broyage et de sélection. *Documentation Alpine. Informations Chimie n°172*, déc.
- Rivière A., 1977. Méthodes granulométriques : techniques et interprétations. Masson, Paris, 170 p.
- Rouquerol F., 1968. Texture des solides poreux et divisés. *Tech. Ingénieur*, P 3645, 1-14.
- Schultz R., 1985. Il faut séparer broyage et tamisage. *Revue de l'Alim. Animale*, 384, 29-32.
- Sosulski X., 1983. Legume protein concentration by air classification. In : B.J.F. Hudson (ed), *Developments in food proteins*. Vol 2, 173-213. Applied Sci. Publ., London New-York.
- Tromp KF., 1937. Neue Wege für die Beurteilung des Afbereitungs von Steinkohlen. *Glücklauf*, 11, 125-131, 151-156.
- Van der Burgt, 1992. Air classification of grain legumes. *Mémoire fin d'étude Ecole d'Agriculture du KNBTB, 's-Hertogenbosch (NL)*, 66 p.
- Vivier H., Marcant B., Pons M-N., 1994. Morphological shape characterization: application to oxalate crystals. *Part. Part. Syst. Charact.*, 11, 150-155.
- Ward AB., Shellenberger JA., Wetzel DL., 1979. Teilchengröße und Teilchengrößen-Verteilung von Weizenproben, die mit verschiedenen Labormöhlen zerkleinert worden sind. *Die Mühle*, 116, 28-29.

Abstract

Feed particle distribution : measurement techniques and applications

Particle size analysis is the study of the size distribution of the particles of a powdery material. This fundamental characteristic has close relationships with key-processes such as grinding, fractionation and mixing. In addition, size distribution is related to feeding behaviour and digestion of the feed particles by animals.

Since the particles have irregular shapes, size measurement is defined as the diameter of the theoretical sphere whose behaviour is similar to that of the real particle. Such a sphere is called « equivalent sphere ». The distribution is then fitted to theoretical laws. The fineness of the meal is described by the median diame-

ter or the mean diameter and the heterogeneity of the distribution by the span or the standard deviation.

Among the main techniques commonly used are sieving (in dry or wet conditions), laser light diffraction and imaging. These last two techniques are non invasive and fast techniques which can be used on-line.

Particle size measurement depends on the texture and moisture of the granular raw materials which have to be ground. It can be controlled by grinding or fractionation parameters in order to adjust the average size and heterogeneity to nutritional purposes.

MELCION J.-P., 2000. La granulométrie de l'aliment : principe, mesure et obtention. *INRA Prod. Anim.*, 13, 81-97.